

Ministère de L'enseignement Supérieur et a Recherche Scientifique

وزارة التعليم العالي والبحث العلمي

Badji Mokhtar Annaba University
Université Badji Mokhtar – Annaba
Faculté de Technologie
Département de Métallurgie



جامعة باجي مختار عنابة
كلية التكنولوجيا
قسم التعدين

Thèse

Présentée pour obtenir le diplôme de

Doctorat

Spécialité : Mise en forme des Matériaux Métalliques

Par

BERRAIS Abderrahmane

Thème :

Etude de l'endommagement par usure d'un outil d'extrusion à chaud d'alliage d'aluminium en acier H13

Thèse soutenue le 17/04/2024 devant le jury composé de :

N°	Nom et prénom	Grade	Etablissement	Qualité
01	MEBAREK Abdelmalek	Professeur	Université Badji Mokhtar-Annaba	Président
02	BOUDEBANE Azzedine	MCA	Université Badji Mokhtar-Annaba	Directeur de thèse
03	LABAIZ Mohamed	Professeur	Université Badji Mokhtar-Annaba	Co-Directeur de thèse
04	KHALFAOUI Youcef	Professeur	Université de Béjaïa	Examineur
05	MERAKEB Noureddine	Professeur	Université Badji Mokhtar-Annaba	Examineur
06	ZIDANI Mosbah	Professeur	Université Batna 2	Examineur

Remerciements

Je tiens à remercier Monsieur A. MEBAREK, Professeur à l'Université Badji Mokhtar de Annaba, pour l'honneur qu'il nous fait de présider le Jury de soutenance.

Je tiens à remercier du fond du cœur Monsieur A. BOUDEBANE, Maitre de conférences à l'université Badji Mokhtar de Annaba, directeur de cette thèse, pour son encadrement, ses orientations, ses recommandations, ses conseils, ses compétences techniques transmises lors de la conception et la mise en œuvre du banc d'essais, ses soutiens et sa disponibilité du début jusqu'à la fin.

Je tiens à remercier du fond du cœur Monsieur M. LABAIZ, Professeur de L'Université Badji Mokhtar de Annaba, Co-directeur de thèse, pour son encadrement, ses conseils, ses orientations et sa disponibilité du début jusqu'à la fin.

Je tiens à remercier Monsieur KHALFAOUI Youcef, Professeur de l'Université de Béjaïa, pour avoir accepté d'examiner ce travail et de faire le déplacement pour participer au Jury.

Je tiens à remercier Monsieur MERAKEB Nouredine, Professeur de l'Université Badji Mokhtar de Annaba, mon ancien directeur de thèse de master, pour avoir accepté d'examiner ce travail et participer au jury.

J'adresse mes vifs remerciements à Monsieur ZIDANI Mosbah, Professeur de l'Université de Batna 2, pour avoir accepté d'examiner ce travail et de faire le déplacement pour participer au Jury.

J'adresse une pensée remplie de ma gratitude au défunt Monsieur A. IOST, Professeur émérite au laboratoire MSMP, de l'Ecole Nationale Supérieures d'Arts et Métiers, Lille-France, de m'avoir accueilli dans son laboratoire.

J'adresse ma gratitude à Monsieur Alex MONTAGNE, ancien Maitre des conférences au niveau du laboratoires MSMP, de l'Ecole Nationale Supérieure d'Arts et Métiers, Lille-France, de m'avoir accueilli dans son laboratoire, permis de réaliser les essais de dureté par nanoindentation, de profilométrie 3D et d'avoir aidé à la révision de l'article.

J'adresse ma gratitude à Monsieur Thierry COOREVITS, Maitre de conférences, au niveau du laboratoires MSMP, de l'Ecole Nationale Supérieure d'Arts et Métiers, Lille-France, de m'avoir initié aux techniques de météorologie et recommandé l'utilisation du logiciel Montains Map 7 pour les traitements des données de profilométrie 3D.

Je tiens à remercier monsieur Ali OURDJINI, Professeur, de l'université d'Ottawa-Canada d'avoir aidé à la révision et la traduction de l'article.

J'adresse mes remerciements au Président du comité de formation doctorale Monsieur A. LEMMOUI ainsi que l'ensemble des membres de ce conseil pour leur orientations et recommandations.

J'adresse ma gratitude à Monsieur M.Z. TOUHAMI, professeur et chef de département de métallurgie de l'Université Badji Mokhtar Annaba, de m'avoir facilité l'accès à tous les

Remerciements

équipements du département et m'avoir fourni l'échantillonnage nécessaire pour l'accomplissement de ma thèse.

Je tiens à remercier S. LAMARI, Technicienne de laboratoire au niveau du département de métallurgie de l'université Badji Mokhtar Annaba, pour son aide dans la préparation des échantillons, sa disponibilité et son dynamisme.

Je tiens à remercier Madame S. LEMBOUB Maître de conférences à l'Ecole Nationale Supérieure de Technologie et d'Ingénierie, ENSTI ex ENSMMA, pour son aide et son accompagnement pour la réalisation des essais au niveau de l'école et son aide pour la révision du manuscrit.

Je tiens à remercier très particulièrement madame H. ZEDDOURI ingénieur en chef des laboratoires de l'Ecole Nationale Supérieure de Technologie et d'Ingénierie ENSTI ex ENSMMA, ainsi que tout le reste du personnel des laboratoires M. METIRI, H. BRAHMIA... etc., pour leur aide, leur soutien, leur assiduité et leur professionnalisme, dans les réalisations de tous mes travaux (MEB, EDS, Profilomètre 3D, préparation des échantillons, traitements thermiques des échantillons...etc.).

Je tiens à remercier Monsieur M. ZAHZOUH ancien directeur du Laboratoire de Métallurgie et Génie des Matériaux de l'Université Badji Mokhtar Annaba, de m'avoir autorisé à faire les travaux de traitements thermiques sous vide dans son laboratoire.

Je tiens aussi à remercier Messieurs les Professeurs de l'Université Badji Mokhtar Annaba, A. KHETTACHE et M. BECCOUCHE, de m'avoir autorisé à préparer les échantillons pour les essais de dureté par Nanoindentation dans le Laboratoire de Métallurgie Physique de l'Université Badji Mokhtar Annaba.

J'adresse mes remerciements à Monsieur L. ATTOUI, Professeur de l'Université Badji Mokhtar Annaba, à Monsieur MERADI, ancien directeur de l'Unité de Recherche en Matériaux Avancés (URMA), du Centre de Recherche en Technologies Industrielles (CRTI), et à l'ensemble du personnel de cette unité, de m'avoir permis de faire toutes les analyses de diffractions des rayons X de cette thèse

Je tiens à remercier très particulièrement monsieur K. OUDDADA chef de service extrusion au niveau de l'Usine Algal+ de M'Sila de m'avoir bien expliqué le procédé, faciliter l'accès aux différents ateliers de l'usine, m'avoir fourni l'échantillonnage nécessaire et réalisé le traitement de nitruration gazeuse au niveau du four de l'usine. Sans oublier de remercier très particulièrement le personnel administratif et le directeur de l'usine.

Je remercie Monsieur M.C. AZZOUZ, tourneur, d'avoir contribué à la mise en œuvre de plusieurs parties mécaniques spécifiques du banc d'essai. Et monsieur M. AZZOUZ, Ingénieur automaticien de m'avoir aidé dans la mise en œuvre du système de régulation de température

Je tiens à remercier du fond du cœur mes parents et mes frères, de m'avoir soutenu, épauler, supporter et encourager, dans les moments difficiles, du début jusqu'à la fin.

Enfin j'exprime mes profonds remerciements à ma femme et ma fille de m'avoir supporté, soutenu et encourager dans toute cette période.

Résumé

L'objectif principal de ce travail, est de concevoir au sein de notre laboratoire un banc d'essai capable de simuler les conditions de travail sévères d'un procédé d'extrusion à chaud des alliages d'aluminium, pour étudier et caractériser les phénomènes et mécanismes d'usure prématurés des outils (filières) ; utilisés dans ce procédé afin d'améliorer leur durée de vie. Ce banc d'essai nous a permis d'étudier dans un premier temps l'usure par glissement à chaud des pions en acier H13, après trempe, revenu et traitement thermochimique de nitruration. La nitruration gazeuse a été réalisée en usine à la température de 570°C pendant 5,5h. Les pions qui représentent les filières d'extrusion glissent contre des disques en AA 6063 qui représentent le produit en aluminium extrudé. En respectant les paramètres opératoires de l'usine à savoir : une température de test de 550°C ± 1.3°C, une vitesse de glissement de 0.5 m/s et une charge normale de 10 N (soit une pression de contact de 0.127 MPa). Le banc d'essais nous a permis dans un second temps d'étudier l'usure par glissement de ses mêmes pions, ayant subis un traitement thermochimique de boruration en caisse selon deux régimes différents (800°C/4h et 900°C/6h) au niveau de notre laboratoire, pour essayer d'améliorer leur tenu à l'usure. Les paramètres opératoires des essais d'usure des pions borurés, sont ceux des pions en acier H13 nitruré. Tous les essais d'usure à chaud ont été réalisés avec des distances de glissement allant de 1800 jusqu'à 5400 m, pour simuler les grandes cadences de production de profilés d'aluminium à l'échelle industrielle.

L'évolution en profil des duretés après traitements thermiques et thermochimiques a été caractérisée par la technique de nanoindentation.

Les échantillons avant et après usure à chaud ont été caractérisés par microscopie électronique à balayage, équipée d'une spectroscopie de rayons X à dispersion d'énergie. Ils ont aussi été caractérisés par diffraction des rayons X. Ces résultats ont permis d'identifier l'apparition du phénomène de graphitisation secondaire après un test de glissement à chaud sur une distance de 3600 m. Le phénomène de coalescence des carbures du type $M_{23}C_6$ a été observé sur les pions en acier H13 nitruré après 5400 m.

L'usure et la perte de matière a été quantifiée par mesure de poids avant et après essais d'usure à chaud, convertie ensuite en perte de volume (ASTM G99), pour pouvoir déterminer le taux d'usure spécifique.

Après analyses MEB et EDS, on a constaté que les échantillons borurés à 800°C/4h présentent de meilleures performances de résistance à l'usure et à l'oxydation, même après un test de 5400 m. Malgré la déformation plastique des couches en sous surface. Ceci, au détriment des pions borurés à 900°C/h, qui présentent des fissurations et des détachements de particules grossières issues de l'épaisse couche fragile de FeB ; qui s'est formé en surface.

Enfin, la profilométrie 3D associée aux paramètres de surface et de volume de la norme ISO-25178-2 ont été utilisés pour étudier l'évolution des états de surface des pions en acier H13 en fonction de la distance de glissement. Ce qui nous a permis d'identifier les seuils critiques d'usure, nécessaires pour la maintenance où le remplacement des outils de mise en forme usés (filières), pour améliorer la productivité du procédé industriel.

Mots Clés : Acier H13, nitruration, boruration, usure à chaud, alliage d'aluminium, extrusion

Abstract

The main objective of this work is to design in our laboratory, a test bench capable of simulating the severe working conditions of a hot aluminium extrusion process. Aiming to study and characterize the phenomena and mechanisms of premature wear of the tools (dies) used in this process. To subsequently improve their longevity. This test bench allowed us to first study the hot sliding wear between quenched, tempered and nitrided H13 steel pins. Thermochemical gas nitriding treatment was carried out in the factory at 570°C for 5.5 h. The pin which represents the extrusion dies slide against AA 6063 discs which represent the extruded aluminum product or extrudate. Respecting the factory operating parameters, namely: a test temperature of 550 °C ± 1.3°C, a sliding speed of 0.5 m/s and a normal load of 10 N (i.e.: a contact pressure of 0.127 MPa). The test bench allowed us secondly to study the hot sliding wear of the same pins, which have been treated by two different regimes of thermochemical case boriding treatments (800°C/4h and 900°C/6h) in our laboratory, to try to improve their wear resistance. The operating parameters of the wear tests of borided pins are those of the nitrided H13 steel pins. All hot wear tests were carried out with sliding distances ranging from 1800 to 5400 m, to simulate the high production rates of aluminum profiles on an industrial scale.

The evolution in hardness profile after heat treatments and thermochemical treatments was characterized by the nanoindentation technique.

The specimens before and after hot wear testing, were characterized by scanning electron microscopy, equipped with energy dispersive X-ray spectroscopy. They were also characterized by X-ray diffraction. The results helped to identify the occurrence of the secondary graphitization phenomenon after 3600 m of hot wear testing. The phenomenon of coalescence of $M_{23}C_6$ carbides was observed on gas nitrided H13 steel pins after 5400 m.

Wear and loss of material was quantified by weighing pins before and after hot wear tests, then converted into loss of volume (ASTM G99), to be able to determine the specific wear rate.

After SEM and EDS analyses, it was found that the samples borided at 800°C/4h had better wear and oxidation resistance performance, even after 5400 m of testing. Despite the plastic deformation of the subsurface layers. In contrary of the pins borided at 900°C/h, which exhibit cracking and detachment of coarse particles from the thick fragile layer of FeB; which formed on outer surface.

Finally, 3D profilometry associated with the surface and volume parameters of the ISO-25178-2 standard were used to study the evolution of the surface states of the H13 steel pins as function of the sliding distance. This allowed us to identify the critical wear thresholds, necessary for maintenance or replacement of the worn forming tools (dies), to improve the productivity of the industrial process.

Mots Clés : H13 Steel, nitriding, boriding, High temperature wear, aluminium alloy, extrusion

ملخص

الهدف الرئيسي من هذا العمل هو تصميم مقعد اختبار داخل مخبرنا قادر على محاكاة ظروف العمل القاسية لعملية البثق الساخن لسبائك الألمنيوم، يهدف الى دراسة وتوصيف ظواهر وآليات التآكل المبكر للأدوات (القوالب) المستخدمة في هذه العملية. من اجل محاولة تحسين طول عمر هذه الأدوات لاحقاً. سمح لنا مقعد الاختبار هذا اولاً بدراسة التآكل عن الانزلاق الساخن بين مسامير فولاذية من صنف 13H ، المعالجة حرارياً وكيميوجارياً عن طريق النيتريد. تمت عملية المعالجة كيميوجارياً عن طريق النيتريد الغازية على مستوى المصنع عند درجة حرارة 570 درجة مئوية لمدة 5 ساعات ونصف. ينزلق الدبوس الذي يمثل قوالب البثق مقابل أقرص AA 6063 التي تمثل منتج الألومنيوم المبتوق. مع مراعاة اعدادات تشغيل مأخوذة مباشرة من المصنع، والتي تتمثل في: درجة حرارة 550 ± 1.3 درجة مئوية، سرعة انزلاق تقدر ب 0.5 م/سا وحمل عمودي يقدر ب 10 نيوتن (ما يعادل ضغط تلامس 0.127 ميغا باسكال). سمح لنا مقعد الاختبار ثانياً بدراسة التآكل المنزلق لنفس المسامير والتي تمت معالجتها بواسطة طريقتين مختلفتين من المعالجة الكيميائية بطريقة البودر بورينغ في الصندوق (800 درجة مئوية/4 ساعات و 900 درجة مئوية/6 ساعات)؛ في مختبرنا لمحاولة تحسين مقاومتها للتآكل. مع مراعاة نفس اعدادات التشغيل المستخدمة في حالة المسامير الفولاذية 13H، المعالجة عن طريق النيتريد الغازية. تم إجراء جميع اختبارات التآكل الساخن على مسافات اختبارية تتراوح من 1800 إلى 5400 متر، لمحاكاة معدلات الإنتاج العالية لمقاطع الألمنيوم على المستوى الصناعي.

تم قطع كل العينات المعالجة كيميوجارياً، عرضياً وتمت دراسة ورسم مخططات توزيع الصلابة من السطح الخارجي الى العمق، عن طريق تقنية النانو اندنتايشن.

تمت معاينة العينات قبل وبعد اختبارات التآكل على الساخن بالمجهر الماسح (MEB)، المجهز بمطياف الأشعة السينية المشتتة للطاقة (EDS). و تمت المعاينة ايضاً عن طريق تقنية (DRX). ساعدت هذه الاختبارات عن كشف حدوث ظاهرة تشكل الجرافيت بعد 3600 من الاختبار. وحدثت ظاهرة اندماج الكريبيدات من نوع (M23C6) بعد 5400 م من الاختبار على مستوى المسامير الفولاذية H13 المعالجة كيميوجارياً عن طريق النيتريد الغازية.

تمت عملية حساب كمية التآكل وفقدان وزن المسامير عن طريق وزنها قبل وبعد اختبارات التآكل الساخن، تم تحويل هته الكمية المفقودة الى حجم مفقود ثم الى معدل تآكل.

بعد تحاليل (MEB) و (EDS)، وجد ان العينات المعالجة كيميوجارياً بطريقة البودر بورينغ في الصندوق عند درجة حرارة 800 درجة مئوية لمدة 4 سا تتمتع بأداء أفضل في مقاومة التآكل والأكسدة حتى بعد 5400 م من الإختبار. على الرغم من التشوه البلاستيكي للطبقات تحت السطح. على حساب المسامير المعالجة كيميوجارياً بطريقة البودر بورينغ في الصندوق عند درجة حرارة 900 درجة مئوية لمدة 6 سا، والتي تظهر تشققات وانفصال جزيئات سميكة من الطبقة الهشة (FeB) التي تشكلت على مستوى السطح الخارجي.

في الأخير، تم استخدام تقنية البروفايلوميتر ثلاثية الأبعاد المرتبطة بمعلمات السطح والحجم لمعيار (ISO 2-25178)؛ لدراسة تطور الحالات السطحية للمسامير الفولاذية H13 بعد كل مسافة اختبار. سمح لنا ذلك بتحديد حدود التآكل الحرجة، اللازمة لصيانة أو استبدال أدوات التشكيل (القالب) التالفة، لتحسين إنتاجية العملية الصناعية.

الكلمات المفتاحية: فولاذ H13، النيتريد، بودر بورينغ، التآكل عند درجة حرارة عالية، الألومنيوم، عملية البثق

Table des matières

Introduction Générale	1
Chapitre I : Analyses Bibliographiques	3
I.1 Le procédé d'extrusion à chaud d'alliages d'aluminium	4
I.1.1 : Introduction	4
I.1.2 : Types de procédés d'extrusion (Filage)	5
I.1.3 Produits Extrudés et types de filières d'extrusion	8
I.2 L'acier H13	11
I.2.1 Composition Chimique et influence des éléments d'alliage	11
I.2.2 Propriétés mécaniques et chimiques	13
I.2.3 Traitements thermiques (trempe et revenu)	13
I.2.4 Traitements thermochimiques	18
I.3 L'alliage d'aluminium 6063	37
I.3.1 Présentation	37
I.3.2 Composition chimique et propriétés mécaniques	37
I.3.3 Traitements thermiques et durcissement structural	39
I.4 Mécanismes d'endommagement par usure de l'acier H13 durant le procédé d'extrusion d'aluminium	42
I.4.1 Fatigue mécanique	44
I.4.2 Oxydation	49
I.4.3 Adhésion et détachement de matière par délaminage	51
I.4.4 Abrasion	55
I.4.5 Réactions Tribo-chimiques	55
I.5 Défauts après extrusion	60
I.6 Dispositifs de simulation en laboratoire des mécanismes d'usure	66
I.6.1 Analyse des dispositifs antérieurs	66
I.6.2 Choix du mode de contact et mode de chauffage	73
I.6.3 Coefficient de frottement	74
I.7 Quantification de l'usure	76
I.7.1 Pertes de masse et de volume	76
I.7.2 Taux d'usure spécifique	77
I.7.3 Paramètres de surface et de Volume (ISO-25178-2)	77
Chapitre II : Procédures expérimentales	82
II.1 Introduction	83
II.2 Procédure d'extrusion en usine, défauts d'outillage et produits fini	83
II.2.1 Procédure d'extrusion	83
II.2.2 Défauts sur l'outillage d'extrusion	85
II.2.3 Produit fini	86
II.3 Conception et mise en place du Banc d'essai (BE2CTC) pour la simulation du procédé d'extrusion à chaud d'alliage d'aluminium	87
II.3.1 Description du BE2CTC et méthode de conduite des essais	87
II.4 Préparation des échantillons	94
II.4.1 Pions en acier H13	94
II.4.2 Disques en AA6063	95

Table des matières

II.5	Polissage et attaque chimique des échantillons.....	96
II.5.1	Echantillons pour MEB et EDS.....	96
II.5.2	Echantillons pour la mesure de dureté par nanoindentation.....	96
II.6	Traitements thermiques.....	97
II.6.1	Trempe des Pions.....	97
II.6.2	Revenu.....	97
II.7	Traitements thermochimiques.....	98
II.7.1	Nitruration gazeuse en milieu industriel.....	98
II.7.2	Traitement de boruration en caisse sous atmosphère contrôlée.....	100
II.8	Observations MEB et analyses EDS.....	102
II.9	Analyses DRX.....	102
II.9.1	Equipement utilisé et réglage des paramètres.....	102
II.9.2	Préparation des échantillons, acquisition du spectre brut et identification des phases.....	103
II.10	Mesure du profil de dureté par nanoindentation.....	103
II.10.1	Conduite de mesures.....	103
II.10.2	Description théorique de la méthode d'Oliver et Pharr.....	104
II.11	Choix des paramètres d'usure à chaud et nettoyage des échantillons après usure..	105
II.11.1	Température de test.....	105
II.11.2	Vitesse de glissement.....	106
II.11.3	Charge appliquée et pression de contact.....	106
II.11.4	Nettoyage des échantillons après usure à chaud.....	107
II.12	Analyse des surfaces par profilométrie 3D, avant et après usure.....	107
II.13	Mesure des pertes de masse.....	108
Chapitre III	Résultats et Discussions.....	109
III.1	Résultats et caractérisation des Echantillons P-NIT (Usine).....	110
III.1.1	Observations Microstructurales MEB et Analyses EDS.....	110
III.1.2	Analyses DRX.....	111
III.1.3	Profil de dureté par nanoindentation.....	112
III.2	Résultats et caractérisation des pions en acier H13 traités par boruration en caisse (Laboratoire).....	113
III.2.1	Observations Microstructurales MEB et analyses EDS.....	113
III.2.1.1	Echantillons P-BOR800-4.....	113
III.2.1.2	Echantillons P-BOR900-6.....	114
III.2.1.3	Echantillons P-BOR900-6T.....	115
III.2.2	Analyses DRX.....	116
III.2.2.1	Echantillons P-BOR800-4.....	116
III.2.2.2	Echantillons P-BOR900-6.....	117
III.2.3	Profil de dureté par nanoindentation.....	118
III.2.3.1	Echantillons P-BOR800-4.....	118
III.2.3.2	Echantillons P-BOR900-6.....	118
III.3	Résultats après essais d'usure à chaud : Présentation des pions en acier H13 nitrurés, borurés et leurs disques antagonistes en AA6063.....	119
III.3.1	Echantillons P-NIT.....	119
III.3.2	Echantillons P-BOR800-4.....	121

Table des matières

III.3.3 Echantillons P-BOR900-6.....	122
III.4 Analyses du comportement tribologique des pions en acier H13 nitrurés et borurés, après usure à chaud.....	123
III.4.1 Observations MEB et analyses EDS.....	123
III.4.1.1 Echantillons P-NIT.....	123
III.4.1.2 Echantillons P-BOR800-4.....	137
III.4.1.3 Echantillons P-BOR900-6.....	143
III.4.2 Analyses par DRX.....	148
III.4.2.1 Echantillons P-NIT.....	148
III.4.3 Analyses par profilométrie 3D et paramètres de surface et de volume (ISO 25178-2)	151
III.4.3.1 Echantillons P-NIT.....	151
III.4.4 Pertes de masse, volume d'usure et taux d'usure spécifique.....	157
III.4.4.1 Echantillons P-NIT.....	157
Conclusion Générale	161
Perspectives	162
Références Bibliographiques	163
Annexe	172

Liste des acronymes

Acier H13 : Nuance h13 des spécifications standard pour les aciers à outils alliés pour le travail à chaud de la norme américaine ASTM A681

AA6063 : Alliage d'aluminium, magnésium, silicium de la série 6000

AA7475 : Alliage d'aluminium, zinc, magnésium, cuivre de la série 7000

K_N : Potentiel nitrurant

α-Fe : Ferrite alpha

α'-Fe : Martensite revenue

γ-Fe : Austénite résiduelle

Fe₃C : Carbure de fer, cémentite

MC : Carbure de fer riche en Vanadium et Molybdène

M₂₃C₆ : Carbure de Fer riche en Molybdène, Manganèse et Chrome

Fe₃O₄ : Oxyde de fer, Magnétite

Al₂O₃ : Oxyde d'aluminium

SiO₂ : Oxyde de silicium

AlN : Nitrure d'aluminium

ε-Fe₂₋₃N : Nitrure de fer epsilon

γ'-Fe₄N : Nitrure de fer gamma'

FeB : Borure de fer

Fe₂B : Di-borure de fer

CD : Couche de diffusion

ZT : Zone de transition

MB : Métal de base

MEB : Microscopie Electronique à balayage

EDS : Spectroscopie des rayons X à dispersion d'énergie

CBS : Imagerie MEB en mode d'électrons rétrodiffusés

ETD : Imagerie MEB en mode d'électrons secondaires

DRX : Diffraction des rayons X

DTA : où ATD : Analyse thermique différentielle

HV : Dureté Vickers

ρ : Masse volumique de l'acier H13, 7,76 g/cm³

α : Coefficient de dilation thermique

BE2CTC : Banc d'essai pour la caractérisation du comportement tribologique des matériaux à chaud

P.I.D : Correction de température proportionnelle intégrale dérivée

Thermocouple type « K » : Thermocouple à réponse rapide

TIG : Tungsten inert gas

NH₃ : Ammoniaque gazeux

N₂ : Azote gazeux

H₂ : Hydrogène Gazeux

BaCl₂ : Chlorure de baryum

NaCl : Chlorure de sodium

NaOH : Hydroxyde de sodium

KBF₄ : Tétra Fluor Borate de Potassium

NaBF₄ : Tétra Fluor Borate de Sodium

SiC : Carbure de Silicium

B₄C : Carbure de Bore

α : Coefficient de dilatation thermique (°C⁻¹)

P-NIT : Série de Pions d'acier H13 nitrurée

P-BOR800-4 : Série de Pions d'acier H13 borurée à 800°C pendant 4h

P-BOR900-6 : Série de Pions d'acier H13 borurée à 900°C pendant 6h

P-BOR900-6T : Série de Pions d'acier H13 borurée à 900°C pendant 6h, puis trempés

Liste des acronymes

Ra : Hauteur moyenne arithmétique d'un profil

Sa : Hauteur moyenne arithmétique de la surface

Sz : Hauteur maximale de surface

Vmp : Volume de matière des crêtes

Vmc : Volume de matière du cœur (matière centrale)

Vvc : Volume du vide du cœur

Vvv : Volume de vide des vallées

Liste des figures

Figure.I.1 : Première conception d'une presse d'extrusion par A. Dick.....	5
Figure.I.2 : Presse d'extrusion horizontale (filage directe).....	5
Figure.I.3 : Schéma des Modes d'extrusion : a) directe et b) inverse.....	7
Figure.I.4 : Principales techniques de filage.....	7
Figure.I.5 : Exemples de profilés extrudés, en alliages d'aluminium.....	9
Figure.I.6 : Configuration de filière pour la fabrication de profilés pleins.....	9
Figure.I.7 : Illustration de l'outillage pour filage nourri, R : partie amont de filière comprenant, U : Veine du métal extrudé, V : chambre de soudage des veines, T : Partie aval de filière, S : Tige ou mandrin.....	10
Figure.I.8 : Diagramme d'équilibre des phases entre 800-1100°C d'un acier H13.....	15
Figure.I.9 : Microstructure MEB de l'acier H13 après trempe (1030°C) et double revenu à (620°C).....	17
Figure.I.10 : Microstructures MEB : a) Vue en surface de l'acier H13 nitruré, b) Vue en surface de l'acier H13 nitruré puis post-oxydé, c) observation en coupe transversale de l'acier h13 nitruré et d) Observation en coupe transversale de l'acier H13 nitruré puis post-oxydé.....	20
Figure.I.11 : Microstructure en coupe transversale d'un acier H13 nitruré dans l'ammoniaque (NH ₃) à 530°C, a) : Couche composée et couche de diffusion d'environ, b) Zoom sur la couche composée et la fraction des joints de grains à sa proximité immédiate.....	21
Figure.I.12 : Evolution du profil de dureté d'un acier H11 nitruré à 580°C pendant 8h en fonction du potentiel de nitruration et l'épaisseur de diffusion.....	22
Figure.I.13 : Diagramme de Lehrer. Potentiel de nitruration K_N en fonction de la température de nitruration.....	22
Figure.I.14 : a) Spectres DRX sur l'effet de l'évolution du potentiel de nitruration sur les phases formées en surface d'un acier h11 nitruré à 580°C pendant 8h, b) spectres DRX sur l'effet de l'évolution du potentiel de nitruration sur les phases formées en surface d'un alliage Fer-Aluminium nitruré à 570°C pendant 5h.....	23
Figure.I.15 : Evolution de l'épaisseur de la couche de boruration sur un acier H13 en fonction du temps et la température.....	26
Figure.I.16 : Echantillon en acier H13 borurés pendant 2h à : a) 800°C, b) 900°C et c) 1000°C, assorties de leurs analyses EDS.....	26
Figure.I.17 : a) Analyse quantitative des phases des couches de borures en fonction de l'épaisseur de la poudre de boruration appliquée dans le conteneur, b) évolution de l'épaisseur des couches de borures en fonction de l'accroissement de l'épaisseur de la poudre utilisée dans le traitement.....	30
Figure.I.18 : Microstructures MEB de l'acier H13 boruré : a) 950°C pendant 5h et b) 900°C pendant 6h.....	32
Figure.I.19 : Illustration schématique de la procédure utilisée par Chatterjee-Fischer pour l'estimation de l'épaisseur de la couche de borures.....	33
Figure.I.20 : Evolution des duretés dans la couche de borures de fer (15µm) et la zone de transition en fonction du temps, d'un acier H13 boruré à 1000°C entre 1 et 5h.....	34
Figure.I.21 : Influence de la quantité de magnésium et silicium sur la charge à la rupture des alliages d'aluminium de la série 6000.....	38
Figure.I.22 : Diagramme d'équilibre Al-Mg ₂ Si.....	38
Figure.I.23 : Représentation schématique des mécanismes d'usure des matrices de travail à chaud.....	42
Figure.I.24 : Principaux mécanismes et sous mécanismes d'usure.....	43
Figure.I.25 : Structures de surface et sous surface générés après sollicitations tribologiques.....	44
Figure.I.26 : Microstructures MEB démontrant la fissuration de la couche nitrurée après : a) 1h de test et b) 2h de test à une température de 510°C, une vitesse de glissement de 25m/min et une force normale de 2200N.....	45
Figure.I.27 : Coupe transversale d'une portée de filière : a) initiation de fissuration le long des joints de grains, b) Début de décohésion du joint de grain avant apparition des fissures.....	46
Figure.I.28 : Formation de profonds microcratères après une distance de glissement à 5400 m d'un acier H13 nitruré testé contre l'AA 6063 à 550°C, sous une forte pression de contact.....	46
Figure.I.29 : Micrographie en section transversale d'une surface d'une portée de filière dégradée : a) initiation des fissures en sous surface, le long des joints de grains et b) propagation de la fissuration et formation de cratères d'usure d'une profondeur estimée à 50 µm.....	47
Figure.I.30 : a) Dégradation en bandes et formation des rainures à la sortie de la portée d'une filière en acier H11 nitruré, suivant le sens de sortie d'aluminium (voir flèche blanche) ; après extrusion dans une presse industrielle, b) dégradation de la surface d'un bloc en acier H13 nitruré (apparition de cratères et rainures), après 8h de test d'usure à chaud en laboratoire (2200N de charge normale, vitesse de 25 m/min et une température de 510°C). Le sens de glissement est indiqué par la flèche noire.....	48
Figure.I.31 : Microstructures MEB de l'évolution de la dégradation de surface en fonction de la distance de glissement : a) 900 m, b) 1800 m, c) 3600 m et d) 5400 m, la direction de glissement est indiquée par une flèche.....	48
Figure.I.32 : Illustration schématique a) Structure à haute rugosité de surface avec des vallées présentes entre des carbures fins et des carbures grossiers, b) Structure fine à faible rugosité de surface, où les carbures tertiaires fins comblent les vides des vallées.....	49
Figure.I.33 : Spectre de DRX à incidence rasante des échantillons post oxydés : a) sans traitement de nitruration et b) après traitement de nitruration liquide.....	50
Figure.I.34 : Evolution du film de transfert entre l'acier H13 nitruré et l'AA6060 : a) après une course de 2mm, b) une course de 4mm et c) une course de 68 mm. La direction du mouvement durant le test est indiquée par une flèche.....	52
Figure.I.35 : Micrographie MEB de la couche de transfert d'aluminium à 400°C, après 2mm de glissement sur : a) Acier H13 nitruré, b) Acier H13 nitruré et traité par CrN et c) H13 nitruré traité par TiAlN.....	52
Figure.I.36 : Microstructures MEB a) détachement partiel de la couche blanche et attaque chimique par l'aluminium après 1h de test, b) accroissement de la rugosité, attaque chimique et détachement par collage adhésif, intensifiés après 2h de test.....	54
Figure.I.37 : a) Courbe de chauffage DTA d'un mélange poudreux d'Al et Fe, b) détails de la courbe aux alentours du point de fusion d'aluminium.....	56
Figure.I.38 : a) Vue en coupe de l'échantillon nitruré après attaque chimique dans l'aluminium à 750°C pendant 30 min d'un acier h13 nitruré, b) détails à l'interface couche d'intermétalliques formés-aluminium.....	57
Figure.I.39 : Exemple de formation de graphite sur une particules de nitrure d'aluminium AlN : a) acier à 0.38% en masse C, 1.85% en masse Si et 1.44 % en masse Al ; recuit à 680°C pendant 3h, b) acier à 0.39 % en masse C, 1.86% Si et 1.38 % Al après 20 min de recuit de graphitisation à 680°C.....	59
Figure.I.40 : a) Microstructure MEB sur la formation de graphite dans un acier expérimental à moyenne teneur en Carbone après trempe et recuit de graphitisation, b) spectre d'analyse EDS sur la zone de formation de graphite.....	59
Figure.I.41 : a) Formation de micropores après dissolution du graphite suivant la direction verticale de laminage, b) Agrandissement d'un Micropore.....	60

Liste des figures

Figure.I.42 : a) Portée de filière après extrusion à 500°C, b) Portée de filière après extrusion à 575°C, c) Accumulation d'aluminium à la sortie de la portée (500°C), d) Accumulation d'aluminium à la sortie de la portée (575°C), e) ramassage formé par mécanisme stick-slip, f) ramassage formé par détachement de débris du revêtement d'aluminium sur la surface de la portée de filière 'A', les flèches indiquent la direction de filage.....	62
Figure.I.43 : Observations MEB en mode d'électrons rétrodiffusés des surfaces, à l'état comme extrudé.....	64
Figure.I.44 : a) macrographie d'une portée de filière après usure critique, b) Observation de la zone d'usure par micrographie optique, c) Topographie 3D de la surface usée faite par profilomètre optique, d) Observation de la zone d'usure par MEB.....	65
Figure.I.45 : Effet de la température sur la finition de surface extrudée.....	65
Figure.I.46 : Géométries et configurations communément utilisés dans les tests d'usure par glissement : a) Pion sur disque, b) bloc sur anneau, c) Pion sur plaque à course alternative, d) Double disque et e) anneau sur anneau.....	67
Figure.I.47 : Géométrie de contact : a) et b) contacts conformes, c) et d) contacts non conformes.....	68
Figure.I.48 : Schéma de l'équipement de test mis au point par Björk et al.....	69
Figure.I.49 : Equipement de test bloc sur disque utilisé par M. Terčelj et al.....	70
Figure.I.50 : Unité de test utilisée dans les essais d'usure par glissement par Y. Birol.....	70
Figure.I.51 : Configuration de test d'usure à chaud utilisée par M. Pellizari.....	71
Figure.I.52 : Dessin schématique de la machine de tests tribologiques oscillatoires, bloc d'acier plat avec auto alignement contre des tôles métalliques plates.....	71
Figure.I.53 : Configuration de test à double cylindres.....	72
Figure.I.54 : Jeux de paramètres de surface selon ISO 25178-2.....	78
Figure.I.55 : Jeux de paramètres de volume selon la norme ISO 25178-2.....	79
Figure.I.56 : a) Exemple d'une courbe d'Abbott Firestone d'une surface, b) Schéma correspondant à la distribution des paramètres de volume de cette surface.....	80
Figure.II.1 : Etapes et paramètres opératoires du procédé d'extrusion à chaud utilisé en usine.....	84
Figure.II.2 : Composantes des presses d'extrusion : a) Piston d'extrusion et Châssis de la Presse d'extrusion, b) Sortie de profilé d'aluminium extrudé du côté arrière de la presse et c) Dispositif tracteur des profilés d'aluminium extrudés dans la presse.....	84
Figure.II.3 : a) Esquisse du procédé d'extrusion à chaud d'aluminium (filage) avec une filière creuse, b) Partie mandrin (amont) d'une filière usée après fin de vie, c) Partie corps de filière (aval) dégradée après fin de vie, la direction du flux d'aluminium est indiquée par des flèches rouges, les parties de la portée de filières sont indiquées par les lignes jaunes discontinues et les zones de fissuration et de perte de cotation sont démontrés par les cibles 1 et 2.....	85
Figure.II.4 : Macrographie d'une filière creuse déclassée : Partie mandrin a) et c), Partie corps de la filière b) et d). Les cibles en rouge démontrent des zones d'usure par fissuration et perte de matière.....	86
Figure.II.5 : Profilé Creux extrudé en alliage d'aluminium de l'usine Algal+ M'Sila.....	86
Figure.II.6 : Vue isométrique 3D du banc d'essai d'usure à chaud (BE2CTC).....	90
Figure.II.7 : a) Vue de Face du BE2CTC, b) Coupe selon l'axe z sur les détails du four électrique, c) Zoom sur Fig.2.b.....	90
Figure.II.8 : Photo réelle du BE2CTC.....	92
Figure.II.9 : Photo du porte pions comprenant un Pion Fixé.....	92
Figure.II.10 : Représentation schématique du mode de contact utilisé dans le banc d'essai.....	93
Figure.II.11 : Macrographie prise lors des essais préliminaires du BE2CTC.....	93
Figure.II.12 : Pion cylindrique à tête plate usiné en acier H13.....	95
Figure.II.13 : Disque en AA6363.....	96
Figure.II.14 : Régimes des traitement thermiques de préchauffage, trempe et revenu.....	98
Figure.II.15 : Four de nitruration gazeuse UBE-NACHI, Japan (Usine Algal+ M'Sila).....	98
Figure.II.16 : Régime du traitement thermochimique industriel de nitruration gazeuse.....	99
Figure.II.17 : Installation de trempe sous atmosphère contrôlée.....	101
Figure.II.18 : Caisse de boruration (phase refroidissement à l'air) après traitement à 900°C pendant 6h.....	102
Figure.II.19 : Courbe Charge-déplacement lors de la mesure de dureté par nanoindentation.....	104
Figure.II.20 : Installation de dissolution d'aluminium collé sur les surfaces des pions en acier H13, à l'aide d'une solution (d'eau distillée + NaOH) chauffé à 80°C.....	107
Figure.III.1 : Microstructure MEB en coupe transversale de l'acier H13 nitruré : a) couche blanche, b) couche de diffusion.....	110
Figure.III.2 : Microstructure MEB en surface de l'acier H13 nitruré.....	111
Figure.III.3 : Spectre DRX de l'acier H13, après traitement de nitruration gazeuse.....	112
Figure.III.4 : Profil de dureté par nanoindentation d'un acier H13 nitruré.....	113
Figure.III.5 : Microstructure MEB en coupe transversale de l'acier H13 après traitement de boruration à 800°C pendant 4h.....	114
Figure.III.6 : a) Microstructure MEB en coupe transversale de l'acier H13 boruré à 900°C pendant 6h, b) Résultat d'analyse de la Cible EDS n°01, c) résultat d'analyse de la Cible EDS n°02 et d) résultat d'analyse sur la cible EDS n°03.....	115
Figure.III.7 : a) Microstructure MEB en coupe transversale d'un acier H13 boruré à 900°C, puis trempé après un maintien de 30 minutes à 1025°C sous atmosphère contrôlée ; b) Ecaillage de la couche FeB précédemment fissurée après polissage.....	116
Figure.III.8 : Spectre de diffraction des rayons X, de l'acier H13 après traitement de boruration en caisse à 800°C pendant 4h.....	117
Figure.III.9 : Spectre de diffraction des rayons X, de l'acier H13 après traitement de boruration en caisse à 900°C pendant 6h.....	117
Figure.III.10 : Profil de dureté par nanoindentation de l'acier H13 boruré à 800°C pendant 4h.....	118
Figure.III.11 : Profil de dureté par nanoindentation de l'acier H13 boruré à 900 °C pendant 6h.....	119
Figure.III.12 : Pions en acier H13 nitruré, après essais d'usure à chaud et leurs disques antagonistes en AA6063 : a) exemple après 1800 m de distance de test, b) exemple après 3600 m et c) exemple après 5400 m. (paramètres de test présentés sur le Tableau.15 du chapitre 2).....	120
Figure.III.13 : Exemple d'un disque usé en AA6063 après 3600m de test à 550°C, b) son échantillon antagoniste en acier H13 nitruré, la direction de l'essais est indiquée par une flèche.....	121
Figure.III.14 : Pions en acier H13 borurés à 800°C pendant 4h, après essais d'usure à chaud et leurs disques antagonistes en AA6063 : a) exemple après 1800 m de distance de test, b) exemple après 3600 m et c) exemple après 5400 m.....	122
Figure.III.15 : Pions en acier H13 boruré à 900°C pendant 6h, après essais d'usure à chaud et leurs disques antagonistes en AA6063 : a) exemple après 1800 m de distance de test, b) exemple après 3600 m et c) exemple après 5400 m.....	123
Figure.III.16 : a) Observation MEB en coupe transversale de l'acier h13 avant élimination de la couche d'aluminium transférée, b) cible EDS n°01 (couche blanche), c) cible EDS n°02 (couche d'adhésion d'aluminium).....	124
Figure.III.17 : a), b) : Microstructures MEB en surface, démontrant la fissuration de la couche blanche et la CD (couche de diffusion) des pions en acier H13 nitruré ; après 1800 m de parcours.....	125
Figure.III.18 : Microstructure MEB démontrant la formation de micro cratères sur la surface d'un pion en acier H13 nitruré après 1800 m de parcours : a) et b), c) Cible EDS N°1 sur la base d'un microcratère et d) Cible EDS n°02 sur le mur d'un second micro cratère.....	126

Liste des figures

Figure.III.19 : Microstructure MEB démontrant l'oxydation en surface et la présence de particules grossières d'oxydes (troisième corps), sur la surface d'un pion en acier H13 nitruré ; après 1800 m de distance de glissement.....	127
Figure.III.20 : Observation MEB en coupe transversale de l'acier h13 après 3600 m de parcours, avant élimination de la couche de transfert d'aluminium.....	128
Figure.III.21 : Microstructure MEB démontrant : a) une vue de surface après un parcours de 3600 m d'essai d'usure à chaud, b) zoom sur les rainures formés, c) fissuration le long des joints de grains, d) cible EDS n°01, e) Cible EDS N° 02 et f) cibles EDS n°03.....	129
Figure.III.22 : a et b) Microstructure MEB en surface démontrant la formation de graphite après 3600 m, c-e) résultats des analyses des Cibles EDS 1,2 et 3.....	131
Figure.III.23 : a) Microstructure en coupe transversale après un parcours de 5400 m, b) Analyse EDS Cible n°01 sur les particules précédemment détachées de l'acier et c) analyse EDS cible n°02, sur la matrice d'aluminium AA6063.....	132
Figure.III.24 : Microstructure en coupe transversale d'un pion d'acier H13 nitruré, après 5400 m de test ; avant dissolution de la couche d'aluminium transférée.....	133
Figure.III.25 : Microstructure MEB en surface après 5400 m de parcours, b) et c) : zoom sur la zone corrodée, d) Analyse de la cible EDS n°01, e) Analyse de la cible EDS n°02, f) Analyse de la cible EDS n°03 et g) Analyse de la cible EDS n°04.....	134
Figure.III.26 : a) et b) Microstructures MEB démontrant le phénomène d'abrasion en surface de l'acier H13 nitruré après 5400 m de parcours à 550°C. La direction de glissement est indiquée par la flèche rouge.....	135
Figure.III.27 : Microstructure démontrant des cavités dans les vallées profondes de la surface après 5400 m de parcours a) observation en mode ETD b) observation en mode CBS.....	135
Figure.III.28 : Microstructure MEB démontrant les régions de grossissement des carbures a, b et c, d-g) analyses EDS des cavités où il y a eu détachement des carbures : Cibles 1-4.....	137
Figure.III.29 : Microstructures MEB en coupe transversale d'un pion de la série P-BOR800-4, après 1800 m d'usure à chaud ; contre des disques en AA6063 : a) Observation en mode ETD, b) Observation en mode CBS, c-d) Résultats d'analyses EDS (Cible 01-04).....	138
Figure.III.30 : Microstructure MEB en mode CBS d'un pion en acier h13 boruré après 1h (1800 m) de test d'usure à chaud à 550°C, contre un disque en AA6063.....	139
Figure.III.31 : Microstructures MEB en surface sur un pion en acier H13 boruré à 800°C/4h, après 1800 m d'essai d'usure et dissolution de la couche d'aluminium transférée : a) Vue en mode ETD, b) Vue en mode CBS, c) Zoom sur une partie de la microstructure b, d) Analyse EDS (Cible 1) sur une zone de surface intacte, e) Analyse EDS (Cible 2) sur une zone d'écaillage de FeB.....	140
Figure.III.32 : Microstructures MEB en surface d'un pion de la série P-BOR800-4, après essais d'usure à chaud à 550°C et une distance de glissement de 3600 m : a) écaillage de la couche FeB en surface après déformation plastique en sous surface, b) Fissuration de la couche de surface suite à la déformation plastique de sous surface, c) Zoom sur une zone d'écaillage, la direction de glissement est indiquée par la flèche rouge.....	141
Figure.III.33 : Microstructures MEB en coupe transversale d'un Pion en acier H13 boruré après 5400 m de distance de test : a) Mode ETD, b) Mode CBS, c-e) analyses EDS des cibles 01, 02 et 03 respectivement.....	142
Figure.III.34 : Observations Microstructurales en surface de l'acier H13 boruré après 5400 m de distance de test d'usure à chaud à 550°C pendant 3h.....	143
Figure.III.35 : Microstructure MEB en coupe transversale d'acier H13 Boruré (900°C/6h), après 1800 m de test d'usure à chaud contre un disque en AA6063 ; avant élimination de la couche d'aluminium transférée.....	144
Figure.III.36 : a-c) Microstructure MEB en surface des pions en acier H13 boruré à 900°C/6h, après 1800 m de parcours de test d'usure à chaud.....	145
Figure.III.37 : Microstructure MEB en surface d'un pion en acier H13 boruré à 900°C/6h, après 3600 m de distance de test.....	146
Figure.III.38 : Observations microstructurales en coupe transversale d'un échantillon en acier H13 boruré à 900°C/6h, après 5400 m de parcours de test avant élimination de la couche d'aluminium transférée : a et b), c-f) Analyses EDS des cibles 1-4.....	147
Figure.III.39 : a-c) Observations microstructurales MEB en surface d'un pion P-BOR900-6, après 5400 m de distance de test d'usure à chaud.....	148
Figure.III.40 : Spectre DRX en surface d'un pion en acier H13 nitruré, après un parcours de test de 1800 m d'essai d'usure à chaud.....	149
Figure.III.41 : Spectre DRX en surface d'un échantillon en acier H13 nitruré, après un parcours de test de 3600 m d'essai d'usure à chaud.....	150
Figure.III.42 : Spectre DRX en surface d'un échantillon en acier H13 nitruré, après un parcours de test de 5400 m d'essai d'usure à chaud.....	150
Figure.III.43 : Evolution de la hauteur moyenne arithmétique de surface 'Sa' en fonction la distance de glissement après test d'usure à 550°C ± 1.3 °C.....	151
Figure.III.44 : Evolution de la hauteur maximale de surface Sz en fonction de la distance de glissement après test d'usure à chaud à 550°C ± 1.3 °C.....	152
Figure.III.45 : Evolution de la topographie de surface en fonction de la distance de glissement après essais d'usure à 550 ± 1.3°C : a) Etat de référence (0m), b) après 1800 m d'essai, c) après 3600 m et d) après 5400 m.....	154
Figure.III.46 : Evolution des paramètres de volume en fonction de la distance de test à 550 ± 1,3°C : a) Vmp, b) Vmc, c) Vvc et d) Vvv.....	155
Figure.III.47 : Evolution des courbes d'Abbott Firestone en fonction de la distance de glissement, chaque courbe est accompagnée de sa topographies de surface : a) Etat de référence, b) après 1800 m, c) après 3600 m et d) après 5400 m.....	157
Figure.III.48 : Evolution de la perte de masse en fonction de la distance de glissement, après essais d'usure à chaud, à 550°C.....	158
Figure.III.49 : Evolution du volume d'usure en fonction de la distance de glissement, après essais d'usure à chaud, à 550°C.....	159
Figure.III.50 : Evolution du taux d'usure spécifique en fonction de la distance de glissement, après essais d'usure à chaud, à 550°C.....	160

Liste des tableaux

Tableau.1 : Composition chimique de l'acier H13 (ASTM A681).....	12
Tableau.2 : Synthèse des traitement thermiques antérieures réalisés sur l'acier H13.....	13
Tableau.3 : Différentes compositions chimiques des poudres utilisées dans le traitement de boruration en caisse des aciers, types des conteneurs et atmosphère de traitement.....	27
Tableau.4 : Régimes de boruration de l'acier H13 et Phases obtenus.....	35
Tableau.5 : Alliage AGS (Al-Mg-Si) à grande fiabilité.....	37
Tableau.6 : Synoptique des état T1 à T9.....	41
Tableau.7 : Synthèse générale sur les configurations de test et les paramètres utilisés ou récoltés en laboratoire après essais d'usure à chaud.....	72
Tableau.8 : Valeurs mesurés du coefficient de frottement par plusieurs configurations de test.....	75
Tableau.9 : Composition chimique de l'acier H13.....	94
Tableau.10 : Dimensions des pions en acier H13 et disques en AA6063.....	94
Tableau.11 : Composition chimique de l'AA 6063.....	95
Tableau.12 : Régime de polissage automatique (charge appliquée et temps de séjour).....	97
Tableau.13 : Mélange en poudre pour le processus de boruration en caisse.....	100
Tableau.14 : Paramètres d'analyses DRX des échantillons avant et après usure à chaud.....	103
Tableau.15 : Paramètres opératoires et nombre de répétitivité des essais d'usure chaud.....	106

Introduction Générale

La détérioration des aciers à outils (moules, filière) pour le travail à chaud, utilisées dans les procédés de mise en forme des matériaux métalliques tel que le forgeage à chaud, l'extrusion le moulage sous pression...etc ; constitue un impact économique considérable sur la qualité des produits extrudés et sur l'économie du procédé. Pour le cas du procédé d'extrusion à chaud des alliages d'aluminium, la détérioration progressive des filières utilisés provoque trois niveaux de pertes de profit pour les industriels. Le premier se résume en la fabrication de produits extrudés (profilés, tubes...etc.), présentant des rayures en surface (défauts surfaciques) dues en grande partie à l'accroissement de la rugosité en surface des filières ; ce qui constitue le motif de rejet (rebut) de ces produits même après peinture. Le second problème surgit aussi avec la dégradation progressive des filières et se traduit par la contamination en surface des produits extrudés, par des particules ferreuses qui se détachent de la filière après fatigue ; ce qui pourra constituer un risque futur d'apparition des piqures sur les extrudât d'aluminium et compromettre la réputation du produit. En réalité l'usure des filières et le détachement de ses débris d'usure n'est pas due seulement à la fatigue, mais obéit à plusieurs mécanismes et phénomènes d'usure qui s'enclenchent simultanément durant les périodes de services des filières. Cet enclenchement simultané des mécanismes d'usure provoque progressivement le troisième niveau de perte de profit, qui se résume dans la perte de cotation au niveau de la filière ; ce qui donnera des produits non conformes aux spécifications dimensionnels requises par les clients. D'un autre coté l'utilisation de filières dégradés peut générer des coûts opératoires supplémentaires dans le procédé, par exemple l'accroissement de la consommation énergétique due aux forces de frottement et de collage élevées entre l'aluminium et l'acier à outils dégradé.

Les études et la compréhensions de des mécanismes d'usure des filières à l'échelle laboratoire, constituent une importante initiative étant donné la difficulté et la cherté de réaliser ces études au niveau des usines. Cette piste a été suivie par plusieurs auteurs dans le passé, qui ont conçu et mis en place des dispositifs personnalisés pour la simulation des conditions sévères du procédé d'extrusion à chaud d'aluminium en laboratoire ; dans un but précis d'améliorer la durée de vie des filières. A cet effet plusieurs techniques de traitement des surfaces ont été préconisées dans le but d'améliorer la durée de vies des filières, à savoir les techniques de dépôts physiques à phase vapeur PVD; les dépôts chimiques à phase vapeur CVD. Qui viennent compléter les traitements thermiques de trempe et revenu et les traitements thermochimiques de nitruration qui sont les plus utilisées classiquement.

L'objectif de ce travail de thèse est de concevoir et mettre en place un banc d'essais au niveau de notre laboratoire, qui travaille avec des paramètres opératoires similaires à celle d'une usine locale de fabrication de produit en aluminium extrudé pour pouvoir réaliser les objectifs suivants :

- L'indentification des mécanismes responsables de l'usure et l'usure prématurée des filières d'extrusion à l'aide de plusieurs techniques d'analyses

Chapitre I : Analyse bibliographique

- L'identification des seuils critiques d'usure à ne pas dépasser avant rectification ou maintenance des filières pour éviter leur usure accélérée ou prématurée à l'aide de nouvelles techniques
- La proposition de nouveaux traitements pour essayer d'améliorer la durée de vies de ces filières

Le premier chapitre a été consacré à la présentation bibliographique des études antérieures, parmi lesquelles : une présentation du procédé d'extrusion des alliages d'aluminium et des produit extrudés, la présentation de l'acier à outils utilisé dans la fabrication de ces outils (filières), l'identifications des phénomènes et mécanismes d'usure de ces filières, la présentation et études des différentes configurations de test ayant été utilisées précédemment dans la simulation en laboratoire de ce procédé, et la présentation de la technique de profilométrie 3D associée aux paramètres de surface et de volume de la norme ISO 25178-2 .

Dans le deuxième chapitres (Procédures expérimentales), il y a eu une description du procédé d'extrusion utilisé en usine avec ses paramètres opératoires, la description détaillée du banc d'essai fabriqué au niveau du laboratoire et son mode opératoire, la préparation des échantillons et leurs méthodes de traitements thermiques et thermochimiques, la méthodologies de conduite des essais d'usure à chaud, la présentation des différentes techniques de caractérisation utilisées MEB, EDS, DRX, Nanoindentation, Profilométrie 3D et le nettoyage des pions après usure à chaud (couche d'aluminium transférée sur la surface des pions (échantillons) en acier H13.

Le troisième chapitre a été consacré à l'analyse et la discussion des résultats expérimentaux obtenus par toutes ces techniques de caractérisation. Les résultats des observations microstructurales sur les pions en acier H13, obtenus par MEB et analyses EDS ; ont été présentés et discutés d'une manière comparative avant et après usure à chaud. Afin d'identifier les mécanismes d'usure. Des profils de duretés des pions traités ont été dressés après mesure par la technique de Nanoindentation. Les résultats des analyses par diffraction des rayons X avant et après essais d'usure à chaud ont été présentés sous forme de spectres, et discutés pour compléter les observations MEB et analyses EDS. Les évolutions des paramètres de surface et de volume selon la norme ISO 251728-2 ont été présentés, avec des illustrations des topographies 3D de surface avant et après usure à chaud. Enfin des histogrammes de perte de masse ont été présentés après chaque distance de test parcourue pour pouvoir déterminer le taux d'usure spécifique.

Les résultats saillant de cette étude, sont présentés dans la conclusion générale.

Chapitre I : Analyse Bibliographique

Chapitre I : Analyses Bibliographique

I.1 : Le procédé d'extrusion à chaud des alliages d'aluminium

I.1.1 : Introduction

Alexandre Dick est l'un des premiers inventeurs des principes modernes du procédé d'extrusion à chaud, par lequel il a obtenu plusieurs brevets à partir de 1894 (date d'obtention de son premier brevet) [1], à partir de ses inventions et améliorations au cours du temps le procédé d'extrusion à chaud a pu être là où il est de nos jours. **La Figure.I.1** : présente l'une des premières presses d'extrusion à chaud (presse à filer) qu'il a fabriqué. Cette dernière se compose de quatre tiges **(a)** qui lient un cadre horizontal, une lourde traverse **(b)** située à l'extrémité de la presse supporte la matrice fixée en opposition contre le récipient par des mâchoires pivotants à la traverse. Un conteneur **(c)** est maintenu et centrés par des vis sans tête **(d)** et chauffé au coke par le biais d'une chemise de four qui l'entoure. La billette d'aluminium **(f)** est chauffée à l'état plastique (domaine plastique) et est introduite dans le conteneur par l'avant. Le vérin (piston ou pilon presseur) presse la billette vers la sortie, et est empêché de se coincer par la fuite de métal au-delà de ses cotés par un disque bombé ou ondulé (appelé bloc factice dans les presses modernes et 'dummy bloc' en anglais) qui est placé entre ce piston et la billette. A la fin de l'extrusion les mâchoires sont ouvertes et la billette est retirée [1]. Par la suite plusieurs améliorations techniques ont résolu les problèmes de rupture et fissuration des matériaux des presses et d'isolation pour maintenir les billettes à une température appropriée.

Les procédés d'extrusion modernes ont conservé presque le même principe que celui qui a été utilisé par Alexandre Dick mis à part quelques modifications technologiques, voici une brève description :

- Préchauffage des billettes à température d'extrusion dans des fours électriques ou à bruleurs (350-500°C) [2]
- Introduction des billettes dans la chambre d'extrusion (conteneur) et l'application de pression par un piston hydraulique
- L'aluminium pressé passe à travers les ouvertures des filières d'extrusion ayant une géométrie similaire à la section du profilé à produire, qui sont placées à la sortie de la chambre d'extrusion pour sortir sous forme de profilé.
- Le profilé est ensuite directement refroidi à l'air comprimé ou à l'aide de jet d'eau
- Le profilé est tracté par un système de traction pour maintenir une forme droite et précise durant le refroidissement
- Un système pour découper les profilées après refroidissement et solidification.
- Toutes les opérations décrites précédemment sont synchronisées par un système de contrôle automatisé qui supervise et régule tout le processus à savoir : la pression hydraulique du piston, la vitesse d'extrusion, la température et d'autres paramètres pour assurer une production de haute qualité

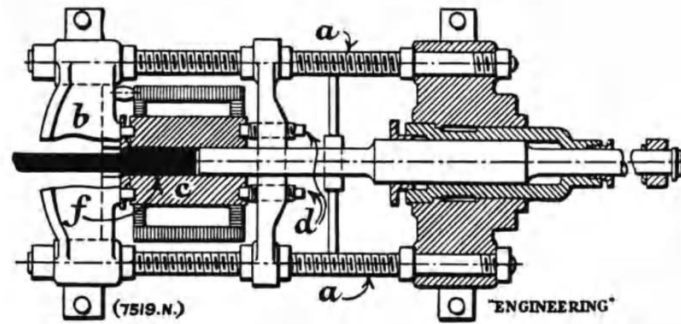


Figure.I.1 : Première conception d'une presse d'extrusion par A. Dick [1]

La Figure. I.2 montre plus en détails une presse à filer horizontale (presse d'extrusion) moderne avec détail sur les principaux organes qui la composent :

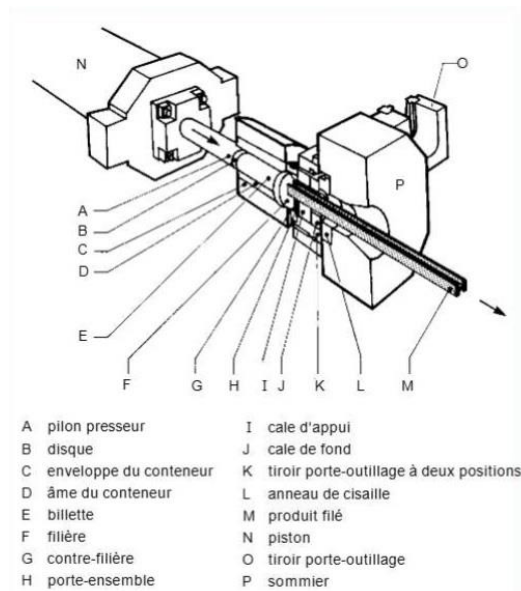


Figure.I.2 : Presse d'extrusion horizontale (filage direct) [2].

Il existe deux types d'extrusion, l'extrusion directe et l'extrusion inverse :

I.1.2 : Types de procédés d'extrusion (Filage)

Il existe deux types de filage, le filage direct et le filage inverse ; le filage direct se décompose à son tour en filage directe non lubrifié et filage directe lubrifié.

I.1.2.1 : Extrusion directe (Filage direct)

Dans l'extrusion directe ou filage direct, **Figure.I.3. a**, la filière est fixée dans le récipient à l'intérieure de la presse, les billettes sont poussées vers elle par le biais du piston hydraulique qui a tendance à comprimer la billette. L'effort de compression et de filage sont transmis à l'aluminium à travers le piston et son grain pousseur] [2]. L'aluminium extrudé « Extrudât » sort de l'autre côté de la filière et suit le sens du mouvement du piston. L'extrusion directe est la méthode la plus largement utilisée, à cause des difficultés de construction du vérin pour le procédé inverse. Le filage direct peut se faire avec ou sans lubrification. Le fonctionnement de la presse en mode direct suit les étapes suivantes :

- Chargement de la billette et du bloc factice (pour le calibrage de la presse)
- Filage ou extrusion des billettes
- Décompression de la presse et ouverture du conteneur pour exposer le rebut du bloc factice (dépotage)
- Cisaillement du rebut
- Remise de la cisaille, le contenu et le vérin en position de chargement
- Extrusion et traction du produit extrudé par le tracteur qui tire l'extrudât vers la sortie
- Le filage direct est divisé en deux types :

Le filage direct non lubrifié (chemisé)

Le plus répandu et il concerne les alliages à grande fiabilité (alliages doux), il est dit chemisé à cause de la formation d'une chemise entre les parois internes du conteneur et la billette qui fait éliminer les imperfections de surface des billettes brutes de fonderie [2].

Le filage direct lubrifié

Est utilisé pour les alliages durs et se fait soit en lubrifiant la surface externe de la billette ou bien la surface interne du conteneur [2].

I.1.2.2 : Extrusion inverse

Pour le cas d'extrusion inverse, (Voir **Figure.I.3.b**) ; la filière est creuse (avec une ouverture) ayant la même forme que l'extrudât à produire. Cette dernière est fixée à l'extrémité du piston en mouvement, ce qui permet à l'aluminium extrudé de sortir suivant un côté opposé au sens du mouvement du piston ; à travers l'ouverture de la filière [2]. A l'inverse de l'extrusion directe l'effort de compression et d'extrusion est transmis à la billette par le biais de la filière d'extrusion [2]. Le frottement entre la billette et conteneur est éliminé, ce qui élimine la possible montée en température de la surface de la billette.

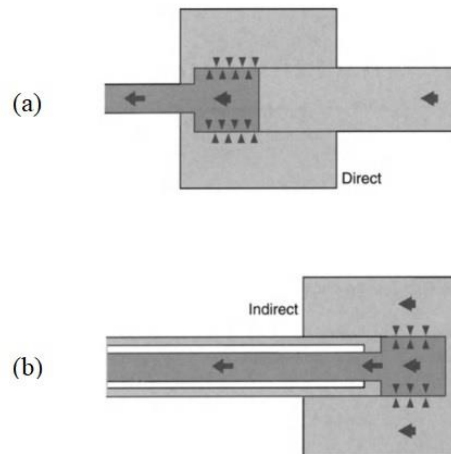


Figure.I.3 : Schéma des Modes d'extrusion : a) directe et b) inverse [1]

La **Figure.I.4**, d'après Roger DEVELAY [2] ; montre une illustration graphique plus détaillée sur les composants utilisés dans les deux cas de filages direct et inverse. Le filage direct est illustré par deux modes (filage directe lubrifié et non lubrifié). L'influence de la lubrification sur les lignes de déformations dans la billette B1, est montré dans les parties **a** et **b** de ladite figure. Il est remarqué que la lubrification joue un rôle important sur la diminution des efforts de frottement entre billette et conteneur ce qui élimine tout échauffement excessif de la surface de la billette.

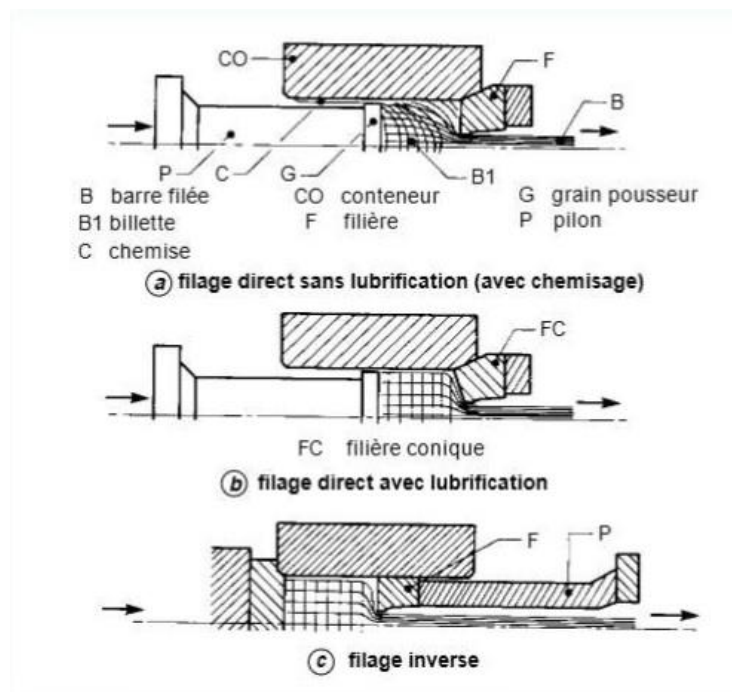


Figure.I.4 : Principales techniques de filage [2].

I.1.3 Produits Extrudés et types de filières d'extrusion

Il existe deux catégories principales de produits à extruder :

- Produits pleins (barres-profilés-tiges)
- Produits creux ou tubulaires (tubes, profilés) [2]

I.1.3.1 Produits pleins (Barres-Profilés-Tiges)

Pour produire des formes pleines, la billette d'aluminium chauffée à la température d'extrusion, est pressée par le piston de la presse à travers une ouverture de filière ayant une forme similaire à la section transversale du produit plein à extruder.

Afin de produire des longueurs continues de produits enroulés, la méthode d'extrusion billette à billette est très souhaitable. La soudure des deux billettes se produit à l'intérieur de la presse, au niveau du conteneur quand la jonction traverse la zone de déformation.

I.1.3.2 Extrusion des sections creuses

Pour produire des formes creuses, des tubes par exemple ; la billette est pressée à travers un ensemble filière-mandrin. La filière détermine son diamètre extérieur, et le mandrin (situé dans le centre) détermine le diamètre intérieur ; ce qui fait que le métal s'écoule alors à travers l'interstice annulaire restant.

Les tubes et profilés creux sont également produits à l'aide d'un concept de chambre de soudage dans lequel le flux de métal qui s'écoule est divisé en flux distincts, qui se rejoignent ensuite par une soudure sous pression. Les jeux de matrices utilisés sont appelés pont ou hublot. Ce procédé est largement utilisé dans l'industrie d'aluminium pour la fabrication de profilés complexes et souvent à parois minces. Mais il ne peut s'appliquer qu'aux produits dilués tel que les alliages des séries 1000, 6000, certains alliages de la série 3000 et 5000 (les plus dilués) et enfin les alliages Al-Mg-Zn de la série 7000.

La **Figure.I.5** montre quelques exemples de profilés en alliages d'aluminium pleins, semi-creux et creux ; qui peuvent être fabriqué par filage.

I.1.3.4 Outillage pour produits creux ou tubulaire

La configuration de l'outillage pour les produits creux ou tubulaires dépend en grande partie du type d'alliage à extruder à savoir les alliages doux et les alliages durs.

Il existe deux types de filage pour l'extrusion des section creuses ou tubulaires [2], à savoir :

I.1.3.4.1 Filage Nourri

Il est utilisé pour le cas des alliages doux, la filière est composée de deux parties ; une partie amont et une partie aval. La première partie (amont) divise le métal en plusieurs veines et comprends un mandrin où une tige, avec une forme extérieure similaire à la section du profilé creux à réaliser. La deuxième partie de la filière qui vient en aval possède un contour creux qui détermine la partie extérieure de produit. Avant de s'écouler vers la sortie et former le produit final, les veines de métal créés par la partie amont de la filière, se soudent entre eux à l'intérieure d'une chambre présente entre ces deux parties de la filière (chambre de soudage). Le tout est résumé dans la **Figure.I.7** d'après R. DEVELAY [2].

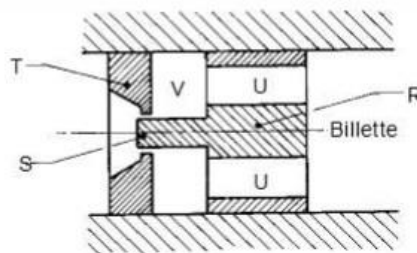


Figure.I.7 : Illustration de l'outillage pour filage nourri, R : partie amont de filière comprenant, U : Veine du métal extrudé, V : chambre de soudage des veines, T : Partie aval de filière, S : Tige ou mandrin [2].

Il existe trois types d'outillage pour le filage nourri, ces derniers dépendent de l'emplacement de l'aiguille [1,2] :

- Outillage Porthole
- Outillage araignée (spider)
- Outillage pont à pont (aiguille supportée par un pont simple ou croisé qui vient se fixer en amont de la filière)

I.1.3.4.2 Filage sur aiguille

Ce type de filage est utilisé pour le cas des alliages durs qui ont une importante résistance mécanique, et se décompose en :

Filage sur aiguille :

Le filage se fait avec une aiguille cylindrique libre ou fixée dans le piston. Le processus se fait avec perçage de la billette avec un diamètre proche à celui de l'aiguille.

Filage sur nez d'aiguille :

Le filage se fait par le biais d'un nez d'aiguille fixée à l'intérieur de la filière, l'aiguille est portée par un mandrin porte aiguille fixe, sur lequel coulisse le piston presseur creux.

En résumé il existe deux grandes familles d'outillages d'extrusion : les filières pleines pour la production des profilés pleins tel que les barres, les tiges et les tubes pleins ; et les filières creuses « hollow » en anglais pour produire les tubes et les canaux.

Il existe aussi d'autres types de filières comme par exemple la filière semi-creuse qui sert à la fabrication de sections combinées (pleines + creuses), par exemple les cadres de fenêtres, des portes, ...etc. Les filières à rainure « Grooved » en anglais, pour la production des profilés à rainures et nervures ; ce qui améliore la rigidité du produit et/ou pour des applications de refroidissement en électronique. Et enfin les filières complexes pour la production de profilés complexes ayant des géométries spéciales pour des applications en aérospatial et automobile.

La réussite d'extrusion et/ou la qualité du produit dépend en grande partie sur les filières d'extrusion qui sont fabriquées en majeure partie de l'acier à outil de travail à chaud du type AISI H13 (X38CrMoV5-1). La majorité des défauts dans les filières d'extrusion concerne l'état de surface de la « portée de filière ». En se dégradant, cette surface se répercute sur la qualité des produits (surface); sur leur aspect après anodisation et peinture. Une usure excessive de la portée de filière peut aussi provoquer des pertes de cotations, ce qui engendre une perte importante de profit dans le procédé d'extrusion d'aluminium ; à cause de la fabrication de profilés épais sans tolérances dimensionnelles précises.

I.2 L'acier AISI H13

L'acier H13 est un acier qui rentre dans la famille des aciers à outils pour le travail à chaud. La nuance H13 est définie suivant les directives de la **norme ASTM A681**, de la société américaine des tests et des matériaux **ASTM International** (American Society for Testing and Materials). Cet acier est utilisé en grandes parties dans les outils de mise en forme des métaux à chaud où à froid.

Cette nuance d'acier est aussi disponible, suivant les désignations d'autres référentiels de norme hors état unis d'Amérique. Comme par exemple la DIN EN ISO 4957, sous la désignation X40CrMoV5-1. L'acier H13 a été anciennement connu sous la nuance Z40CDV5, d'après la norme française AFNOR.

I.2.1 Composition Chimique et influence des éléments d'alliage

Le Tableau.1 : présente les limites de tolérances des éléments chimiques présents dans l'acier H13, d'après la norme **ASTM A681** :

Tableau.1 : Composition chimique de l'acier H13 [ASTM A681]

Élément Chimique	C	Cr	Mo	Mn	V	Si	S	P
% Massique	0.32-0.45	4.75-5.5	1.10-1.75	0.2-0.6	0.80-1.20	0.80-1.25	0.030 Max	0.030 Max

La liste des principaux éléments d'alliages utilisés dans l'acier AISI H13 et leurs rôles sont présentés comme de suite :

Le chrome : augmente la trempabilité de l'acier, diminue le grossissement des grains lors de l'austénitisation, retarde l'adoucissement lors du revenu et contribue à la réduction de l'oxydation à haute température. Il forme aussi des carbures qui contribuent à la résistance à l'abrasion [3].

Le molybdène : confère à l'acier une très bonne résistance à l'usure à chaud via la précipitation des carbures du type M_6C et M_2C ayant des duretés de 1500 et 2000 HV respectivement.

Le vanadium : permet la précipitation des carbures du type MC de très haute dureté 3000 HV [3], qui sont très efficaces pour limiter le grossissement des grains surtout pendant les traitements thermiques. Dans les aciers à outils il est très utilisé avec le chrome, le molybdène et le tungstène [3].

Le silicium : avec une teneur voisine de 0.3% est utilisé comme désoxydant dans l'acier liquide au stade final de l'élaboration. Des teneurs d'environ 1% entraînent une augmentation de la limite élastique, de la résistance à l'oxydation au-delà de 1000°C et la trempabilité par synergie avec d'autres éléments d'alliage comme le molybdène. Il diminue aussi la stabilité des carbures du type M_2C ce qui diminue la fragilité du métal [3].

I.2.2 Propriétés mécaniques et chimiques

L'acier H13 possède des propriétés optimales pour être utilisé dans le procédé d'extrusion à chaud des alliages d'aluminium, ainsi que d'autres procédés de mise en forme à chaud avec des environnements agressifs [4] ; tel que le moulage par injection d'aluminium, le forgeage à chaud, le moulage des thermoplastiques...etc. il est aussi utilisé pour la fabrication des matrices, des moules d'injection, des noyaux, des porte matrice, des blocs, des vices pour la fabrication des mandrins d'extrusion des PVC, des engrenages et des cylindres de laminage [4].

Cet acier possède aussi plusieurs des avantages (cités comme de suite), à cout modéré [5,6] :

- Un haut niveau de dureté [7]
- Une haute limite d'élasticité [7]
- Une grande résistance au fluage et au ramollissement [7,8]
- Une grande ténacité à des températures élevées [7,8]
- Une bonne résistance au revenu (adoucissement) [7,9]

- Une bonne résistance chimique à l'usure et la corrosion [7,10,11]
- Un haut niveau de résistance aux chocs thermiques et la fatigue thermique [12-14]
- Un bon coefficient de conductivité thermique et un faible coefficient de dilatation thermique

Malheureusement, l'acier H13 souffre d'une faible résistance à l'usure par glissement [5].

La dureté des outils de mise en forme en acier H13, est préconisée suivant leur application dans les procédés de mise en forme [15] :

- Pour les matrices d'extrusion, l'intervalle de dureté est compris entre 43-52 HRC
- Pour les matrices de moulages sous pression, la dureté est comprise entre 44-50 HRC
- Pour les matrices de forgeage, elle est comprise entre 40-55 HRC

I.2.3 Traitements thermiques (trempe et revenu)

Pour des applications en extrusion à chaud des alliages d'aluminium, l'acier H13 subit en général un traitement thermique de trempe suivie de deux revenus consécutifs.

I.2.3.1 Trempe

Avant d'être trempé, l'acier H13 est chauffé à une température d'austénitisation qui doit être située généralement en dessous de 1100°C, pour éviter tout risque de grossissements des grains ; qui sont surtout enclenchés par la dissolution des carbures primaires du type MC (riches en vanadium) [8,9,16]. L'utilisation d'une température d'austénitisation en dessous de 1100°C ne provoque que la re-dissolution des carbures riches en Mo du type M₆C, les carbures riches en Cr du type M₇C₃ et/ou M₂₃C₆ et les carbures du type M₃C ; susceptibles d'exister à l'état recuit [3,16,17].

Dans des travaux antérieurs de trempe et revenu de l'acier H13, plusieurs auteurs ont utilisé des températures d'austénitisation comprises entre 1010 et 1050°C [6-8,13,16-25], avec des maintiens isothermes à ces températures pour des durées comprises entre 10 et 120 minutes [6-8,13,16-25]. Les milieux de trempe, les nombres de revenus et leurs températures ; ont différé d'un auteur à un autre en fonction du but des études réalisés. Le Tableau.2 a été dressé pour être utilisé comme synthèse générale des études antérieures :

Tableau.2 : Synthèse des traitement thermiques antérieures réalisés sur l'acier H13 :

Référence	Matériau	Température d'austénitisation (°C)	Durée (Min)	Milieu de trempe	Premier revenu (°C)	Durée (Min)	Deuxième Revenu (°C)	Durée (Min)
[16]	H13	1010	40	Air	540	120	540	120
[24]	H13	1030	10	Non spécifié	620	120	620	120
[8]	H13	1030	30	Huile	590	30 - 1200	/	/

Chapitre I : Analyse bibliographique

[13]	H13	1025	30	Gaz à haute pression	610	120	610	120
[25]	H13	1020	Non Spécifiée	Huile	500	120	500	120
[18]	H13	1030	40	Non spécifié	550	120	640	120
[17]	H13	1030	30	Huile	570	90	/	/
[19]	H13	1025	30	Air forcé	625	120	625	120
[20]	H13	1025	Non Spécifiée	Azote gazeux à 80°C	Non Spécifiés			
[21]	H13	1025	30	Azote Gazeux à 80°C	540	210	600	210
[22]	H13	1025	30	Air Forcé	625	120	625	120
[6]	H13	1030	120	Azote Pression (5bar)	550	120	620	120
[7]	H13	1020	120	Azote Pression (5bar)	570	120	570	120
[23]	H13	1020	120	Azote Pression (5bar)	570	120	570	120

Durant la trempe, l'acier est refroidi rapidement en dessous du point de départ de la transformation martensitique M_s , dans le milieu choisi (Voir Tableau.2). Ceci produit l'accroissement des valeurs de duretés qui sont accompagnés d'une fragilité due à la présence des contraintes résiduelles, d'où la nécessité d'un traitement de revenu. La structure après trempe se traduit par la présence de martensite de trempe, une petite proportion d'austénite résiduelle et des carbures complexes du type $M_{23}C_6$ [15]. D'après O. Barreau [3], un acier H13 trempé présente une structure contenant des petites proportions de carbures du type $M_{23}C_6$ et

des infimes proportions de carbures du type MC et M_3C . Ces carbures sont considérés comme des carbures primaires.

Il existe deux types de carbures primaires : - riche en V
- riche en Mo-Cr

Dans une étude faite sur la précipitation des carbures primaires dans l'acier H13 après solidification (après élaboration de l'acier), Guang-di-Zhao et al [26] ; ont trouvé que ces deux types de carbures primaires (Cités dans le paragraphe précédent) sont toujours liés entre eux.

Dans un autre travail sur les carbures primaires, Xiaoli Zhao et al [9] ont calculé le diagramme d'équilibre des phases entre 800 et 1100 °C pour la précipitation de ces carbures, ils ont trouvé que les carbures du type M_7C_3 précipitent en dessous de 887°C, les carbures du type M_6C précipitent entre 865 et 878 °C, les carbures du type MC précipitent entre 900 et 1095°C et enfin les phases alpha et gamma précipitent entre (839-866°C) et (867-839°C) respectivement. La Figure.I.8 montre le diagramme d'équilibre qu'ils ont calculé par le logiciel Thermo-Calc avec la base de données TCFE7.

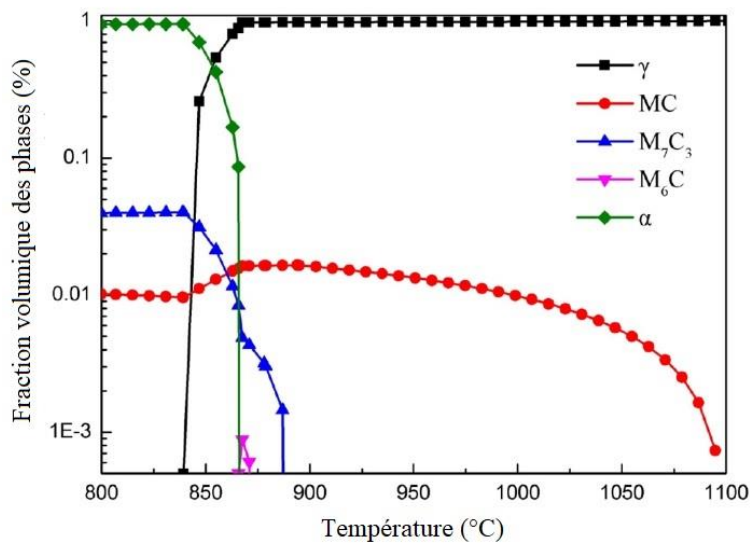


Figure.I.8 : Diagramme d'équilibre de phases entre 800-1100°C d'un acier H13 [9].

I.2.3.2 Revenus

Le traitement de revenu est préconisé pour allonger l'état de contraintes internes après trempe et faire diminuer la fragilité de la matrice martensitique. L'acier H13 trempé doit être traité par au moins deux traitements thermiques de revenus consécutifs. Lors du revenu de l'acier H 13, le phénomène de précipitation s'enclenche et produit des précipités de seconde phase qui sont très bénéfiques à sa dureté et sa stabilité thermique [15]. Les Précipités de secondes phases, qui sont généralement dispersés dans la matrice, agissent pour entraver le

mouvement des dislocations et empêchement le grossissement des grains ; ce qui améliore les propriétés mécaniques et la résistance à la fatigue thermique.

Comme rapporté par A. Ning et al [8], les périodes optimales de revenu de l'acier H13 doivent être comprises entre 2 à 4h. Ceci se traduira par l'obtention de bonnes propriétés mécaniques (dureté entre 44-46 HRC, Valeur d'impact moyenne supérieur à 10,9 J et limite inférieure égale à 8,9 J) ; d'après les directives de l'association nord-américaine de moulage sous pression NADCA # 207-2016 [8].

Le premier revenu :

Permet de relaxer les contraintes résiduelles et d'obtenir une structure de martensite revenue. Il favorise la précipitation de carbures secondaires qui s'accompagnent par une augmentation de la dureté et enclenche la transformation de l'austénite résiduelle en martensite [2,3]. Toutefois, la proportion d'austénite résiduelle ne sera jamais transformée totalement même après plusieurs opérations de revenus. Cela a été confirmé par Xiaoli et al [16], qui ont trouvé une proportion restante d'austénite résiduelle de l'ordre de 3 % après avoir recouru à un traitement de triple revenu sur un acier H13. Une possibilité d'élimination d'avantage d'austénite résiduelle et sa conversion en carbures tertiaires, peut se faire par traitement cryogénique après trempe et revenu comme déjà rapporté par Tarang Shinde et al [25].

Afin d'identifier les proportions des carbures qui se sont précipité dans l'acier H13 après trempe et un seul revenu de 2h, A. Ning et al [8] ont adopté la méthode d'extraction des carbures par électrolyse. L'analyse des proportions des poudres obtenus, a dévoilé les pourcentages massiques suivants :

- 80.1%, carbures du type $M_{23}C_6$ composés de (Mo, Mn et Cr) avec un maille cubique centrée
- 9.2%, carbures du type MC composés de (V et Mo) ayant une maille cubique centrée
- 9.3%, carbures du type M_3C (cémentite ayant un réseau orthorhombique)
- Une infime quantité de carbures du type M_2C composée principalement de Mo (Mo_2C) ayant une maille hexagonale.

La précipitation des carbures responsables du durcissement secondaires du type M_7C_3 et M_2C a lieu sur les défauts issus de la trempe, ces carbures ont tendance à se transformer en leur forme la plus stable à savoir $M_{23}C_6$ et M_6C ; avec prolongement du temps de revenu [12].

Avec l'augmentation de la température, les carbures du type M_3C peuvent se transformer progressivement en M_2C , M_7C_3 et $M_{23}C_6$ soit par mécanisme de nucléation in-situ (transformation de M_3C en M_7C_3) ou par nucléation séparée (cas des carbures M_2C et $M_{23}C_6$) [27].

Le deuxième revenu :

Durant le second revenu il n'y a ni y a ni précipitation de nouveaux carbures (présence des carbures précédemment précipités lors du premier revenu), ni augmentation des valeurs de dureté ; donc il n'a presque aucun effet [3,12]. Toutefois, il provoque la diminution de la densité des dislocations qui se sont introduites lors de la trempe et évite la coalescence des carbures ;

s'il est réalisé à des températures inférieures à 600°C. Au-delà de 600°C, le second revenu provoque la coalescence des carbures secondaires [15,28].

Le revenu secondaire est utilisé pour améliorer d'avantage, la ténacité et la stabilité thermique de la structure et doit être réalisé à une température supérieure à la température de fonctionnement souhaitée [15, 28].

En résumé, après trempe et double revenu, la matrice traitée comprendra des carbures primaires du type MC riche en vanadium, des carbures secondaires du type $M_{23}C_6$, M_6C et M_3C .

La **Figure.I.9**, montre une microstructure typique d'un acier H13 après trempe à 1030°C et double revenu à 630°C [24]. Cette dernière démontre une structure de martensite revenue en lattes avec une dispersion de carbures fins ayant un contraste blanc, qui sont dispersés aléatoirement dans la matrice de l'acier H13. De telles particules ont été identifiées par Xiaoli Zhao et al [9], à l'aide d'une analyse de microscopie électronique à transmission équipée d'EDS ; comme étant les carbures du type MC riches en vanadium. Les carbures en général ne peuvent pas être observés dans les pics de diffraction des rayons X à cause de leur infime quantité, qui ne peut pas être détectée par le signal.

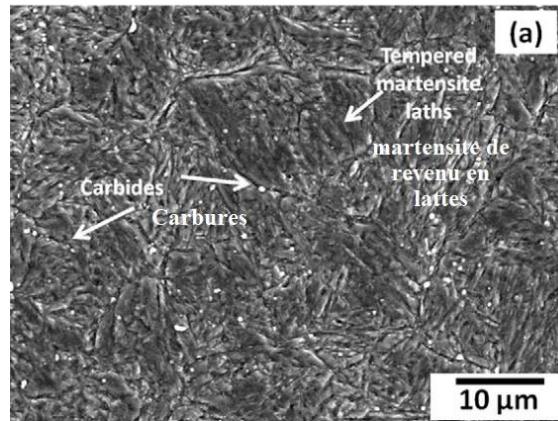


Figure.I.9 : Microstructure MEB de l'acier H13 après trempe (1030°C) et double revenu à (620°C) [24].

I.2.3.3 Grossissement et coalescence des carbures

M.L. Farès et al [15], ont observé une diminution sensible de l'austénite résiduelle de 4 à 2% qui est accompagnée d'un grossissement des carbures du type $M_{23}C_6$ de l'ordre 2 à 3% ; après trempe à 1050°C suivi d'un revenu à 500°C. Les carbures grossiers ne sont pas souhaitables car ils réduisent la résistance à la fissuration à haute température et provoquent une fissuration grossière.

A Ning et al ont démontré dans leur étude [8] que le grossissement des carbures ne concernait que les carbures du type $M_{23}C_6$. En étudiant l'influence du temps de revenu sur le grossissement des carbures dans l'acier H13 trempé à 1030°C, ils ont trouvé que le rayon du cercle équivalent des carbures a diminué entre (30 min et 2h) de revenu grâce à la nucléation de plusieurs nouveaux précipités ; augmentant ainsi les propriétés mécaniques tel que la limite

élastique de l'acier. Ensuite, ce rayon a augmenté fortement entre (2 et 4h) pour enfin s'accroître asymptotiquement entre (4 et 20h) ; obéissant à la vitesse de maturation d'Ostwald calculée pour Fe_3C et $M_{23}C_6$ (il est très difficile de différencier les carbures $M_{23}C_6$ et M_3C car ils grossissent rapidement entre 590 et 700°C). Lors du grossissement, il peut y avoir fusion des carbures du type M_7C_3 avec $M_{23}C_6$. D'un autre côté, les carbures du type MC (riches en vanadium) ne grossissent pas lors du processus de revenu et sont insensibles à la température de revenu ; à cause de leur très grande stabilité [8,9,13,27].

La diminution de la densité des dislocations dans la matrice (durant le revenu) et le grossissement des carbures lors de la fatigue provoquent un adoucissement cyclique [13].

Xinbin Hu et al [13], ont utilisé la microscopie électronique à transmission (équipée de l'EDS, pour évaluer les carbures et les carbures grossier qui était présent dans une réplique de poudre extraite à partir d'un acier H13. Cet acier avait précédemment subi un traitement de trempe, double revenu et maturation. Ils ont trouvé :

- Des Carbures du Type $M_{23}C_6$, sphériques et irréguliers contenant Cr, Fe, Mo et peu de V
- Des carbures du type M_6C sous forme de barres contenant du Fe et Mo
- Des carbures du type MC sous forme de fines particules.

Les Carbures du type $M_{23}C_6$ sont complexes et peuvent contenir à la fois, du Cr ; du Mo et du V dissouts. [13,15].

I.2.4 Traitements thermochimiques

I.2.4.1 Nitruration Gazeuse

I.2.4.1.1 Introduction

La nitruration gazeuse est le traitement de surface le plus utilisé dans le procédé d'extrusion à chaud des alliages d'aluminium. Il est connu pour être le moins cher du marché et d'avoir la capacité de traiter les formes les plus complexes [5,11,14,29,30]. Ce traitement est préconisé après les traitements thermiques de trempe et revenu, pour assurer d'importants taux de production, pour améliorer la résistance à l'usure, à la fatigue, à la corrosion et la résistance aux attaques chimiques ; des aciers à outils (acier h13) [1,2,7,9,18,31].

I.2.4.1.2 Diffusion

Le processus de nitruration gazeuse a lieu par diffusion des atomes d'azote issues du craquage de l'ammoniaque gazeux, à travers la surface de l'acier pour produire une couche en surface couramment appelée : couche de nitrures, couche blanche, couche de nitruration ou couche de combinaison [18,32]. Cette couche est très connue pour sa stabilité contre les attaques chimiques d'aluminium [10,22,32], elle est toujours suivie d'une couche de diffusion.

La diffusion des atomes d'azote est décrite par la première loi de Fick [1]. Les atomes se déplacent suivant le gradient de concentration, du gradient élevé vers le gradient le plus faible jusqu'à l'obtention de l'équilibre.

$$J = -D \left(\frac{dc}{dx} \right)_t \quad (1)$$

J : Le flux d'atomes qui traverse une surface unitaire par unité de temps

(dc/dx) : Le gradient de concentration normal au plan au même instant

D : Coefficient de diffusion propre à chaque matériau

Le coefficient de diffusion D de l'azote dans la maille α -Fe, peut être calculé à partir de la loi d'Arrhenius [1, 9, 14] :

$$D = D_0 \exp \left(\frac{-Q}{RT} \right) \quad (2)$$

D₀ : Constante indépendante de la température

Q : Energie d'activation (inversement proportionnelle à la température absolu)

R : Constante des gaz parfaits (8.314 J/mol. K)

T : Température absolue en Kelvin

Dans l'acier H13 la diffusion d'azote est favorisée par la précipitation des carbures du type MC (riches en vanadium), qui diminue son énergie d'activation et produit une zone de diffusion épaisse [9]. Comme déclaré par Yong Duan et al [33], l'augmentation du temps de revenu avant nitruration favorise la précipitation des carbures d'alliages à partir de la matrice α -Fe ; provoquant la diminution des éléments d'alliages et l'accroissement du coefficient de diffusion. Au contraire, si le réseau α -Fe est saturée la diffusion d'azote est bloquée.

I.2.4.1.3 Effet de la Pré-Oxydation et la Post-Oxydation

La nucléation des nitrures de fer débute le long des joints de grains qui sont voisins à la surface suivant une direction latérale. Après un certain temps d'incubation, la nucléation directe de ces nitrures de fer devient possible sur la surface [34]. Dans leur étude, Peter B. Friehling et al [34], ont démontré que la pré-oxydation en surface de l'acier avant nitruration gazeuse avait un grand effet sur la diminution du temps d'incubation et la distribution homogène des nitrures de fer en surface [33,34,35]. Avec la formation d'une couche de wustite ayant une orientation cristallographique qui favorise la formation des ϵ -Fe₂N_{1-z} [34], même dans des conditions qui permettent la formation de γ' -Fe₄N_{1-x}. L'ammoniac est facilement dissécable sur la surface d'oxyde en comparaison avec une surface intacte, et la formation d'oxy-nitrures semblable à la wustite agit comme précurseur à la formation de la phase epsilon. Donc la Pré-oxydation est très bénéfique à la formation de la phase epsilon [35], et s'effectue généralement à une température inférieure à celle de la nitruration soit entre 300 – 350°C ; qui peut même atteindre 520°C [6,34,35].

P.B. Fehling et al [35], ont observé la formation d'une couche composée (de nitrures de fer) après seulement 20 minutes ; pour le cas d'un acier pré-oxydé à 573K (300°C) à l'air ambiant. Alors qu'il faut plus de 290 min pour obtenir des résultats similaires sans preoxydation [35].

De leurs part, Guen Chen et al [7] ; ont démontré que l'oxydation en surface après nitruration convertit tous les nitrures en oxydes du type Fe_3O_4 . La **Figure.I.10. a-d** montre des microstructures MEB en surface et en coupe transversale d'un acier h13 traité par nitruration liquide, suivie d'un traitement de post oxydation. La partie 'a' montre un état de surface très rugueux, après nitruration. Le traitement de nitruration est connu pour faire accroître la rugosité de surface [37-43]. L'accroissement de cette rugosité est dû à l'empilement d'oxydes et de nitrures de fer dispersés dans la microstructure, qui ont été identifiés par DRX comme étant Fe_3O_4 et $\epsilon-Fe_{2-3}N$. La partie 'c' montre l'observation en coupe transversale de cette même couche de combinaison, composée d'oxydes et de nitrures. La partie 'b' montre la présence de précipités de forme octaédrique qui ont été identifiés par DRX comme étant des oxydes de fer du type Fe_3O_4 issues de la conversion des nitrures de fer $Fe_{2-3}N$ [7]. Enfin la partie 'd' présente l'observation en coupe transversale de cette couche de surface, composée d'oxydes de fer du type Fe_3O_4 .

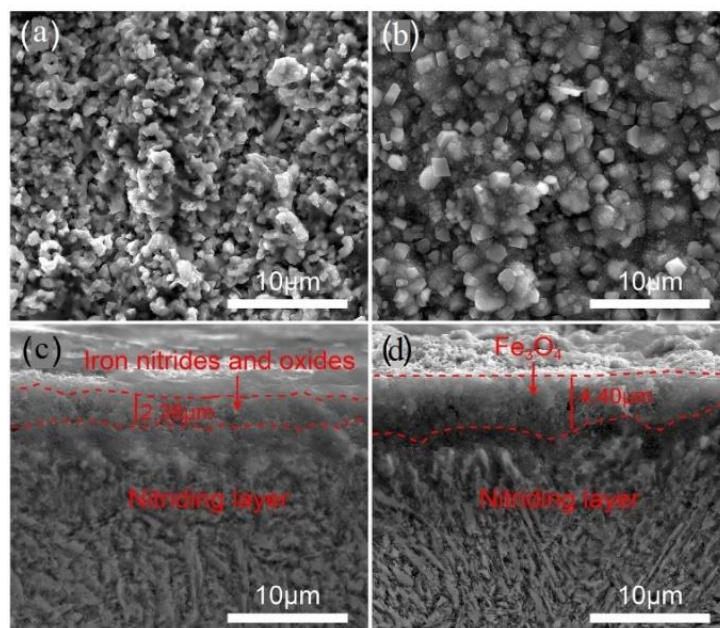


Figure.I.10 : Microstructures MEB : a) Vue en surface de l'acier H13 nitruré, b) Vue en surface de l'acier H13 nitruré puis post-oxydé, c) Observation en coupe transversale de l'acier h13 nitruré et d) Observation en coupe transversale de l'acier H13 nitruré puis post-oxydé [7].

I.2.4.1.4 Couche de nitrures fer en surface

Dans le procédé d'extrusion d'aluminium, l'idéal est d'obtenir une couche de combinaison en surface monophasée, afin d'assurer un haut niveau de résistance et inhiber la réaction avec l'aluminium [18,31]. Mais généralement cette couche est composée d'un mélange hétérogène de phases de nitrures de fer $\epsilon-Fe_{2-3}N$ et $\gamma'-Fe_4N$ [9,22]. Ce mélange homogène a tendance à fragiliser ladite couche, sachant que cette fragilité est régie par le rapport ϵ/γ' [6]. M. Hernandez et al [14], après un traitement de nitruration gazeuse de 8h à 580°C, ont obtenu une couche blanche en surface d'une épaisseur comprise entre 8 et 25 μm ; avec des concentrations massiques en azote comprises entre 7 et 19%. L'accroissement de l'épaisseur de cette couche a

été dépendant de la température et du temps de traitement [14], étant donné qu'il a suivi une loi parabolique dans le temps [35].

La **Figure.I.11** montre une microstructure typique d'un acier H13 ayant subi une nitruration gazeuse, qui a été réalisée par Y. Birol et al [22]. Les analyses DRX menés par ces mêmes auteurs, ont conclu sur la présence d'une couche blanche en surface biphasée contenant les phases γ' (Fe_4N) et ε (Fe_{2-3}N).

Ladite Figure montre dans sa partie (a), une couche composée d'environ $6\ \mu\text{m}$ d'épaisseur suivie d'une couche de diffusion d'environ $200\ \mu\text{m}$ et dans sa partie (b) un zoom sur cette couche composée et la fraction de joints de grains à sa proximité immédiate ; qui ont été décorés avec les nitrures de fer [22].

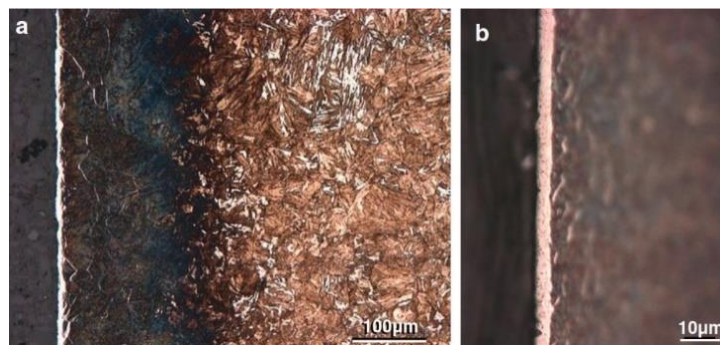


Figure.I.11 : Microstructure en coupe transversale d'un acier H13 nitruré dans l'ammoniaque (NH_3) à 530°C , a) : Couche composée et couche de diffusion d'environ, b) Zoom sur la couche composée et la fraction des joints de grains à sa proximité immédiate [22].

La Figure.I.12 : montre l'évolution du profil de micro dureté Vickers ($\text{Hv}0.3$) d'un acier H11 nitruré à 580°C pendant 8h en fonction du potentiel de nitruration et l'épaisseur de la diffusion, d'après M. Hernandez et al [14]. L'équivalent de dureté en surface a été compris entre 9 et 10 GPa, qui a chuté par la suite progressivement en allant vers le cœur à cause de la diminution de la concentration d'azote. M.Pellizari et al [30] ont mesuré cette dureté Vickers en surface à l'aide d'une charge plus petite de 50 g ($\text{HV} 0.05$), les résultats obtenus, ont été aux alentours de 1200 HV.

La couche de diffusion a une dureté plus élevée par rapport au métal de base en raison du renforcement de la solution en azote (N), la dureté diminue avec la diminution de la solubilité de N dans la solution solide. La couche de diffusion effective est celle dont la dureté est supérieure ou égale de 50 HV par rapport à celle du métal de base. [36].

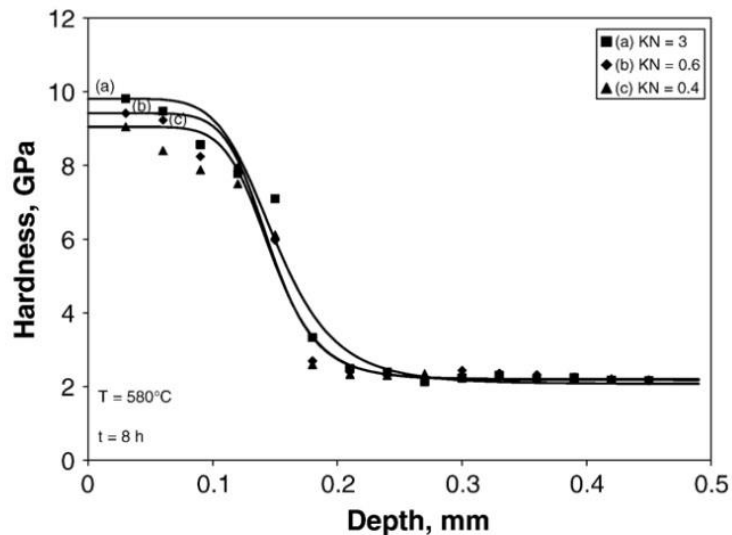


Figure.I.12 : Evolution du profil de dureté d'un acier H11 nitruré à 580°C pendant 8h en fonction du potentiel de nitruration et l'épaisseur de diffusion [14]

Le potentiel de nitruration K_N joue un rôle important sur les phases présentes dans la couche de combinaison, il est utilisé dans les processus de nitruration modernes pour régler le potentiel de l'atmosphère, afin d'activer une diffusion contrôlée de l'azote dans les matériaux [44]. Il est réglé à l'aide d'un système qui mesure la pression partielle d'hydrogène dans la conduite des gaz d'échappement à l'aide d'un capteur d'hydrogène. D'après le diagramme de Lehrer (**Figure.I.13**), l'accroissement de K_N et de la température de nitruration, ont tendance à produire une couche de nitrures en surface mono phasée.

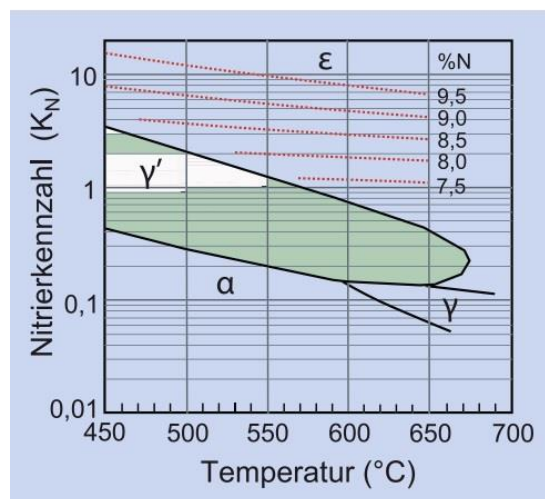


Figure.I.13 : Diagramme de Lehrer, Potentiel de nitruration K_N en fonction de la température de nitruration [44].

Le potentiel de nitruration K_N se calcule à partir de pression partielle d'ammoniaque $p(\text{NH}_3)$ et d'hydrogène $p(\text{H}_2)$ dans l'atmosphère de nitruration dans le four suivant la formule suivante :

$$K_N = p(\text{NH}_3) / p(\text{H}_2)^{3/2} \quad (3)$$

L'augmentation du potentiel de nitruration, a tendance à produire une couche de surface monophasée du type $\epsilon\text{-Fe}_{2-3}\text{N}$; entre 580 et 590°C [14, 45]. Cela a été confirmé et présenté dans la **Figure.I.14. a-b**, par Hernandez et al [14], et Ngoc Minh Le et al [45] ; par DRX. Les résultats sont en accord avec le diagramme de Lehrer de la **Figure.I.13**.

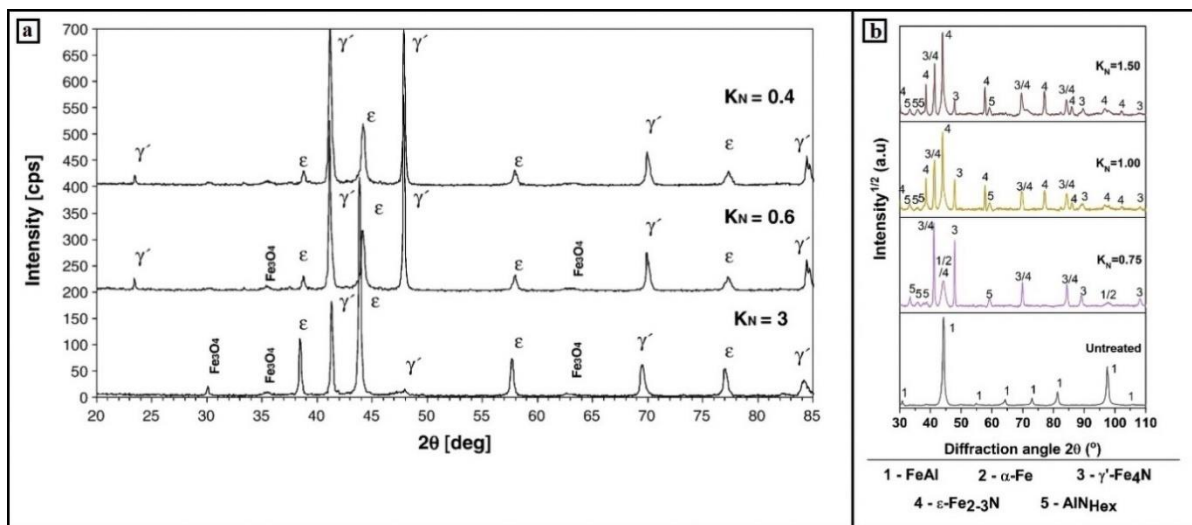


Figure.I.14 : a) Spectres DRX sur l'effet de l'évolution du potentiel de nitruration sur les phases formées en surface d'un acier h11 nitruré à 580°C pendant 8h [14], b) spectres DRX sur l'effet de l'évolution du potentiel de nitruration sur les phases formées en surface d'un alliage Fer-Aluminium nitruré à 570°C pendant 5h [45].

I.2.4.1.5 Couche de diffusion

Le gradient de concentration entre le four de nitruration gazeuse et les pièces à traiter provoque une diffusion rapide des atomes d'azote dans la zone de diffusion, ces derniers occupent les sites interstitiels octaédriques dans la maille cubique centrée $\alpha\text{-Fe}$ [14] et précipitent le long des joints de grains ; ensuite vers la surface extérieure une fois la limite de solubilité est atteinte dans maille $\alpha\text{-Fe}$ [6,22,33,34,35,46]. Ce qui crée une dureté plus élevée par rapport à celle de la matrice [18]. Ce durcissement de la couche de sous surface a été décrit par C.Boher et al [47], comme étant très bénéfique pour supporter les charges mécaniques de la surface et éviter la déformation plastique dans la zone de sous surface ; qui peut causer la destruction de la couche de surface. Le pourcentage massique d'azote propre à la couche de diffusion a été défini par M. Hernandez et al comme étant égal à 2%.

I.2.4.2 Boruration

I.2.4.2.1 Introduction

Le traitement de boruration est un traitement thermo-chimique de diffusion des atomes de bore dans les alliages ferreux, non ferreux et les superalliages. Avec comme but principal, l'amélioration des propriétés mécaniques, l'amélioration de la résistance à l'usure, à la corrosion et à l'oxydation. [4,48-50,51-59]. Le traitement est aussi connu pour réduire le coefficient de frottement des pièces traités [51]. Dans d'autres applications métallurgiques, ce traitement est utilisé pour produire une résistance remarquable contre les acides (Sulfurique, phosphorique et hydro-chloridrique [59]), les bases et les solutions métalliques [56].

Le régime pour le traitement de boruration des aciers est généralement préconisé avec des intervalles de températures comprises entre 700-1050°C à des périodes comprises entre 1-12 h [50, 4, 51-53, 56].

Comme pour le cas du traitement de nitruration gazeuse, il existe trois types de boruration thermo-chimique [49, 50, 54-56] :

- En milieu solide
- En milieu liquide
- Et en milieu gazeux

En dehors de ses trois modes de boruration il existe d'autres techniques qui sont en quelque sorte dérivés des trois techniques principales, à savoir : la boruration électrochimique, la boruration plasma, la boruration laser...etc. [55].

Le type de boruration le plus répandu est la boruration solide (boruration en caisse) à cause de :

- Sa simplicité,
- La simplicité de l'équipement requis
- La facilité d'application,
- Surface produite lisse [56]

Mais comme tout procédé industriel la boruration en caisse possède certains inconvénients comme :

- La cherté des poudres utilisées, ce qui limite son utilisation
- La difficulté d'application dans les chaînes de fabrication automatisés ce qui ne la rend peu souhaitable [52,60]

Dans ce chapitre nous allons nous intéresser au traitement de boruration utilisé pour l'amélioration de la durée de vie des orifices, des moules des lingots, des filières pour le formage à chaud ; qui sont en grande partie fabriqués en acier à outils pour le travail à chaud de type AISI H13 [4,50,51-53,60].

I.2.4.2.2 Diffusion

La diffusion des atomes de bore débute en premier lieu, dans la couche de sous surface de l'acier avec la formation de solution solide dans les régions les plus réactives (Joints de

grains, dislocations, sites poreux du réseau cristallin) [48]. Avec la progression dans le temps, une fois la limite de solubilité du bore dans le substrat est atteinte [58] ; il y a l'apparition et la formation de la phase intermétallique Fe₂B en surface. Des durées de traitement plus étendus provoquent la formation de la phase intermétallique FeB au-dessus de la phase Fe₂B, dans une position adjacente par rapport à la surface [59].

Les facteurs influant sur le processus de boruration

Plusieurs travaux antérieurs [4,48,50,52-56,58,60], ont rapporté que la qualité des phases de borures de fer obtenue est directement influencée par :

- Le milieu borurant, son état physique et son potentiel borurant
- La composition chimique du substrat (présence ou non des éléments d'alliage)
- La température du traitement
- Le temps du traitement

La température et le temps ont une influence considérable sur la réussite du processus, à cause de la diffusion améliorée à haute température [48, 50, 54, 55, 58]. La diffusion du bore et l'évolution de la couche de borures de fer en surface (FeB + Fe₂B), croit suivant une loi parabolique qui est fonction du temps et de la température [53-57] ; qui s'écrit par l'une des formules suivantes (1 ou 2) [49, 50, 53] :

$$x^2 = Kt \quad (4)$$

- x : épaisseur de la couche de FeB et Fe₂B ensemble, peut être trouvé aussi sous 'd'
- K : constante de la loi parabolique
- t : temps de traitement

$$d = k(t)^{1/2} \quad (5)$$

- d : épaisseur de la couche borures
- t temps (h)
- k constante dépendant de la température

La constante K est calculée à partir de la loi d'Arrhenius :

$$K = A \exp(-Q/RT) \quad (6)$$

- A : Constante
- Q : Energie d'activation J/mol.K
- R : constante des gaz J/mol.K
- T : température absolue

L'évolution parabolique est clairement montrée dans la **Figure.I.15**, dressée par S. Taktak et al [59] lors de la boruration d'un acier H13 à 800, 850, 900 et 950°C pour des durées de 3, 5 et 7h.

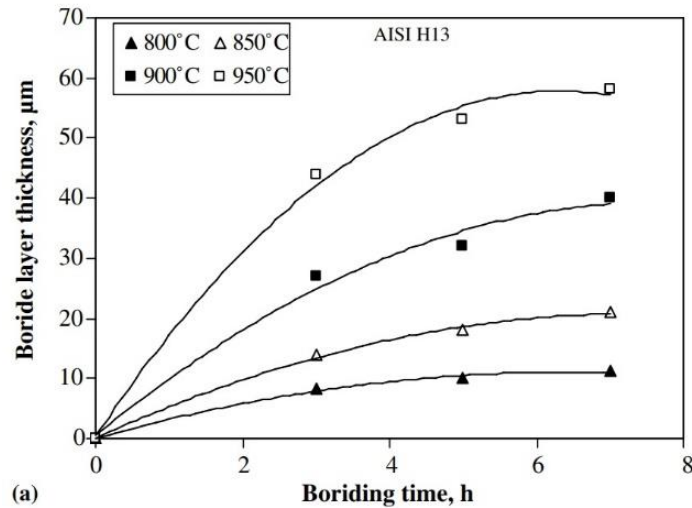


Figure.I.15 : Evolution de l'épaisseur de la couche de boruration sur un acier H13 en fonction du temps et la température [59]

La même figure montre clairement que la température du traitement a été plus effective que le temps, vis-à-vis de l'épaisseur de la couche de borures obtenues. Cela a aussi été rapporté par M.S. Gök et al [48], A. Erdoğan [54], C. Meriç et al [56] et récemment par A. Günen et al [4] dans la **Figure.I.16**.

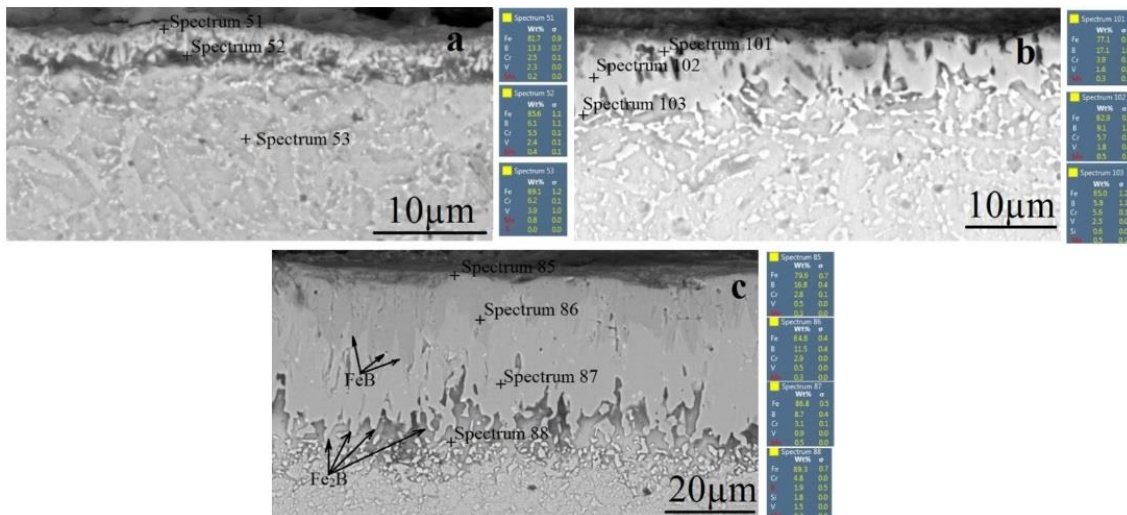


Figure.I.16 : Echantillon en acier H13 borurés pendant 2h à : a) 800°C, b) 900°C et c) 1000°C, assorties de leurs analyses EDS [4].

L'augmentation du temps de boruration peut aussi jouer un rôle important pour diminuer le taux de porosité dans la couche de borures [4,48]

Composition chimique de la poudre utilisée dans la boruration en caisse

La composition chimique de la poudre utilisée dans la boruration en caisse varie d'un auteur à un autres. Le **Tableau.3**, résume les principales variantes du mélange poudreux, ayant été utilisés antérieurement pour le traitement de plusieurs types d'acier y compris l'acier H13. Ce tableau résume aussi les types de conteneurs utilisés et leurs modes de fermeture (atmosphère de traitement).

Tableau.3 : Différentes compositions chimiques des poudres utilisées dans le traitement de boruration en caisse des aciers, types des conteneurs et atmosphère de traitement :

Références	Acier Traité	Composition de la poudre	Type de conteneur utilisé dans le traitement	Atmosphère utilisée
[48]	Acier H13	Poudre Commerciale : Ekbor2 <ul style="list-style-type: none"> • 5% en masse B₄C (Source de bore) • 5 % en masse de NaBF₄ (Activateur) • 90% en masse SiC (Diluant) 	Acier Inoxydable fermé hermétiquement	Atmosphère d'argon
[49]	AISI 316 L	Poudre Commerciale : Ekbor2 (taille 50 µm) <ul style="list-style-type: none"> • 5% en masse B₄C (Source de bore) • 5 % en masse de KBF₄ (Activateur) • 90% en masse SiC (Diluant) Taille de la poudre 50 (µm)	Acier Inoxydable AISI 316L	Non spécifiée
[50]	Acier H13	Poudre Commerciale : Boropak TM : <ul style="list-style-type: none"> • B₄C (Source de bore) • KBF₄ (Activateur) • SiC (Diluant) 	Type de conteneur non mentionné, Fermé du haut avec la poudre de verre (couche de 20-25 mm) pour éviter l'oxydation	Atmosphère d'air confinée
[60]	<ul style="list-style-type: none"> • Fer Pur a 99.9 % en masse • Acier UNI 38 NiCrMo4 	Mélange Poudreux : <ul style="list-style-type: none"> • 20% en masse B₄C (Source de bore) • 10% en masse KBF₄ (Activateur) • 70% en masse SiC (Diluant) 	Non spécifié	Non spécifiée
[4]	Acier H13	Mélange Poudreux : <ul style="list-style-type: none"> • 95 % en masse B₄C • 5% en masse NaBF₄ Mélange exempt de silicium	Acier inoxydable Rempli du haut par une poudre de Al ₂ O ₃ pour éviter l'oxydation des échantillons	Atmosphère d'air confinée

Chapitre I : Analyse bibliographique

[51]	Acier H11	<p>Mélange Poudreux :</p> <ul style="list-style-type: none"> • 5% en B₄C (Source) • 5% KBF₄ (Activateur) • 90% SiC (Diluant) 	Conteneur en Inconel	Non spécifiée
[52]	Acier à bas Carbone (0.2%)	Nouveau mélange poudreux pour contrôler l'activité du bore (LABM)	Non spécifié	Non spécifiée
[53]	Acier H13	Poudre commerciale Ekabor-I	Non spécifié	Non spécifiée
[54]		<p>Poudre commerciale :</p> <ul style="list-style-type: none"> • 95% en volume de bore de taille Nanométrique (Source de bore) • 5% en volume de KBF₄ (Activateur) 	Acier inoxydable	Atmosphère contrôlée
[55]	Acier EN H320 LA	<p>Poudres commerciales :</p> <ul style="list-style-type: none"> • Ekabor I • Ekabor II • Ekabor III <p>Composés de :</p> <ul style="list-style-type: none"> • 90% SiC • 5% B₄C • 5% KBF₄ 	Creusé en alumine, Echantillons entourés de tous les côtés par la poudre de boruration (20 mm d'épaisseur)	Atmosphère d'air libre
		<ul style="list-style-type: none"> • Ekabor Hm Composition confidentielle 		
[56]	<p>Aciers AISI :</p> <ul style="list-style-type: none"> • 1020 • 1030 • 1040 • 1050 	<p>Poudres Ekabor HM : Classés par tamisage en 04 Groupes :</p> <ul style="list-style-type: none"> • Poudre 01 106-150 μm • Poudre 02 75-106 μm • Poudre 03 38-75 μm • Poudre 04 >38 μm 	Type de Caisse non spécifié, fermé hermétiquement	Atmosphère d'air Confinée
[58]	AISI 4140	Poudre commerciale : Ekabor II	Conteur en acier inoxydable, Couvert de la poudre EKTRIT R pour prévenir contre l'oxydation	Atmosphère d'air confinée

[60]	Acier H13	Bain de sel en solution : <ul style="list-style-type: none">• 60% en masse borax• 20% en masse acide borique comme (source de bore)• 20 % en masse en Ferro silicates	Non spécifié	Non spécifiée
------	-----------	---	--------------	---------------

Effet de la taille des particules du mélange en poudre pour la boruration :

Pour étudier l'effet de la taille des particules de la poudre de boruration (mélange poudreux), sur la cinétique de boruration et les propriétés de la couche obtenue, C. Meriç et al [56] ont utilisé quatre granulométries différentes de poudre de boruration commerciale Ekabor Hm ® ; dans leurs traitements thermochimiques de boruration en caisse :

- La première ayant une taille des particules comprise entre (106-150 μm)
- La deuxième ayant une taille comprise (75-106 μm)
- La troisième ayant une taille comprise (38-75 μm)
- La quatrième ayant une taille (> 38 μm)

Ils ont pu démontrer expérimentalement qu'avec la diminution de la taille des particules de la poudre, sa surface de contact avec les pièces à traiter augmente ; ce qui favorise une meilleure diffusion des atomes de bore et ainsi l'accroissement de l'épaisseur de la couche de borures produite. Par exemple, en utilisant la quatrième poudre (>38 μm) sur un acier AISI 1020 traité à 900°C pendant 5h, ils ont obtenu une couche de borures de l'ordre de 124 μm contrairement à 96 μm lors de l'utilisation de la première poudre (106-150 μm). De tel résultats ont été confirmé par A. Çalik [55]. D'une autre part, A. Erdoğan [54] a aussi rapporté que l'utilisation d'une poudre de boruration avec une taille de particules nanométrique ; avait un effet important sur la réduction de l'énergie d'activation nécessaire à la formation de borures.

Tous ces résultats mènent à l'obtention d'importantes épaisseurs de boruration dans des temps de traitement réduits, ce qui constitue un gain économique considérable dans le procédé.

Epaisseur minimale requise de la poudre à appliquer autour des échantillons

Pour étudier l'épaisseur minimale requise de la poudre de boruration entre les parois du conteneur et les échantillons à traiter et/ou entre deux échantillons différents, V. Jain et al [52] ; ont fait varier cette épaisseur entre 2-25 mm lors du processus de boruration à 940°C pendant 2h d'un acier à bas carbone (0.2 %C). Ils ont trouvé comme montré dans la **Figure.I.17. a**, que l'utilisation d'une épaisseur de 10 mm et plus provoquait la formation d'une couche de borures composée en totalité de Fe₂B (100%). Contrairement à la présence d'une proportion d'oxyde de fer Fe₂O₃ dans la couche de borures produite à hauteur de 20% et 10% lorsqu'ils ont utilisé 2 et 5 mm d'épaisseur de poudre respectivement. Ils ont aussi trouvé qu'à partir de 10 mm d'épaisseur, la poudre n'avait plus d'influence sur l'épaisseur de la couche de borures

avec l'application des mêmes paramètres de traitement ; comme montré dans la **Figure.I.17. b**.

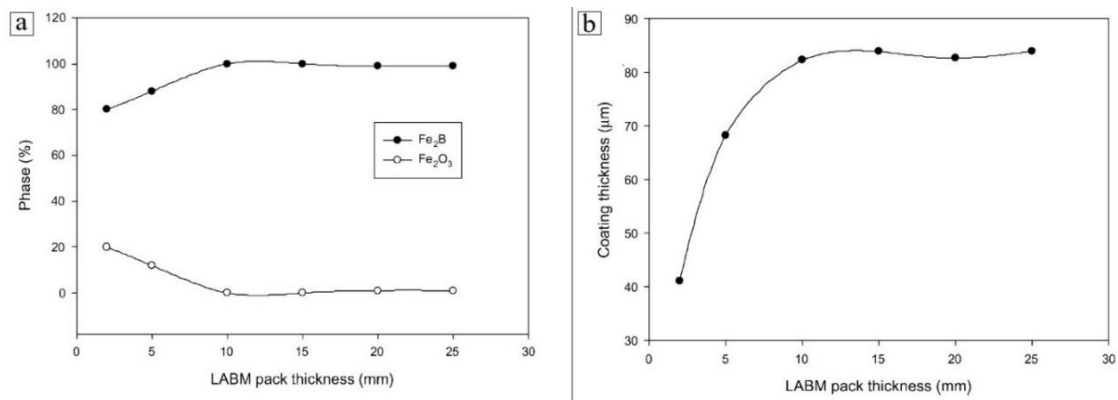


Figure.I.17 : a) Analyse quantitative des phases des couches de borures en fonction de l'épaisseur de la poudre de boruration appliquée dans le conteneur [52], **b)** évolution de l'épaisseur des couches de borures en fonction de l'accroissement de l'épaisseur de la poudre utilisée dans le traitement [52].

I.2.4.2.3 Effet des éléments d'alliage sur la cinétique de diffusion du bore :

La présence d'importantes teneurs en éléments d'alliage (Cr, Mo, V, ...etc.) dans les aciers, a tendance à freiner la diffusion du bore [52, 59] ; amincir l'épaisseur de la couche produite et produire un lissage à l'interface borures formés-substrat avec élimination petit à petit l'aspect en dents de scie et la morphologie colonnaire [54, 59]. Les structures métallographiques des couches de borures de fer avec un aspect en dents de scie n'ont lieu que dans les aciers faiblement alliés où à bas carbone [56], cela a été démontré auparavant par Martini et al [60] ; en comparant les résultats de boruration d'un alliage de fer pur à 99,9% avec un acier allié.

Les éléments d'alliages tel que le (Carbone, le silicium et l'aluminium) ne sont pas soluble dans les couches de borures et sont déplacés vers l'intérieur (zone de transition) quand le fer réagit avec le bore [4], ils peuvent aussi former des combinaisons complexes [50] et des portions additionnelles de carbures. Ces combinaisons chimiques sont distribuées aléatoirement dans la zone de transition et apparaissent avec un aspect blanchâtre [51].

Le Carbone

L'accroissement du taux de carbone dans la nuance d'acier ralentit la diffusion du bore pendant le traitement de boruration et retarde la formation de la couche de borures. Cela a été clairement démontré dans les résultats expérimentaux obtenus par A. Çalik [55], en traitant l'acier AISI 1020 (ayant 0.18%C) avec un traitement de boruration en caisse à 900°C pendant 5h (Poudre 4 <38 μm de taille de particules) ; il a obtenu une épaisseur de couche de borures égale à 124 μm . Contrairement à 96 μm lors du traitement de l'acier AISI 1050 (0.51% C) avec les mêmes conditions de traitement et la même poudre.

Le taux de carbone décroît en surface et s'accroît dans la zone de diffusion (il est repoussé par le bore), avec une distribution non uniforme (concentration maximale entre les dents de borures et minimales au niveau des pointes des dentures) [56].

Le Chrome

La présence de chrome dans la composition chimique du substrat aide à produire une couche de borures avec une structure lisse sans aspect en dents de scie [53, 59]. En se concentrant sur les pointes des colonnes des borures de fer formés, le Chrome inhibe la croissance inégale de la couche de borure en se substituant au Fer par la formation de borures de Chrome (CrB , Cr_3B_5 ...etc.) à l'intérieure des couches de borures de fer [50, 53]. Ce qui se traduit par un décroissement du flux de bore et l'obtention d'un aspect lisse (élimination petit à petit de la structure en dents de scie) [51,58, 59]. La présence de borures de chrome dans les borures bloque le mouvement des dislocations et augmente la dureté du revêtement [48-50].

I.2.4.2.4 Structure métallographique et cristallographique, dureté et phases obtenus

Structure métallographique et cristallographique :

D'après les observations métallographiques en coupe transversale, les microstructures après boruration se caractérisent par trois régions distinctes en allant de la surface vers le cœur (substrat) de l'acier traité [51, 53] :

- Les couche de borures de fer en surface qui peut être mono phasée où biphasée (Fe_2B où $\text{Fe}_2\text{B} + \text{FeB}$)
- La zone de transition où le bore est présent en solution solide
- La matrice où substrat, qui est non affectée par le traitement

a) La Zone de borures de fer

Cette zone adjacente à la surface peut être composée d'une structure monophasée où une structure biphasée, en fonction des paramètres du traitement effectué (température et temps) et du potentiel borurant de la poudre utilisée [48, 54]. Les temps et les températures d'obtention d'un structure monophasée (Fe_2B) dans l'acier H13, ont varié d'un auteur à un autre en fonction du temps et la température de boruration [4, 48, 54] comme montré dans le **Tableau.4**.

Après saturation du substrat en atomes de bore (Voir section I.2.4.2.2), il y aura l'apparition des premiers cristaux de Fe_2B (de forme aciculaire ou colonnaire) ; suivant une orientation préférentielle perpendiculaire à la surface. Cette orientation se fait le long de la direction cristallographique [001] [57,60]. Plusieurs auteurs [52, 57, 60] ont rapporté que la croissance préférentielle des phases FeB et Fe_2B s'opère préférentiellement dans le plan cristallographique (002) ou bien la série de plans {002}.

La phase Fe_2B , se forme à proximité immédiate avec le substrat ; et se caractérise par :

- 8.83 % en masse de bore [4, 48-50, 52-54, 58, 60]
- Un réseau tétragonal (paramètres de maille $a = 5.078 \text{ \AA}$, $c = 4.249 \text{ \AA}$)
- Un contraste métallographique clair après attaque chimique [4, 48-50, 52, 54, 58, 59]

La phase FeB , se forme au-dessus de la phase Fe_2B , dans une position adjacente avec la surface externe ; et se caractérise par :

- 16,23% en masse de bore [48]
- Un réseau orthorhombique (paramètres de maille $a = 4.053 \text{ \AA}$, $b = 5.495 \text{ \AA}$ et $c = 2.946 \text{ \AA}$)
- Un contraste métallographique foncé après attaque chimique [4,48-50, 52, 54, 58, 59]

Les phases FeB et Fe_2B peuvent dissoudre des quantités importantes chrome, qui se substitue au Fer et forme les phases CrB et Cr_2B . Le degré de solubilité du Cr dans FeB est plus important que dans Fe_2B [51].

b) La zone de transition

Cette région se caractérise par des taux élevés en silicium et une dureté plus faible par rapport au substrat [48, 50, 51, 53]. Comme évoqué dans le paragraphe **I.2.4.2.3**, le silicium a une faible solubilité dans les borures de fer et se déplace vers la zone de transition lors du processus de boruration pour favoriser la formation de ferrite (silicium est un élément alphagène) ; provoquant ainsi une chute de dureté [51, 53].

c) La matrice où le substrat

Cette zone n'est pas affectée par le traitement de boruration.
Les microstructures typiques du traitement de boruration sont montrées dans la **Figure.I.18**

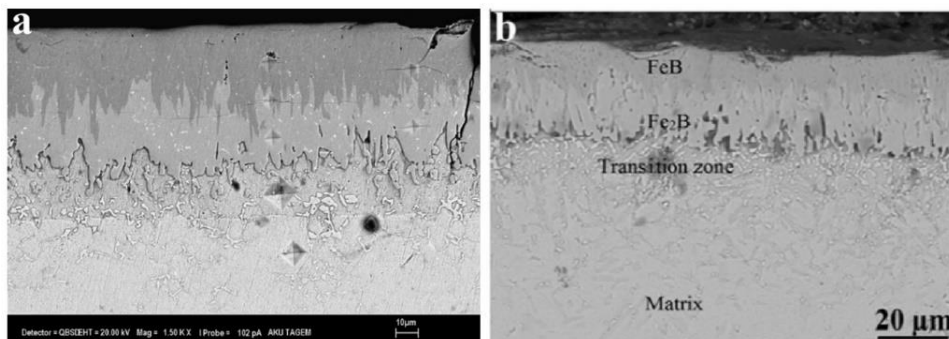


Figure.I.18 : Microstructures MEB de l'acier H13 boruré : a) 950°C pendant 5h [59] et b) 900°C pendant 6h [48].

Dans ces deux microstructures (parties 'a' et 'b'), les phases FeB et Fe₂B sont clairement observés avec un contraste foncé et clair respectivement. L'interface entre les deux phases de borures de fer est délimitée par un aspect en dents de scie, par contre l'interface entre Fe₂B et le substrat est délimitée par un aspect de plus au moins lisse à cause des éléments d'alliage présents dans l'acier H13.

Dans le cas d'obtention d'une microstructure en dents de scie après boruration (acier non allié) à l'interface couche de borures-substrat, il est préférable d'utiliser la méthode de Chatterjee-Fischer qui a été décrite par V. Jain et al [52] ; pour estimer l'épaisseur de la couche de borures. L'illustration schématique et la formule, montrés dans la **Figure.I.19**, décrivent le mode opératoire à appliquer pour estimer l'épaisseur de la couche de borures 'd' par le biais de cette méthode.

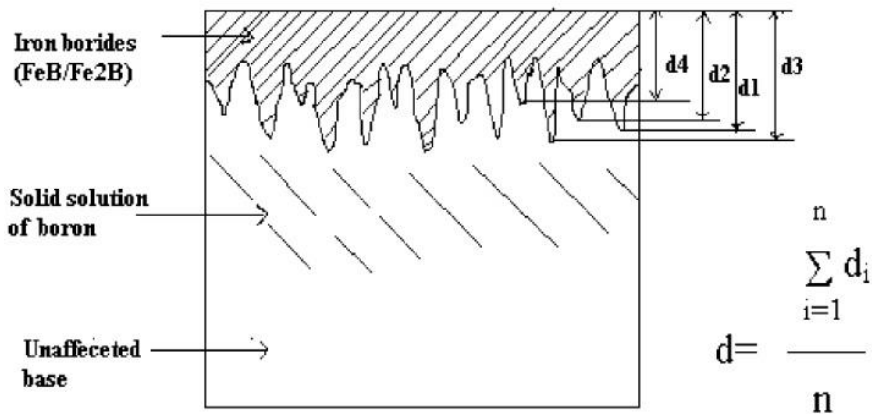


Figure.I.19 : Illustration schématique de la procédure utilisée par Chatterjee-Fischer pour l'estimation de l'épaisseur de la couche de borures [52].

Dureté après Boruration

Couche de surface

La valeur de dureté après boruration varie d'un acier à un autre entre 1500 et 2261 HV [4,48, 52-54, 56, 59], suivant la présence ou non des éléments d'alliage, les paramètres de boruration utilisés (température et temps) et la composition chimique du mélange poudreux utilisé (potentiel de boruration). C.Meriç et al [56] ont prouvé expérimentalement que l'accroissement du taux de carbone augmente la dureté de la couche des borures en surface. En mesurant la dureté en surface d'un acier AISI 1020 avec une teneur massique en carbone égale à 0.18% (Boruré à 900°C/5h), ils ont trouvé une valeur de 1960 HV. Par contre en utilisant l'acier AISI 1050 (0.51% en masse de carbone) avec les mêmes conditions de traitement, Ils ont mesuré la dureté à 2261 HV.

Plusieurs auteurs ont aussi rapporté que la dureté augmentait avec l'augmentation de la température et le temps de boruration [48, 50]. Cet accroissement est influencé par la teneur en

bore du milieu borurant et la taille de particules de bore dans le mélange poudreux utilisé. Cela a été démontré dans les expériences menés par A. Çalik [55], dans lesquelles il a constaté une augmentation des valeurs de dureté d'un acier EN H320 LA avec la diminution de la taille des particules de poudre utilisée dans le traitement de boruration. L'augmentation des valeurs de dureté dans les aciers borurés s'accompagne par l'apparition d'une fragilité et une susceptibilité de fissuration [49].

La Phase FeB se caractérise par des grandes valeurs de dureté et rigidité mais une faible ténacité (fragilité) par rapport à la phase Fe₂B [50, 58, 60], ce qui favorise son détachement et écaillage une fois qu'elle est soumise à des fortes charges ; rendant ainsi sa présence indésirable [48, 52-54, 58, 60].

H. Cimenoglu et al [58], ont trouvé que les valeurs de dureté de la phase FeB avoisinait la valeur de 1850 HV_{0.1} ; tandis que la valeur de dureté de la phase Fe₂B avoisinait les 1500 HV_{0.1}.

Zone de transition :

La zone de transition se caractérise souvent par une dureté plus basse que celle du substrat [50, 51]. Comme déjà évoqué dans la section I.2.4.2.4, cette région est le siège de diffusion d'un important taux de silicium pendant le processus de boruration ; favorisant ainsi la formation de ferrite (silicium est un élément alphagène) et d'autres combinaisons complexes qui provoquent la chute de dureté. La prolongation du temps de boruration fait chuter d'avantage la dureté de la zone de transition, cela est montré dans **Figure.I.20** dressé par K. Genel [53] après boruration d'un acier H13 à 1000°C ; pour des périodes allant de 1 à 5h. La valeur moyenne de dureté dans la zone de transition a été mesurée après 5h de traitement aux environs de 350 HV, contrairement à 570 HV au niveau de la matrice. Pour cette même durée de traitement, la dureté a atteint une valeur maximale de 2000 HV en surface grâce à la formation de la phase FeB.

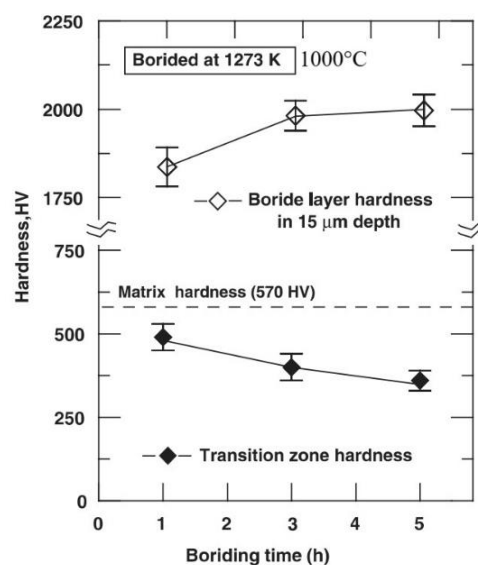


Figure.I.20 : Evolution des duretés dans la couche de borures de fer (15µm) et la zone de transition en fonction du temps, d'un acier H13 boruré à 1000°C entre 1 et 5h [53].

Phases Obtenus

D'après les données bibliographiques antérieurs, les phases de borures obtenus après traitement de boruration de l'acier H13 diffère d'un travail à un autre en fonction des paramètres influent sur le processus de boruration déjà cités dans la section I.2.4.2.2. Le **Tableau.4** résume les différents régimes de traitement de boruration utilisés antérieurement pour le traitement de l'acier H13 et les phases obtenues.

Tableau.4 : Régimes de boruration de l'acier H13 et Phases obtenus

Références	Acier Traité	Température de traitement (°C)	Durée (h)	Phases Obtenus
[48]	Acier H13	800	4	<ul style="list-style-type: none"> • Fe2B • Cr5B3 • Mn2B
		900 1000	6	<ul style="list-style-type: none"> • FeB • Fe2B • Cr5B3 • Mn2B
[50]	Acier H13	950	0.5 1 4	<ul style="list-style-type: none"> • FeB • Fe2B
[4]	Acier H13	800	2 4 6	<ul style="list-style-type: none"> • Fe2B • CrB • MoB
		900 1000	2 4 6	<ul style="list-style-type: none"> • FeB • Fe2B • CrB • MoB
[51]	Acier H11	950	1 3 5	<ul style="list-style-type: none"> • FeB • Fe2B • CrB • Cr2B
[53]	Acier H13	800 900 1000	1-5h	<ul style="list-style-type: none"> • FeB • Fe2B
[54]	Acier H13	800	2	<ul style="list-style-type: none"> • Fe2B • CrB • Mn2B
		900 100	4 6	<ul style="list-style-type: none"> • FeB • Fe2B • CrB • MnB
[59]	AISI H13	800-950°C	3 5 7	<ul style="list-style-type: none"> • FeB • Fe2B • CrB

En se référant aux références [4, 48, 54] indiqués dans le **Tableau.4**, on remarque que l'obtention d'une couche de borures monophasée (phase Fe₂B) exempte de la phase fragile FeB ; peut avoir lieu à une température de traitement de 800 °C pour des durées de traitement comprises entre 2 à 6 h.

I.2.4.2.5 Comportement à l'usure des borures de fer

La résistance à l'usure d'une couche de borures de fer biphasée (FeB + Fe₂B) est mauvaise par rapport à une couche monophasée (Fe₂B) [52,54], surtout en étant soumise à des fortes charges mécaniques (La phase Fe₂B est deux fois plus élastique que la phase FeB [60]). Martini et al [60], ont rapporté la présence d'une couche fragile en surface de quelques microns mètres d'épaisseur dans les couches biphasées ; constituée de cristaux désordonnés de la phase FeB. Cette fine couche a une faible dureté et une faible ténacité (friable), ce qui rend nécessaire son élimination avant utilisation des pièces traités ; par une procédure de finition. La non suppression de cette couche friable de cristaux désordonnés avant utilisation des pièces borurés, peut contribuer à un accroissement du taux d'usure durant les premiers moments d'utilisation de la pièce ; qui ne s'abaissera qu'après son écaillage total et l'apparition d'une surface ayant des cristaux ordonnés de FeB et/ou Fe₂B.

L'autre cause de la probable possibilité d'écaillage de la couche de borures sous l'effet de la température et des charges mécaniques, est la différence du coefficient de dilatation thermique entre la phase FeB et Fe₂B [4, 48, 50, 52, 53, 60]. Le coefficient de dilatation thermique α de la Phase FeB ($\alpha = 23 \times 10^{-6} \text{ }^\circ\text{C}^{-1}$) est presque trois fois plus supérieur à celui de la phase Fe₂B ($\alpha = 7,85 \times 10^{-6} \text{ }^\circ\text{C}^{-1}$), ce qui induit un état de contrainte interne à l'interface entre ces deux phases (FeB/ Fe₂B) [60] ; favorisant ainsi la fissuration transversale de cette interface. H. Cimenoglu et al [58], ont aussi rapporté que la différence du coefficient de dilatation thermique entre la couche de borures et le substrat peut aussi provoquer un phénomène de fissuration et d'écaillage de borures de Fer.

Sous l'effet des sollicitations mécaniques (efforts de traction et de cisaillement), la dernière cause d'apparition, de propagation des fissures et de rupture des surfaces borurées ; peut-être causée par la déformation plastique et l'apparition de vides dans la zone de sous surface (zone de transition). Comme évoqué dans la section I.2.4.2.4, la présence de grandes teneurs de silicium dans cette zone donne lieu à un adoucissement provoquant l'apparition de porosité après déformation plastique. Cette porosité produit un phénomène de fracturation et de rupture de la couche de surface, par effet de coquille d'œuf « Egg shell effect » en anglais [53]. Ce phénomène fini par provoquer le détachement de feuilletes minces de matière [48] suite à une propagation de fissures dans une direction parallèle à la surface, qui change de direction et évolue ensuite vers la surface.

Un tel phénomène de fissuration où microfissuration induite par déformation plastique a été le mode de rupture dominant lors des essais d'usure à chaud qui ont été étudiés par M.S Gök et al [48] et A. Erdoğan [54].

I.3 L'alliage d'aluminium 6063

I.3.1 Présentation

L'alliage d'aluminium 6063 est un alliage Aluminium-Magnésium-Silicium peu chargé en magnésium (Mg) et silicium (Si) [61], qui fait partie de la famille des alliages d'aluminium de la série 6000. Cet alliage est aussi appelé alliage Mg_2Si [1, 61], à cause de ce composé intermétallique qui joue un rôle important dans son durcissement structural. L'AA6063 est très répandu sur le marché pour la production de profilés par extrusion à cause de sa bonne résistance à la corrosion atmosphérique, sa bonne finition de surface après filage (très bon état de surface et aspect brillant après anodisation), sa formabilité facile permettant de grandes vitesses d'extrusion [1,61], sa moyenne résistance mécanique et sa bonne soudabilité [1]. Ce qui le rend adapté aux sections architecturales, décoratives, aux applications structurelles et à la menuiserie métallique [1, 2, 61].

I.3.2 Composition chimique et propriétés mécaniques

Le **Tableau.5** présente les compositions chimiques et les principales caractéristiques mécaniques de l'alliage 6063 d'après Roger DEVELAY [2]. Les propriétés mécaniques de l'alliage 6063 dépendent en grande partie sur la teneur en silicium et magnésium, surtout la teneur en silicium. L'augmentation de la teneur en silicium s'accompagne par une augmentation des propriétés mécaniques et une diminution de la vitesse de filage (extrusion). Toutefois l'alliage 6063 peut aussi contenir des éléments d'alliage secondaires avec des petites proportions tel que le fer, le manganèse, le cuivre, le chrome... etc; qui sont ajoutés pour améliorer les propriétés physiques [62].

Tableau. 5 : Alliage AGS (Al-Mg-Si) à grande fiabilité [2] :

Désignation		Composition		Vitesse (m/min)		Caractéristiques mécaniques			
Aluminium Association	Aluminium Pechiney	% Si	%Mg	Profilés ouverts	Profilés fermés	Rp0.2 Mpa	Rm Mpa	A %	Rayon de pliage à 180°C (3)
6060 6063	6063/50	0.35-	0.45-	30-60	20-40	200	230	17	(0.6-1.15) e (1-2) e
	6063/55	0.50	0.60	25-50	15-35	220	255	16	
		0.45-	0.45-						
		0.60	0.60						

e : épaisseur du profilé.

La Figure.I.21 présente l'influence des quantités de magnésium et silicium sur la charge à la rupture des alliages de la série 6000 [62]. L'augmentation des teneurs en magnésium et silicium dans les alliages de la série 6000, engendre généralement l'augmentation de la charge maximale à la rupture R_m .

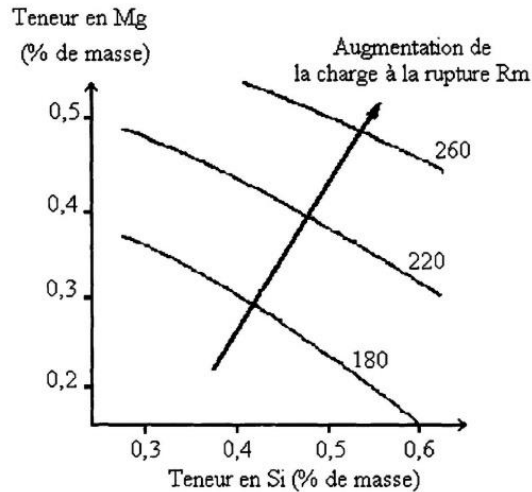


Figure.I.21 : Influence de la quantité de magnésium et silicium sur la charge à la rupture des alliages d'aluminium de la série 6000. [62].

Le silicium et le magnésium se combinent pour former le composé intermétallique Mg_2Si , qui est le composé clé pour l'amélioration des propriétés mécaniques après traitements thermiques de trempe et revenu (vieillessement) ; car il procure un durcissement primaire. L'augmentation de la fraction de Mg_2Si dans l'alliage s'accompagne d'une amélioration des propriétés mécaniques, mais une perte d'extrudabilité.

La **Figure.I.22** : présente le diagramme d'équilibre Al- Mg_2Si , le système Al- Mg_2Si peut être considéré comme un système quasi-binaire.

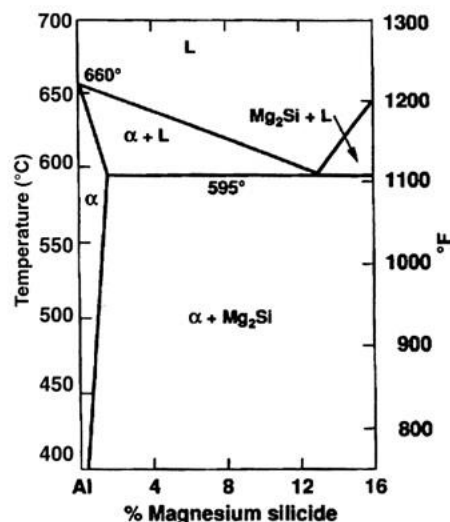


Figure.I.22 : diagramme d'équilibre Al- Mg_2Si [1]

Le diagramme montre une solubilité maximale du Mg_2Si à $600^{\circ}C$ égale à 1,85%. La fusion naissante provoque la dissolution de Mg_2Si et se produit une fois que la température est égale ou supérieure à la température eutectique de $595^{\circ}C$ [1].

I.3.3 Traitements thermiques et durcissement structural

Il existe cinq états fondamentaux symbolisés par des lettres, pour les pour les alliages d'aluminium corroyés [63] :

- L'état brut de coulée qui est symbolisé par la lettre **F**,
- L'état recuit par la lettre **O**,
- L'état écroui par la lettre **H**,
- L'état trempé par la lettre **W**,
- Et l'état durci par traitement thermiques par la lettre **T**.

I.3.3.1 Homogénéisation

L'opération de traitement thermique qui précède l'extrusion est appelée préchauffage ou homogénéisation et se fait en chauffant le métal jusqu'à une température proche du solidus. Elle est réalisée sur les billettes brutes de coulée pour éliminer les hétérogénéités de la structure dues à la ségrégation d'éléments d'alliage après solidification [1]. L'homogénéisation élimine les gradients de concentration de la composition chimique d'une région à une autre et rend la structure plus uniforme. Durant le chauffage, l'augmentation progressive de la température ; provoque une dissolution progressive des particules de seconde phase. Les éléments d'alliage ainsi libérés, se déplacent des régions de forte concentration vers les régions de faible concentration ; par mécanisme de diffusion ; dans toute la billette produisant des concentrations homogènes. Avec l'augmentation de l'agitation thermiques des atomes à haute température, ces éléments d'alliages ont tendances à former des solutions solides avec la matrice. Le maintien en température lors de l'homogénéisation favorise d'avantage la diffusion des éléments d'alliages à travers les joints de grains, les dislocations et les défauts cristallins pour réaliser l'équilibre de concentration. Il peut aussi y avoir une recristallisation partielle dans certaines régions de la billette avec la formation de nouveaux grains ce qui aide à l'homogénéisation de la structure.

Pour le cas de l'alliage d'aluminium 6063 en particulier, et les alliages de la série 6000 en générale ; le composé principal à mettre en solution est la phase Mg_2Si . Cette dernière entre directement en solution à des température au-dessus de $465^{\circ}C$ et se dissout complètement après 2h de maintien à cette température [1]. Après homogénéisation, la totalité du Magnésium et silicium sont mis en solution solide.

L'homogénéisation favorise la production de fines particules de seconde phase, ce qui améliore l'extrudabilité par apport aux particules grossières [1, 62]. L'homogénéisation peut se faire par le maintien de la billette précédemment moulée à l'état **F** (comme cité ci-dessus), a une température comprise entre ($500-580^{\circ}C$) durant (6-24h) [62].

L'homogénéisation joue un rôle important pour diminuer la pression de filage et permettre un accroissement des vitesses de filage [2].

1.3.3.2 Trempe et trempe de presse

La vitesse de refroidissement lors de la trempe doit être importante et supérieure à la vitesse critique de trempe. Si cette dernière est suffisamment importante, la billette ne doit pas contenir de Mg_2Si et la totalité de 'Mg' et 'Si' doivent être en solution solide. Une vitesse de refroidissement lente de l'ordre de ($40^\circ C/h$), donne la phase d'équilibre Mg_2Si . Enfin, une vitesse de refroidissement intermédiaire ($400^\circ C/h$) permet d'obtenir des précipités de la phase β' [62], l'obtention de cette phase hors d'équilibre est très souhaitable à l'échelle industrielle lorsqu'une trempe de presse est préconisée. Car pendant le court préchauffage réalisé après homogénéisation, la dissolution de la phase (β') est facile avant extrusion [1], par rapport à la phase stable Mg_2Si .

Afin d'économiser de l'énergie et du temps, la trempe est directement réalisée au niveau de la presse juste après la sortie du produit extrudée. Ceci supprime la nécessité de faire séparément les traitements de réchauffage et trempe après extrusion. En plus de favoriser un gain de temps et d'énergie, la trempe de presse contribue aussi à l'amélioration des propriétés mécaniques de l'extrudât ; par la conservation de structure à grains allongés (effet de presse) et évite le risque de recristallisation. Sachant que ce dernier peut se produire lors d'une mise en solution suivie de trempe qui, sont faits séparément après extrusion. La trempe se fait directement après sortie de l'extrudât, à l'eau ou à l'air forcé.

1.3.3.3 Revenu, maturation et vieillissement

Pour les alliages d'aluminium, il existe deux types de vieillissement : un vieillissement naturel qui peut être appelé 'maturation' et un vieillissement artificiel qui peut aussi être appelé 'revenu'.

a) Vieillissement naturel (maturation) : peut se faire à une température ambiante pour une durée comprise entre (8 et 15 jours). [62].

b) Vieillissement artificiel (revenu) : peut se faire à une température comprise entre (150 et $200^\circ C$), pour des durées comprises entre (6-8h). [62].

La majorité des études faites sur le système Al-Mg-Si, ont été faites avec des considérations que le système est quasi-binaire Al- Mg_2Si . Et la séquence de précipitation dans cet alliage se fait comme suit :

SSI \rightarrow **zone GP** \rightarrow β'' \rightarrow β' \rightarrow **β - Mg_2Si** [1, 64]

SSI : Solution solide initiale sursaturée α -Al

Zone GP : Zone de Guignier Preston sous formes d'aiguilles orientés suivant la direction

[100]_{Al}

Chapitre I : Analyse bibliographique

β'' : Phase de transition (métastable) sous forme d'aiguilles aussi appelés zone Guignier Preston 2 [62]

β' : Phase métastable qui précipite sous forme d'aiguilles puis en bâtonnets le long des directions $[100]_{Al}$

β -Mg₂Si : Phase d'équilibre qui précipite sous forme de plaquettes

Le mécanisme de précipitation provoque un durcissement structural qui se traduit par une augmentation des propriétés mécaniques (dureté et résistance).

Le durcissement structural après revenu et vieillissement se subdivise en plusieurs états métallurgiques, et se désigné par le symbole **T** qui est toujours suivi d'un ou plusieurs chiffres ; qui permettent d'identifier le traitement de base [63]. L'ensemble est résumé dans le **Tableau.6**.

Tableau.6 : Synoptique des état T1 à T9 [63] :

Vieillessement	Ecrouissage	Refroidissement après transformation à chaud	Mise en solution
Naturel	Non	T1	T4
	Oui	T2	T3
Artificiel	Non	T5	T6, T7
	Avant revenu		T7, T8
	Après revenu		T9

Les chiffres qui suivent la lettre T renseignent sur :

- Le type de vieillissement pratiqué (Naturel ou Artificiel)
- Est ce qu'il y a eu écrouissage sur les pièces traités ou non
- Cet écrouissage s'est-il réalisé avant ou après revenu
- Est-ce que les pièces ont été directement refroidi après transformation à chaud ou il y a eu mise en solution de leur phase intermétallique avant refroidissement.

Par exemple pour le cas de l'état **T1** : L'extrudât ou la pièce est directement refroidi après le travail à chaud (extrusion) puis vieilli par un vieillissement naturel jusqu'à l'état stable.

Pour l'état **T3** : L'extrudât est mis en solution après travail à chaud, écroui et subit à la fin un vieillissement naturel.

Enfin pour l'état **T6** : L'extrudât est mis en solution après travail à chaud puis revenus (vieillessement artificiel).

Pour obtenir toutes les propriétés du vieillissement T6 sans un traitement séparé, le composé Mg₂Si doit être mis en solution au moment où la matière extrudée traverse la zone de déformation lors de l'extrusion ; et le produit doit être directement trempé après extrusion [1]. A cet effet et pour un meilleur résultat, les particules de Mg₂Si doivent être fines et uniformément dispersés pour éviter d'importants temps d'homogénéisation ou de préchauffage ; et pour garantir de hautes caractéristiques mécaniques [62]. Les particules

grossières de ce composé provoquent une faible dureté et une augmentation du ramassage au niveau de la surface extrudée, produisant une finition trouble après anodisation [1].

I.4 Mécanismes d'endommagement par usure de l'acier H13 durant l'extrusion d'aluminium

La **Figure.I.23** montre une synthèse dressée par A.A. Emamverdian et al dans leur article [65] regroupant les différents modes d'usure dans les outils de forgeage y compris l'acier H13.

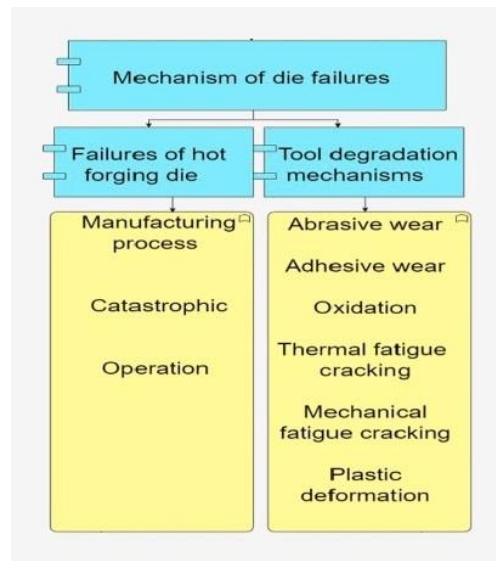


Figure.I.23 : Représentation schématisée des mécanismes d'usure des matrices de travail à chaud [65].

Les auteurs ont classé l'usure et la dégradation des filières de forgeage à chaud, en deux sous rubriques :

La première est due au : Procédé de fabrication lui-même, une manipulation catastrophique des opérateurs...etc.

La deuxième est due à : plusieurs mécanismes de dégradation à savoir :

- L'usure abrasive
- L'usure adhésive
- L'usure par Oxydation
- La rupture due à la fatigue thermique
- La rupture due à la fatigue mécanique
- La déformation plastique

Ces mécanismes d'usure ne se limite pas au procédé de forgeage et peuvent être utilisés pour interpréter l'usure d'autres procédés de mise en forme à chaud tel que l'extrusion des alliages d'aluminium. Enfin ces mécanismes peuvent s'enclencher d'une façon unilatérale où

simultanément en même temps selon les conditions opératoires et les matériaux utilisés dans le procédé. Pour le cas des filières d'extrusion à chaud des alliages d'aluminium, la rupture par fatigue thermique est exclue.

Dans leur travail, A. Fischer et al [66] ; ont classé les mécanismes d'usure d'une manière différente. Avec des mécanismes principaux, contenant des sous mécanismes ; comme présenté dans la **Figure.I.24** :

Main wear mechanisms	Tribochemical reactions	Surface fatigue	Abrasion [18]	Adhesion [19]
Submechanisms	Tribooxidation [20]	Delamination (by predominantly elastic interaction in solid contacts [21])	Microploughing	Material transfer
	Tribocorrosion [22]		Microcutting	
	Mechanical mixing [24]	Indentation (by predominantly plastic interaction in solid contacts [23])	Microcracking	
			Microfatigue	

Figure.I.24: Principaux mécanismes et sous mécanismes d'usure [66]

Le tableau présenté dans la **Figure.I.24** :[66], classe les mécanismes d'usure comme suit :

- L'usure par Réactions Tribo-chimiques : qui se divise en : Tribo-oxidation, Tribo-corrosion et Mélange mécanique
- L'usure par fatigue de surface : qui se divise en : délamination avec prédominance de l'interaction élastique dans les contacts solides, indentation avec prédominance de l'interaction plastique dans les contacts solides.
- L'usure par abrasion : Micro-labourage, Micro-découpage, Microfissuration et Micro-Fatigue
- L'usure par adhésion : par transfert de matière

Ces Même auteurs [66], ont présenté un schéma décrivant les structures de la surface et de sous surface, générés après sollicitations tribologiques (voir **Figure.I.25**) :

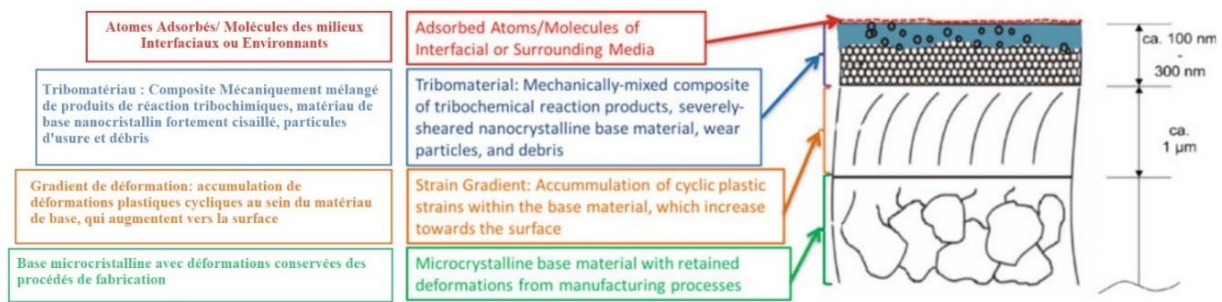


Figure.I.25 : Structures de surface et sous surface générés après sollicitations tribologiques [66].

En allant de la surface vers le cœur :

La première zone : se situe en surface et est directement en contact avec le milieu extérieur, elle est composée d'atomes où molécules adsorbées à l'interface avec les milieux où travaille la pièce.

La seconde zone : est considéré comme un composite mécaniquement mélangé issu des produits des réactions tribo-chimiques, des matériaux de base nanocristalline fortement cisailée, de particules et des débris d'usure.

La troisième zone : est une zone de gradient de déformation où s'accroissent les gradients de déformations plastiques cycliques au sein du matériau de base qui s'accroissent vers la surface

La dernière zone : est la structure microcristalline du matériau de base ayant les déformation acquis précédemment à partir des procédés de fabrication

I.4.1 Fatigue mécanique

I.4.1.1 Fatigue de la couche de surface

Le mode d'usure par fatigue mécanique est le mode de rupture le plus commun dans les filières d'extrusion en acier H13 [67], qui s'enclenche après un certain tonnage de production (Nombre critique de cycles atteint). Ce mode de rupture s'enclenche en premier lieu sur la couche de nitruration en surface qui protège la filière contre les attaques chimiques. La forte magnitude des charges mécaniques génère des grands efforts de cisaillement menant à la fissuration puis le détachement progressif de la couche de surface. La fissuration de la couche de surface débute dans ces sites poreux [30], une fois devenus critiques ; ces fissures sont suivies d'un écaillage. L'écaillage laisse des zones de sous surface, caractérisés par un état rugueux ; ce qui les rend très susceptibles aux attaques chimiques d'aluminium.

La **Figure.I.26** montre une parfaite illustration MEB, sur la fissuration par fatigue et l'écaillage de la couche de nitruration ; à partir de la surface d'un acier H13. Réalisée par M. Terčelj et al [10], après des tests d'usure à chaud de l'acier H13 nitrurée ; contre l'alliage d'aluminium 6063 (dans un dispositif de simulation en laboratoire conçu à cet effet).

La partie 'a' de la microstructure, présente l'apparition de fissures sur la surface après 1h de test ; la partie 'b' présente la même microstructure en mode d'électrons rétrodiffusés après 2h de test. Le contraste foncé, représente les zones où il y a eu écaillage ou détachement de la couche fatiguée ; et une éventuelle attaque chimique ('Pitting' en anglais) par aluminium. Le contraste clair constitue de son côté, les zones intactes.

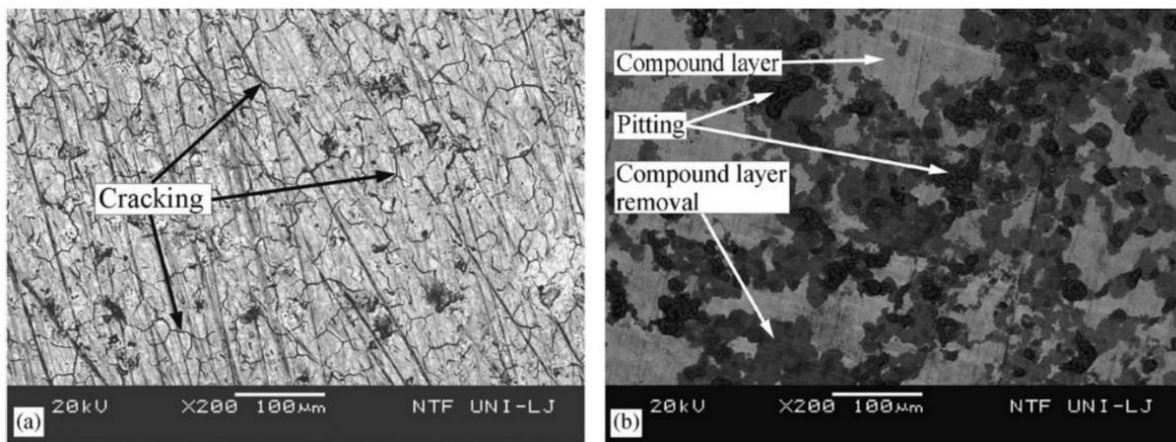


Figure.I.26 : Microstructures MEB démontrant la fissuration de la couche nitrurée après : a) 1h de test et b)2h de test à une température de 510°C, une vitesse de glissement de 25m/min et une force normale de 2200N [10].

Avec l'évolution du temps et la distance de test, la couche fatiguée a tendance à se détacher en totalité laissant une sous couche (couche de diffusion) ; exposée aux agressions chimiques d'aluminium. Ceci accélérera drastiquement sa dégradation vue que cette sous couche se caractérise par une rugosité de surface élevée.

De tels phénomènes de détachements et de dégradation de surface ont été constaté par Y. Birol et al [22], à l'aide d'un autre équipement de simulation en laboratoire du procédé d'extrusion à chaud des alliages d'aluminium. Après 3900 m de distance de test à 500°C, une vitesse de glissement de 0.52 m/s et 60 N de charge normale.

I.4.2.1 Fatigue de la couche de sous-surface (couche de diffusion)

La fatigue mécanique de la couche de diffusion débute le long des joints de grains, dans les zones à grande concentration de contraintes, de défauts et des précipités de seconde phase tel que les nitrures de fer [33, 46, 68] et les carbures. La possible incrustation d'aluminium dans

ces fissures, le long des joints de grains peut accélérer leur décohésion [68]. La rupture et décohésion le long des joints de grains (à l'échelle usine), est aussi favorisée par la pratique de re-nituration successive ; ce phénomène a été observé M. Pellizari et al [30] après 05 re-nitrurations successives. **La Figure.I.27**, présente un cas d'apparition de fissures, dans la portée d'une filière d'extrusion ; ayant a été rectifiée et renitruré 05 fois successives. Qui a été prise du travail réalisé par D. Bombač et al [68].

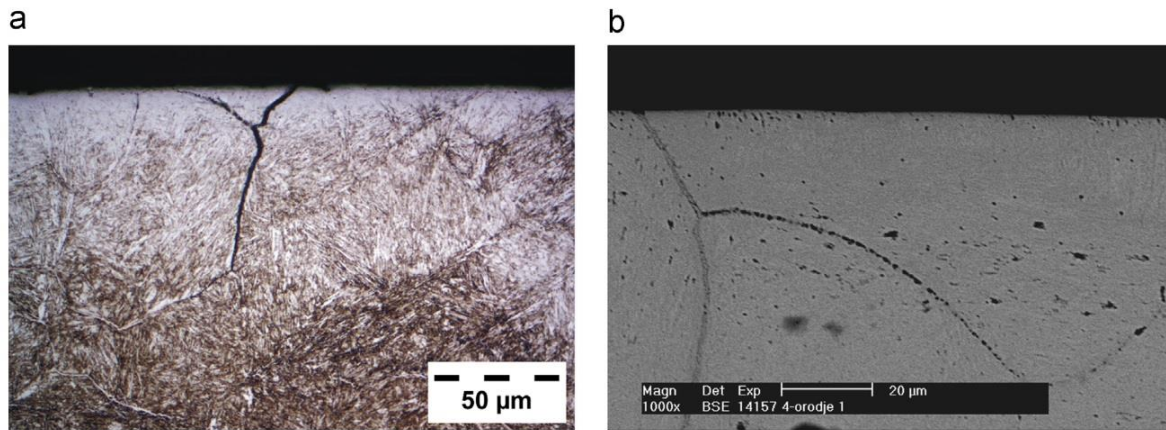


Figure.I.27 : Coupe transversale d'une portée de filière : a) initiation de fissuration le long des joints de grains, b) Début de décohésion du joint de grain avant apparition des fissures [68]

Avec l'évolution du temps et des cadences de production, les fissures des joints de grain atteignent une ampleur critique qui peut entourer un grain complet de matière [31]. Ce grain complet entouré de fissures peut se détacher facilement avec le pouvoir adhésif exercé par l'aluminium chaud, une fois sa résistance à la rupture est dépassée ; provoquant la formation de microcratères [11, 31, 46]. **La Figure.I.28** montre un exemple de formation des microcratères après 5400 m de test dans le laboratoire, d'après M. Terčelj et al [31].

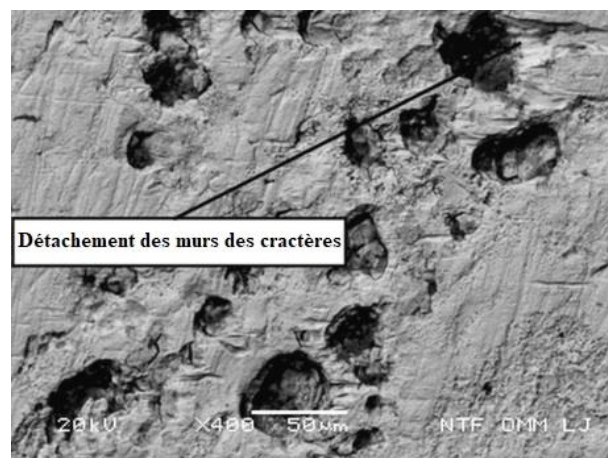


Figure.I.28 : Formation de profonds microcratères après une distance de glissement à 5400 m d'un acier H13 nitruré testé contre l'AA 6063 à 550°C, sous une forte pression de contact [31].

La **Figure.I.29. a et b**, montre un autre cas d'usure de la portée de filière en acier H13 nitruré ; dans une étude conduite par Y. Birol [46]. La Partie 'a' montre l'apparition de fissures le long des joints de grains, de sa part la partie 'b' montre l'apparition des défauts de surface tel que les microcratères et la déflexion de surface. Ces défauts se traduisent par une perte de tolérance dimensionnelle.

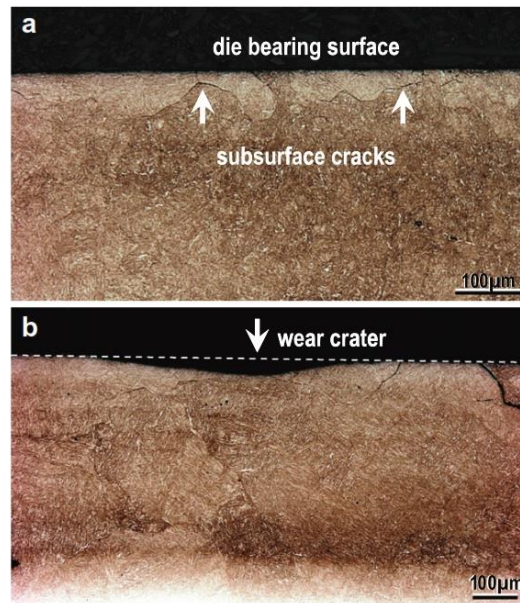


Figure.I.29 : Micrographie en section transversale d'une surface d'une portée de filière dégradée : a) initiation des fissures en sous surface, le long des joints de grains et b) propagation de la fissuration et formation de cratères d'usure d'une profondeur estimée à 50 µm [46].

Avec l'évolution du temps de test ou des cadences de production (temps d'exposition en général), les microcratères formé ont tendance à s'unifier pour former des rainures, suivant la direction de mouvement d'aluminium. Ce phénomène est le même s'agissant de test de simulation en laboratoire, sur des vraies filières après extrusion en usine [10, 68], comme montré dans les parties 'a' et 'b' de la Figure suivante :

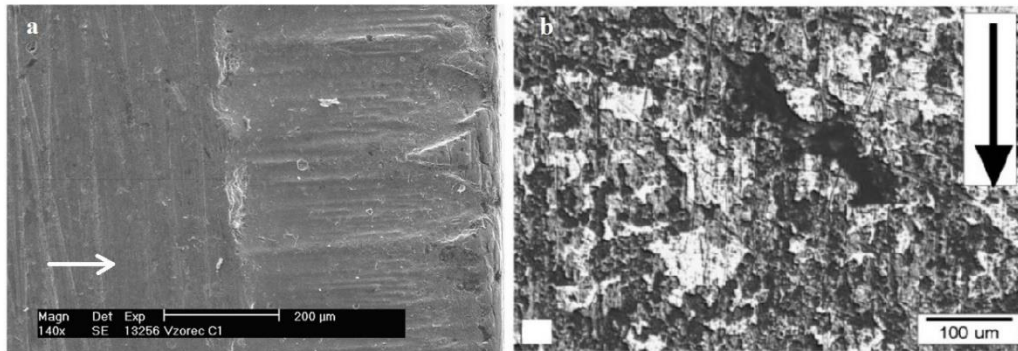


Figure.I.30 : a) Dégradation en bandes et formation des rainures à la sortie de la portée d'une filière en acier H11 nitruré, suivant le sens de sortie d'aluminium (voir flèche blanche) ; après extrusion dans une presse industrielle [68], b) dégradation de la surface d'un bloc en acier H13 nitruré (apparition de cratères et rainures), après 8h de test d'usure à chaud en laboratoire (2200N de charge normale, vitesse de 25 m/min et une température de 510°C [10]). Le sens de glissement est indiqué par la flèche noire.

La **Figure.I.31** constitue une parfaite illustration de la progression des mécanismes de dégradation de surface et sous surface des filières d'extrusion nitrurées, en fonction de l'évolution des distances de test dans le laboratoire ; tirée du travail de M. Terčelj et al [31]. Les tests d'usure à chaud ont été menés sur des blocs d'acier H13 nitrurés (Représentant les filières d'extrusion), mis en contact contre des disques en aluminium 6063 (Représentant les billettes extrudés) ; les conditions de test sont montrées dans le **Tableau.7** de la section I.6.1

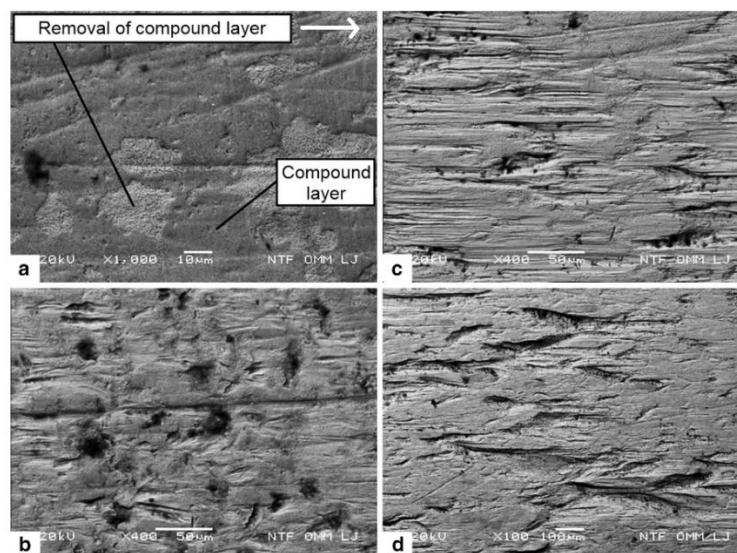


Figure.I.31 : Microstructures MEB de l'évolution de la dégradation de surface en fonction de la distance de glissement : a) 900 m, b) 1800 m, c) 3600 m et d) 5400 m, la direction de glissement est indiquée par une flèche. [31]

Comme montré dans la **Figure.I.31. a**, après 900 m de parcours de test à 550°C, 0,5 m/s de vitesse de test et 1920 N de charge normale ; il y eu un détachement partiel de la couche de surface nitrurée. Ensuite, après 1800 m de parcours de test (Voir Microstructure de la **Figure.I.31. b**) ; il y a eu détachement total de la couche de nitrures de fer en surface et la formation de microcratères dans une direction perpendiculaire à la direction de glissement. Ces microcratères ont évolué ensuite et se sont unifiés pour former des rainures et des sillons suivant le sens de glissement (**Figure.I.31.c**). Après 5400 m de distance de test (**Figure.I.31. d**), il y a eu évolution et élargissement de ces rainures.

Tarang Shinde et al [25], ont considéré qu'une surface présentant un très grand nombre d'irrégularités, comme une surface qui favorise la fissuration. Ces irrégularités ou vallées profondes, emmagasinent une forte concentration de contraintes et servent d'encoche ou d'entaille pour la formation et la propagation des fissures de fatigue. Au contraire une bonne finition de surface retardera l'initiation des fissures. Ceci est montré dans l'illustration schématique dressée par ces auteurs, dans la **Figure.I.32**. Dans laquelle ils ont présenté un dessin comparatif entre une structure rugueuse usée avec des vallées et des vides ; compris entre des carbures grossiers et des carbures fins (**Figure.I.32. a**). Et une structure sans entailles (vallées) avec une faible rugosité de surface et des carbures fins.

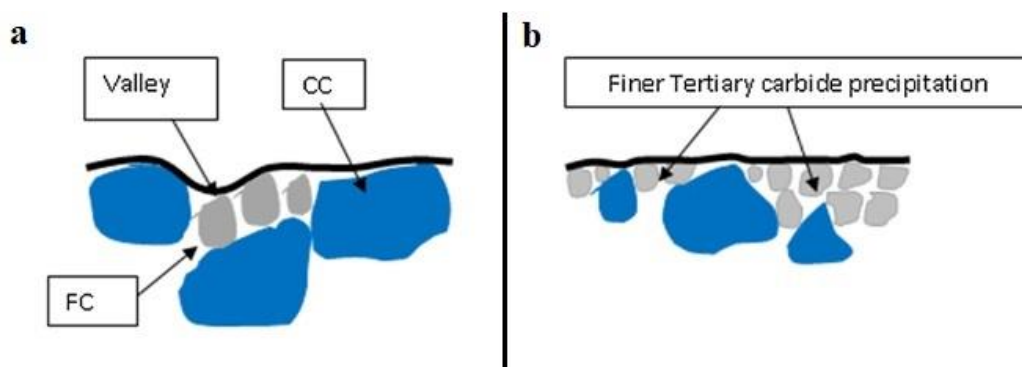


Figure.I.32 : Illustration schématique a) Structure à haute rugosité de surface avec des vallées présentes entre des carbures fins et des carbures grossiers, b) Structure fine à faible rugosité de surface, où les carbures tertiaires fins comblent les vides des vallées [25].

I.4.2 Oxydation

L'oxydation en surface des outils d'extrusion peut avoir lieu soit par oxydation directe de la couche de surface ou par accumulation et compactage des débris d'usure sur la surface pour former une couche de glaçure qui est dite 'Glaze layer' en anglais.

I.4.2.1 Usure par oxydation de la surface

L'acier à outils travaillant à haute température, peut souffrir de deux types d'usure par oxydation ; en fonction de son taux d'usure, sa composition chimique, la nature ces précipités et la nature de délaminage des couches d'oxydes formés [69]. Ces deux types d'oxydation sont :

- L'oxydation légère
- L'oxydation sévère

L'usure par oxydation légère : se traduit par un faible taux d'usure et est favorisée par la présence de carbures secondaires stables dans la microstructure de l'acier, le délaminage des couche oxydés se fait à l'intérieur de la couche d'oxyde où à l'interface oxyde-matrice [69].

L'oxydation à haute température provoque la conversion des nitrures de fer en oxydes de fer [6, 7], comme déjà évoqué dans la section I.2.4.1.3 du présent chapitre. Gueng Chen et al [7], ont observé après traitement de post-oxydation sur des échantillons en acier H13 nitrurés ; que tous les nitrures du type ϵ -Fe₂₋₃N se sont convertit en oxydes de Fer du type Fe₃O₄. Leurs résultats ont été soutenu par diffraction des rayons X comme montré dans la **Figure.I.33**.

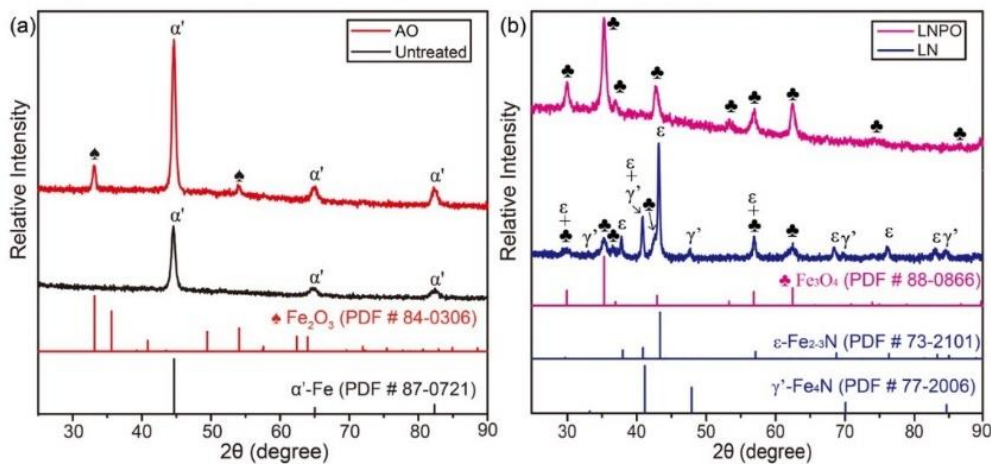


Figure.I.33 : Spectre de DRX à incidence rasante des échantillons post oxydés : a) sans traitement de nitruration et b) après traitement de nitruration liquide. [7]

Toutefois une dissolution de la couche de nitrures de fer suivie par une oxydation de la surface peut être aussi causée par la présence d'aluminium à haute température connu pour sa capacité de dissoudre presque un bon nombre de composés [7]. La fine couche d'oxydes en surface est très bénéfique car elle protège la surface d'acier contre les contacts directs avec l'aluminium [70]. La couche d'oxyde (Fe₃O₄ par exemple), à une faible mouillabilité et une bonne stabilité chimique contre les attaques d'aluminium fondu [7].

L'usure par oxydation sévère : se traduit par un important taux d'usure, elle est favorisée par la présence de carbures secondaires instables et grossiers qui précipitent le long des joints de grains et des lattes, provoquant la transition d'une usure par oxydation légère vers une usure par oxydation sévère [69]. Le délaminage de la couche oxydée se fait au niveau des fissures qui se créent dans la matrice sous la couche d'oxyde en surface [69].

I.4.2.2 Accumulation des débris d'usure, oxydation et compactage

Une couche de tribo-oxydes appelé couche glacée, peut aussi se former sur la surface des aciers à outils pendant le travail à haute température ; par agglomération et compactage d'amas de débris d'usure oxydés. Ces débris se frittent entre eux pour donner une couche ayant aspect compact et lisse, ressemblant à la surface du verre. La couche glacée protège la surface contre l'abrasion, l'adhésion et l'interaction atomique ; et contribue à la diminution du coefficient de frottement [50, 71].

I.4.3 Adhésion et détachement de matière par délaminage

I.4.3.1 Formation du film de transfert

Dans le procédé d'extrusion à chaud d'alliages d'aluminium, le transfert de matière a lieu à partir du corps qui a la plus faible valeur de dureté (aluminium) vers le corps possédant la plus haute valeur de dureté (acier à outils de travail à chaud), ce phénomène est couramment appelé 'transfert de matière' ou 'matière transférée'.

L'aluminium chauffée à 500°C devient pâteux et colle à la surface de l'acier à outil, formant une couche où un film de transfert qui adhère fortement à sa surface [22] ; et qui ne peut être enlevée que par dissolution chimique. Le transfert d'aluminium se produit à cause de sa grande compatibilité chimique avec les autres surfaces et/ou son emboîtement mécanique sur les surfaces rugueuses [30]. Dans leur études conjointes J. Jerina et M. Kalin [20,21] ont démontré que cette couche de transfert se forme dès les premiers instants de contact entre l'acier à outil et l'aluminium, même dans un état de contact sédentaire. En étudiant le transfert d'aluminium dans des intervalle de température de test compris entre 20 et 500°C, ils ont aussi démontré que le transfert d'aluminium pouvait avoir lieu même à des températures de test de 20°C.

Des exemples de l'évolution du film de transfert d'aluminium sur l'acier H13 nitruré en comparaison avec des états nitrurés et traités par PVD CrN, nitrurés et traités par PVD TiAlN ; sont présentés dans les **Figures.I.34 et I.35** respectivement.

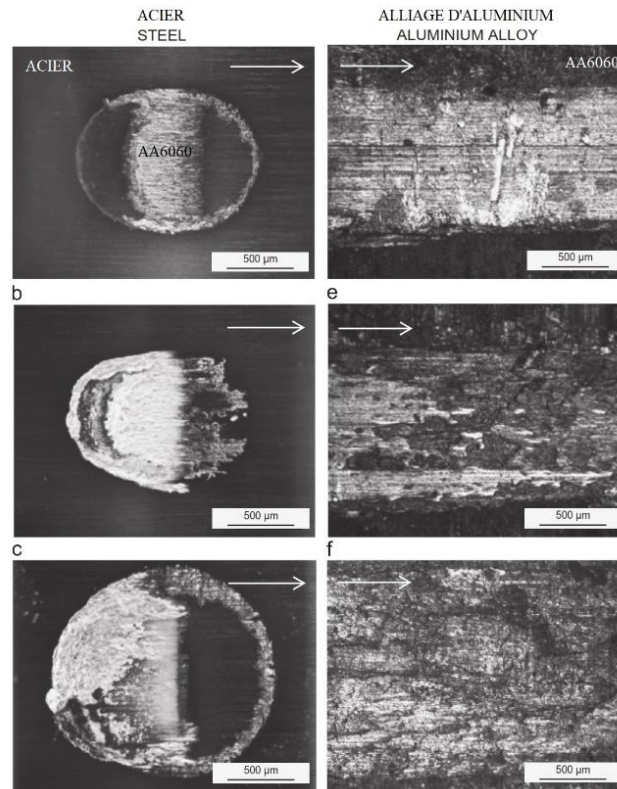


Figure.I.34 : Evolution du film de transfert entre l'acier H13 nitruré et l'AA6060 : a) après une course de 2mm, b) une course de 4mm et c) une course de 68 mm. La direction du mouvement durant le test est indiquée par une flèche. [21].

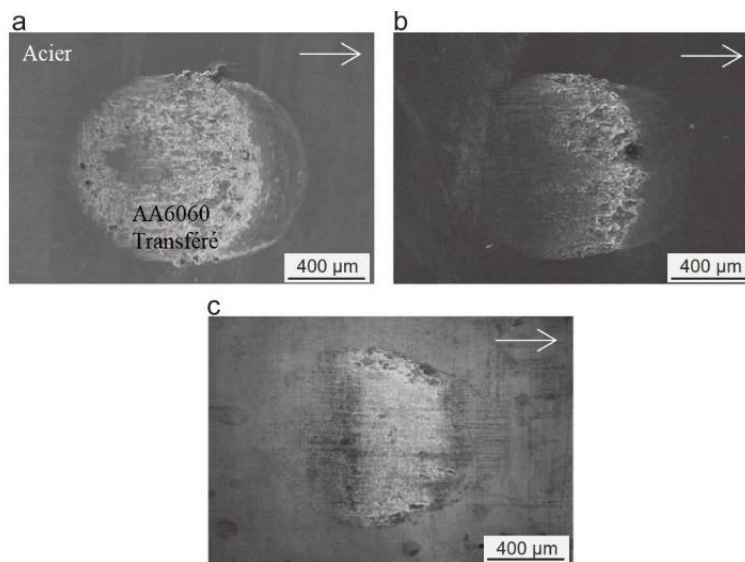


Figure.I.35 : Micrographie MEB de la couche de transfert d'aluminium à 400°C, après 2mm de glissement sur : a) Acier H13 nitruré, b) Acier H13 nitruré et traité par CrN et c) H13 nitruré et traité par TiAlN [20].

Les détails sur les paramètres des tests réalisés par J. Jerina et M. Kalin [20,21], ainsi que les descriptions des dispositifs utilisés ; sont indiqués dans le **Tableau.7** de la section I.6.1 et la section **I.6** du présent chapitre respectivement.

Liliang Wang et al [70], ont expliqué le phénomène d'apparition de la couche de transfert comme suite :

En premier lieu il y a la formation de jonctions adhésives dans lesquelles le collage n'a lieu que sur certaines aspérités micrométriques déformées plastiquement, qui supportent la surface. Dans un second lieu, il y a croissance de ces jonctions adhésives avec l'extension du collage sur plus d'aspérités micrométriques pour former des patches, avec possibilité de transfert de matières ou débris intermétalliques de l'aluminium vers l'acier ; par collage adhésif. Enfin la coalescence de ces jonctions adhésives entre elles pour former des films qui recouvrent l'entière surface.

Le collage/soudage d'aluminium sur la surface des filières peut être subdivisé en deux catégories [32] :

- Collage métallurgique ou chimique : qui a lieu à haute température à l'aide de corrosion ou formation des phases intermétalliques
- Collage mécanique : qui ne requière pas la haute température, et qui se développe quand une grande pression est appliquée ; par collage d'aluminium sur les surfaces des filières [32].

Ces deux modes de collage peuvent avoir lieu simultanément.

I.4.3.2 Accumulation d'aluminium et usure par détachement adhésif

Lors de l'extrusion et/ou les essais d'usure à chaud, l'accumulation de la couche de transfert d'aluminium sur la surface de l'acier devient de plus en plus importante ; au fur et à mesure de l'évolution du temps de contact et la dégradation de la couche protectrice de surface.

Au départ, la couche de surface se détache par effet combiné de délaminage discret après fatigue [72] ; accompagnée du pouvoir adhésif d'aluminium qui facilite ce phénomène. La stabilité chimique des couches de nitrures de fer en surface ou toute autre traitement ou revêtement de surface, a tendance à protéger, à retarder l'accumulation d'aluminium, à minimiser les efforts de son adhésion sur la surface [30] et crée une mouillabilité réduite (avec l'aluminium) [73]. Avec l'évolution de la dégradation des couches protectrices, la couche d'aluminium transférée s'intensifie, car l'adhérence d'aluminium sur la zone de sous surface (zone de diffusion) est supérieure par rapport à celle de la couche de nitruration (Grande affinité chimique entre l'aluminium et le Fer qui est surtout favorisée par la haute activité des atomes à haute température [70, 74]). De plus le caractère rugueux de la surface usée favorise l'incrustation d'aluminium sur les irrégularités de surface (rayures et carbures saillant) [21], ce qui mène à la création d'un contact pur 'Aluminium-Aluminium' ; caractérisé par un état de frottement instable. Cette instabilité crée des fluctuations importantes du coefficient de frottement et un accroissement important des contraintes de cisaillement sur la surface de l'acier

[19,22,29]. Favorisant ainsi la dégradation de surface par détachement de la couche d'aluminium, dans laquelle sont collés les débris métalliques (collage adhésif) ; précédemment fissurés et cisailés de la surface d'acier. Dès lors que leur force d'adhésion avec l'aluminium dépasse la limite à la rupture de l'acier fragilisé.

Dans leur simulation en laboratoire d'extrusion par frottement entre les blocs d'acier H13 nitrurés, contre des disques en AA6063 (Voir **Tableau.7**) ; M. Terčelj et al [10] ont observé un accroissement de la rugosité moyenne de surface Ra. Cet accroissement a évolué d'une valeur initiale de $0.205 \mu\text{m}$ à $0.580 \mu\text{m}$ après uniquement 1 h de test, cela est dû au détachement partiel de la couche de nitrures en surface.

La Figure.I.36 : met l'accent dans sa partie 'b' sur un état de surface très dégradé et rugueux, après 2h de test. Cette rugosité de surface s'est élevée après un stade initial de détachement partiel de la couche protectrice de surface, après 1h de test (voir partie 'a').

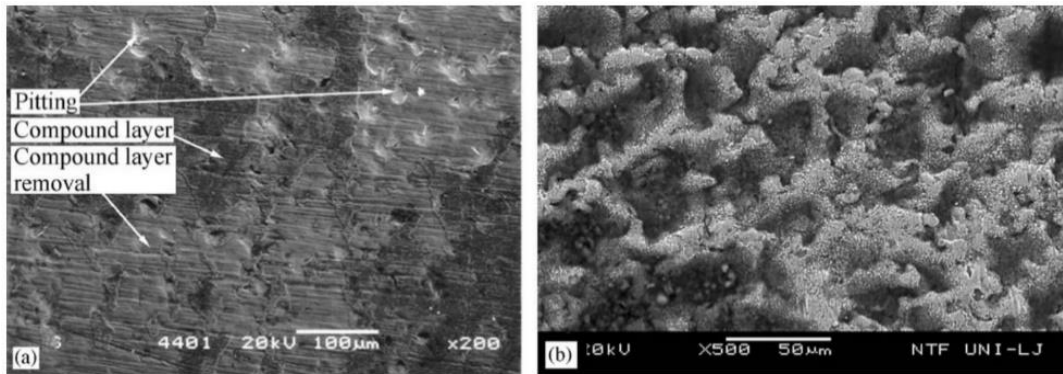


Figure.I.36 : Microstructures MEB a) détachement partiel de la couche blanche et attaque chimique par l'aluminium après 1h de test, b) accroissement de la rugosité, attaque chimique et détachement par collage adhésif, intensifiés après 2h de test [10].

M.P Clode et T. Sheppard [75], ont conclu que la formation d'un revêtement de surface en aluminium (couche de transfert) sur les filières pendant l'extrusion ; a un impact sur la qualité et l'état de surface du produit (extrudât). Leur explication sur le principe de formation du dit revêtement n'est pas en contradiction avec le principe déjà évoqué Liliang Wang et al [70] ci-dessus (voir section I.4.3.1). Au début ce revêtement se forme petit à petit par le détachement de fragments à partir de l'extrudât qui vont se coller sur la surface de filière, au fur et à mesure des passages répétitifs de la matière extrudée ces derniers vont acquérir une structure allongée suivant le sens d'extrusion ; pour enfin s'écailler une fois leur taille atteint un ampleur critique qui s'étend vers le bord de sortie de la zone de portée de filière. Les parties détachées qui contiennent des débris issus de la filière vont directement s'incruster à la surface du produit extrudé provoquant des défauts de surface.

I.4.4 Abrasion

Le détachement et le recollage répétitif de l'aluminium sur la surface de l'acier, accompagnés par les efforts tangentiels élevés agissant sur la surface, provoquent une fissuration suivie d'un délaminage des débris de nitrures de fer durs issus de la couche de nitruration où des débris d'acier issus de la couche de sous surface ; qui s'oxydent et deviennent à leur tour dur. Viens s'ajouter à cela la possible formation d'une couche nanométrique d'oxyde d'aluminium ' Al_2O_3 ' [30,76] (composé très dur ayant une dureté proche à celle du diamant), sur la surface de la billette d'aluminium durant la période de préchauffage avant extrusion. Ces débris durs sont alors piégés entre l'aluminium doux et l'acier et peuvent agir comme troisième corps abrasif qui a tendance à labourer la surface et accélérer son usure. [6,30,46,72].

Ce phénomène d'abrasion où de nano-abrasion dans le cas de présence de particules nanométriques d'alumine, a l'aptitude de détériorer même les couche des revêtements de surface les plus durs ; par exemple le dépôt en phase vapeur du nitrure de titane ' TiN ' [72].

I.4.5 Réactions Tribo-chimiques

I.4.5.1 Attaque chimique et formation des phases intermétalliques

La probabilité de formation des phases intermétalliques durant le procédé d'extrusion à chaud d'aluminium n'est pas à écarter, toutefois la formation des intermétallique deviens évidente si l'aluminium utilisé est à l'état fondu.

Par exemple, dans le procédé de moulage sous pression en moule métallique permanent ; l'adhérence d'aluminium à la surface des filières est couramment appelée 'collage' où 'brasage'. Ce mécanisme est favorisé par la diffusion mutuelle d'atomes de fer et d'aluminium les unes vers les autres, menant à la formation des phases intermétalliques [74]. Le processus se caractérise par un environnement très dur, dans lequel, l'aluminium est coulé dans la matrice à haute pression ; à des vitesses allant de 30-50 m/s à des cycles inférieurs à 1 min. Le collage et décollage répétitif pendant la fabrication des pièces engendrent le détachement petit à petit de la couche de nitrures de fer où tout autre revêtement protecteur en surface. Un tel détachement est causé par le fort collage et la forte adhérence entre l'aluminium chaud et la couche de surface, produisant des efforts de cisaillement considérables ; qui mènent en dernier lieu à l'usure par détachement de la surface. Le phénomène est similaire pour le cas de l'extrusion à chaud, où l'aluminium est à l'état pâteux.

D'autre part, plusieurs auteurs [7, 23,30], ont démontré l'aptitude de l'aluminium liquide à dissoudre en totalité la couche de nitrures en surface malgré sa stabilité chimique ; à cause de sa grande aptitude à dissoudre une grande variété de matériaux et oxydes [7]. A cet effet, les couches protectrices en surface ne jouent que le rôle de période de transition ; qui retarde l'attaque chimique et l'accroissement de la couche de transfert d'aluminium [30].

La dissolution ou le détachement de la couche de surface provoque la formation de piqûres corrosives ainsi que l'érosion du métal de base des filières, à cause de sa forte réactivité avec l'aluminium [30, 74], ce qui rend la surface des filières/matrice dégradé et invalide.

La formation des phases intermétalliques entre le Fer et l'aluminium est une réaction exothermique [77], qui s'accompagne par un dégagement de chaleur. Avec la montée progressive de la température, les réactions débutent avec la formation des phases Fe_2Al_5 et $FeAl_2$, à des températures en dessous du point de fusion de l'aluminium ($500^\circ C$) [77]. La phase Fe_2Al_5 se transforme progressivement en Fe_3Al une fois la température atteint $850^\circ C$ [77].

Par le biais des tests d'analyse thermique différentielle à chauffage continu (DTA en anglais), Pavel Novák et al [77] ; ont étudié un mélange poudreux comprimé de fer et d'aluminium dans un intervalle de températures compris entre (La température ambiante et $900^\circ C$). Ils ont observé un pic exothermique qui débute aux environs de $645^\circ C$, suivi d'une augmentation de la pente de la courbe une fois le point de fusion de l'aluminium atteint ($660^\circ C$). Les détails sont présentés dans **la Figure.I.37**.

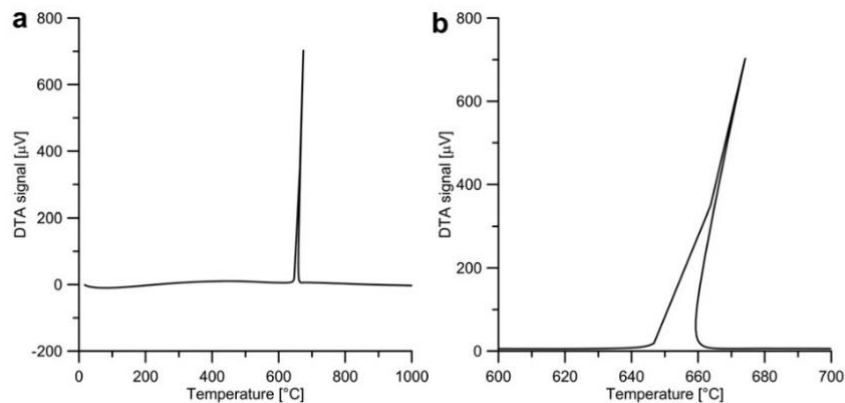


Figure.I.37 : a) Courbe de chauffage DTA d'un mélange poudreux d'Al et Fe, b) détails de la courbe aux alentours du point de fusion d'aluminium [77].

L'apparition du pic exothermique et l'accentuation de la pente de la courbe après $660^\circ C$, indique que le taux de formation d'intermétalliques dans une interface solide-liquide est supérieur à celui d'une interface solide-solide [77].

Pour étudier la cinétique de formation des phases intermétalliques sur un acier H13 traité par nitruration liquide contre de l'aluminium liquide, Gueng Chen et al [23] ; ont plongé des échantillons en acier H13 nitruré dans un bain d'alliage d'aluminium 6063. Ensuite, ils les ont maintenus à $750^\circ C$ pendant 30 minutes ; les résultats étaient :

- La dissolution totale de la couche de nitrures de fer en surface

- La formation d'une couche composée des phases intermétalliques Fe_3Al à l'interface avec l'alliage d'aluminium 6063
- Et la formation d'une couche composée de la phase Fe_2Al_5 à l'interface avec l'acier H13 nitruré

En répétant la même expérience mais en substituant l'alliage d'aluminium 6063 avec de l'aluminium pur à 99.99%, Gueng Chen et al [7] ; ont démontré une autre fois qu'il y a eu formation des phases intermétalliques malgré la présence de la couche de nitruration en surface qui est censé protéger la surface de l'acier. En comparaison avec des échantillons sans nitruration, la profondeur de pénétration des phases intermétalliques a été moindre.

Les résultats sont montrés dans la **Figure.I.38**. La partie 'a' montre une microstructure décomposée en trois zones :

- La couche externe en aluminium
- La couche intermédiaire où il y a eu formation d'intermétalliques dans une direction perpendiculaire à la surface en forme de dents de scie
- Et enfin l'acier H13 nitruré

La partie 'b' montre un agrandissement de l'interface aluminium-couche d'intermétalliques, qui est constituée principalement de la phase $(\text{Fe, Cr})_2\text{Al}_5$. La microstructure montre aussi la présence d'une phase intermédiaire $(\text{Fe, Cr})\text{Al}_3$, à l'interface entre $(\text{Fe, Cr})_2\text{Al}_5$ et l'aluminium ; qui se forme lors du refroidissement [7].



Figure.I.38 : a) Vue en coupe de l'échantillon nitruré après attaque chimique dans l'aluminium à 750°C pendant 30 min d'un acier h13 nitruré, b) détails à l'interface couche d'intermétalliques formés-aluminium [7].

Des résultats similaires ont été trouvés par A. Molinari et al [73], en plongeant des échantillons d'acier H11 nitruré, dans un bain d'alliage d'aluminium maintenu à un intervalle de température compris entre (740 et 760°C) pendant 4h. Cette expérience a totalement dissocié la couche de nitruration en surface, et a mené à la formation d'une couche composée des phases Fe_2Al_5 et FeAl ; à l'interface avec l'alliage d'aluminium. Suivie de la formation d'une couche interne de la phase Fe_2Al_5 , à l'interface avec la matrice en acier H11.

Pour étudier la microstructure et les caractéristiques cristallographiques des phases intermétalliques formés, Naoki Takata et al [78] ; ont plongé dans du fer pur dans un bain d'aluminium chauffé à 750°C. Ils ont observé la formation et la croissance de la phase η -Fe₂Al₅ (structure orthorhombique) sous forme de grains colonnaires le long de la direction [001]. Ceci justifie la structure en forme de dents de scie. Ils ont aussi observé la formation de la phase Θ -Fe₃Al (structure monoclinique).

I.4.5.2 Phénomène de graphitisation

Dans certaines applications mécaniques, le graphite est utilisé comme lubrifiant sous forme de poudre dispersée à l'interface entre deux pièces qui frottent l'une contre l'autre, il est aussi utilisé comme agent de démoulage. Le graphite a une grande résistance à haute température et contribue fortement à la diminution du coefficient de frottement entre les surfaces en contact.

Pour certaines applications industrielles, il existe un traitement thermique couramment appelé « Graphitisation » qui peut être appliqué sur les aciers et les fontes destinés pour des applications spécifiques (par exemple, pour faciliter l'usinage des aciers), le graphite est aussi utilisé comme lubrifiant interne (auto-lubrifiant) [79-83].

Le traitement thermique de graphitisation ou pour être juste 'La graphitisation secondaire' se fait par recuit à haute température pendant de longues périodes qui peuvent atteindre 100 h et plus [83,84]. La graphitisation met en jeu la dissolution de la cémentite Fe₃C, connu pour être un carbure métastable ; en fer et graphite (carbone libre) sous forme de nodules suivant la réaction suivante [85] :



Plusieurs études ont démontré que la présence de silicium **Si** et aluminium **Al** dans la structure des aciers, peut accélérer la formation de graphite et écourter considérablement son temps de formation [79-82, 84-87] ; surtout quand l'acier subi une déformation plastique [82,88]. La présence d'aluminium et silicium dans la composition chimique des aciers favorise la formation des particules non métalliques tel que les oxydes et les nitrures (Al₂O₃, SiO₂, AlN...etc), qui agissent comme agents de nucléation pour la formation de graphite [80-83,85,86,89]. Les carbures comme la cémentite peuvent aussi jouer le rôle d'inoculant pour la formation de graphite [83,84,86]. Sachant que les joints de grains sont aussi des sites favoris des particules de seconde phase (nitrures, carbures et oxydes), ils peuvent aussi être le siège de début de formation du graphite [79,82,83,84,88].

Des études récentes ont démontré la possibilité de formation de graphite par graphitisation secondaire dans de très courtes périodes de recuit allant de 20 à 180 minutes [79,80, 86], dans des températures de traitement allant de 482 à 680°C [79-81, 84-88] ; en présence d'aluminium et de silicium dans les compositions des aciers utilisés.

L'exemple de formation du graphite sur des particules de secondes phase (AIN) est montré dans la **Figure.I.39**.

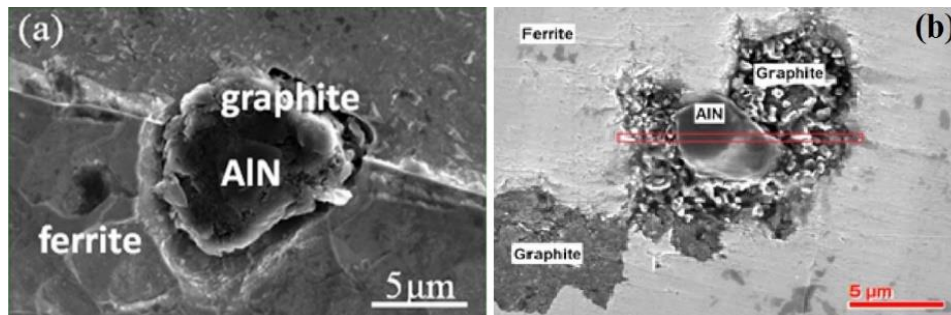
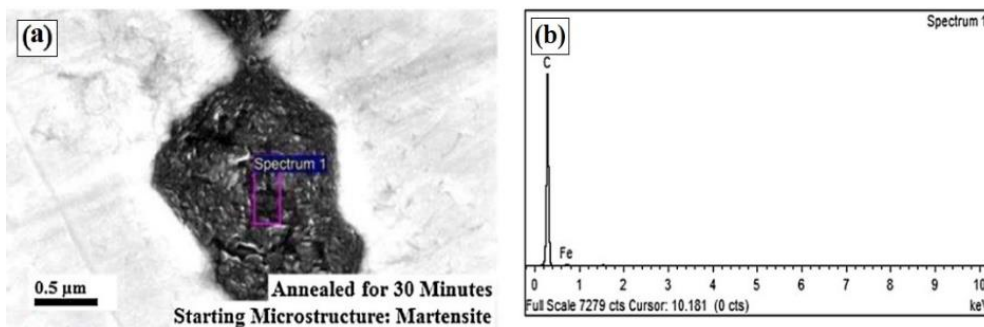


Figure.I.39 : Exemple de formation de graphite sur une particules de nitrure d'aluminium AIN : a) acier à 0.38% en masse C, 1.85% en masse Si et 1.44 % en masse Al ; recuit à 680°C pendant 3h [83], b) acier à 0.39 en masse C, 1.86% Si et 1.38 Al après 20 min de recuit de graphitisation à 680°C [79].

L'exemple de formation de graphite sur une structure de départ martensitique d'un acier expérimental à moyenne teneur en carbone (0.39 % masse C, 1.86 % Si et 1.38% Al) après recuit de graphitisation à 680°C pendant 30min, est présenté dans la **Figure.I.40**.



La **Figure.I.40** : a) Microstructure MEB sur la formation de graphite dans un acier expérimental à moyenne teneur en Carbone après trempe et recuit de graphitisation, b) spectre d'analyse EDS sur la zone de formation de graphite. [81]

Le graphite ne supporte pas la charge mécanique et s'effrite même sous de faibles charges mécaniques laissant des sites vacants qui peuvent servir de zones d'initiation de fissures et de rupture comme déjà évoqué par Tarang Shinde et al [25]. La **Figure.I.41** montre la formation de micropores suivant la direction de laminage après dissolution du graphite dans un acier contenant 0.5 % en masse de carbone et 3.8 % en masse de silicium d'après P. Rubin et al [82].

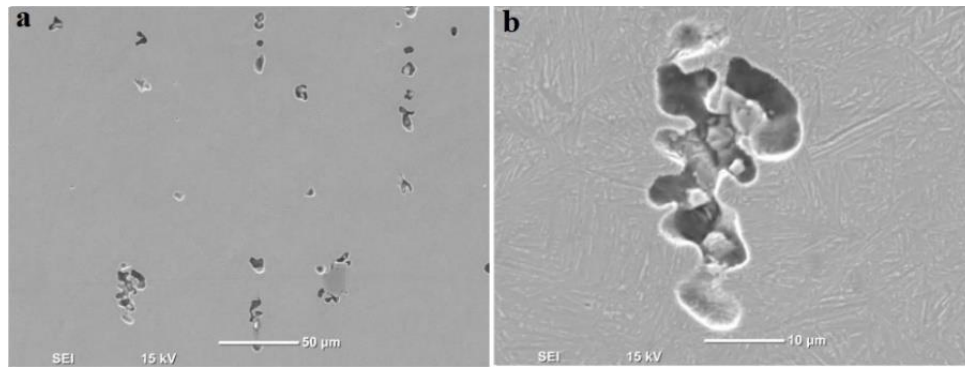


Figure.I.41 : a) Formation de micropores après dissolution du graphite suivant la direction verticale de laminage, b) Agrandissement d'un Micropore [82].

La formation de graphite provoque aussi un appauvrissement du taux de carbone dans les régions autour des nodules formés, ce qui fait chuter les propriétés mécaniques locales de ces régions ; et crée une hétérogénéité dans les propriétés mécaniques de l'acier. Ce phénomène provoque aussi l'adoucissement de l'acier.

La formation de graphite dans les filières pendant l'extrusion à chaud des alliages d'aluminium est très probable, surtout après de très longues séquences de production ; en prenant en considération la possible montée en température au niveau des portées de filières qui est due aux forces de frottement entre :

- Billette et conteneur
- Billette et filière

Et le transfert de chaleur par conduction entre l'ensemble du système [1]. Plusieurs références bibliographiques ont restreint cette montée en température dans un intervalle 550-620°C [11, 67, 72, 90, 91].

I.5 Défauts après extrusion

La majorité des produits d'alliages d'aluminium extrudés est destinée au secteur du bâtiment (cadres, garnitures décoratives...etc.), alors la présence des tout défaut n'est pas acceptable et a un impact important. D'où la nécessité de produire un produit de haute qualité présentant un bon état de surface après filage.

Plusieurs types de défauts peuvent apparaître lors de la fabrication des produits extrudés d'alliage d'aluminium, ces défauts ont été identifiés dans plusieurs études précédentes comme étant [1, 20, 75] :

- Le phénomène de détachement par ramassage
- Lignes de filière

- Micro-Lignes de filière
- La fissuration superficielle (déchirage)

Les défauts les plus graves pour le cas de l'alliage 6063, sont le ramassage et les lignes de filières [1, 75] et ils ont un impact commercial considérable.

Le ramassage :

Il est observé sous forme de tâche de débris d'aluminium et est appelé 'dépôt de ramassage'. Il est précédé par des rayures intermittentes de longueurs variables. Ce dernier est fortement lié à la température et la vitesse de déformation, qui ont un effet significatif sur l'accumulation d'aluminium dans la portée de la filière ; facilitant sa formation. Au début les couches superficielles de la billette et de la portée de filière sont recouvertes d'oxydes, ensuite ces couches d'oxydes sont cisailées, pénétrés, et rompus avec la progression du processus d'extrusion. Cette rupture se traduit par le détachement de ces couches de protection provoquant un contact direct métal sur métal (Aluminium sur acier à outil de la filière), ce qui favorise l'adhérence d'aluminium et la formation d'une couche de transfert sur la portée de la filière. Avec la continuité du processus d'extrusion, les dépôts transférés d'aluminium s'allongent davantage dans le sens d'extrusion (ils sont repassés par l'action d'aluminium extrudé) produisant une extension des surfaces du matériau transféré.

Enfin les extrémités de ces couches repassées sur la partie arrière de la portée de filière commencent à s'écailler provoquant le détachement d'un dépôt de ramassage qui va s'incruster dans l'extrudât. L'écaillage se produit suite à la sortie de l'aluminium de la gorge de la filière, car à son niveau il est caractérisé par un contact intime sans exposition à l'air. En quittant cette gorge, l'aluminium collé se percute avec une petite déviation dans la surface de la filière qui provoque son détachement petit à petit [1] surtout avec l'exposition à l'air et la formation d'oxydes en surface ; étant donné sa mauvaise adhérence aux couches d'oxydes.

La **Figure.I.42** : Montre deux exemples de portées de la matrice après 03 compagnes d'extrusion d'une section rectangulaire (25 x 5 mm) à 500 et 575°C respectivement, d'après T. Sheppard [1].

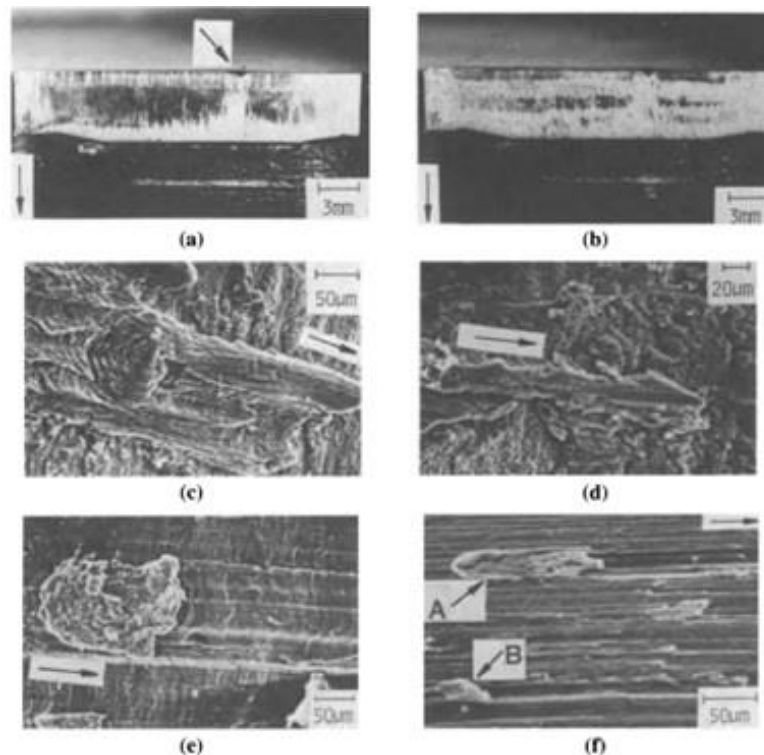


Figure.I.42 : a) Portée de filière après extrusion à 500°C, b) Portée de filière après extrusion à 575°C, c) Accumulation d'aluminium à la sortie de la portée (500°C), d) Accumulation d'aluminium à la sortie de la portée (575°C), e) ramassage formé par mécanisme stick-slip, f) ramassage formé par détachement de débris du revêtement d'aluminium sur la surface de la portée de filière 'A', les flèches indiquent la direction de filage [1].

Les parties 'a' et 'b' de cette figure montrent qu'il y a eu l'adhérence d'une couche d'aluminium à l'entrée de la portée de filière dite zone étranglée, cette zone est responsable du développement de la surface de l'extrudât (phénomènes des lignes de filière). La flèche dans partie 'a' montre une usure critique sur la gorge de la matrice. Les parties 'c' et 'd' montrent les détails des dépôts de ramassage qui se sont formés et maculés à l'extrémité arrière (sortie de la portée de filière). Ces dépôts de ramassage sont le résultat de repassages répétitifs des flocons oxydés par l'action de l'extrudât sortant (qui a tendance à les allonger suivant la direction de filage qui (indiquée par des flèches). A l'origine ces flocons se forment au niveau de la zone qui suit la zone étranglée (Gorge de la matrice) suite à l'exposition à l'air. Une fois que ces dépôts de ramassage atteignent une taille critique, ils se détachent et s'incrustent au niveau du produit extrudé provoquant l'usure de la filière et l'apparition des défauts sur le produit extrudé. L'endommagement par ramassage est plus important au niveau des filière ayant servi à 575°C par rapport à celles qui ont servi à 500°C.

T. Sheppard [1] a conclu sur l'existence de deux types de mécanismes qui enclenchent le ramassage :

- **Le premier** se fait si la réactivité entre le couple extrudât-filière, est forte provoquant une accumulation rapide d'aluminium à la sortie de la portée de filière et la génération

de très fortes forces de frottement sur le revêtement en aluminium transféré ; ce qui provoque son agglomération, son écrouissage et son allongement dans le sens d'extrusion. Cette dernière s'écaille à la fin causant le ramassage de l'extrudât.

- **Le deuxième** se fait si l'adhérence entre le couple extrudât-filière est égale à la force de cohésion du métal de la surface de l'extrudât, par transfert en continue des flocons de ramassage entre la portée de la matrice et l'extrudât ; qui s'agglomèrent sous forme de dépôt de ramassage (mécanisme observé lors la mise en service des nouvelle filières). Ici le dépôt de ramassage peut être à la fois composé du revêtement de la matrice ou de l'extrudât, et ce phénomène est appelé mécanisme de collage-glissement 'stick-slip' en anglais. L'exemple de ce type de ramassage est présenté dans les parties 'e' et 'f' de la **Figure.I.42**, illustrée par T. Sheppard [1]

Le ramassage peut être dû aussi à :

- Des inclusions dans la billette coulée
- Traitement d'homogénéisation inadéquat
- Température (défaut sensible à la température)
- Une déviation (déflexion) de la matrice

Lignes et micro-Lignes de Filière :

Lignes de filières :

L'Association d'Aluminium a défini les lignes de matrice comme des « dépressions ou protubérances longitudinales formées à la surface d'un matériau étiré ou extrudé en raison d'imperfections sur la surface de la matrice ». [1, 75].

Les lignes de matrice sont dû à l'interaction avec la zone de portée de filière durant le filage. Elles surviennent quand un film d'aluminium adhère à la surface de la portée de filière (gorge), sous forme de bandes et deviens au fur et à mesure plus dur que le matériau extrudé adjacent par effet de trempe et d'écrouissage. Cette quantité d'aluminium (film) dur collée dans la matrice déborde des vallées de surface et donne lieu à l'apparition d'arêtes durs dans la zone étranglée de la matrice [1,20, 75], le film d'aluminium formé par ces arrêtes est très stable et ne se modifie pas avec l'évolution des cycles d'extrusion [1]. Ces arrêtes sont responsables de l'état de surface du matériau extrudé lui procurant une topographie parfaitement similaire à la leur.

Micro-lignes de filière :

D'un autre coté des lignes de filière peuvent aussi se produire quand la matrice fonctionne dans les conditions optimales (à l'état étranglé et à 450°C) même si sa surface a été parfaitement polie avant extrusion. Elles sont alors appelés 'micro-lignes de filière', elles sont fines et se caractérisent par une profondeur moindre par rapport à celles observés dans les lignes de filière ; mais elles peuvent constituer un inconvénient après anodisation [1, 75].

T. Sheppard et M.P. Clode [1, 75], ont indéfini l'origine de ces micro-lignes de filière comme état dus à des rayures associées à des précipités de phase de fer allongées dans la direction de l'extrusion ; qui se sont incrustés dans les couches sous-cutanées de l'extrudât. L'exemple de ces précipités ferreux est montré dans la **Figure.I.43** (partie 'a' et 'b') en mode BEI 'back scattered electron Imaging' (électrons rétrodiffusés), ou ces dernières apparaissent sous formes de taches blanches.

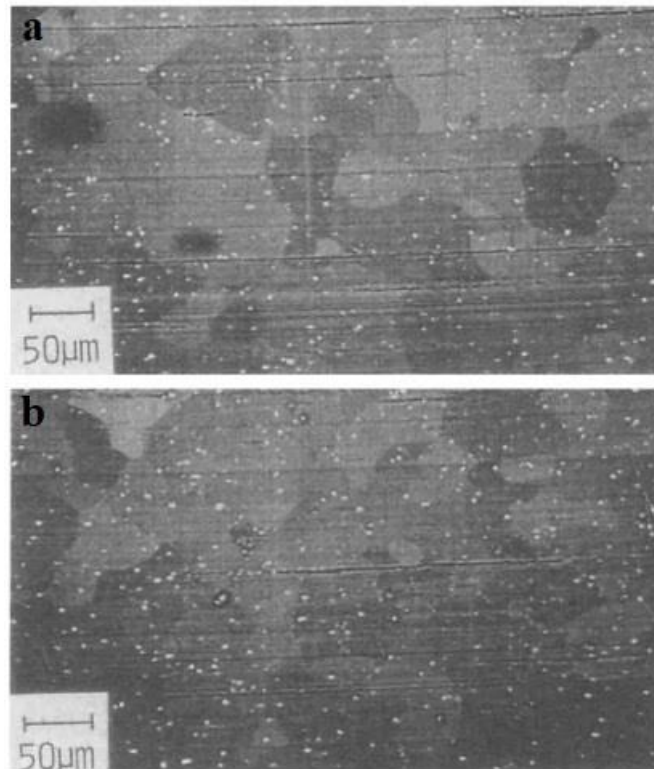


Figure.I.43 : Observations MEB en mode d'électrons rétrodiffusés des surfaces, à l'état comme extrudé. [1]

Avec l'évolution des cadences de production, ce transfert continu des précipités ferreux détériore peu à peu l'état de surface de la portée de filière par la formation de cavités, qui ont tendance à s'élargir a peu à peu sous l'effet de piégeage d'aluminium et les réparations consécutives. Jusqu'à l'atteinte d'un état irréparable de la filière provoquant une perte de cotation accompagnée de la production des profilés d'aluminium défectueux, plus lourds et non économiques (Présentant une surépaisseur). La **Figure.I.44** montre un cas concret d'une portée de filière usée après 5 campagnes consécutives d'extrusion, de rectification et de re-nitruration [46]. Dans laquelle l'usure s'est faite sous forme de bande dirigés suivant la direction d'extrusion, à l'entrée de la portée de la filière.

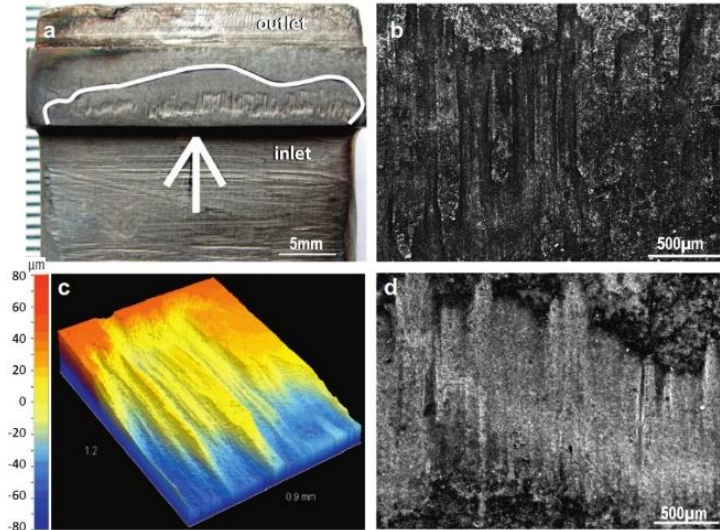


Figure.I.44 : a) macrographie d'une portée de filière après usure critique, b) Observation de la zone d'usure par micrographie optique, c) Topographie 3D de la surface usée faite par profilomètre optique, d) Observation de la zone d'usure par MEB [46].

La **Figure.I.45**, peut être utilisée pour avoir une idée sur la différence entre l'état de surface produit par les lignes de filières et les micro-lignes de filières en fonction de la température d'extrusion. [1].

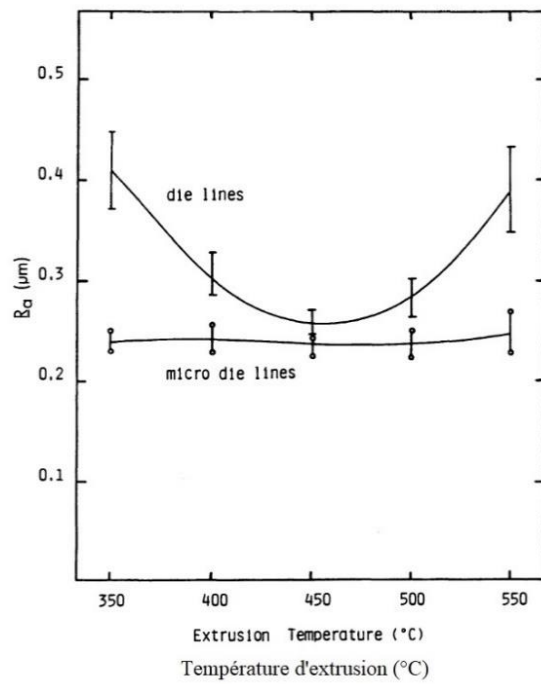


Figure.I.45 : Effet de la température sur la finition de surface extrudée. [1]

Fissuration superficielle (Déchirage) :

Le phénomène de déchirage dans la surface du produit extrudé est souvent observé dans les alliages aérospatiaux à haute résistance et même dans les alliages architecturaux les plus dilués de la série 6000 [1], donc ce phénomène ne concerne pas les alliages du type 6063. La magnitude de ce phénomène augmente avec l'augmentation de la longueur de la portée de filière, il est surtout observé lors de la mise en service de nouvelles matrices avec des zones de matériau arrachés et repassés dans d'autres surfaces de l'extrudât [75].

En conclusion si on veut résumer les défauts qui sont produits en surface durant le procédé d'extrusion à chaud d'aluminium on peut déduire que le mécanisme de formation de la surface finale s'exécute comme suit :

- La surface est générée dans la position avant de la filière (gorge) en l'absence d'oxygène
- La partie arrière de la portée de filière ne sert qu'à la détérioration de la surface par effet de repassage et grippage imposés par le produit extrudé

La qualité des produits extrudés est directement liée à la qualité de la surface de la portée de filière. Si l'état de surface de la filière est dégradé et rugueux, il y aura la formation d'arêtes dures et larges au niveau des vallées de la surface de filière qui se répercutera directement sur la finition de surface du produit extrudé. L'état de surface rugueux favorisera aussi le détachement de particules ferreuses et leurs incrustations dans le produit fini par l'action simultanée des mécanismes déjà cités dans la **section I.4** ci-dessus.

I.6 Dispositifs de simulation en laboratoire des mécanismes d'usure

La simulation en laboratoire du procédé d'extrusion à chaud des alliages d'aluminium s'avère très difficile. Le contact sec sans lubrification de l'aluminium doux contre les filières d'extrusion en acier H13 dur (couple tribologique dur-doux) se classe parmi les couples tribologiques les plus sévères [10, 31]. Donc une étude approfondie des techniques antérieures utilisées dans la simulation du dit procédé doit être menée afin de pouvoir procéder à la mise en œuvre d'un banc d'essais qui sera capable de reproduire et caractériser pertinemment les phénomènes d'usure des filières en acier H13 (déjà cités dans la **section I.4**), pour essayer d'améliorer leur durée de vie par la suite.

I.6.1 Analyse des dispositifs antérieurs

Pour simuler l'usure des filières d'extrusion d'aluminium en laboratoire, il existe plusieurs méthodes d'usure par glissement qui doivent être choisis en prenant en considération les aspects suivants [92] :

- Les matériaux qui composent les deux corps du couple tribologique et dans certain cas éventuellement leurs méthodes de préparation de surface
- La géométrie de test incluant la forme et les dimensions des échantillons
- La charge appliquée et la pression de contact
- La vitesse de glissement
- L'environnement de test (Environnement qui entoure le contact avec prise en considération de la température [92])

La **Figure.I.46** montre les géométries et configurations communément utilisés dans les tests d'usure par glissement d'après I. Hutchings et al [92] :

- La configuration Pion sur disque, dans la partie 'a' de la Figure, avec un pion plat pressé contre un disque plat en rotation.
- La configuration Bloc sur disque comme montré dans la partie 'b' de cette même figure, avec un bloc plat pressé contre la partie courbée du disque en rotation.
- La configuration pion sur plat (partie 'c') dans laquelle un pion est pressé contre une plaque ayant une course oscillatoire de vas et viens.
- La configuration double disques chargés l'un contre l'autre au niveau de leurs faces courbées (partie 'd'), ayant des vitesses angulaires différentes $\omega_1 \neq \omega_2$.
- Enfin la configuration anneau sur anneau chargés l'un contre l'autre au niveau de leurs surfaces planes (partie 'e') et ayant les même vitesses angulaires $\omega_1 = \omega_2$

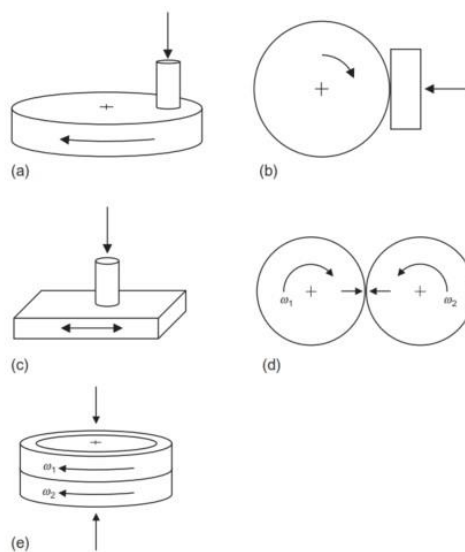


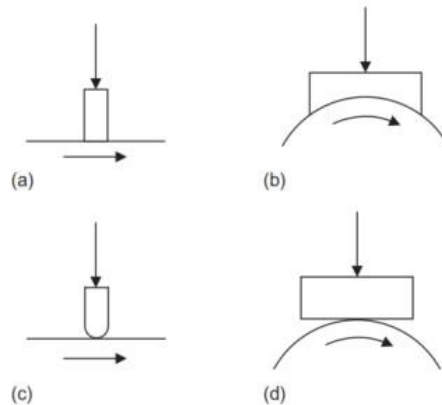
Figure.I.46 : Géométries et configurations utilisés dans les tests d'usure par glissement a) Pion sur disque, b) bloc sur anneau, c) Pion sur plaque à course alternative, d) Double disque et e) anneau sur anneau. [92]

Le même auteur [92], a décrit les deux modes de contact différents qui peuvent être utilisés dans les configurations précédentes :

- **Le mode de contact conforme** 'conformal contact mode en anglais' :
Dans ce mode de contact, la pression de contact nominale de départ s'étend sur une large surface de contact, qui est égale à l'ensemble de surface formée entre le pion et le disque durant leurs contact (contact parfait dans tous les points des deux plans antagonistes). Cette pression est supposée stable et constante durant tout le test.
- **Le mode de contact non conforme** 'counterformal en anglais' :
Dans ce mode de contact, la pression de contact nominale de départ ne s'applique que sur un point où une ligne, qui s'étale et diminue par la suite avec un accroissement de la surface de contact. Cela est causé par l'usure de la surface du pion, du disque ; ou des

deux surfaces ensemble. Ce changement en surface peut être due à plusieurs facteurs comme la déformation plastique du matériaux doux, le détachement de la couche d'oxyde des deux surfaces donnant lieu à un contact pur entre métaux [70,71] ...etc.

Les parties 'a' et 'b' de la **Figure.I.47** représentent des contacts conformes, les parties 'c' et 'd' de cette même figure représentent quant à elles ; des contacts non conformes.



La **Figure.I.47** : Géométrie de contact : a) et b) contacts conformes, c) et d) contacts non conformes [92].

Pour étudier l'effet de la température sur le comportement en frottement d'un alliage d'aluminium contre des billes en acier (caractérisation du frottement et modélisation du procédé d'extrusion d'aluminium), L. Wang et al [93] ; ont utilisé un tribomètre à haute température avec une configuration de test bille sur disque à course rotative. Les billes ont été fabriqués en acier H11 (pour représenter la filière d'extrusion), et les disques en AA 7475 (pour représenter les billettes extrudées en aluminium). L'ensemble a été mis en contact et testé sous une charge normale de 2N, une température maximale de 450°C et un parcours maximal de 200 m. Le travail a permis d'enregistrer des valeurs du coefficient de frottement de l'ordre de 1.6 qui dépassaient de loin la barre de 1, mettant l'accent sur les importantes forces de frottement qui caractérisent ce couple tribologique ; ces dernières sont causées en grande partie par l'affinité chimique entre l'aluminium (état pâteux) et l'acier. L'inconvénient de ce travail réside dans les courtes distances de glissement (200 m) qui ne reflètent pas la réalité industrielle (longues cadences de production), et la vitesse de glissement utilisée (20 mm/s) qui ne reflète pas les vitesses exercées en usine (vitesses de sortie d'extrudât qui peuvent atteindre 100 m/min) ; un tribomètre classique ne pourra jamais atteindre ces vitesses à cause de la limite de ces performances et le risque de panne.

Le problème de limites de performances, de sensibilité (risque de destruction) ; trouvés dans les tribomètres de laboratoire. En particulier lors de la simulation de cadences de production propres à des procédés de mise en forme compliqués tel que l'extrusion à chaud d'aluminium (Procédé qui se caractérisent par des montées soudaines et brusques du coefficient de frottement), a mené plusieurs auteurs vers la conception de bancs d'essais et /ou machines

robustes ; capables de supporter les conditions sévères rencontrés dans ce procédé et mener des essais d'usure à chaud sur des longues distances de glissement et pendant de longues périodes.

T. Björk et al, sont parmi les premiers à avoir mis en œuvre ce type de machines. Dans leur étude [11], ils ont mis en œuvre une machine du type bloc sur disque caractérisée par un mode de contact non conforme (Bloc avec surface plane pressée contre la face courbée du disque en rotation, avec une force normale, comme présenté dans la **Figure.I.46. b**) ; l'ensemble a été placé dans chambre fermée chauffée par un résistance électrique placée à proximité de l'une de des parois de la chambre. Le schéma de l'équipement de test est présenté dans la **Figure.I.48**.

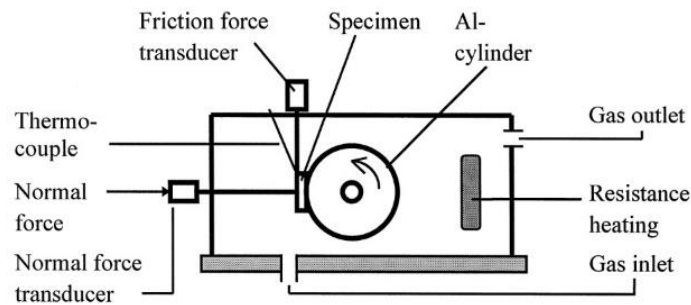


Figure.I.48 : Schéma de l'équipement de test mis au point par Björk et al [11].

Cette configuration leur a permis d'évaluer le comportement à l'usure des traitements de surfaces de dépôt chimique à phase vapeur CVD TiC + TiN, déposés sur des blocs en acier H13 qui ont été mis en contact contre des disque en AA 6063 ; à $550 \pm 5^\circ\text{C}$, une vitesse de 0.52 m/s, une force normale allant de 20-60 N et des distances de glissement allant jusqu'à 9400 m. Le même équipement a été réutilisé dans une autre étude, par ce même auteur et ses collaborateurs [72] ; avec les mêmes conditions de test (conditions réelles d'extrusion) pour évaluer le comportement à l'usure des blocs d'acier H13 traités par des traitements duplex (nituration + dépôt physique à phase vapeur PVD CrN, TiN et TiAlN).

Ensuite M. Terčelj et al [10], ont utilisé un dispositif ayant le même principe que celui utilisé par T. Björk (configuration bloc sur disque avec contact non conforme) ; en substituant le chauffage par résistance électrique par un chauffage par induction. Qui a été placé autour du disque en aluminium dans le côté opposé à celui où est placé le bloc d'acier (Voir **Figure.I.49**). Ils ont pu évaluer l'usure des blocs en acier H13 niturés mis en contact contre des disques en AA 6063 par une force normale de 2200 N, dans une température de test égale à 510°C , une vitesse de glissement de 0.41 m/s et une distance totale allant de 1476 à 11808 m. Ensuite ils l'ont utilisé pour étudier l'évolution d'usure de ces blocs d'acier H13 niturés à basse, moyenne et haute pression de contact [31]. Ils l'ont utilisé enfin dans une étude [91] qui visait à améliorer la durée de vie des blocs d'acier H13 niturés et traités par des revêtements en surface PVD CrN, avec des conditions opératoires identiques à celles utilisées dans l'étude [31].

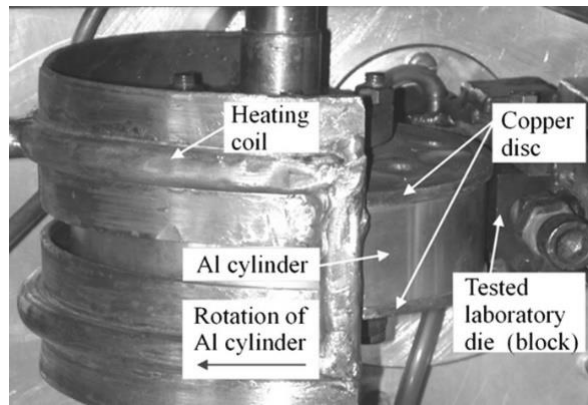


Figure.I.49 : Equipement de test bloc sur disque utilisé par M. Terčelj et al [31].

De son côté Y. Birol [19], a réutilisé un dispositif ayant le même principe que celui précédemment utilisé par T.bjork et al (configuration bloc sur disque avec mode de contact non conforme) ; et une résistance électrique placée verticalement sur l'une des parois de la chambre de test fermée). Le dispositif est montré dans **la Figure.I.50**. Le dispositif a aussi été utilisé par l'auteur pour évaluer la performance des dépôt PVD CrN, AlCrN, AlTiN déposés sur des blocs d'acier H13 niturés qui sont mis en contact contre des disques en AA6063.

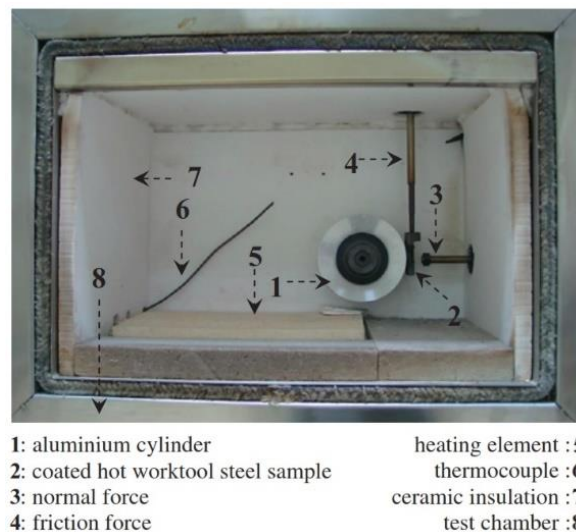


Figure.I.50 : Unité de test utilisée dans les essais d'usure par glissement par Y. Birol [19].

Parallèlement, c'est M. Pellizari et al [29,30] qui sont les premiers à avoir utilisé une configuration Bloc sur disque avec un mode de contact conforme ; identique au cas présenté dans la **Figure.I.47. b**. Avec un bloc en acier possédant surface de contact courbée qui a été mise en contact contre la face courbée du disque en aluminium. Ces auteurs ont aussi utilisé un mode de chauffage par induction placé autour du disque en aluminium. La configuration de test est montrée dans **la Figure.I.51**. Cette configuration leur a permis de conduire des études comparatives sur les propriétés tribologiques et le comportement à l'usure des blocs en acier

H11 traités par des traitements duplex (nitrurés + PVD (CrN, TiAlN) et CVD (TiC + TiN) testés contre des disques en AA6082.

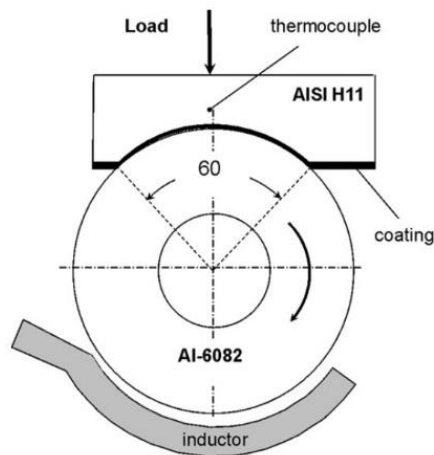


Figure.I.51 : Configuration de test d'usure à chaud utilisée par M. Pellizari [30].

Le deuxième à avoir utilisé une configuration avec un mode de test conforme est M. David Hanna [94]. Il a développé une configuration type pion sur plaque (**Figure.I.46.c**), avec un nouveau système d'application de charge sur les échantillons ; qui se caractérise par un auto alignement. Cette nouvelle invention a été utilisée par ce même auteur, pour évaluer le comportement tribologique lors du formage des tôles en AA5083 et l'alliage de magnésium AZ31B ; contre des pions plats en acier P20 à haute température (Voir **Figure.I.52**).

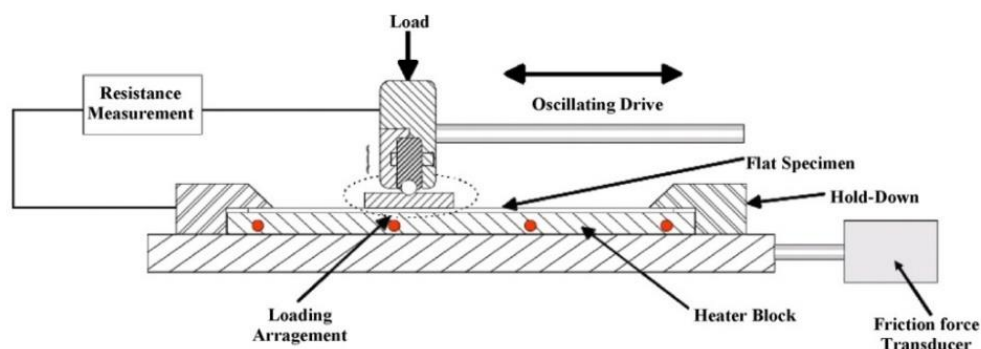


Figure.I.52: Dessin schématique de la machine de tests tribologiques oscillatoires, bloc d'acier plat avec auto alignement contre des tôles métalliques plates.[94].

Enfin, M. Kalin et J. Jerina ont mené conjointement des études [20,21], en utilisant un dispositif avec une configuration de double cylindres (**Figure.I.46. d**). Les deux cylindres sont pressés perpendiculairement l'un par rapport à l'autre par une force normale de 9N, le cylindre inférieur (AA6060) est fixe ; tandis que le second cylindre (Acier H13) se déplace suivant une

trajectoire linéaire (Mode de contact non conforme). Cette configuration leur a permis d'étudier l'initiation et l'évolution de la couche de transfert d'aluminium sur des cylindres en acier H13 revêtu par des revêtements PVD. Le schéma de la configuration de test est présenté dans la **Figure.I.53** :

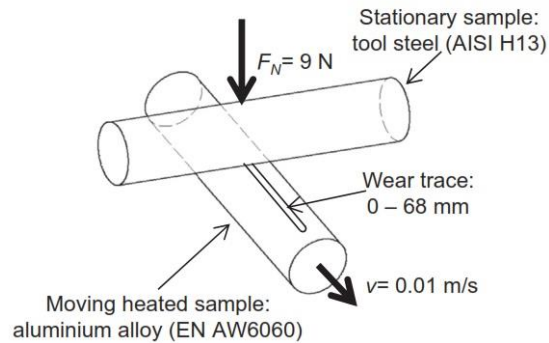


Figure.I.53 : Configuration de test à double cylindres [20,21].

Toutes les configurations utilisées par les auteurs mentionnés ci-dessus et les détails des paramètres des tests utilisés et/ou récoltés sont mentionnés dans Le **Tableau.7**.

Tableau.7 : Synthèse générale sur les configurations de test et les paramètres utilisés ou récoltés en laboratoire après essais d'usure à chaud

Auteurs	Dispositif Utilisé	Mode de contact	Parcours de test	Echantillons antagonistes	Température de test (°C)	Vitesse de test m/s	Charge normale (N)	Distance de test (m)
[93]	Tribomètre bille sur disque	Non conforme/ Ponctuel	Rotatif	Bille en acier H13 Disque en AA7475	450	20 mm/s	2	200
[72]	Bloc sur cylindre	Non conforme	Rotatif	Bloc en acier H13 Disque en AA 6063	550 ± 5	0.52	60	9400
[11]								5 (5x1280)
[10]	Bloc Sur cylindre	Non Conforme	Rotatif	Bloc en acier H13 Disque en AA 6063	510	0.41	2200	1476-11808
[31]					550	0.50	1920	900-9000
[91]								
[19]	Configuration Bloc sur cylinder	Non Conforme	Rotatif	Bloc en acier H13 Disque en AA 6063	550	0.52	60	3900

Chapitre I : Analyse bibliographique

[29]	Configuration Bloc sur cylinder	Conforme	Rotatif	Bloc en acier H11 Disque en AA6082	350 ± 20	0.1	40	192
[30]								-
[94]	Tribo-tester – Alternatif Pion Sur plaque	Conforme	Alternatif	Pion Plat en acier P20 Tôle en AA 5083 Tôle en Mg AZ31B	100-450°C	Pas mentionnée	50-100	Pas Mentionnée
[20]	Configuration à double cylindres perpendiculaires croisés	Non Conforme / Linéaire	Linéaire	Cylindre en acier H13 Cylindre en AA6060	20- 500°C	0.01	9 (P _{HZ} = 0.6 Gpa à 20°C)	0-68 mm
[21]					100-500°C			

I.6.2 Choix du mode de contact et mode de chauffage

I.6.2.1 Choix du mode de contact

Dans toutes les analyses ci-dessus mentionnées (section I.6.1), il n'y a que et M. Pellizari [29,30] et M. David Hanna [94] qui ont utilisé des modes de contact conforme (pression homogène et stable), dans leurs équipements de test et de simulation d'usure par glissement du procédé d'extrusion à chaud d'aluminium. L'inconvénient du premier dispositif (utilisé par M. Pellizari), se situe au niveau des blocs d'acier utilisés qui présentent une surface d'usure courbée (**Figure.I.51**) ; nécessitant des préparations compliquées avant de pouvoir faire des analyses par certaines techniques de caractérisation après test d'usure. L'inconvénient du deuxième dispositif (utilisé par M. David Hanna), malgré l'utilisation de deux échantillons antagonistes à surfaces planes, pressés par une force normale ; réside dans la nature du parcours de test utilisé (Oscillatoire qui ne reflète pas le procédé d'extrusion).

L'idéal à retenir après cette analyse bibliographique élargie des équipements de test utilisés précédemment, est de penser à concevoir une configuration pion sur disque à course rotative avec un mode de contact conforme (pion à surface plate contre un disque à surface plate) ; avec une force normale appliquée qui soit perpendiculaire à la surface de glissement du disque. Pour essayer d'obtenir une intensité de pression de contact maximale à 90° du plan de rotation.

I.6.2.2 Choix du mode de chauffage

Pour chauffer les échantillons antagonistes du couple tribologique aluminium/ acier H13 pendant les essais d'usure à chaud, T. Björk [11,72] et Y. Birol [19] ont presque utilisé un mode de chauffage similaire ; qui s'est traduit par l'installation d'une résistance électrique verticalement à proximité de la paroi d'une chambre fermée contenant les deux échantillons antagonistes. A première vue ce principe est correct s'il y a une bonne régulation de température au niveau de cette chambre de test, et que le thermocouple soit placé le plus proche possible des échantillons. De leur côté, M. Terčelj [10,31,91] et M. Pellizari [29,30] ont utilisé des modes de chauffage ayant les mêmes principes, ils ont utilisé un chauffage par induction avec placement de l'inducteur à proximité du disque en aluminium dans une position contraire à celle où sont fixés les blocs d'acier. Les blocs d'acier quant à eux sont chauffés par conductivité thermique une fois qu'ils sont mis en contact avec les disques. Ce mode de contact est à éviter car il n'assurera pas une distribution homogène de la température dans les surfaces des deux échantillons antagonistes.

Donc pour bien réussir la conception du mode de chauffage à intégrer dans notre futur banc d'essais, l'idéal c'est de faire entourer les deux échantillons antagonistes (disque et Pion) de la configuration Pion sur disque ; par une résistance électrique qui sera placée le plus proche possible de ces échantillons. L'ensemble doit être placé dans une enceinte de test fermée avec placement du thermocouple de régulation de température, le plus proche possible des échantillons pour assurer un réglage fin de la température.

I.6.3 Coefficient de frottement

Le coefficient de frottement est une grandeur sans dimension souvent noté ' μ ' qui décrit la résistance au mouvement entre deux surfaces en contact.

Les coefficients de frottement peuvent varier suivant la nature des surfaces en contact (état ou topographie de surface qui se caractérise par la rugosité de surface), les conditions de contact (sec ou lubrifié), la température de test (température ambiante ou haute température).

Il existe deux types de coefficient de frottement :

- Le coefficient de frottement statique (μ_s) :
Mesure la force de frottement nécessaire pour déplacer un objet à partir de l'état de repos (sédentaire), il est généralement plus élevé que le coefficient de frottement cinétique (nécessité d'une force supplémentaire pour vaincre l'état statique)
- Le coefficient de frottement cinétique (μ_k) :
Mesure la force de frottement en continue entre les surfaces en contact, il peut être inférieur à μ_s .

Le coefficient de frottement peut être tiré de la formule suivante [1] :

$$\tau = \mu p \quad (8)$$

Avec :

τ : Contrainte de cisaillement

μ : Coefficient de frottement

p : Pression appliquée

La relation entre la contrainte de cisaillement τ et le coefficient de frottement μ est proportionnelle, ce qui implique que l'accroissement des valeurs de μ implique l'accroissement des valeurs de τ .

En pratique, dans le cas d'un système tribologique lubrifié ; les valeurs de μ tendent vers **0**. Inversement, pour le cas de systèmes tribologiques secs non lubrifiés ; les valeurs de μ ont tendance à s'approcher petit à petit de **1**. D'après et T. Sheppard [1], un système tribologique ayant des grandes valeurs de μ (qui s'approchent de 1), se caractérisent par un frottement accru dit : frottement de collage.

Les valeurs de μ ont été calculées par les auteurs cités-ci-dessus, à l'aide de différentes configurations dans le but de simuler les conditions de frottement rencontrés dans le couple tribologique sec non lubrifié du procédé d'extrusion à chaud d'aluminium (Billette en aluminium chauffée/ filière en acier H13). On remarque que les valeurs du coefficient de frottement à chaud mesurées par les différents auteurs ont tous dépassé la valeur de '1' (**Voir Tableau.8**), ce qui se justifie par l'existence de très grandes forces de collage et d'adhésion (réactions chimiques et formation de phases intermétalliques) ; qui provoquent un accroissement des forces de frottement et de cisaillement entre les deux surfaces antagonistes [19, 22, 71].

Tableau.8 : Valeurs mesurés du coefficient de frottement par plusieurs configurations de test.

Auteurs	Dispositif utilisé	Coefficient de frottement
[93]	Tribomètre bille sur disque	1.58
[11]	Configuration bloc sur cylindre	1.34 : Après rodage 2.89 : Après arrêt et démarrage
[19]	Configuration bloc sur cylindre	1.47-1.83
[29]	Configuration bloc sur cylindre	1,85-3,94
[30]	Configuration bloc sur cylindre	3.22
[20]	Configuration à double cylindres perpendiculaires croisés	3.37 ± 0.22 : Au démarrage 3.30 ± 0.08 : Après rodage

Les valeurs mesurées ont été comprise dans un intervalle allant de 1.34 jusqu'à 3.94 en fonction du type des deux matériaux antagonistes utilisés lors des essais de simulation d'extrusion (aluminium et acier à outils), des conditions opératoires utilisées, et de type de dispositif utilisé [11,19,20,29,30,93].

En étudiant l'évolution des coefficients de frottement en fonction des distances et temps de tests, plusieurs auteurs [11,19,29,30,70] ont tranché sur l'existence de deux régimes qui caractérisent l'évolution de ' μ ' :

- **Le Régime 01** : a lieu dès les premiers instants de contact [29] entre l'aluminium et l'acier à outil et se caractérise par des fluctuations mineures de ' μ '.
- **Le régime 02** : se caractérise par des fortes fluctuations de ' μ ', il est observé après développement d'une tribo-couche de transfert d'aluminium sur la surface de l'acier à outil (H13 par exemple) provoquant un contact pur aluminium-aluminium [11, 19, 29, 30]

Les fluctuations du coefficient de frottement peuvent être causés par plusieurs phénomènes :

- L'adoucissement ou la fusion locale du matériau ayant le plus faible point de fusion, sous l'action de la chaleur dégagée par frottement des deux surfaces l'une sur l'autre ; sous l'action des fortes pressions de contact (les pions ou blocs d'acier peuvent s'enfoncer dans l'aluminium adoucie ou fondu) [71].
- La pénétration rapide des films d'oxydes sous l'action de fortes pressions de contact donnant lieu prématurément à un contact entre métaux purs, caractérisé par des grandes forces de frottement [71].
- Les séquences d'arrêt et démarrage dans la pratique industrielle qui peut provoquer des grandes contraintes de cisaillement, qui agissent sur la surface en la dégradant

I.7 Quantification de l'usure

I.7.1 Pertes de masse et de volume

En pratique, la perte de masse se calcul à l'aide de microbalances ayant une grande fiabilité et une faible marge d'erreur. La pesée se fait par le calcul d'écart entre les valeurs mesurés sur les échantillons avant usure, et les valeurs mesurés après usure.

Pour passer des valeurs de pertes de masse à des valeurs de pertes de volume, il faut utiliser la formule n°9 d'après la norme **ASTM-G-99** [106]. Cette formule s'écrit comme suit :

$$\text{Volume d'usure (mm}^3\text{)} = \frac{\text{Masse perdue (g)}}{\text{masse volumique } \left(\frac{\text{g}}{\text{cm}^3}\right)} \times 1000 \quad (9)$$

I.7.2 Taux d'usure spécifique

Le taux d'usure spécifique est défini par l'équation d'Achard, qui est définie par la formule suivante [6, 11, 18, 69, 95] :

$$W_s = \frac{\Delta V}{LD} \quad (10)$$

Ws : Taux d'usure spécifique (**mm³/N.m**) aussi connu sous **k** ou **k'** dans d'autres ouvrages

ΔV : Volume d'usure ou différence de volume après usure (mm³)

L : Charge Normale (**N**), peut être rencontrée aussi sous **F_N** ou **F, P** dans d'autres ouvrages

D : Distance de test totale (**m**) connu aussi sous **S** ou **L** dans d'autres ouvrages

Plus les valeurs de **Ws** sont faibles plus le matériau possède de bonnes aptitudes de résistances à l'usure.

Le volume d'usure peut être calculer par conversion des valeurs de pertes de masses à l'aide de l'équation n°09 présenté dans la section I.7.1 ci-dessus, où directement par estimation à l'aide de la profilométrie 3D ; comme déjà démontré antérieurement par plusieurs auteurs [6,18,32]. L'utilisation de cette dernière méthode n'est possible que si la trace d'usure de l'échantillon testé est bien localisée par rapport à une surface de référence non usée, sur la surface du dit échantillon.

I.7.3 Paramètres de surface et de Volume (ISO-25178-2)

Dans leur article (Review article), Jiang et al [96] ; ont présenté les deux jeux de paramètres issus de la nouvelle base de la spécification technique de la norme ISO 25178-2. Ces paramètres traitent des paramètres de texture de surface.

L'organigramme présenté dans la **Figure.I.54**, présente et décompose le premier jeu qui concerne les paramètres de surface.

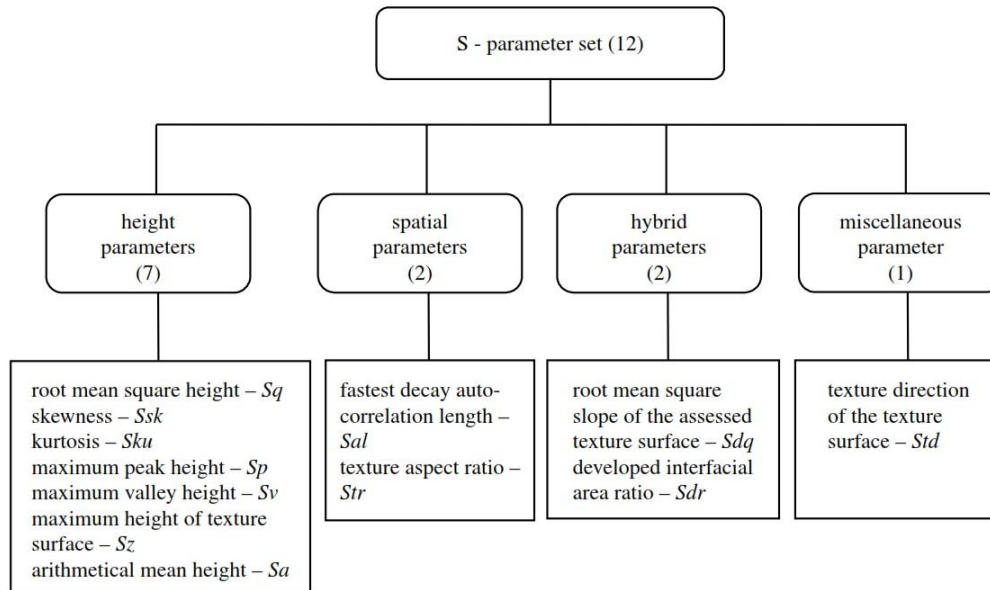


Figure.I.54 : Jeux de paramètres de surface selon ISO 25178-2 [96].

Il comprend 12 paramètres décomposés en 04 groupes de 1 à 7 paramètres comme suit :

Le 1^{er} groupe concerne les paramètres d'amplitude et comprends :

- **Sq** : La hauteur moyenne quadratique
- **Ssk** : Asymétrie
- **Sku** : Aplatissement
- **Sp** : Hauteur maximale des crêtes
- **Sv** : Hauteur maximale des puits
- **Sz** : Hauteur maximale
- **Sa** : Hauteur moyenne arithmétique de la surface

Le 2^{ème} groupe concerne les paramètres spatiaux :

- **Sal** : Longueur d'autocorrélation
- **Str** : Rapport d'aspect de texture

Le 3^{ème} groupe concerne les paramètres Hybrides :

- **Sdq** : Moyenne quadratique de gradient
- **Sdr** : Rapport de surface interfaciale développée

Le 4^{ème} groupe concerne le paramètre divers :

- **Std** : Longueur d'autocorrélation

Le second organigramme (Figure.I.55) présente et décompose le 2^{ème} jeu des paramètres de volume :

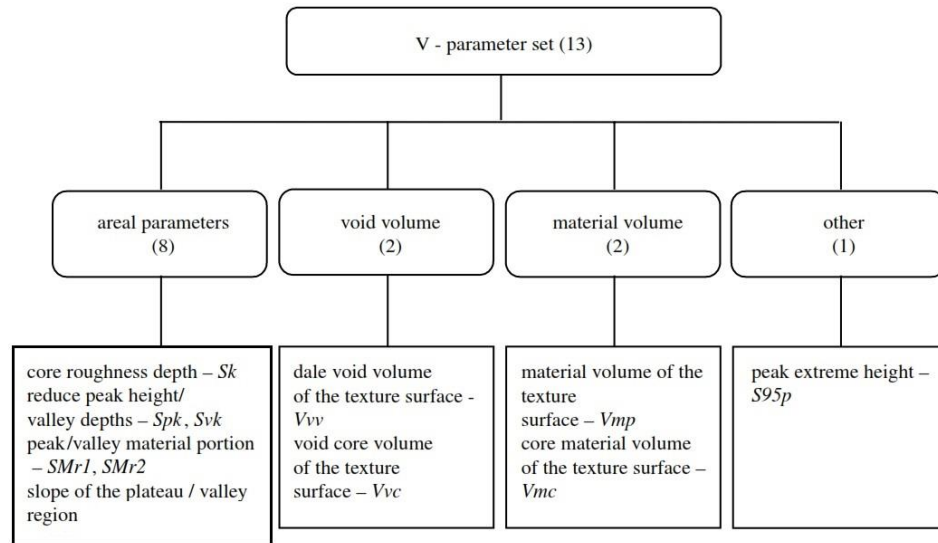


Figure.I.55 : Jeux de paramètres de volume selon la norme ISO 25178-2 [96]

Ce jeu de paramètres de volume, se décomposés aussi en 04 groupes :

Le 1^{er} groupe concerne les paramètres fonctionnels et il comprend à titre d'exemple :

- **Sk** : Profondeur centrale de rugosité
- **Spk** : Hauteur de crête réduite
- **Svk** : Hauteur de vallée éliminée
- **SMr1** : Partie matérielle de crête (pourcentage de matière qui comprend les structures de crête associées à Spk)
- **SMr2** : Partie matérielle de creux (pourcentage de zone de mesure qui comprend les structures de creux les plus profondes associées à Svk)

Le 2^{ème} groupe concerne les paramètres fonctionnels du volume du vide :

- **Vvv** : Volume de vide des vallées
- **Vvc** : volume du vide du cœur (vide central)

Le 3^{ème} groupe concerne les paramètres fonctionnels du volume de matière :

- **Vmp** : Volume de matière des crêtes (Pics)
- **Vmc** : Volume de matière du cœur (matière centrale)

Le 4^{ème} groupe groupe concerne d'autres paramètres :

- **S95p** : la hauteur extrême des pics

Paramètres fonctionnels de volume :

Les quatre paramètres de volume qui sont les plus pertinent pour l'analyse des surfaces usés sont les paramètres du 2^{ème} et 3^{ème} groupe comme présenté dans la **Figure.I.55**. Ils sont tirés de la courbe d'Abbott Firestone et ils divisent la surface en trois zones. La zone de crêtes

qui correspond à la zone d'usure initiale (rodage), la zone de cœur correspondant à la zone d'usure dans le temps et la zone des vallées correspondant à la zone de rétention du lubrifiant [97].

La Figure.I.56 : illustre un exemple de la courbe d'Abbott Firestone d'une surface avec un schéma qui démontre la distribution des paramètres de volume par rapport à cette surface.

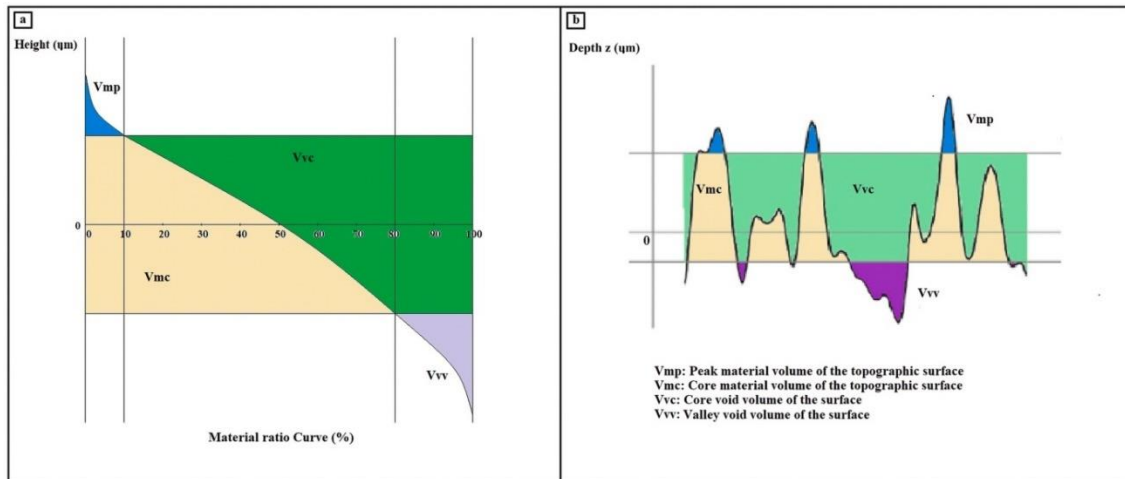


Figure.I.56 : a) Exemple d'une courbe d'Abbott Firestone d'une surface, b) Schéma correspondant à la distribution des paramètres de volume de cette surface [98,99].

Les paramètres de volume sont calculés en intégrant la courbe de rapport de matière (material ratio curve en anglais), montrée dans la **Figure.I.56. a** ; vis-à-vis de limites spécifiées par la norme ISO 25178-2. V_{mp} est calculé à un rapport de matière de 10%, V_{mc} à un rapport de matière compris entre 10 et 80 %, V_{vc} est calculé de la même manière que V_{mc} et enfin V_{vv} est calculé pour un rapport de matière compris entre 80 et 100%. [99,100].

Utilisation des topographies de surface, des paramètres de surface et de volume pour la caractérisation des surface usés

S. Rubach et al [101], ont eu l'idée de caractérisé l'usure dans les chemises des cylindres des moteurs thermiques à l'aide des paramètres de surface et de volume et une représentation 3D de la topographie de surface (cette dernière a aussi été utilisé par Birol comme montré dans la **Figure.I.44.c**). Les résultats ont été très révélateurs sur l'état d'usure de ces cylindres de moteurs automobile. Malgré que le système tribologique utilisé (couple tribologique dur-dur lubrifié entre la chemise et le piston des moteurs automobile), soit différent de celui de l'extrusion à chaud d'aluminium ; l'utilisation de ces paramètres (en particulier les paramètres de volume pour le cas du couple tribologique dur-doux entre acier l'AISI H13 et l'AA6063) peut s'avérer prometteuse. Surtout dans le cas où il est impossible de quantifier les pertes de volume ou de masse à l'aide de la méthode normalisée qui a été déjà détaillée dans la partie I.7.2 du manuscrit.

Cette utilisation peut s'avérer très prometteuse aussi d'un point de vue détermination du seuil critique d'usure des filières d'extrusion qui se répercute directement sur la qualité du produit extrudé.

Chapitres II : Procédures Expérimentales

Chapitre II : Procédures Expérimentales

II.1 Introduction

Les travaux expérimentaux de cette thèse ont été fait en collaboration avec l'usine Algal + de la wilaya de M'sila, Algérie. Cette usine compte parmi les premiers grands complexes industriels en Algérie et en Afrique dans la fabrication des profilés d'aluminium extrudés.

Le reste du travail s'est fait en collaboration avec des laboratoires, des départements, des centres de recherche et des écoles nationales et internationales à savoir :

- Laboratoire de Mise en Forme des Matériaux métalliques LMF2M de l'université d'Annaba
- Département de Métallurgie et Génie des Matériaux de cette même université
- Ecole Nationale Supérieure des Mines et Métallurgie de Annaba ENSMMA
- Ecole Nationale Supérieure d'Arts et Métiers, Lille, France
- Laboratoire de Métallurgie et Génie des Matériaux LMGM
- Centre de recherche en technologies industrielles- Unité de Recherche en Matériaux Avancés URMA-CRTI, Annaba
- Laboratoire de Métallurgie Physique et Propriétés des Matériaux LM2PM, Université Annaba

II.2 Procédure d'extrusion de l'usine, défauts d'outillage et produits fini

II.2.1 Procédure d'extrusion

Le procédé d'extrusion à chaud de l'aluminium et ses alliages, aussi appelé filage ; utilise des billettes d'aluminium qui sont soit produites au niveau de l'usine (dans la section fonderie) ou importés en fonction de la nature de l'alliage à extruder. Ces billettes sont ensuite découpées, préchauffées et introduites au niveau de la presse d'extrusion. Parallèlement les filières d'extrusion en acier (généralement l'acier H13) sont montées dans un porte filière, préchauffés et introduites à leur tour dans l'emplacement qui leur est dédié dans la presse. Avec la mise en marche du piston d'extrusion, le métal formé commence à sortir à partir d'un orifice creusé dans la filière ayant une forme similaire à celle du profilé à produire. Juste après sa sortie, le profilé extrudé est tracté à l'aide d'un tracteur et refroidi à l'air forcé (trempé). Après découpage, ces profilés sont étirés pour corriger les éventuelles déflexions de longueur, ensuite

traités par un traitement de vieillissement artificiel pour atteindre les propriétés mécaniques désirés. A la fin, ils sont peints ou anodisés.

L'organigramme de la **Figure.II.1**, montre toutes les étapes du procédé utilisé dans l'usine ALGAL+ avec tous les paramètres opératoires utilisés.

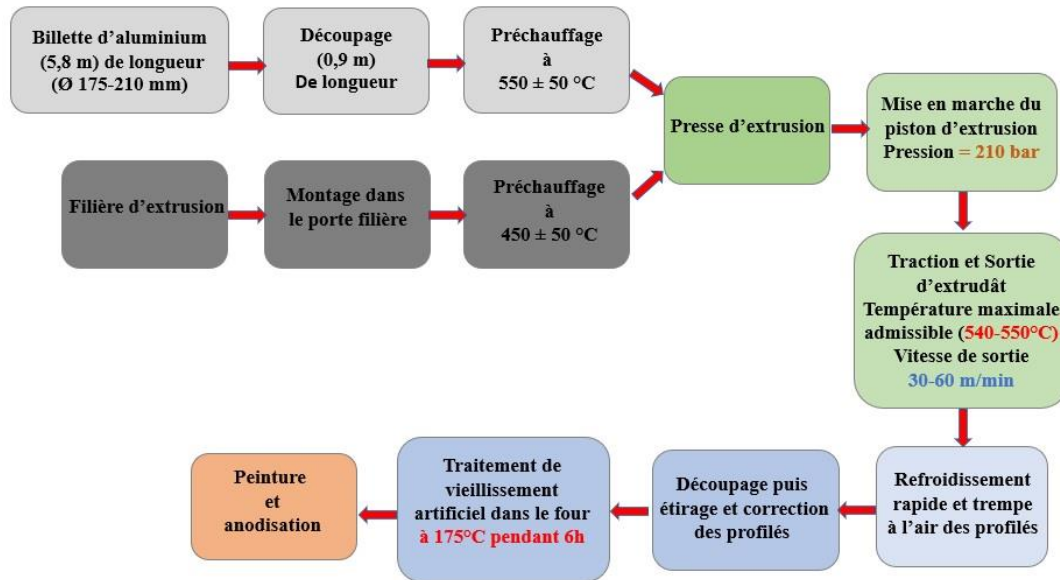


Figure.II.1 : Etapes et paramètres opératoires du procédé d'extrusion à chaud utilisé en usine.

L'usine comprends deux presses d'extrusion distribuées sur deux lignes de production. La **Figure.II.2**, présente les deux presses d'extrusion (16000 KN et 25000 KN) et leurs principales composantes.



Figure.II.2 : Composantes des presses d'extrusion : a) Piston d'extrusion et Châssis de la Presse d'extrusion, b) Sortie de profilé d'aluminium extrudé du côté arrière de la presse et c) Dispositif tracteur des profilés d'aluminium extrudés dans la presse

II.2.2 Défauts sur l'outillage d'extrusion :

La réussite de l'opération d'extrusion (filage) d'aluminium, et la qualité des produits extrudés est étroitement liée à l'état de filière utilisée, cela a déjà été expliqué dans la section I.5 du chapitre I. La **Figure.II.3** illustre schématiquement le cas d'un filage d'aluminium du type 'nourri' (Cf. Section I.1.3.4.1), qui est réalisé à l'aide d'une filière creuse du type porthole ; composée d'une partie amont (Mandrin) et une partie aval (Bloc) (voir **Figure.II.3. a**). Cette illustration schématique a été combinée à des images réelles, qui ont été prises à partir des parties amont et aval ; d'une filière d'extrusion qui a été déclassée par l'équipe de production de l'usine à cause de son usure excessive (Voir **Figures.II.3. b et c** respectivement).

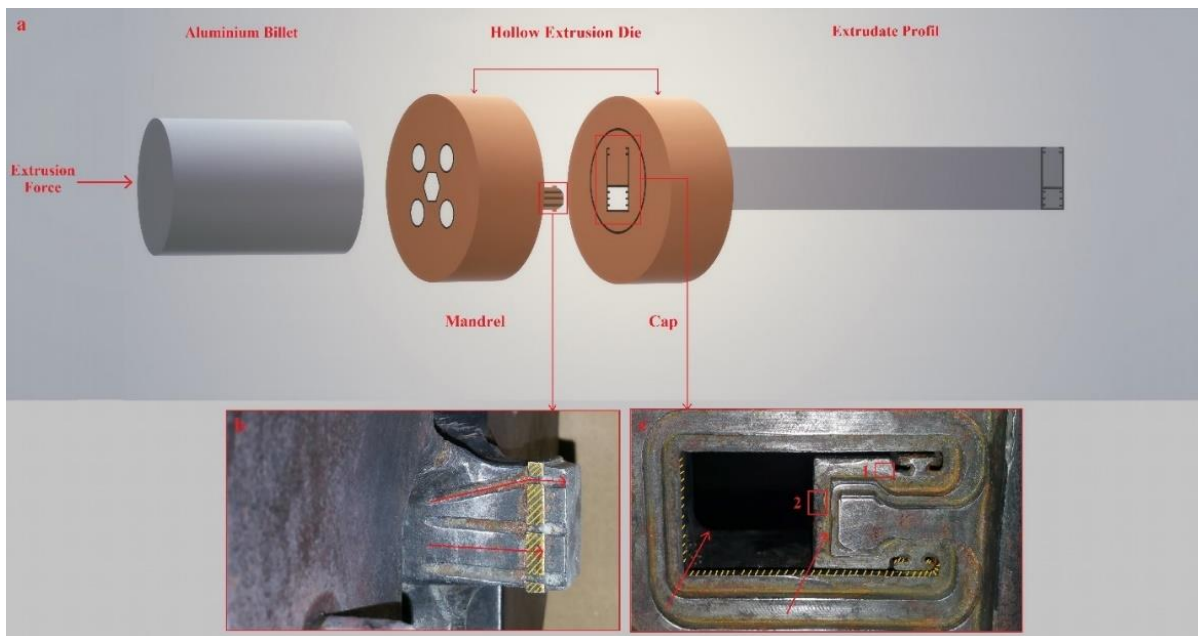


Figure. II.3 : a) Esquisse du procédé d'extrusion à chaud d'aluminium (filage) avec une filière creuse, b) Partie mandrin (amont) d'une filière usée après fin de vie, c) Partie corps de filière (aval) dégradée après fin de vie, la direction du flux d'aluminium est indiquée par des flèches rouges, les parties de la portée de filières sont indiquées par les lignes jaunes discontinues et les zones de fissuration et de perte de cotation sont démontrés par les cibles 1 et 2 [99].

La **Figure.II.4. a-d**, a été mise en œuvre pour mettre l'accent sur les défauts qui sont apparus sur la filière creuse déclassée après de multiples cycles de production. La **Figure.II.4. c**, montre des fissures critiques dans la partie amont (mandrin) ; encadrés par un carré rouge. D'une autre part, la **Figure.II.4. d**, montre aussi des zones de perte de matière par effet d'érosion (perte de cotation) dans la partie aval (corps de filière), qui sont aussi encadrés par des carrés rouges.

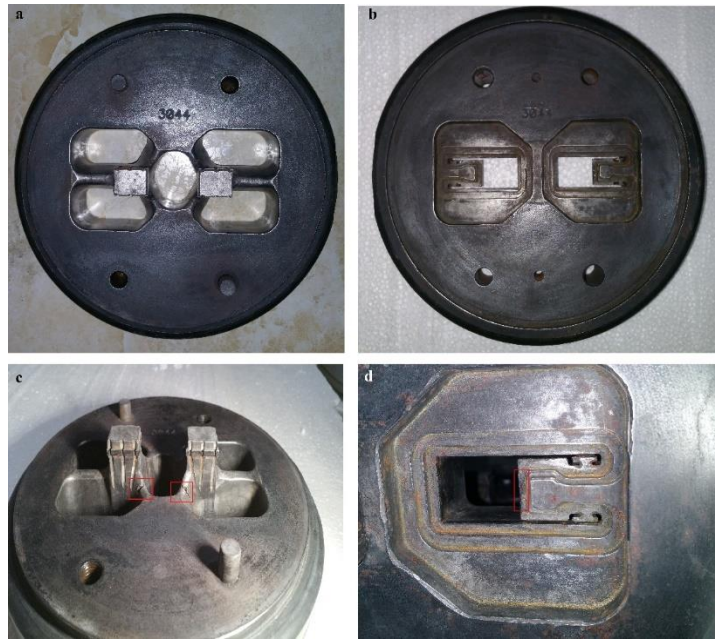


Figure.II.4 : Macrographie d'une filière creuse déclassée : Partie mandrin a) et c), Partie corps de la filière b) et d). Les cibles en rouge montrent des zones d'usure par fissuration et perte de matière.

II.2.3 Produit fini

Un exemple réel de profilé creux fabriqué par filage nourri, en utilisant la filière creuse du type porthole est montré dans **La Figure. II.5**.



Figure.II.5 : Profilé Creux extrudé en alliage d'aluminium Usine Algal+ M'sila

II.3 Conception et mise en place du Banc d'essai (BE2CTC) pour la simulation du procédé d'extrusion à chaud d'alliage d'aluminium

Les travaux de recherche de cette thèse ont été fait à l'aide du banc d'essai pour la Caractérisation du Comportement Tribologique des matériaux à Chaud (BE2CTC) conçu et fabriqué au niveau du laboratoire de mise en forme des matériaux métalliques LMF2M de l'université Badji Mokhtar-Annaba. Une demande pour breveter le banc d'essai a été déposée au niveau de l'institut national algérien de la propriété intellectuelle (INAPI) sous le numéro de dépôt : 230708, en date du 04/06/2023.

Le banc d'essai se caractérise par un mode de contact tribologique conforme (**voir chapitre 1**) entre des pions cylindriques à tête plate et des disques plats. Au cours des essais, les pions fixes sont mis en contact par une force normale de leurs coté supérieur contre les disques rotatifs suivant la direction horizontale, dans un four électrique à chambre de chauffage fermé ; contenant une résistance électrique. Cette résistance entoure le pion, le disque et leurs deux supports de fixation respectifs. La température de test se situe entre 0 et 1200°C.

Ce banc d'essai a été conçu spécialement pour simuler les conditions de contact tribologiques à chaud, avec des conditions sévères similaires au procédé d'extrusion à chaud de l'aluminium. Pour pouvoir étudier les mécanismes de dégradation qui surviennent dans les outillages de ce procédé (Filières), dans le but d'améliorer leurs durées de vie. Lors de la conception de ce banc d'essai, plusieurs dispositifs antérieures de simulation de ce même procédé ; ont été pris en considération (Cf. Section I.6 du chapitre I).

II.3.1 Description du BE2CTC et la méthode de conduite des essais

Dans le **BE2CTC**, représenté dans les Figures.II.6 et II.8, un Four électrique (chambre de chauffage) cylindrique 11 est assemblé sur une table métallique 1 à l'aide d'un châssis porteur 7 où sont soudés quatre cylindres de fixation 14 à travers desquelles sont assemblés des barres de mouvement vertical et de glissement du four 13. Le four est immobilisé à la hauteur souhaitée de ces barres à l'aide de poignets à extrémité fileté 34 agissant dans les glissières 12 directement soudés dans la virole du four 25 (Figure.II.7.c). Le Four 11, est conçu et fabriqué spécialement sur mesure afin de permettre un chauffage sans contact, par convection/ rayonnement du couple d'échantillons (Pions et disques) qui sont testés et placés à son niveau. De l'intérieur, les échantillons sont entourés d'une résistance électrique 27 (Figure.II.7.c) placée et fixée à l'intérieur d'une empreinte spirale creusée le long de la hauteur de sa garniture réfractaire cylindrique creuse moulée spécialement 26 (Figure.II.7.c). De l'extérieur, le four est composé d'un couvercle supérieur 16 (Figure.II.7. a) directement assemblé dans sa base supérieure à l'aide de vis. Dans ce couvercle il y a deux perçages, dans le premier est soudé un canal vertical sous forme de tube creux épais qui va vers l'intérieur du four 17 (Figure.II.7.c) où coulisse librement le porte pions 18 de forme cylindrique à plusieurs diamètres (Figure.II.7.c) suivant le sens vertical (vers le haut et vers le bas).

Son mouvement de rotation suivant le sens horizontal, est empêché à l'aide de deux vis anti-rotation 24 (Figure.II.7.c) fixé l'une en face de l'autre formant entre elle un angle de 180° sur un plan horizontal qui coupe la cote cylindrique du porte pion 18 ; qui se bloquent dans deux rainures 32 (Figure.II.7.c) usinées pour chacune des deux vis 24 dans le canal 17. Dans le second perçage est installé un bouchon en céramique 21 (Figure.II.7.c) à travers duquel est placé un thermocouple type « K » 20 (Figure.II.7.c) à l'intérieur du four, directement lié à un régulateur de température 3 (Figure.II.6) qui assure le chauffage et le maintien isotherme du four suivant une correction proportionnelle intégrale dérivée (P.I.D), une vitesse de chauffage 32°/min et une marge d'erreur de $\pm 1.3^{\circ}\text{C}$. Dans la base inférieure du four est montée une porte composée de deux vantaux 23 (Figure.II.7. b), de formes rectangulaires formant tous les deux un carré ; ils sont percés tous les deux par un demi-cercle formant une circonférence creuse au centre du dit carré pour permettre l'entrée et la rotation libre du porte disque 22 (Figure.II.7.b) en étant fermés.

Les pions 29 (Figure.II.7.c), sont de forme cylindrique ayant leur bases inférieure et supérieure plates, la base inférieure est considérée comme tête de contact contre les échantillons antagonistes (disques). Ils sont placés dans leur support de fixation 18, à l'aide d'un gabarit anti désalignement ; dans une cavité percée sur mesure pour les loger (cf. Figure.II.7.c). Leur fixation se fait par le biais de vis de fixation 36 (Figure.II.7.c) placés dans des trous percés dans un plan coupant horizontalement le porte pion 18. Ces vis sont placées dans leur logement de manière à ne pas gêner le mouvement vertical (haut/bas) du porte pion dans le canal 17. Pour la mesure et l'enregistrement de la température à l'interface commune avec les disques 30 (Figure.II.7.c), les pions 29, sont perforés au centre de leur surface supérieure par un trou ce qui permet l'installation d'un deuxième thermocouple type K, 38 (Figure.II.7.c) qui mesure la température à l'interface acier/aluminium (cas de simulation du procédé d'extrusion à chaud). Le thermocouple traverse aussi le porte pion 18, à l'aide d'un canal creux dans son cœur 39 (Figure.II.7.c).

Les disques 30 (Figure.II.7.c), sont perforés à leurs centres par des trous, pour permettre leurs placements sur le Porte disque cylindrique ayant plusieurs diamètres 22 (Figure.II.7. b) ayant une extrémité fileté qui passe par ces trous, et permet leur fixation à l'aide des écrous 37 (Figure.II.7.c).

Le contact et la pression de contact entre le pion et le disque à l'intérieur du four électrique (cas évoqué dans la Figure.II.7.c se fait à l'aide de poids (charges) cylindriques 19 (Figure.II.7.c), placés en haut du porte pion 18 et fixés à son extrémité fileté à l'aide d'écrous de fixation 35 (Figure.II.7. a).

La charge totale est calculée de manière à prendre en considération le poids du bloc pion/porte pion. Ce contact (pendant des essais) est protégé en haut d'un écran 28 (Figure.II.7.c) ; sous forme de disque soudé sur le canal 17 à quelques millimètres au-dessus des disques 30 ; contre les possibles chutes de débris ou tout autre projectile issue la garniture réfractaire ce qui évite tout effet faussaire ou perturbant dans les résultats des essais.

Au bas du four électrique, est placé un moteur électrique triphasé à vitesse variable 8 (Figure.II.6), ce dernier est assemblé à la table métallique à l'aide de boulons et écrous. Afin d'éliminer l'effet des vibrations, du caoutchouc anti vibration 10 (Figure.II.6) est placé entre ses pattes de scellement et ladite table. Les pieds de réglage de niveau de la table métallique 5 (Figure.II.6) contiennent aussi ce type de caoutchouc anti vibrations. Sur l'axe du moteur, est assemblée une bride 9 (Figure.II.6) pour l'accouplement moteur 8/porte disque 22 ; à l'aide de boulons et écrous. Ce qui permet une transmission de la rotation du moteur vers le dit porte échantillon à travers l'ouverture de la porte 23.

A l'arrière du **BE2CTC** est installé la partie commande électrique, sur une plaque en bois. Cette partie est composée d'un variateur de vitesse triphasé 2 (Figure.II.6) (qui contrôle la vitesse du moteur électrique, d'un régulateur de température « P.I.D » 3 (Figure.II.6) qui assure la régulation de la température interne du four électrique, d'une minuterie 4 (Figure.II.6) qui assure le démarrage et l'arrêt du test d'usure à chaud et enfin d'une station pour l'enregistrement et l'affichage sur ordinateur des données de température à l'interface Pion/disque durant les essais 33 (Figure.II.6).

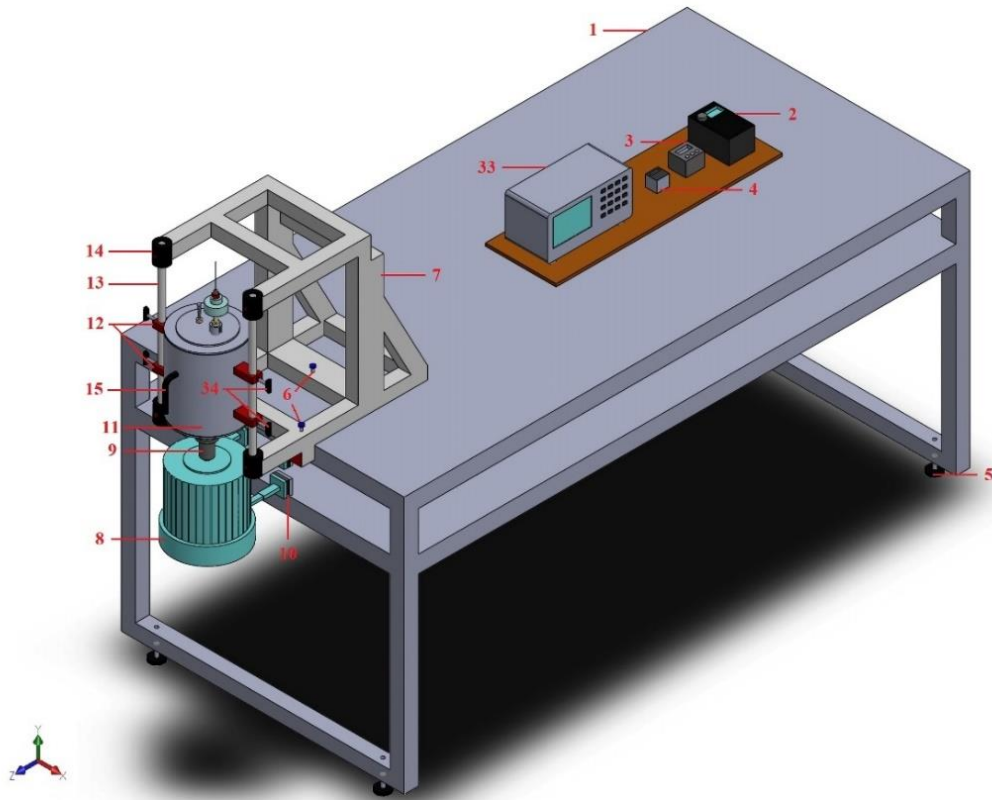


Figure.II.6 : Vue isométrique 3D du banc d'essai d'usure à chaud (BE2CTC)

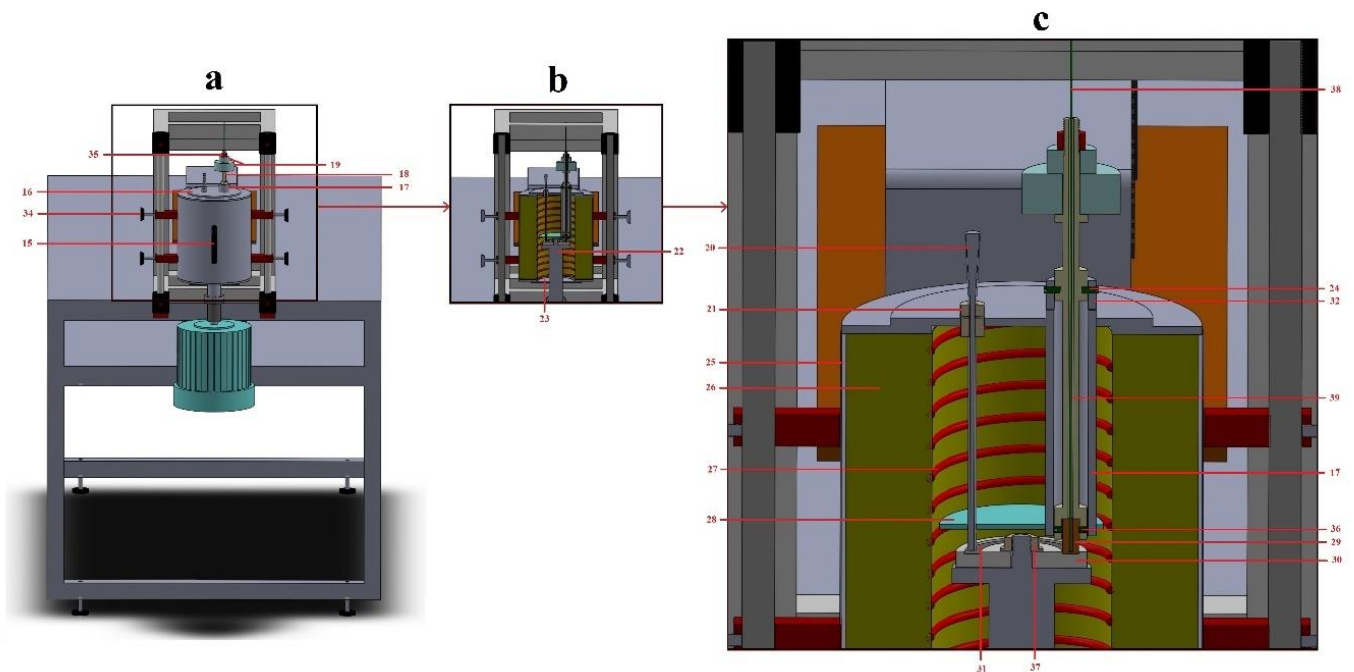


Figure.II.7 : a) Vue de Face du BE2CTC, b) Coupe selon l'axe z sur les détails du four électrique, c) Zoom sur Fig.2.b

Procédure d'essai :

La manière de mise en marche du **BE2CTC**, avant chaque essai, est simple et consiste à :

- La vérification et le réglage si nécessaire de la planéité du porte disque 22 à l'aide d'un niveau à bulle ou laser, par serrage/desserrage des pieds de réglage de niveau 5
- La vérification et le réglage si nécessaire de la planéité du porte pion 18 de la même façon, par serrage/desserrage des trois (03) vis de réglage du niveau 6
- L'installation du Pion 29 dans son support de fixation 18 l'aide du gabarit dédié à cet effet et le serrage progressif des vis de fixation, pour éviter tout éventuel désalignement
- L'ajout et la fixation des poids 19 choisis en haut du porte pion 18 L'extraction du porte disque 22 par ouverture de la porte inférieure du four 23, le desserrage des vis 34 des glissières de mouvement vertical 12, le déplacement du four vers le haut à l'aide de poignets de mouvement vertical 15 (**Figure.II.6**) et resserrage des vis 34 pour le verrouiller à cette hauteur
- L'installation du disque 30 dans son support de fixation 22 et serrage de l'écrou 37
- La remise du porte disque 22 dans le four en procédant d'une manière inversée au deux instructions précédentes, tout en prenant soin à ce que le pion 29 et le disque 30 ne soient pas en contact après verrouillage des vis 34.
- L'allumage du système de commande électrique (Variateur de vitesse 2, Régulateur de température 3 et minuterie de maintien 4)
- Le réglage de la température de consigne du four à 550°C où la température désirée sans dépasser 1200°C
- Le réglage de la minuterie de maintien après atteinte de la consigne à 30 minutes
- La descente du four électrique après écoulement de cette durée, jusqu'au contact parfait entre le pion et le disque (comme montré dans la **Figure.II.7.c**) et que la hauteur du porte pion soit déplacé de 6 millimètres au maximum par rapport à la valeur 0 des graduations de profondeur tracée dans les rainures 32 ; pour éviter une sur-profondeur dans la piste d'usure 31 (**Figure.II.7.c**)
- Le réglage et démarrage du moteur électrique avec la vitesse d'essai désirée, tout en réglant la minuterie au temps d'essai désiré
- Le lancement simultanément de la station d'enregistrement 33

A la fin de l'essai il y a une piste d'usure 31, qui aura lieu sur le disque 30 comme montré dans la **Figure.II.7.c** ; sous forme d'une bande circulaire ayant une largeur qui a tendance à être égale au diamètre du pion. L'usure du pion quant à elle sera généralisée sur toute sa surface circulaire.

La **Figure.II.8**, constitue une photo réelle du BE2CTC :



Figure.II.8 : Photo réelle du BE2CTC



Figure.II.9 : Photo du porte pions comprenant un Pion Fixé

Calcul de la pression de contact entre les pions et les disques

La **Figure.II.10** a été dressée pour donner une vision plus détaillée sur le mode de contact tribologique entre les pions en acier H13 représentant la filière d'extrusion et les disques en aluminium représentant la Billette, comme déjà expliqué dans la section 1.6 du chapitre 1. Ladite figure montre la direction de la force normale appliquée, le sens de glissement, la section de contact et la piste d'usure entre le pion et le disque.

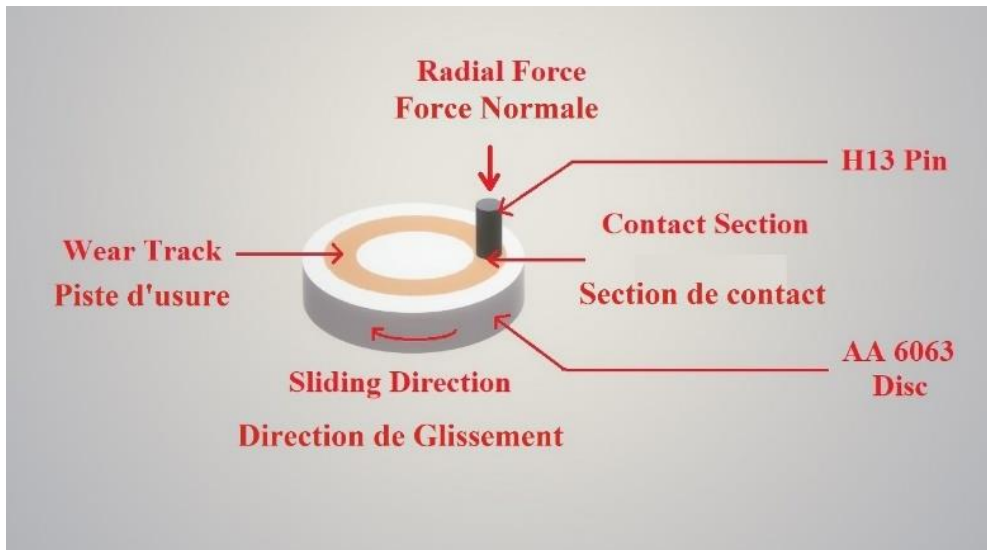


Figure.II.10 : Représentation schématique du mode de contact utilisé dans le banc d'essai [99].

La **Figure.II.11** montre une photo prise lors des essais préliminaires du BE2CTC, avec un disque d'aluminium présentant une profonde piste d'usure.

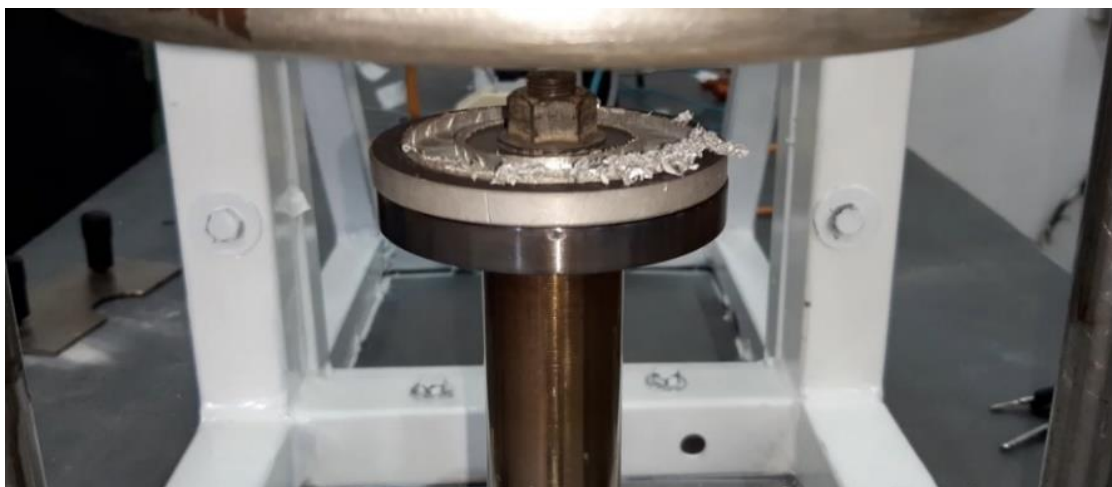


Figure.II.11 : Macrographie prise lors des essais préliminaires du BE2CTC.

La pression de contact σ lors des essais est calculée d'après la formule suivante :

$$\sigma = \frac{F}{S} \quad (11)$$

Avec :

F : la force normale appliquée, fixée à une valeur de 10 N dans tous les essais

S : la surface de contact entre le pion et disque égale à la surface de la tête plate du pion de diamètre 10 mm

II.4 Préparation des Echantillons

II.4.1 Pions en acier H13

II.4.1.1 Analyse chimique

La composition chimique de l'acier H13 étudié, a été analysée à l'aide d'un Analyseur des métaux du type ARL 3460 OES de la marque Thermoscientific ; dans les locaux du Laboratoire Central de l'usine SIDER EL HADJAR de Annaba. Le résultat d'analyse est présenté dans le **Tableau.9**.

Tableau.9 : Composition chimique de l'acier H13

Elément	C	Si	Mn	Cr	Mo	V	P	S	Fe
% Massique	0.39	1.19	0.484	5.05	1.21	1.05	0.01	-	Bal

II.4.1.2 Usinage et mise en œuvre

Après détermination et vérification de la composition chimiques de l'acier H13, des pions cylindriques à tête et base plate ont été fabriqués par usinage dans le tour ; en utilisant une lubrification adéquate. Afin d'éviter toute surchauffe ou altération des propriétés mécaniques de cet acier. Les dimensions des pions (échantillons) sont présentées dans le **Tableau.10**

Tableau.10 : dimensions des pions en acier H13 et disques en AA6063

Echantillon	Forme	Diamètre (mm)	Hauteur (mm)
Acier H13	Cylindre à tête plate et base plate	10	20
Alliage d'aluminium 6063	Disque Plat	80	10

L'aspect final après usinage du pion fabriqué est montré dans la **Figure.II.12** :



Figure.II.12 : Pion cylindrique à tête plate usiné en acier H13

II.4.2 Disques en AA6063

II.4.2.1 Analyse chimique

Les échantillons en AA6063 ont été découpés à partir d'une billette commerciale importée, de marque DUBAL-EGA ; Emirat arabes Unis. Sa composition chimique est présentée dans le **Tableau.11**.

Tableau.11 : Composition chimique de l'AA 6063

Elément	Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Cr	Zn	Ti	Al
% Massique	0.44	0.17	0.01	0.03	0.49	<0.01	<0.01	0.008	Bal

II.4.2.2 Usinage et mise en œuvre

Dans une première étape, des grands disques d'AA6063 (diamètre 178 mm et épaisseur 15cm) ont été découpés à partir de cette billette commerciale de 5800 mm de longueur et 178 mm de diamètres ; au niveau de l'usine. Ensuite ils ont été découpés et transformés en barreaux de (90 x 90 x 15 cm), par opération de fraisage. Pour être transformés à la fin en disques minces par tournage et découpage. Les dimensions et aspect final des disques en AA6063 sont présentés dans le **Tableau.10** (ci-dessus) et la **Figure.II.13** respectivement.

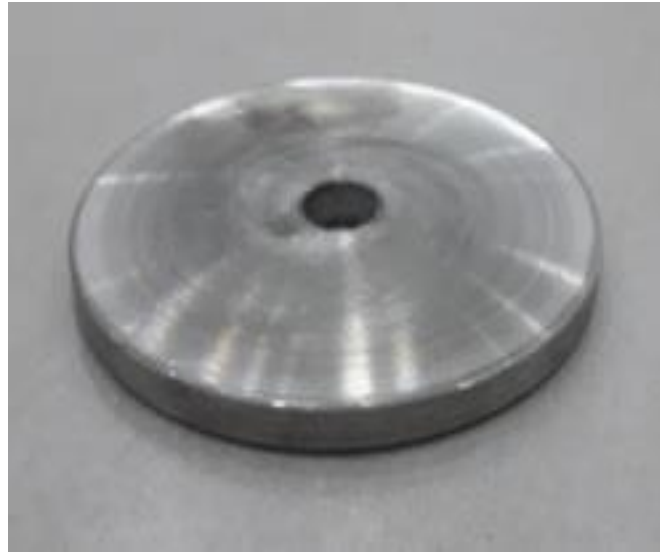


Figure.II.13 : Disque en AA6063

II.5 Polissage et attaque chimique des échantillons

II.5.1 Echantillons pour MEB et EDS

Les échantillons ont été polis à l'eau potable avec utilisation progressive des papiers abrasifs de carbure de silicium (SiC) suivants : 500, 1200 et 4000.

Par la suite, la procédure de finition a été réalisée dans une solution de mélange de poudre d'alumine (3 μm) et d'eau distillée.

L'attaque chimique des échantillons a été faite dans une solution de NITAL à 4 % d'acide nitrique HNO_3 et 96% d'éthanol.

II.5.2 Echantillons pour la mesure de dureté par nanoindentation

Etant donné le caractère sensible de la machine de mesure de dureté par nanoindentation, et la nécessité de préparer des échantillons avec un très faible degré d'inclinaison ($> 1^\circ$) ; la procédure de polissage s'est faite dans deux polisseuses automatiques différentes ayant un système d'application de charge normale à commande pneumatique. Avant insertion dans ces polisseuses automatiques, les échantillons ont été enrobés dans de la résine dans une machine d'enrobage à chaud.

Les deux polisseuses utilisées dans le travail de thèse sont :

- Struers Tegramin-20 (MSMP, Lille-France)
- Pressi TI 10 (LM2PM, Annaba-Algérie)

La procédure de polissage utilisée a été résumée dans le **Tableau.12** :

Tableau.12 : Régime de polissage automatique (charge appliquée et le temps de séjour) :

Echantillons	Papier SiC	Charge appliquée (N)	Temps (s)
Acier H13	# 220	20	90
	# 320	25	90
	# 500	25	90
	# 2000	15	130
	Finition avec Pate diamantée 1 μ m + éthanol Où Alumine 3 μ m + Eau distillée	-	-

II.6 Traitements thermiques

II.6.1 Trempe des Pions

Pour éviter les risques de chocs thermiques et de décarburation, les pions d'acier H13 ont été préchauffés par palier, à 650°C pendant 1h, ensuite à 850°C pendant 1h et enfin à 1025°C pendant 30 minutes ; dans une solution de bains de sels à 70% BaCl₂ + 30% NaCl [17, 18]. Par la suite, ils ont été directement trempés dans de l'huile chauffée à 80°C. (Ce régime de trempe a été choisi conformément au **Tableau.2** du chapitre 1).

II.6.2 Revenu

Après trempe, ces Pions ont été traités par double revenu. Le premier a été réalisé à 580°C pendant 2h et le second à 610°C pendant 2h. Après double revenu, ils ont été refroidis à l'air ambiant. Le choix d'une température de 610°C (supérieure à celle de la nitruration gazeuse) durant le second revenu, s'est fait pour ne pas perdre l'effet du revenu pendant le traitement de nitruration gazeuse qui sera faite à 570°C ; comme recommandé par Y. Duan et al [33].

Les traitements thermiques ont été réalisés dans un four électrique de marque Nabertherm B180, Allemagne. (ENSMM Annaba).

Enfin les régimes des traitements thermiques de : préchauffage, de trempe et de double revenu ; sont résumés dans La **Figure.II.14**

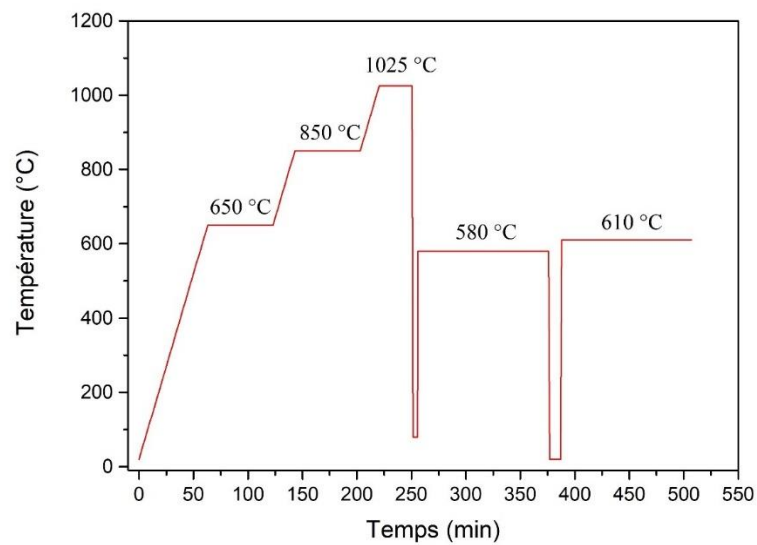


Figure.II.14 : Régimes des traitement thermique de préchauffage, trempe et revenu.

II.7 Traitements thermochimiques

II.7.1 Nitruration gazeuse en milieu industriel

Le traitement de nitruration gazeuse a été confectionné sur les pions précédemment trempés et revenus. Les deux dernières étapes de polissage (Avec Papier abrasif SiC 4000, Solution Alumine 3 μm + Eau distillée) ont été refaites pour éliminer les salissures issues des traitements thermiques.

Le traitement de nitruration gazeuse a été réalisé dans un four industriel de marque UBE-NACHI, JAPAN Année 1980, au niveau de l'entreprise ALGAL+ M'Sila ; comme présenté dans la **Figure.II.15**



Figure.II.15 : Four de nitruration gazeuse UBE-NACHI, Japan (Usine Algal+ M'Sila)

Chapitre II : Procédures Expérimentales

Le réglage de la pression d'ammoniaque gazeux est compris entre 1.96 et 2.94 bar, le long du process. Le traitement s'est réalisé dans une atmosphère à 100% d'ammoniaque gazeux (NH_3).

La mesure du potentiel de nitruration est impossible car l'équipement est très ancien et n'est pas équipé d'un capteur pour la mesure de la pression partielle d'hydrogène (PH_2) dans le canal de sortie d'échappement des gaz. Toutefois son estimation est possible et sera discutée dans le chapitre résultats et discussions en fonction des résultats obtenus et les données bibliographiques.

Le régime du traitement de nitruration gazeuse est résumé dans la **Figure.II.16** :

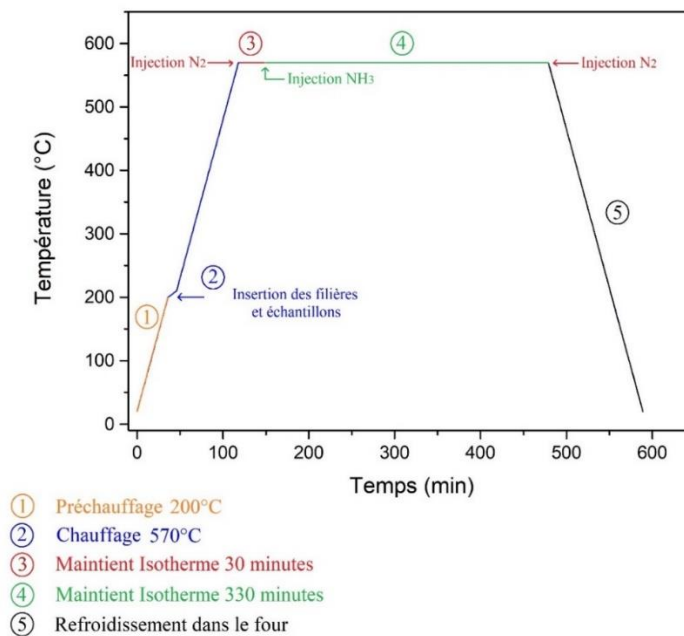


Figure.II.16 : Régime du traitement thermochimique industriel de nitruration gazeuse

La 1^{ère} étape débute par le préchauffage du four à vide jusqu'à une température de 200°C. La 2^{ème} étape, se traduit par l'insertion des filières, des pions cylindriques en H13 et l'augmentation de la consigne de chauffage à 570°C. Une fois cette température atteinte, l'étape 3 débute par l'injection d'azote gazeux (N_2) pendant 30 minutes pour chasser l'oxygène présent dans l'enceinte du four. Après 30 minutes l'étape 4 entre en jeu, sous la même température (570°C) mais l'azote gazeux (N_2) est substitué par l'injection d'ammoniaque gazeux (NH_3) durant les 330 minutes suivantes. A la fin de l'étape 4, il y a extinction de la consigne de chauffage et substitution de l'ammoniaque ; par l'injection une autre fois d'azote gazeux. Le refroidissement des échantillons est fait dans le four, sous une atmosphère d'azote durant l'étape 5.

II.7.2 Traitement de boruration en caisse sous atmosphère contrôlée

Les échantillons acier H13 ont été borurés par la méthode de boruration en caisse dans atmosphère contrôlée d'argon.

II.7.2.1 Préparation de la poudre de boruration

Le mélange poudreux pour le processus de boruration, a été réalisé avec des poudre de haute pureté de la marque (Sigma ALDRICH ®, Allemagne). La composition chimique a été choisi en se conformant aux compositions chimiques présentés dans des études antérieures [48, 49, 51, 55], comme déjà montré dans le **Tableau.3** du chapitre 1. La formule chimique et les pourcentages massiques choisis sont présentés dans le **Tableau.13**.

Tableau.13 : Mélange en poudre pour le processus de boruration en caisse.

Agent	Formule chimique	Rôle dans la réaction chimique	Pourcentage massique
Tetrafluorborate de Potassium	KBF₄	Activateur	5%
Carbure de Bore	B₄C	Source	5%
Carbure de Silicium	SiC	Diluant	90%

La poudre a été mélangé et homogénéisé mécaniquement pendant 1h avant utilisation.

II.7.2.2 Mise en œuvre de la caisse de boruration

Le traitement de boruration en caisse a été réalisé en utilisant une caisse cylindrique en acier inoxydable 316 [4, 48, 49, 54, 58] (voir **Tableau.3**), de diamètre de 110 mm et une hauteur de 150 mm ; ayant des bases supérieure et inférieur sous forme de coupole. Pour la protection des échantillons contre l'oxydation, cette caisse a été fermée hermétiquement par double protection ; la première est le verre broyé et la seconde est l'atmosphère d'argon. La base inférieure a été soudée préalablement par le procédé de soudage (T.I.G), tandis que la base supérieure a été confectionnée par un système de filetage lié au châssis de la caisse pour permettre sa fermeture facile après mise en place des échantillons ; et de la protection en verre broyé sous atmosphère d'argon.

II.7.2.3 Mise en place des échantillons

La caisse a été rempli de pions d'acier H13 à l'état recuit, et de poudre. En respectant une distance de 10 mm entre chaque pion et sont proche voisin, et entre chaque pion et la paroi du conteneur ; pour le cas des pions proches des parois. Cette épaisseur a été choisi en se

conformant aux travaux et résultats déjà réalisés par V. Jain et al [52] (déjà discutés dans la section I.2.4.2.2, du chapitre 1). La caisse a été rempli de poudre et d'échantillons progressivement du bas vers le haut jusqu'à atteindre le nombre maximal d'échantillons (20 échantillons). Ce remplissage s'est fait dans une boîte à gants sous atmosphère contrôlée d'argon, et il a été conclu avec une couche de 10 mm de poudre de verre broyé. A la fin, la caisse a été fermée et soudée par soudage (TIG) ; pour éviter tout risque d'oxydation.

II.7.2.4 Régime du traitement de boruration en caisse

Après double scellée (Poudre de verre + fermeture filetée, soudure TIG dans une atmosphère d'argon), la caisse de boruration a été insérée dans un four électrique similaire à celui utilisé pour les traitements thermiques de trempe et revenu.

Un premier groupe d'échantillons a été boruré à 900°C pendant 6h [04, 48, 54], comme montré dans le **Tableau.4** du chapitre 1.

Un deuxième groupe d'échantillons a été pris des échantillons traités à 900°C pendant 6h. Ensuite, ils ont été préchauffés, austénitisés et trempés suivant la même procédure qui a été déjà décrite dans la section II.6.1 ; dans un four tubulaire de marque Nabertherm P330 équipé d'une installation spécifique pour permettre les traitements sous atmosphère contrôlée. L'installation est composée d'un tube en inox alimenté d'une pression d'argon pour éviter l'oxydation et la décarburation des échantillons durant l'austénitisation, comme montré dans la **Figure.II.17**.



Figure.II.17 : Installation de trempe sous atmosphère contrôlée

Après insertion des échantillons, et avant mise en marche du four ; l'oxygène a été chassé du tube par l'ouverture de la vanne d'argon et le réglage du débitmètre à un débit de 30 (l/min). Le tube a été maintenu sous atmosphère d'argon durant toute la période du traitement. A la fin, les échantillons ont été directement trempés dans de l'huile chauffée à 80°C.

Chapitre II : Procédures Expérimentales

Le troisième type d'échantillons a été boruré à 800°C pendant 4h [4, 48, 54], comme montré dans le **Tableau.4** du chapitre 1.

Après traitement de boruration, les caisses contenant les échantillons, ont été directement sorti du four et refroidi à l'air ambiant ; suivant les recommandations faites dans les études antérieures [4, 49-52, 54, 55, 58]. La figure suivante montre la caisse de boruration pendant l'étape de refroidissement à l'air :



Figure.II.18 : Caisse de boruration (phase refroidissement à l'air) après traitement à 900°C pendant 6h.

II.8 Observations MEB et Analyses EDS

Les microstructures présentées dans cette thèse, les analyses chimiques et élémentaires ; ont été réalisés à l'aide d'un microscope électronique à balayage de marque FEI Quanta 250 (Pays bas), placé au niveau de l'ENSMM-Annaba. Cet équipement est équipé d'une spectroscopie à dispersion d'énergie (EDS) de la marque EDAX -AMETEK (Allemagne).

Afin d'assurer une fiabilité des analyses, tous les échantillons ont été nettoyé dans de l'acétone à l'aide d'un appareil aux ultrasons, avant analyses.

Les observations et analyses ont été réalisés sous une tension d'accélération comprise entre 20 et 25 KV.

II.9 Analyse par DRX :

II.9.1 Equipement utilisé et réglage des paramètres

Les analyses par diffraction des rayons X (DRX) ont été réalisés avec un diffractomètre de marque Rigaku Ultima IV (Tokyo Japan), au niveau de l'URMA-CRTI de Annaba. Qui est équipé d'un tube à anode de cuivre Cu-K α ($\lambda = 1.54\text{\AA}$, K α , $\lambda = 0.154\text{ nm}$).

Chapitre II : Procédures Expérimentales

Les paramètres d'analyses ont été choisis après consultation de plusieurs études antérieures [7, 9, 10, 15, 19, 22, 31,48, 67] et sont présentés dans le **Tableau.14** :

Tableau.14 : Paramètres d'analyses DRX des échantillons avant et après usure à chaud.

Echantillons	Tension du générateur (KV)	Courant du générateur (mA)	Step 2 θ (°)	Champ de balayage 2 θ (°)	Vitesse de balayage (°/min)
P-NIT	40	40	0.02	20-90	1
P-BOR800-4	40	40	0.02	20-90	1
P-BOR900-6	40	40	0.02	20-90	1

II.9.2 Préparation des échantillons, acquisition du spectre brut et identification des phases

Les échantillons ont été soigneusement nettoyés dans de l'acétone, à l'aide d'un appareil aux ultrasons ; fixés dans le porte échantillon et insérés dans le diffractomètre des rayons X.

Les spectres bruts récoltés à la fin des analyses sous format « RAW », ont été traités à l'aide du logiciel « X'pert Highscore de Malvern Panalytical » pour l'identification des phases suivant la base de données PDF2-2004. Ensuite, ces fichiers au format « RAW » ; ont été convertis au format « xls » à l'aide du programme « POWDLL ». Ce format a permis enfin, au traçage et à l'affinement des spectres DRX.

II.10 Mesure du profil de dureté par Nanoindentation

II.10.1 Conduite de mesures

L'analyse de dureté des échantillons a été conduite à l'aide d'un nanoindenteur XP de MTS (USA), au niveau du laboratoire MSMP-Arts et Métiers, Lille-France. Le nanoindenteur a été utilisé pour tracer l'évolution de la dureté en coupe transversale, en allant de la surface vers le cœur du matériau. Trois échantillons ont été utilisés pour étudier la dureté moyenne de chaque variante d'échantillons. Dans lesquelles, des rangées de sept mesures ont été effectuées tous les 20 μm jusqu'à 220 μm de profondeur en partant de la surface ; totalisant 11 rangées parallèles à la surface initiale. Une distance de 20 μm , a été prise entre deux mesures d'une même rangée.

Les valeurs moyennes de dureté ainsi que l'écart type ont été calculés pour 21 mesure/rangée.

Ce nanoindenteur est équipé d'un pénétrateur Berkovich à pointe en diamant. Le calibrage de la pointe pyramidale et l'analyse des courbes ont été effectués selon la méthode d'oliver et pharr [102]. Le chargement a été effectué à une vitesse de déformation constante de 0.05 s^{-1} [99].

II.10.2 Description théorique de la méthode d'Oliver et Pharr :

La méthode d'oliver et Pharr [102], utilise deux formules pour calculer la dureté et le module de young ; à partir des mesures de l'empreinte. La **Figure.II.19** : Présente la courbe charge-déplacement d'une indentation avec présentation de :

P_{\max} : Charge maximale d'indentation,

h_{\max} : déplacement du pénétrateur à charge maximale.

h_f : Profondeur finale de l'indentation après déchargement

S : Rigidité initiale après déchargement

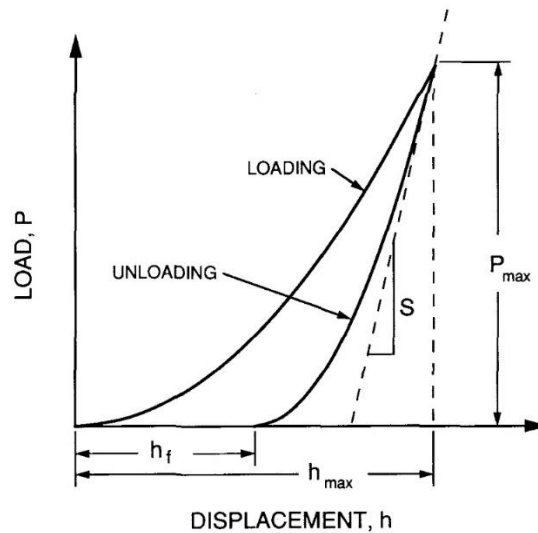


Figure.II.19 : Courbe Charge-déplacement lors de la mesure de dureté par nanoindentation

La Formule de dureté

$$H = \frac{P_{\max}}{A} \quad (12)$$

H : La dureté

P_{\max} : Charge maximale appliquée lors de l'essai

A : Aire de contact entre l'échantillon et l'indenteur (section transversale de l'empreinte)

La valeur de dureté est généralement exprimée en Pascal ou en Gigapascal (GPa).

Formule de l’empreinte corrigée :

$$A = 24.5 h_c^2 \quad (13)$$

$$h_c = h_{max} - \varepsilon \cdot \frac{P_{max}}{S} \quad (14)$$

h_c : Profondeur de l’empreinte corrigée

h_{max} : Profondeur maximale de l’empreinte

ε : Constante géométrique dépendant de géométrie du pénétrateur

P_{max} : Charge maximale appliquée lors de l’essai

S : Rigidité mesurée expérimentalement

Détermination du *module*

$$S = \frac{\partial F}{\partial h} = \frac{2}{\sqrt{\pi}} \cdot E_r \sqrt{A} \quad (15)$$

$$1/E_r = [(1- \nu_i^2)/ E_i] + [(1- \nu^2)/E] \quad (16)$$

E_r : Module réduit

E_i : module du pénétrateur

E : module de l’échantillon

ν_i : Coefficient de poisson du pénétrateur

ν : Coefficient de poisson de l’échantillon

II.11 Choix des paramètres d’usure à chaud et nettoyage des échantillons après usure

Les paramètres des essais d’usure à chaud ont été choisis avec prise en considération des paramètres déjà utilisés dans des études antérieures de simulation en laboratoire du procédé d’extrusion à chaud [10,11,19-21, 29-31, 72, 91, 93, 94]. Ces études antérieures ont été résumés dans le **Tableau.7** du chapitre 1. Lors du choix des paramètres, les paramètres opératoires du procédé d’extrusion de l’usine Algal +, ont aussi été pris en considération ; et le choix final a été mis en place en fonction des performances maximales du banc d’essai d’usure à chaud.

II.11.1 Température de test

La température des essais d’usure à chaud a été choisi avec prise en considérations des températures utilisées antérieurement lors des essais d’usure à chaud [10,11,19-21,29-31,72,91,93,94] (Cf. **Tableau.7**), et la température mesurée expérimentalement dans la presse d’extrusion de l’usine algal + (par pyromètre infrarouge) ; après sortie des profilés extrudés (540-550°C).

II.11.2 Vitesse de glissement

De Même, la vitesse de glissement a aussi été choisi en prenant en considération des études antérieurs sur l'usure à chaud de l'acier H13 [10,11,19, 31,72, 91] (Cf. **Tableau.7**), et la vitesse de sortie d'aluminium générée par le tracteur d'aluminium (**Figure.II.2.c**) qui est comprise entre 30-60 m/min (soit 0.5-1 m/s).

II.11.3 Charge appliquée et pression de contact

Etant donné l'impossibilité de simuler en laboratoire les vraies pressions de contact exercés par le piston d'extrusion (limite maximale du dispositif conçu), la pression de contact utilisée a été calculée suivant la formule (1) déjà présentée dans la **section II.3** ; en utilisant une charge normale égale à 10N.

Les températures de test utilisées, les vitesses de glissement, les charges appliquées et les pressions de contact sont résumées dans le **Tableau.15** :

Le Tableau.15 : Paramètres opératoires et nombre de répétitivité des essais d'usure chaud :

Catégorie des Pions	Disques	Nombre de Pion utilisés	Distance parcourue (m)	Durée (s)	Température de test (°C)	Vitesse de test (m/s)	Pression de contact (Mpa)
P-NIT de référence	-	03	-	-	-	-	-
P-BOR800-4 de référence	-	03	-	-	-	-	-
P-BOR900-6 de référence	-	03	-	-	-	-	-
P-NIT	AA6063	03	1800	3600	550 ± 1.3°C	0.5	0.127
		03	3600	7200			
		03	5400	10800			
P-BOR800-4	AA6063	03	1800	3600	550 ± 1.3°C	0.5	0.127
		03	3600	7200			
		03	5400	10800			
P-BOR900-6	AA6063	03	1800	3600	550 ± 1.3°C	0.5	0.127
		03	3600	7200			
		03	5400	10800			

II.11.4 Nettoyage des échantillons après usure à chaud

Le nettoyage et l'élimination de la couche d'aluminium transférée (collée) sur les pions en acier H13, après usure à chaud a été fait par dissolution dans une solution d' $\text{NaOH} + \text{H}_2\text{O}$; chauffée à 80°C . Cette solution a été préparée avec une concentration d'alcali de 400g/l , comme exigé dans le manuel opératoire de l'usine Algal+. Cette méthode a été largement utilisée dans plusieurs études antérieures de simulation du procédé d'extrusion d'aluminium, pour l'élimination de la couche d'aluminium collé sur l'acier H13 [7,11,22,23,30,31,46,72].

Les expériences ont été conduites dans un bécher, placé et chauffé sur une résistance électrique. Cette résistance est commandée par un système de thermorégulation électronique et un thermocouple placé à l'intérieur du bécher (comme montré dans la **Figure.II.20**).

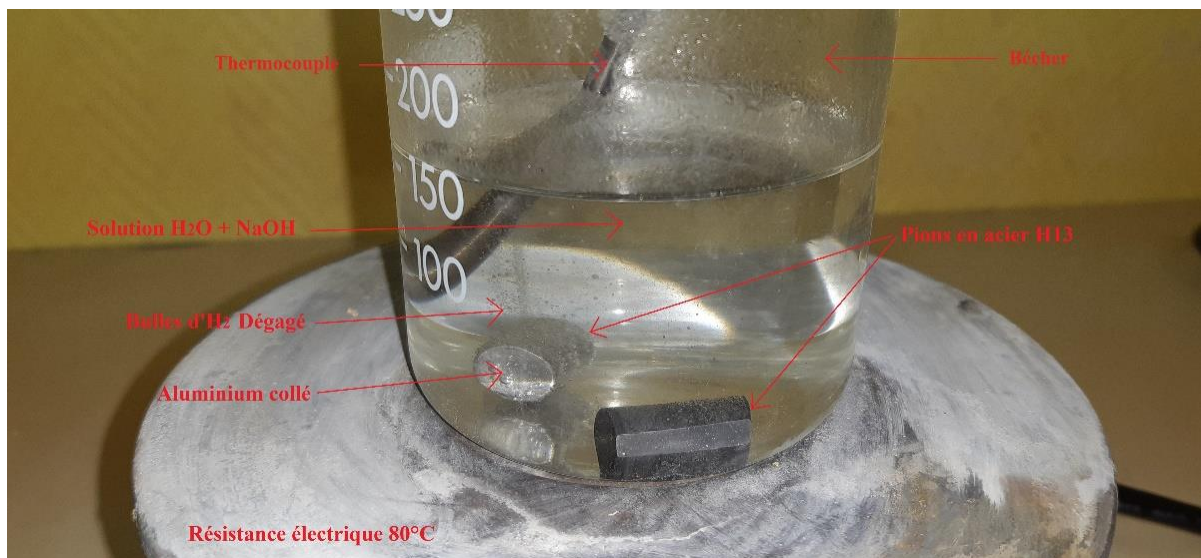


Figure.II.20 : Installation de dissolution d'aluminium collé sur les surfaces des pions en acier H13, à l'aide d'une solution (d'eau distillée + NaOH) chauffée à 80°C .

II.12 Analyse des surfaces par profilométrie 3D, avant et après usure

La Topographie de surface a été examinée à l'aide d'un profilomètre optique de marque Veeco Wyco modèle NT9100 (USA) (MSMP, Arts et métiers, Lille-France). Les Topographie 3D de surface, les paramètres de surface et les paramètres de volume suivant la norme EN ISO 25178-2 ; ont été récoltés après traitement des données (obtenues par profilométrie 3D) avec le logiciel Mountains Map ® Universal 7 de Digital Surf.

Un deuxième profilomètre sans contact de marque Cyber Technologies modèle CT100 (Allemagne) (ENSMM-Annaba) équipée de l'interface Scan suite 8 (Allemagne), a été utilisé pour la récolte des paramètres de surface et de volume (Norme ISO 25178-2). Les illustrations des topographies de surface ont été réalisés par le logiciel surfer 11 ® de Golden Software (USA) qui est directement lié à l'interface Scan suite 8.

Les moyennes et les écarts types des valeurs obtenus des paramètres de surface de volume ont été obtenus en utilisant trois (03) échantillons par condition de test (**Tableau.15**), dans lesquels il y eu répétition de 07 mesures dans chaque échantillon. Totalisant 21 mesures pour chaque condition d'essai.

II.13 Mesure des pertes de masses

Les valeurs de pertes de masses des échantillons après usure à chaud ont été obtenus après calcul de la différence de poids pesée entre l'état initial (avant usure) et l'état après usure, à l'aide d'une micro balance analytique de marque Kern AEJ 200-4NM ; ayant une précision de 10^{-4} g (conformément à la norme ASTM G-99-17). Trois (03) échantillon ont été utilisés pour chaque condition de test, chaque échantillon a été pesé et repesés sept (07) fois.

Chapitres III : Résultats et Discussions

Chapitre III : Résultats et discussions

III.1 Résultats et caractérisation des échantillons de la série P-NIT (Usine)

III.1.1 Observations Microstructurales MEB et Analyses EDS

L'observation microstructurale par microscopie électronique à balayage présentée dans la **Figure.III.1** montre la vue en coupe transversale de l'acier H13 après traitements thermiques, de trempe et de double revenu ; qui ont été suivis d'un traitement thermochimique de nitruration gazeuse.

La Microstructure observée est typique de des aciers à outils de travail à chaud après traitements thermiques avec une structure de martensite revenue sous forme de lattes et une distribution de carbures fins [3, 15, 24, 46]. Ces carbures globulaires fins ont été identifiés par MEB + EDS, comme étant des carbures riches en Vanadium du type MC [9,18,27]. En surface il y eu formation d'une couche blanche de nitruration d'une épaisseur de $1.92 \pm 0.24 \mu\text{m}$. Suivie d'une zone de diffusion avec un contraste foncé par rapport à la matrice, qui se caractérise par la présence d'atomes d'azote dans les sites interstitiels de la maille cubique centrée $\alpha\text{-Fe}$ [14]. Qui se précipitent le long des joints de grains et vers la surface, sous forme de nitrures de fer ; une fois la limite de solubilité dépassée [6,17, 22, 33, 34, 35, 46].

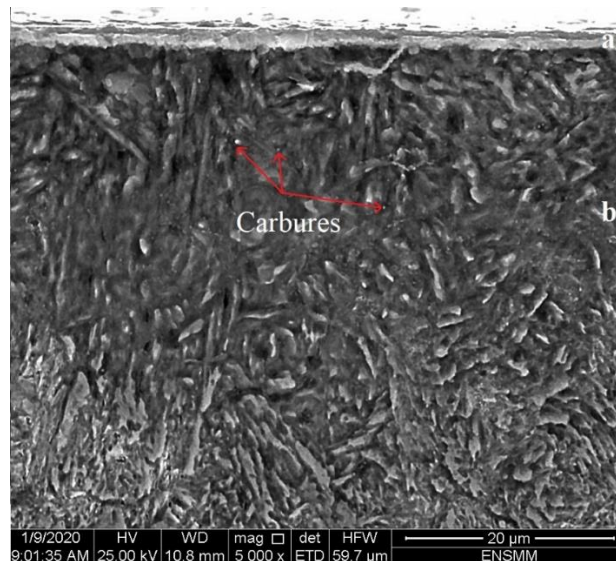


Figure.III.1 : Microstructure MEB en coupe transversale de l'acier H13 nitruré : a) couche blanche, b) couche de diffusion. [99]

La microstructure MEB de la **Figure.III.2** montre une observation en surface de ce même acier nitruré. Cette observation montre un aspect rugueux et poreux avec la dispersion de fines particules. L'accroissement de rugosité de surface après nitruration gazeuse, a été rapporté par plusieurs études antérieures [37-43]. L'analyse EDS (Voir Cible n°01 de la **Figure.III.2**) a révélé la présence d'azote et d'oxygène avec des pourcentages massique de 9.29 et 22.69 respectivement. La comparaison du pourcentage massique d'azote obtenu (9.29 %)

avec les résultats des études antérieurs menés par Terčelj et al [31], Hernandez et al [14] et Xiaoli Zhao et al [9] (Dans lesquelles il est rapporté qu'un pourcentage atomique ou massique d'azote supérieur à 7% peut être assimilé à une couche de nitruration) ; confirme la réussite du traitement de nitruration gazeuse.

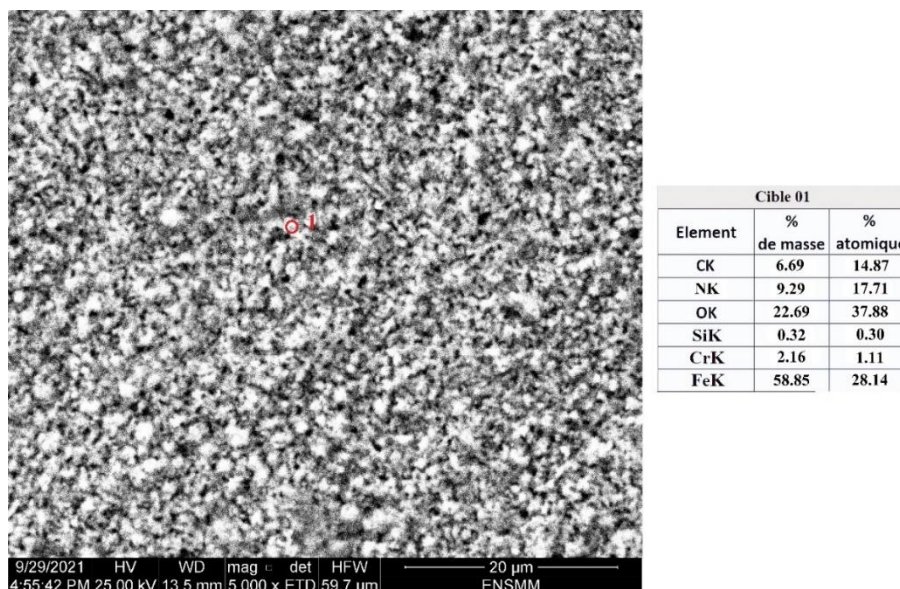


Figure.III.2 : microstructure MEB en surface de l'acier H13 nitruré

III.1.2 Analyses par DRX

L'analyse par diffraction des rayons x des surfaces de l'acier H13 nitruré (**Figure.III.3**), a dévoilé la présence de pics de diffraction de la phase ϵ -Fe₂₋₃N identifiés selon la carte PDF 2-2004 n° (01-073-2101), des pics de diffraction moins importants issues de la phase γ' -Fe₄N identifiés selon la carte n° (01-077-2006) et des pics issus de la phase Fe₃O₄ (carte n° 01-075-0449). La formation de la couche d'oxyde a dû se former dans le four industriel, durant la deuxième étape du traitement de nitruration gazeuse (montée en température entre 200 et 570°C dans une atmosphère oxydante) ; avant démarrage de la troisième étape et injection de l'azote (Voir **Figure.II.16**). La présence d'oxyde dans le spectre DRX, vient soutenir la présence d'oxygène qui a été déjà constatée dans l'analyse EDS montrée dans la **Figure.III.2**.

La formation d'une couche d'oxydes s'effectue généralement dans un intervalle compris entre 300 et 520°C, ce qui favorise la formation de la phase ϵ -Fe₂₋₃N au détriment de la phase fragile Fe₄N [33-36].

La projection de la température du traitement de nitruration sur le diagramme de Lehrer (Voir **Figure.I.13**, du chapitre 1), peut donner une estimation du potentiel de nitruration qui a été utilisé dans le four industriel. La comparaison des résultats expérimentaux obtenus (épaisseur de la couche blanche calculé dans la section III.1.1 et l'obtention d'une couche de nitrures de fer exempte de la phase fragile γ' -Fe₄N), avec les résultats obtenus par Le.N.M [45]

et M. Hernandez et al [14] (Voir **Figure.I.14** de la section **I.2.4.1.4**) ; situe le potentiel de nitruration K_N à des valeurs supérieures à $1 \text{ bar}^{-1/2}$.

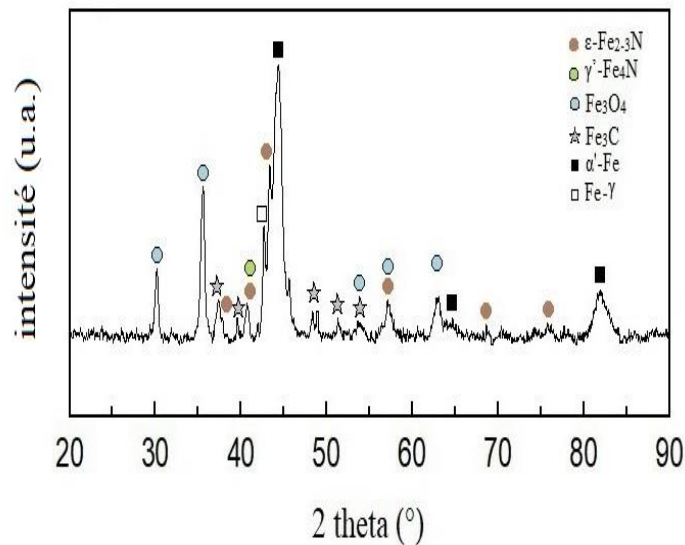


Figure.III.3 : Spectre DRX de l'acier H13, après traitement de nitruration gazeuse [99].

La raison pour laquelle il y a eu apparition des pics de diffraction des phases Fe_3C (carte n° 03-065-0393), α' -Fe (carte n° 01-087-0721) et $\text{Fe-}\gamma$ (austénite résiduelle), dans le spectre DRX (**Figure.III.3**) a été assimilée à l'aptitude du faisceau des rayons X de pénétrer jusqu'à une profondeur de pénétration d'environ $10 \mu\text{m}$ sous la surface externe [7, 9].

Enfin, la raison pour laquelle les pics des phases identifiés sont légèrement décalés par rapport aux pics théoriques des cartes PDF2-2004, vers des angles 2θ supérieurs ; s'explique par les distorsions/déformations qui ont été induites sur les mailles de la matrice pendant le traitement de nitruration [22, 46].

III.1.3 Profil de dureté par nanoindentation

La **Figure.III.4** présente le profil de dureté en coupe transversale, mesuré par la technique instrumentée de nanoindentation ; sur les pions en acier H13 nitrurés.

La valeur moyenne de la dureté calculée à une distance moyenne de $24.91 \pm 6.15 \mu\text{m}$ de la surface est de $12.01 \pm 0.63 \mu\text{m GPa}$. Lors du traçage du profil, même les écarts de mesures qui se sont produites d'un échantillon à un autre vis-à-vis de la distance de mesure par rapport à la surface ; ont aussi été pris en considération (ce qui justifie la présence des barres d'erreurs suivant l'axe x, dans la **Figure.III.4**).

L'analyse du profil de dureté en allant de la surface vers le cœur, démontre que la nitruration gazeuse produit un effet de durcissement considérable dans la couche de sous-surface. A une profondeur de $44.91 \pm 6.15 \mu\text{m}$ de la surface, la valeur moyenne de dureté a été

de 9.45 ± 0.35 GPa ; ensuite cette valeur de dureté a diminué à 8.16 ± 0.24 GPa sur une profondeur 64.91 ± 6.15 μm . Ensuite la dureté a diminué progressivement avec la diminution du pourcentage d'azote présent dans la zone de diffusion, en solution solide ; jusqu'à atteindre la matrice non touchée par la diffusion d'azote. La valeur de dureté moyenne a été de 6.62 ± 0.16 GPa sur une profondeur maximale de 224 ± 6.15 μm .

Un tel durcissement de la couche de sous-surface est très souhaitable dans les aciers à outils de travail à chaud, surtout ceux qui sont utilisées dans la mise en forme des métaux à chaud tel que l'extrusion et le forgeage. L'utilisation d'un acier à outils possédant une couche de sous-surface de faible dureté, favorise la déformation plastique de cette zone et l'apparition de porosité ; ce qui facilite la fracturation et l'écaillage de la couche de surface [47].

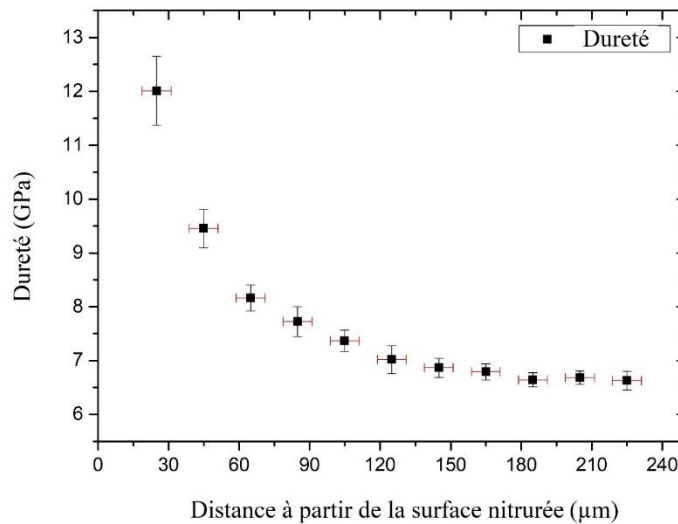


Figure.III.4 : Profil de dureté par nanoindentation d'un acier H13 nituré [99]

III.2 Résultats et caractérisation des échantillons en acier H13 traités par boruration en caisse (Laboratoire)

III.2.1 Observations Microstructurales MEB et Analyses EDS

III.2.1.1 Echantillons P-BOR800-4

La microstructure de l'acier H13 après un traitement de boruration en caisse à 800°C pendant 4h, est montré dans la **Figure.III.5** (en mode CBS). L'image MEB montre trois zones en allant de la surface vers le cœur. La première zone où il y eu la formation d'une couche de FeB, de contraste foncé [4, 48-50, 52, 54, 58, 59]. La phase FeB s'est formé malgré l'utilisation d'une faible température (800°C) et une faible durée du traitement (4h), comme déjà prescrit dans les études [4, 48, 54] (voir **Tableau.4**). En dessous de la zone de FeB, il y a eu la formation de la phase Fe_2B qui se caractérise par un contraste plus clair [4, 48, 49, 50, 52,

54, 58, 59] et une épaisseur moyenne calculée de $9,87 \pm 2,89 \mu\text{m}$. Cette zone de di-borures de fer Fe_2B est directement suivie d'une troisième zone dite de transition, dans laquelle le bore forme une solution solide avec la matrice métallique ; qui s'étend sur une profondeur moyenne de $30,10 \pm 9,19 \mu\text{m}$.

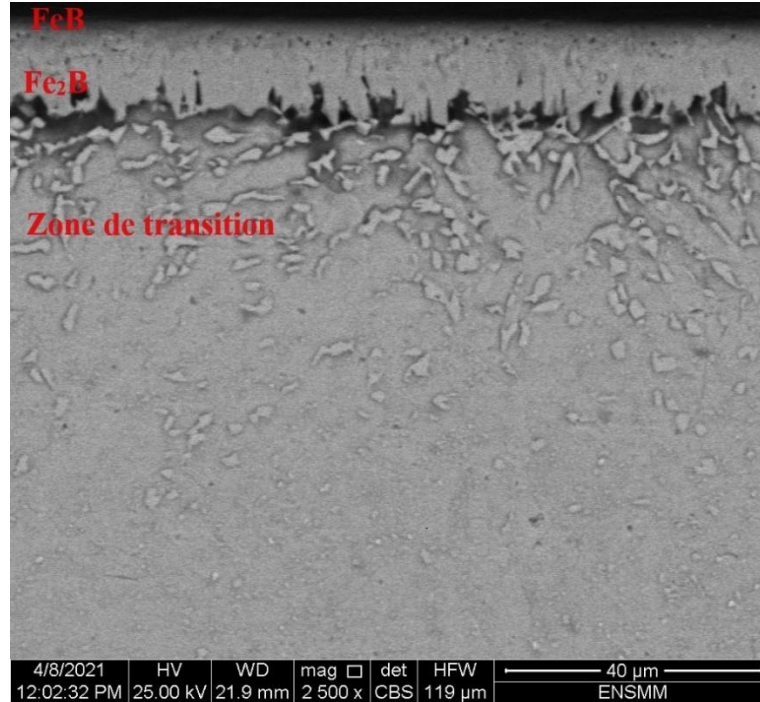


Figure.III.5 : Microstructure MEB en coupe transversale de l'acier H13 après traitement de boruration à 800°C pendant 4h.

III.2.1.2 Echantillons P-BOR900-6

La **Figure.III.6** montre une microstructure MEB en coupe transversale, prise en mode d'électrons rétrodiffusées sur l'acier H13 ; après traitement de boruration en caisse à 900°C pendant 6h. En surface, il y a eu la formation d'une couche de FeB (**Figure.III.6. a**) ayant un contraste foncé et une épaisseur moyenne de $34,55 \pm 7,46 \mu\text{m}$; caractérisée par une concentration atomique en bore d'environ 51,67 % (Comme montré dans la Cible EDS N°1 de la **Figure.III.6. b**). La couche FeB est suivie d'une couche de Fe_2B avec un contraste plus clair, caractérisée par une épaisseur moyenne de $27,92 \pm 7,40 \mu\text{m}$ et un pourcentage atomique en bore d'environ 44,66 %, comme montré dans la Cible EDS N° 02 de la **Figure.III.6. c**. L'interface entre les couches FeB et Fe_2B présente un aspect en dents de scie, ce qui est témoin d'une bonne adhérence entre les deux couches [58, 60]. En dessous de la couche de Fe_2B , la microstructure montre la formation d'une zone de transition d'une épaisseur moyenne de $37,32 \pm 11,37 \mu\text{m}$; qui se caractérise par un taux élevé de silicium égal à un pourcentage atomique de 3,5 % (Voir Cible EDS N°06 de la **Figure.III.6. d**). Comme déjà observé dans la **Figure.III.5**, l'aspect en dents de scie entre Fe_2B et la matrice a été un peu dissipé par la présence du chrome et des éléments d'alliage dans l'acier H13.

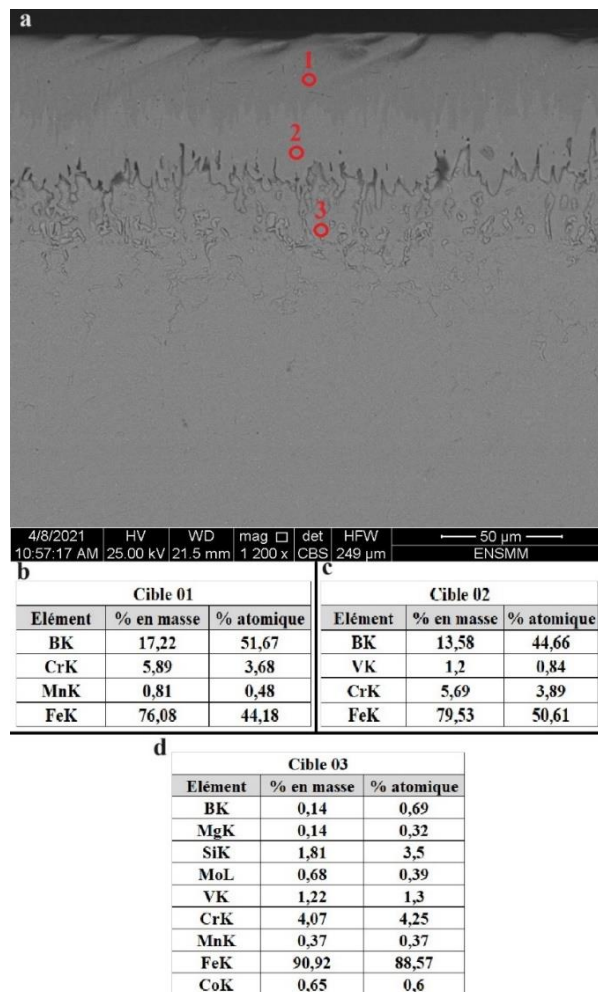


Figure.III.6 : a) Microstructurale MEB en coupe transversale de l'acier H13 boruré à 900°C pendant 6h, b) Résultat d'analyse de la Cible EDS n°01, c) résultat d'analyse de la Cible EDS n°02 et d) résultat d'analyse sur la cible EDS n°03.

III.2.1.3 Echantillons P-BOR900-6T

La **Figure.III.7** montre des microstructures MEB en coupe transversale prises sur des échantillons en acier H13, qui ont traités par boruration en caisse à 900°C pendant 6h ; ensuite trempés sous atmosphère d'argon (Voir Section II.7.2.4). Les deux parties 'a' et 'b' de cette dite figure, montrent qu'il y a eu fissuration superficielle des échantillons après trempe ; sans qu'ils ne soient confrontés à aucune charge mécanique. Ces fissures sont apparues sur la phase FeB, qui s'est écaillée sous l'effet des forces exercés lors du polissage de l'échantillon comme montré dans la Partie 'b' de la **Figure.III.7**. La fissuration superficielle après trempe, peut être due à la différence des coefficients de dilatation thermique des phases FeB et Fe₂B, qui induit un état de contraintes internes à l'interface FeB/Fe₂B ; l'apparition de fissuration latérale et l'écaillage de la couche des borures [58,60].

Suite à l'apparition de ces fissures les traitements de revenu sur ce jeu d'échantillon, ont été abandonnés.

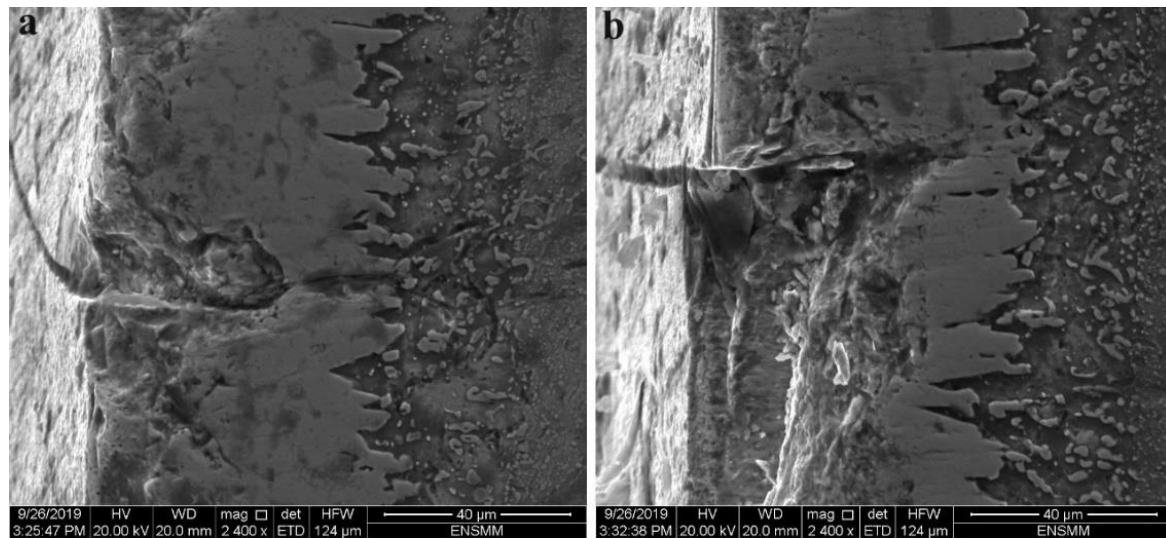


Figure.III.7 : a) Microstructure MEB en coupe transversale d'un acier H13 boruré à 900°C, puis trempé après un maintien de 30 minutes à 1025°C sous atmosphère contrôlée ; b) Ecaillage de la couche FeB précédemment fissurée après polissage.

III.2.2 Analyse qualitative par DRX

III.2.2.1 Echantillons P-BOR800-4

Le spectre par analyse de diffraction des rayons X des échantillons en acier H13 après traitement de boruration en caisse à 800°C pendant 4h est présenté dans la **Figure.III.8**. A l'inverse de ce qui est observé dans la Section III.2.2.2 (cas des échantillons borurés à 900°C pendant 6h), des pics de diffractions de la phase Fe₂B sont apparues dans le spectre (voir **Figure.III.8**). Cette apparition est dû à la faible épaisseur de la phase FeB, qui a été calculé aux environs de $5,78 \pm 7,95 \mu\text{m}$; cela a permis la pénétration du faisceau DRX vers la phase Fe₂B. Les phases identifiées qui se sont formés durant le traitement était la phase FeB, la phase CrB et la phase Fe₂B.

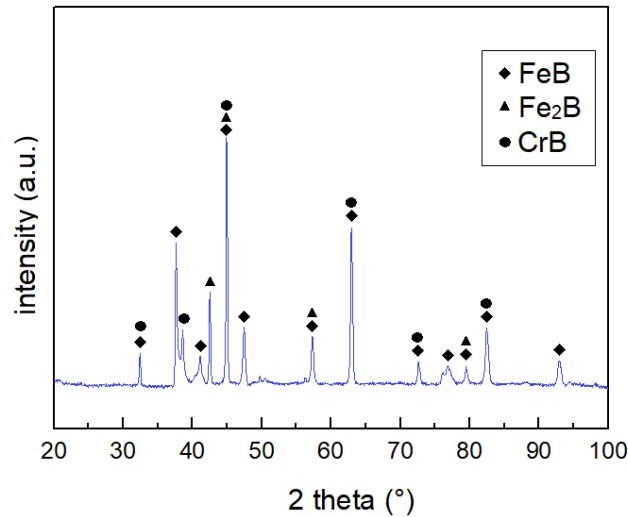


Figure.III.8 : Spectre de diffraction des rayons X, de l'acier H13 après traitement de boruration en caisse à 800°C pendant 4h.

III.2.2.2 Echantillons P-BOR900-6

L'analyse par diffraction des rayons X présentée dans la **Figure.III.9** révèle un pic de fortes intensités combinant la phases FeB et la phase CrB. La phase Fe₂B a enregistré de très petites intensités. Cela est dû à limite de pénétration du faisceau des rayons X [7,58], comme déjà mentionné dans la section III.1.2.

Le pic de diffraction avec l'intensité dominante a été enregistré suivant un angle 2θ égal à 63,23°.

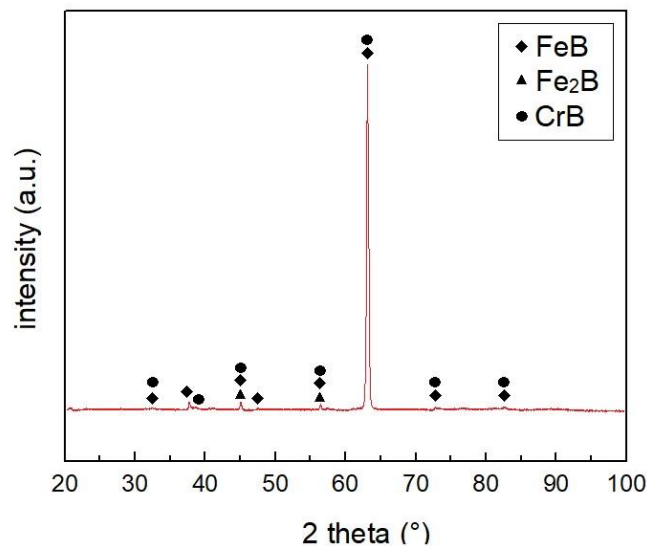


Figure.III.9 : Spectre de diffraction des rayons X, de l'acier H13 après traitement de boruration en caisse à 900°C pendant 6h.

III.2.3 Profil de dureté par Nanoindentation

III.2.3.1 Echantillons P-BOR800-4

Le profil de dureté par nanoindentation mesurée en coupe transversale est montré dans la **Figure.III.10**, la moyenne des duretés calculées à une distance moyenne de $3.81 \pm 2.65 \mu\text{m}$ de la surface ; a été de $16.76 \pm 4.06 \text{ GPa}$. Comme il est remarqué, l'erreur de mesure est très importante à cette distance de la surface. Cela s'explique par les petites épaisseurs des phases FeB et Fe₂B, égales à $5,78 \pm 7,95 \mu\text{m}$ et $9,87 \pm 2.89 \mu\text{m}$ respectivement (comme déjà montré dans la section 3.2.1, ci-dessus). Viens s'ajouter à cela le caractère en dents de scie à l'interface FeB/Fe₂B, qui fait que sur deux points de mesures alignés sur une même ligne parallèle à la surface ; l'appareil peut donner deux valeurs de dureté différentes. La première valeur peut donner la dureté de la phase FeB et la seconde, peut donner celle de Fe₂B. La moyenne de dureté à une profondeur de $24,10 \pm 2,32 \mu\text{m}$, a été calculée a $3,66 \pm 0,25 \text{ GPa}$ (au niveau de la zone de transition) et s'est presque stabilisé à des valeurs proches de cette valeur en allant vers la matrice, jusqu'à atteindre une valeur moyenne de $3,35 \pm 0,16 \text{ GPa}$ à une profondeur maximale de $224,01 \pm 2,32 \mu\text{m}$.

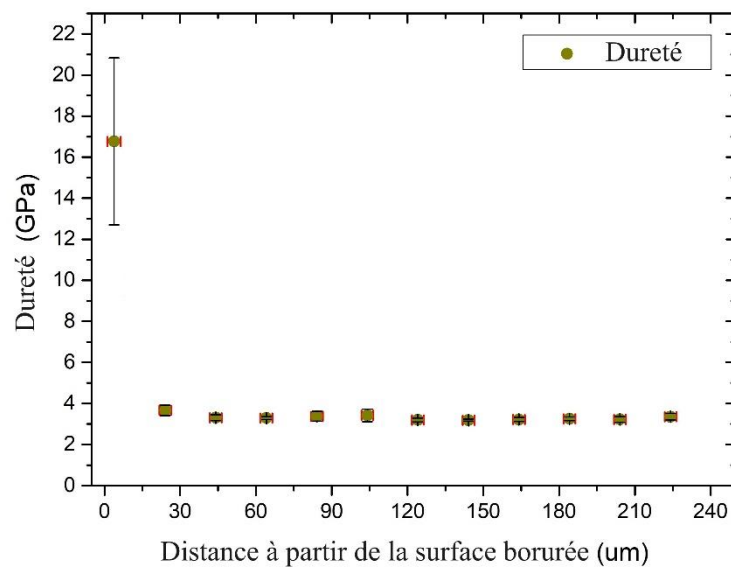


Figure.III.10 : Profil de dureté par nanoindentation de l'acier H13 boruré à 800°C pendant 4h.

III.2.3.2 Echantillons P-BOR900-6

Pour le cas du profil de dureté des échantillons en acier H13 borurés à 900°C pendant 6h (**Figure.III.11**), la valeur moyenne de dureté à des profondeurs d'environ $19,46 \pm 2.17 \mu\text{m}$ de la surface borurée ; a été calculée à $20.90 \pm 1.61 \text{ GPa}$. Cette valeur a légèrement diminué à $20.82 \pm 3.53 \text{ GPa}$ en entrant de la surface vers le cœur ; à une profondeur d'environ $39,46 \pm 2,17 \mu\text{m}$ de la surface. En comparant ces résultats avec l'épaisseurs moyennes des phases obtenues d'après les résultats métallographiques démontrés dans la section III.2.3.1, il est constaté que ces valeurs de dureté ; sont celles de la phase FeB qui peut s'étendre jusqu'à une

profondeur de $34,55 \pm 7,46 \mu\text{m}$ de la surface. Les valeurs de dureté, à une profondeur de $59,46 \pm 2,17 \mu\text{m}$; ont été calculés à $10,65 \pm 6,48 \text{ GPa}$. Cela s'explique par la prise de mesure dans des zones limites entre la Phase Fe_2B et la zone de transition, étant donné que cette profondeur se situe dans la limite de la zone de la couche de borures de fer Fe_2B ; (La profondeur exacte de $\text{FeB}+\text{Fe}_2\text{B}$, ensembles, est aux environs de $62.47 \mu\text{m}$ de la surface externe). Certaines mesures auraient été exécutés sur la phase Fe_2B , alors que d'autres aurait été faites dans la zone de transition. Les valeurs de dureté ont chuté brusquement à $5,38 \pm 1,25 \text{ GPa}$ et $6,13 \pm 1,18 \text{ GPa}$, à des profondeurs de $79,46 \pm 2,17 \mu\text{m}$ et $99,46 \pm 2,17 \mu\text{m}$ respectivement. Cette chute indique que les mesures ont été faite dans la zone de transition qui s'est étendue jusqu'à une profondeur d'environ $99,47 \mu\text{m}$ de la surface externe. Les valeurs de dureté calculée à des profondeurs de $119,46 \pm 2,17 \mu\text{m}$ et plus, ont été propres à la matrice d'acier H13, non touchée le traitement ; elles ont oscillé dans un intervalle situé entre $6,99 \pm 0,13 \text{ GPa}$ et $7,14 \pm 0,27 \text{ GPa}$.

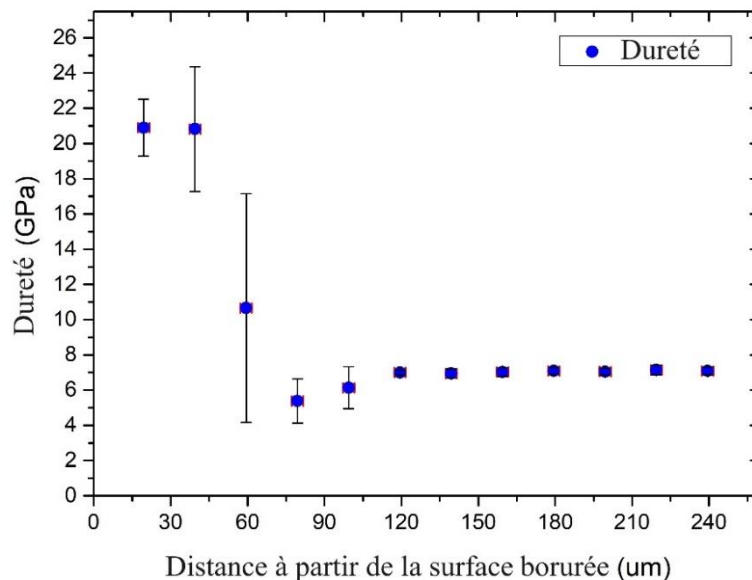


Figure.III.11 : Profil de dureté par nanoindentation de l'acier H13 boruré à 900 °C pendant 6h.

III.3 Résultats après essais d'usure à chaud : Présentation des pions en acier H13 nitrurés, borurés et leurs disques antagonistes en AA6063

III.3.1 Echantillons P-NIT

La **Figure.III.12**, montre un exemple d'échantillons en acier h13 nitruré ayant été testés contre des disques en alliage d'aluminium AA6063 ; pour simuler le phénomène d'usure qui a lieu durant le procédé d'extrusion à chaud d'aluminium. La **Figure.III.12.a**, montre le cas d'un disque avec son pion antagoniste après un parcours de test de 1800 m sous une charge normale de 10 N et une pression de contact de 0,127 MPa (La température et les autres paramètres des essais sont montrés dans le **Tableau.15** de la **section II.11**) ; les **Figures.III.12.b** et **c** démontrent à leur tour les cas de disques d'aluminium (y compris leur

pions antagonistes en acier H13 nitruré) après 3600 m et 5400 m de distance de test respectivement, sous les mêmes conditions de test.

Il est remarqué que les surfaces des pions en acier H13, ayant été testés à 550°C pour des distances de (1800, 3600 et 5400m) ; ont été totalement recouvertes d'aluminium (**Voir Figures.III.12. a-c**). Cette couche d'aluminium transférée, a adhéré parfaitement aux surfaces des pions et elle n'a pas pu être éliminée à la main ou à l'aide d'outils. Cela est due à l'incrustation d'aluminium dans les aspérités micrométriques des surfaces d'acier et la formation d'un collage mécanique [30,32]. Dans certaines conditions de dégradation des surfaces et de montée en température ce collage peut se transformer en un collage chimique, qui s'effectue par la diffusion d'aluminium dans l'acier et la formation de phases intermétalliques [7,23,32,73,74,78]. Cette couche d'aluminium collé est appelée « Couche de transfert ou matière transférée », elle se forme par phénomène d'adhésion durant les premiers instants de contact (Acier H13-AA6063) ; même dans une position de repos (contact sans mouvement entre les deux pièces antagonistes). Cela a déjà été clairement rapporté par M. Kalin et J. Jerina [20,21], dans leur deux études conjointes ; dans lesquelles ils ont aussi déduit que cette couche de transfert évolue aussi en fonction de la distance de contact. Le collage et l'accumulation d'aluminium sur la surface d'acier à outil joue un rôle important dans sa dégradation, en donnant lieu à un contact pur entre aluminium-aluminium ; créant des fortes palpitations du coefficient de frottement. L'accroissement brusque du coefficient de frottement est accompagné par d'importantes montées des contraintes de cisaillement agissant sur la surface [19, 22, 29], ce qui accélèrent sa fissuration et sa dégradation ; par phénomène d'usure adhésive.

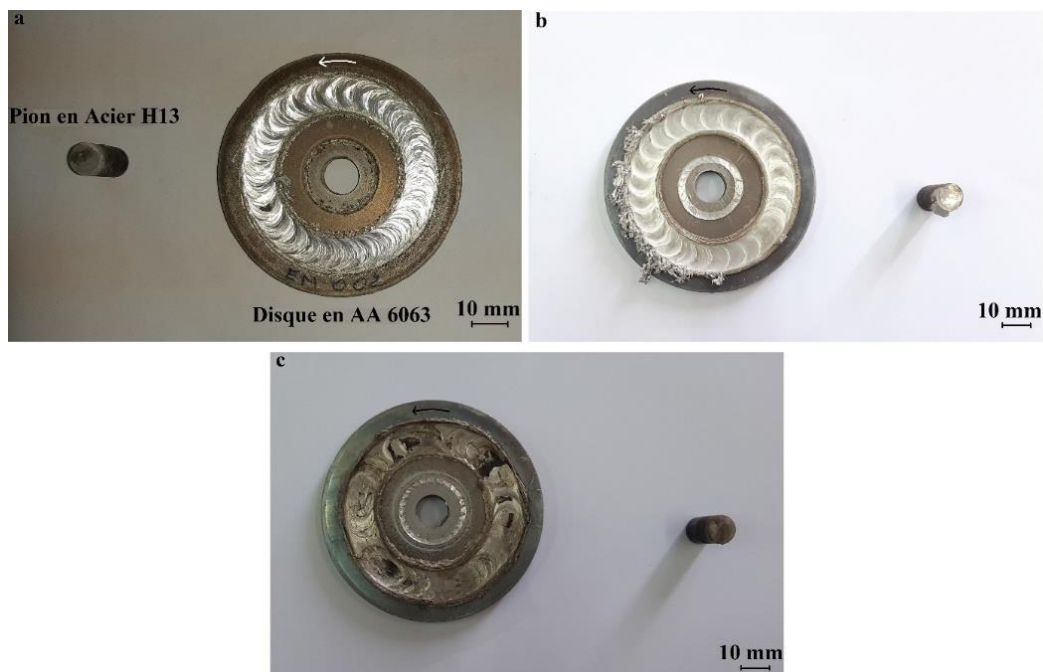


Figure.III.12 : Pions en acier H13 nitruré, après essais d'usure à chaud et leurs disques antagonistes en AA6063 : a) exemple après 1800 m de distance de test, b) exemple après 3600 m et c) exemple après 5400 m. (paramètres de test présentés sur le **Tableau.15** du chapitre 2).

L'observation des disques en AA6063 après des distances de test de 1800, 3600 et 5400 m (**Figure.III.12. a-c**), montre qu'il y a eu des profondes cicatrices d'usure. Cela est dû à la plasticité élevée de cet alliage, à la température qui a été utilisée durant les tests (550 ± 1.3 °C). Le cas testé après 3600 m de distance de test (Déjà présenté dans la **Figure.III.12. b**) semble être le plus proche pour expliquer le mécanisme de formation de ces cicatrices d'usure. Ce dernier a été réillustré avec plus de détails dans la **Figure.III.13. a-b**.

Comme montré dans la **Figure.III.13. a**, la surface profonde de la piste d'usure du disque en aluminium ; montre des signes de déformation plastique avec la présence d'arcs ayant une géométrie similaire à celle de la tête plate du pion en acier H13. La surface supérieure du disque en dehors de la piste d'usure, montre quant à elle ; la présence de débris d'usure sous forme de paillettes. Durant les essais, au moment où le pion d'acier H13 est pressé par la force normale ; il s'enfonce progressivement dans le disque d'aluminium (facilement déformable plastiquement à chaud). Avec le glissement du disque suivant la direction déterminée (sens de rotation), cet enfoncement provoque la sortie de surplus d'aluminium sur les bords du pion (Voir **Figure.III.13. b**). Ce surplus est soit éjecté vers la sortie sous forme de paillettes ou de petites feuillettes, soit écrasé en bas de la piste d'usure pour donner l'aspect arqué.

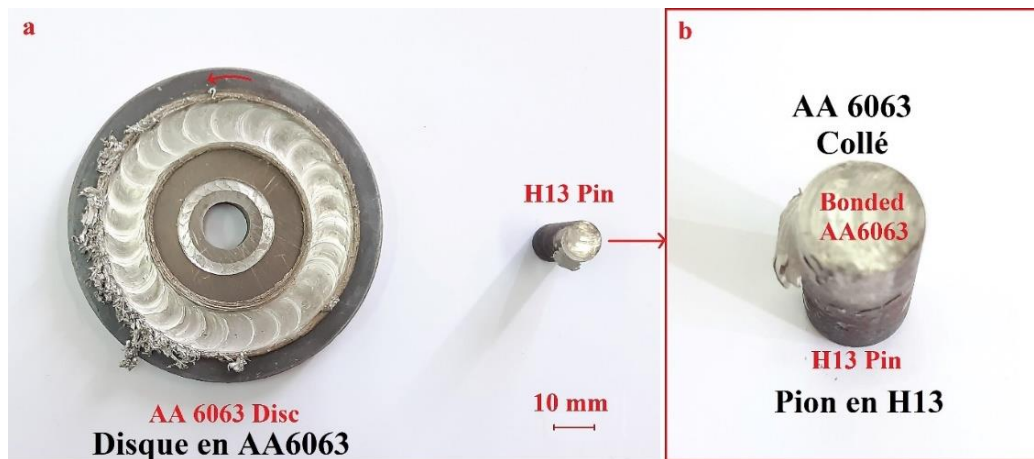


Figure.III.13 : Exemple d'un disque usé en AA6063 après 3600m de test à 550°C, b) son échantillon antagoniste en acier H13 nitruré, la direction de l'essais est indiquée par une flèche. [99]

III.3.2 Echantillons P-BOR800-4

La **Figure.III.14. a-c**, montre des exemples de disques en AA6063 qui ont été testés contres des pions en acier H13 borurés à 800°C pendant 4h ; pour des distances de test allant de 1800 à 5400 m.

Comme dans le cas des pions nitrurés, il y a eu la formation de pistes d'usure quelques soit la distance de test parcourue (1800, 3600 et 5400 m) ; avec le collage d'aluminium sur les pions en acier H13.

Durant ces essais, des conditions de test similaires à celle déjà utilisés pour tester les pions nitrurés, ont été utilisés pour les essais d'usure à chaud des échantillons P-BOR800-4 ; à savoir, une charge normale de 10N, une pression de contact de 0,127 MPa, une température de 550°C \pm 1,3°C et une vitesse de glissement du disque d'aluminium de 0,5 m/s.

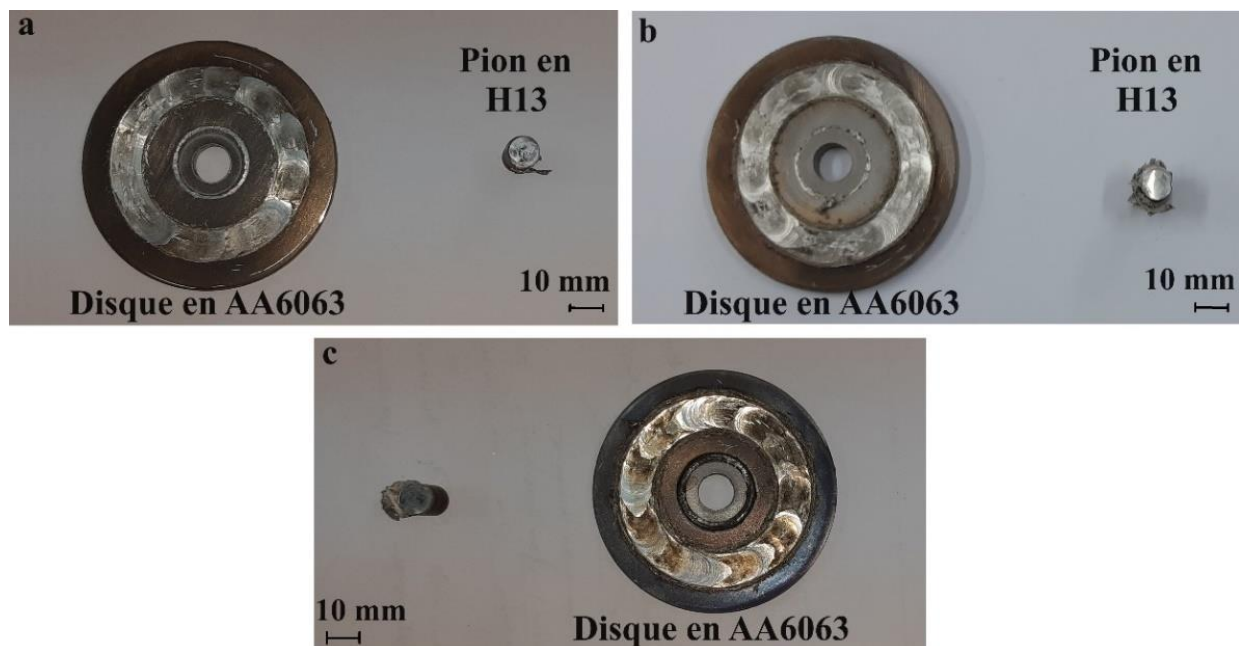


Figure.III.14 : Pions en acier H13 borurés à 800°C pendant 4h, après essais d'usure à chaud et leurs disques antagonistes en AA6063 : a) exemple après 1800 m de distance de test, b) exemple après 3600 m et c) exemple après 5400 m.

III.3.3 Echantillons P-BOR900-6

Enfin des résultats similaires aux pions nitrurés et borurés à 800°C pendant 4h, ont été obtenu après les essais des pions borurés à 900°C pendant 6h ; les exemples des disques et leurs pions antagonistes sont présentés dans la **Figure.III.15. a-c**. Les conditions de test sont montrées dans le **Tableau.15**.

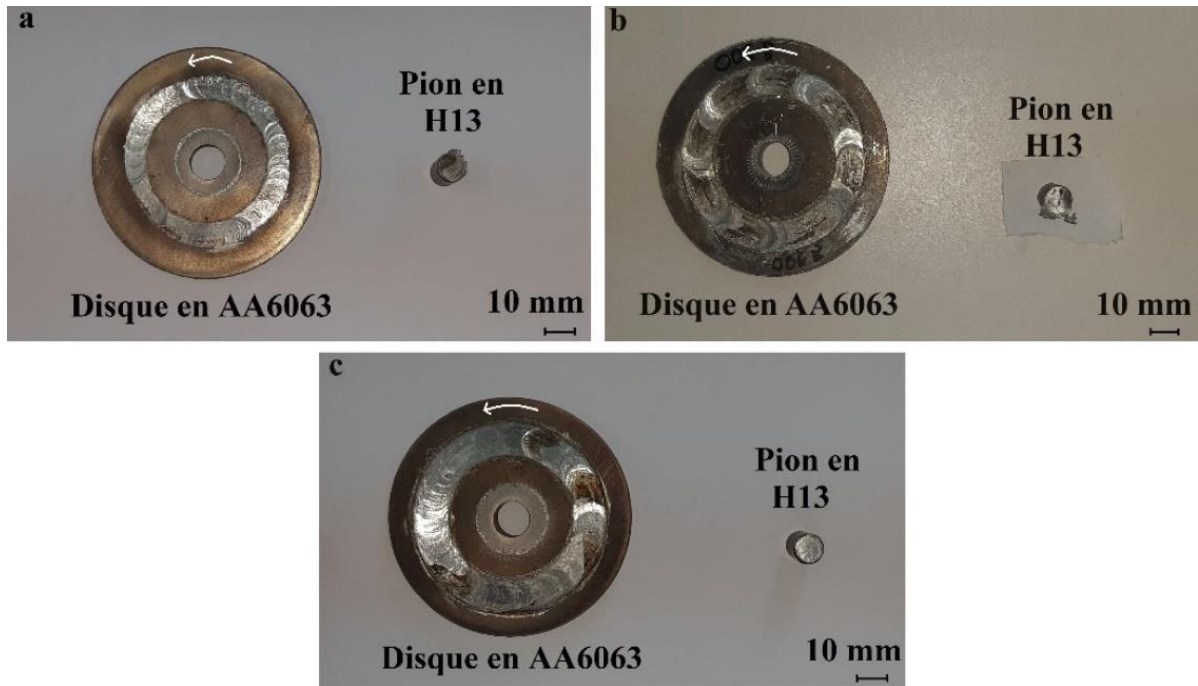


Figure.III.15 : Pions en acier H13 boruré à 900°C pendant 6h, après essais d’usure à chaud et leurs disques antagonistes en AA6063 : a) exemple après 1800 m de distance de test, b) exemple après 3600 m et c) exemple après 5400 m.

III.4 Analyse du comportement tribologique des pions en acier H13 nitrurés et borurés, après essais d’usure à chaud

III.4.1 Observations MEB et Analyses EDS

III.4.1.1 Echantillons P-NIT

a) Après 1800 m de parcours de test

Avant dissolution de la couche d’aluminium transférée

La **Figure.III.16** présente la microstructure MEB en section transversale d’un pion en acier H13 avant élimination de la couche d’aluminium qui s’est transférée sur sa surface, après le test d’usure à chaud (cf. **Tableau.15** pour les conditions de test). Dans la partie supérieure de la microstructure (**Figure.III.16. a**), la couche d’aluminium en contact direct avec l’acier nitruré ; montre un aspect écrasé et écroui avec un détachement partiel de la couche de nitrures de fer en surface. La partie basse de cette même microstructure, montre quant à elle, une couche de nitrures de fer intacte. La présence de nitrures de fer en surface après cette distance de test (1800 m), a été confirmée dans l’analyse EDS de la Cible °01 (**Figure.III.16. b**) ; qui a révélé la présence d’un pourcentage en masse d’azote d’environ 13.73%. En se référant à des études précédentes [9,14], un pourcentage en masse supérieure à 7%, justifie la présence d’une couche blanche de nitruration.

L'analyse EDS de la Cible n°02 (**Figure.III.16. a et c**), faite sur la couche d'aluminium en contact avec l'acier ; a révélé la présence de plusieurs éléments qui entre dans la composition chimique de l'acier H13 (Cr, V, Fe, Mn...etc.). La présence de ces fragments, dans l'aluminium prouve qu'il y eu un détachement issu de la CD suite au détachement de la couche de nitrures de fer en surface ; censée protéger l'acier. Le détachement de cette couche de nitrure de fer, met directement l'acier en contact direct avec l'aluminium chaud ; ce qui a favorisé son oxydation, sa fragmentation et l'incrustation des parties détachés dans la matrice d'aluminium pâteuse. Le phénomène d'incrustation des débris ferreux issues des filières d'extrusion en acier H13, dans l'aluminium extrudé ; a été déjà identifié depuis longtemps par T. Sheppard [1]. Ce phénomène peut avoir un effet très néfaste sur la qualité des produits extrudés.

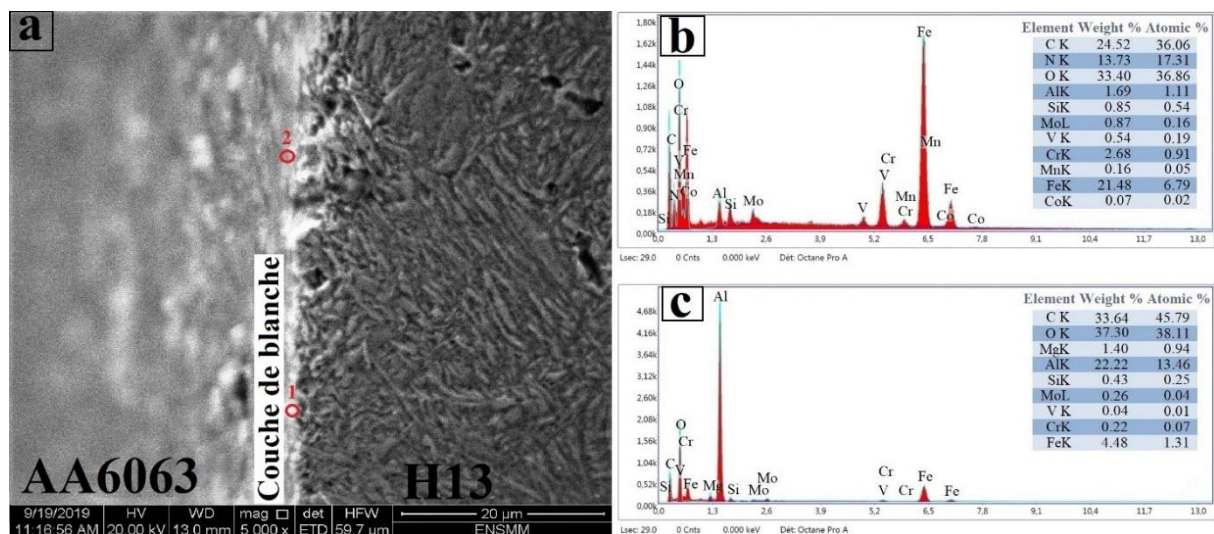


Figure.III.16 : a) Observation MEB en coupe transversale de l'acier h13 avant élimination de la couche d'aluminium transférée, b) cible EDS n°01 (couche blanche), c) cible EDS n°02 (couche d'adhésion d'aluminium) [99].

Après Dissolution de la couche d'aluminium transférée

Les observations microstructurales MEB, des surfaces des échantillons P-NIT après dissolution de la couche d'aluminium dans une solution d'alcali (Pratique industrielle, détaillée dans la **section II.11.4**) ; sont montrées dans la **Figure.III.17. a et b**. Ladite figure confirment l'hypothèse déjà évoqué ci-dessus sur la dégradation partielle de la surface, qui débute par l'apparition de fissures sur la couche blanche (montrés par des flèches dans les parties 'a' et 'b' de cette même figure) ; et fini par un détachement par collage adhésif avec l'aluminium pâteux une fois qu'elles acquièrent une taille critique (résistance mécanique diminué). La fissuration de la couche blanche est due principalement à sa nature poreuse [31,68], sachant qu'elle est composée principalement d'un empilement d'oxydes et de nitrures.

Cette morphologie poreuse agit comme point faible, surtout avec l'accroissement en permanence des forces de cisaillement dues au 'collage/décollage' répétitifs d'aluminium ; et à l'accroissement de la rugosité de surface.

Les cicatrices (vides) laissées après détachement des premiers fragments de la couche de surface nitrurés, ont servi comme sites d'amorçage et de fissuration des autres parties ; comme clairement montré dans La **Figure.III.17. a-b**.

Avec l'accroissement des forces de fortement et de cisaillement, la fissuration s'est étalée vers la zone de sous surface (CD) ; Voir flèches noires de La **Figure.III.17. a-b**. La **Figure.III.17.a**, montre qu'il y a eu une fissuration critique dans la couche de diffusion, où les fissures ont pu encercler une importante quantité de matières ; ce qui se traduira par un détachement ultérieur de matière et la formation de microcratères dans un sens vertical à la direction de glissement (direction de la force normale appliquée). Cette fissuration se propage le long des joints de grains à cause de la présence d'un réseau fragile de nitrures, de carbures où tout autre composé de nature incohérente avec la microstructure de l'acier [31,46,68,103].

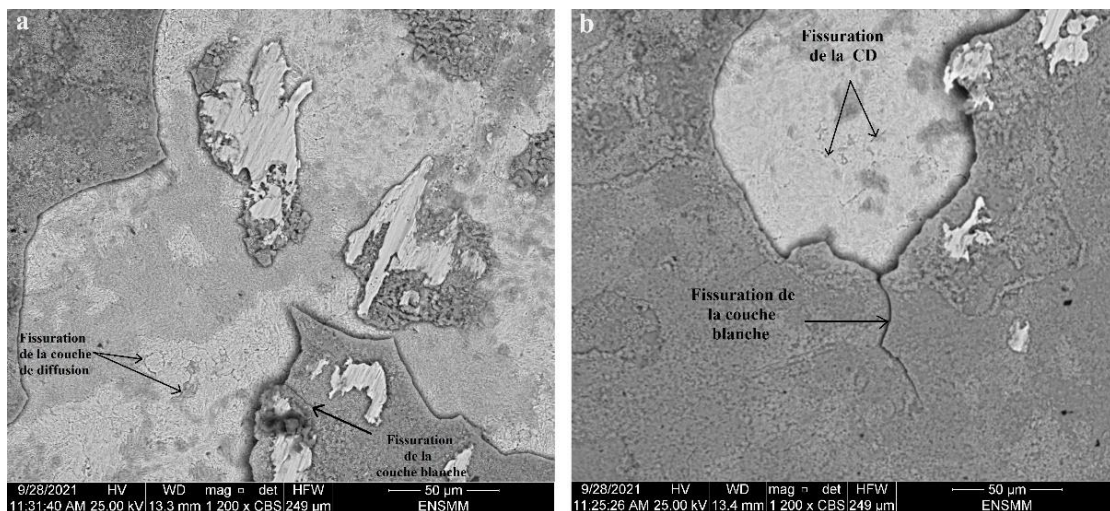


Figure.III.17 a), b) : Microstructures MEB en surface, montrant la fissuration de la couche blanche et la CD (couche de diffusion) des pions en acier H13 nitruré ; après 1800 m de parcours.

Les analyses des micro cratères qui se sont formés dans d'autres régions de la surface (Voir **Figure.III.18. a-d**), viennent soutenir l'hypothèse de fissuration et décohésion des joints de grains. Soit par présence d'un réseau fragiles de nitrures, par incrustation d'aluminium où par fissuration puis oxydation [17, 30, 68]. L'analyse EDS du mur vertical d'un premier microcratère (Cible EDS n°2 de la **Figure.III.18. b et d**), a révélé la présence de pourcentages massiques d'azote et d'aluminium de 7.31% et 5.41% respectivement.

D'une autre part, l'analyse EDS de la Cible n° 01 (de la **Figure.III.18. b et c**), faite sur la base d'un autre microcratère ; a révélé la présence d'un important pourcentage massique d'oxygène de l'ordre de 69,69%.

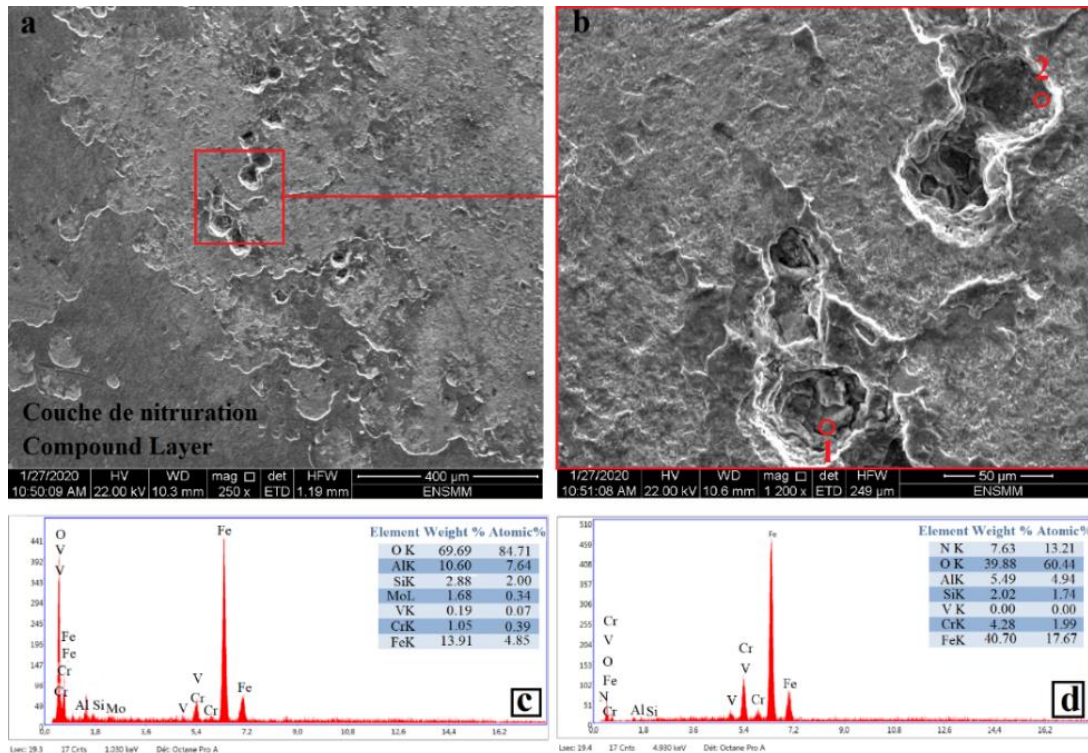


Figure.III.18 : Microstructure MEB montrant la formation de micro cratères sur la surface d'un pion en acier H13 nitruré après 1800 m de parcours : a) et b), c) Cible EDS N°1 sur la base d'un microcratère et d) Cible EDS n°02 sur le mur d'un second micro cratère.

Comme montré dans la **Figure.III.19**, l'analyse microstructurale des pions en acier H13 nitrurés après 1800 m, a révélé la possibilité d'oxydation en surface des régions où il y a eu détachement de la couche de nitruration ; par la formation d'une fine couche d'oxydes ayant un aspect vitrifié et fissuré. La microstructure a aussi montré, la présence d'un amas grossier de particules ; avec un important taux d'oxygène (Voir L'analyse EDS de la Cible n°01). Cet amas de particules a été sûrement issu des particules précédemment détachées lors de la formation des microcratères, qui serait venu s'écraser dans la surface ; après avoir été transporté par l'aluminium pâteux. La présence de tels particules est très néfaste, car elles peuvent jouer le rôle d'un troisième corps abrasif ; qui peut accélérer la dégradation de la surface. La formation d'une couche nanométrique d'alumine (Al_2O_3) sur la surface de l'aluminium durant le préchauffage, peut aussi jouer le rôle d'un troisième corps abrasif pour dégrader la couche nitrurée et le reste de la surface ; comme précédemment rapporté par Pellizari et al [30] et A.F.M Arif et al [76].

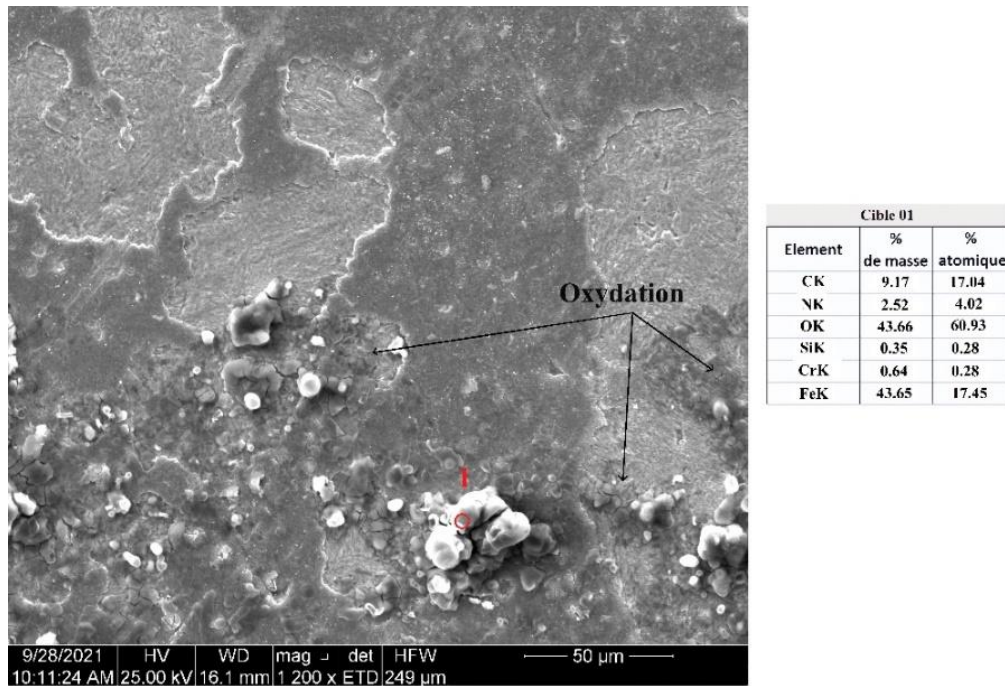


Figure.III.19 : Microstructure MEB montrant l'oxydation en surface et la présence de particules grossière d'oxydes (troisième corps), sur la surface d'un pion en acier H13 nitruré ; après 1800 m de distance de glissement.

Enfin, les observations de toutes ces observations MEB et analyses EDS (Après 1800 m de parcours, avant et après élimination de la couche d'aluminium transférée) ; réfutent toute hypothèse sur la formation en surface des phases intermétalliques. Cela est en conformité avec plusieurs études précédentes, qui ont souligné que le taux de formation des phases intermétalliques entre l'acier et l'aluminium dans une interface liquide-solide est plus envisageable au détriment d'une interface solide-solide (le cas présent) [7, 23, 32, 73, 74, 77, 78].

b) Après 3600 m de parcours de test

Avant Dissolution de la couche d'aluminium transférée sur les pions :

L'observation microstructurale MEB en coupe transversale de l'acier H13 nitruré après 3600 m de distance de test (Voir **Figure.III.20**), montre une fissure profonde qui cisaille diagonalement la microstructure en deux et s'étend jusqu'en sous surface (CD). L'analyse EDS de la cible N°01 (**Figure.III.20**) faite sur la zone de fissuration préférentielle, révèle un important pourcentage atomique en carbone égal à 67.36% suivis d'un pourcentage atomique d'oxygène de 27.65%. Cette rupture préférentielle s'est sûrement enclenché le long des joints de grains à causes des facteurs déjà décrit dans la section précédente III.4.1.1.a (présence d'aluminium, de nitrures, de carbures, d'oxydes et toute autre impureté).

La deuxième moitié de la microstructure (cisillée en deux), montre la formation d'un microcratères avec une profondeur dépassant les 50 μm ; abritant un composé de contraste sombre qui ressemble à du graphite qui a été déjà montré dans la **Figure.I.39** de la section I.4.5.2. Ce microcratère est entouré de matière ayant un aspect sombre et dissocié.

A ce stade la formation d'autres phases de combinaison (intermétalliques) et/ou la dissolution de l'acier par l'aluminium, à cause de la grande activité atomique à haute température et la possibilité de surchauffe au-delà de 550°C ; n'est pas à écarter. Etant donné l'aptitude de l'aluminium à dissoudre un grand nombre d'éléments [7].

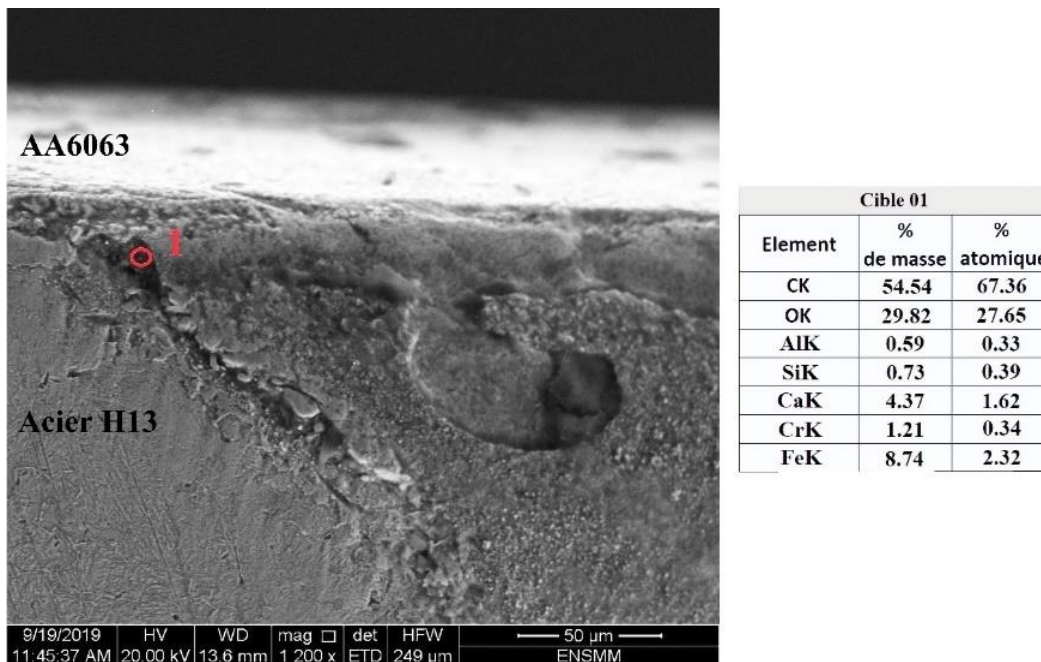


Figure.III.20 : Observation MEB en coupe transversale de l'acier h13 après 3600 m de parcours, avant élimination de la couche de transfert d'aluminium.

Après Dissolution de la couche d'aluminium transférée sur les pions :

Les parties a, b et c de la microstructure MEB présentée dans la **Figure.III.21**, après élimination de la couche d'aluminium transférée ; montrent l'état d'usure en surface après 3600 m de parcours. A ce stade, il y a eu une usure généralisée sur toute la surface avec l'apparition d'un réseau complexe des rainures qui se sont généralisés et jointes entre elles suivant la direction de glissement, donnant naissance à une surface avec un aspect rugueux et grossier. Ces rainures ont pris comme origine, les microcratères précédemment formés après 1800 m de parcours. De tels résultats, ont été déjà observés précédemment par D. bombač et al [68] en analysant des filières d'extrusion usés en usine ; et par M. Terčelj et al [10] en analysant des échantillons après simulation d'usure en laboratoire.

Chapitre III : Résultats et Discussions

Cette usure accélérée est due à l'occurrence simultanée de tous les mécanismes d'usure qui ont été constatés précédemment (après 1800 m de parcours). Mais la cause principale s'est résumée dans la fissuration accélérée de la zone de sous-surface (CD), suivant les joints de grains ; qui s'est généralisé après 3600 m de distance de test (Voir **Figure.III.21.c**). Cette généralisation accélérée aurait été sûrement due à l'accroissement des forces de frottement et de cisaillement, qui sont provoqué par l'accroissement de la rugosité de la surface et l'élargissement vallées de la topographie de surface.

Cet élargissement de vallées, servira d'entailles pour la propagation des fissures, contrairement à une topographie de surface exempte d'entailles ; comme précédemment rapporté par Tarang.S et al [25].

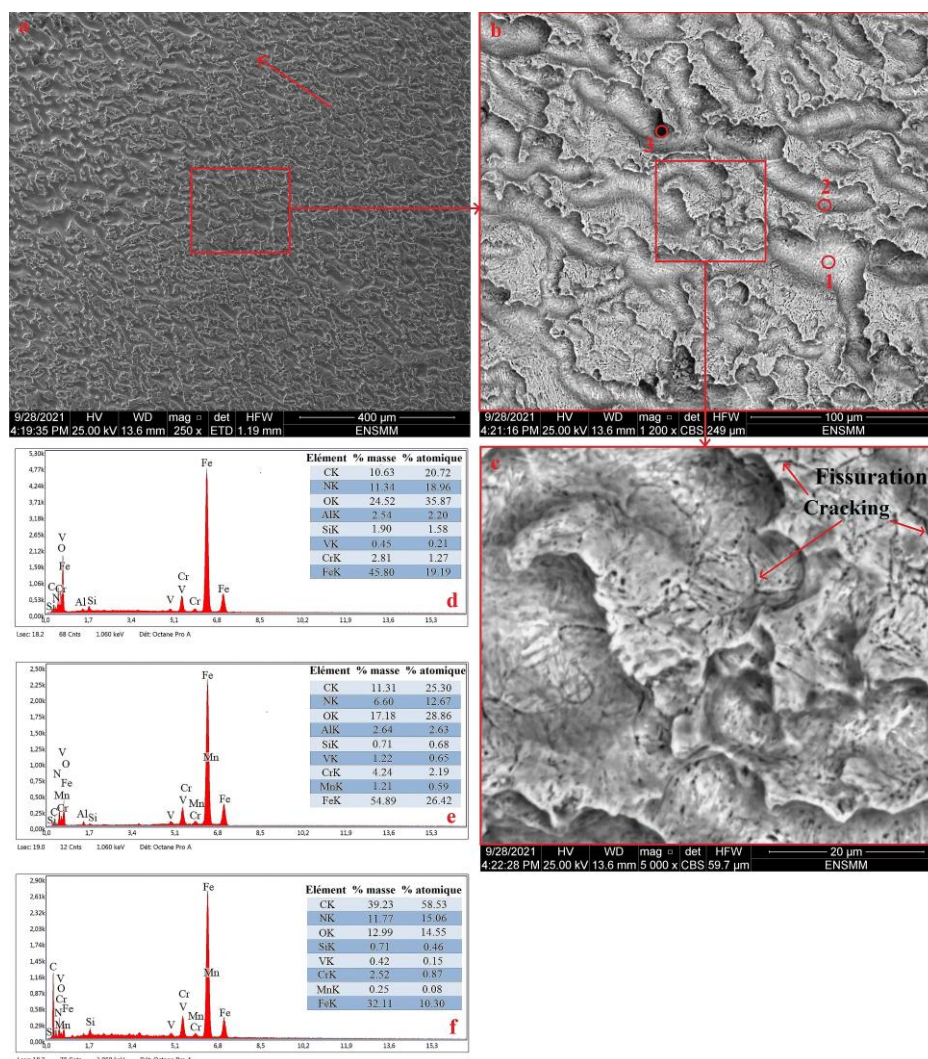


Figure.III.21 : microstructure MEB montrant : a) une vue de surface après un parcours de 3600 m d'essai d'usure à chaud, b) zoom sur les rainures formés, c) fissuration le long des joints de grains, d) cible EDS n°01, e) Cible EDS N° 02 et f) cibles EDS n°03. [99]

L'analyse de la cible EDS n°03 de la **Figure.III.21. f**, a montré une autre fois la présence d'un important pourcentage atomique en carbone (58.33%) ; sur une tache sombre observée dans une cavité sous la surface (Voir **Figure.III.21.b**). Ce résultat est presque similaire à celui obtenu après analyse du composé déjà observé dans le microcratère de la **Figure.III.20**, avec un pourcentage atomique en carbone largement supérieures par rapport à ceux qui ont été obtenus dans les zones des cibles EDS n°01 et 02 de la même microstructure ; avec des pourcentages atomiques en carbone de 20.72 et 25.30 respectivement.

A ce stade-là, la diffusion d'aluminium dans ces les cavités pour former ou provoquer des décompositions ou des réactions chimiques n'est pas éloigné [19,29]. L. Wang et al [93] ont identifié la réaction de l'aluminium avec l'acier comme un mécanisme de diffusion collage qui s'accroît avec l'accroissement du temps d'exposition.

Cette formation de taches noires, a été observée d'une manière généralisée dans les microstructures MEB de la **Figure.III.22. a et b**. Les résultats d'analyses des cibles EDS n° 01, 02 et 03, faites sur certaines taches similaires (voir **Figure.III.22. b-e**) ; ont révélé des pourcentages atomiques en carbone de 58.51, 44.83 et 51.67 % respectivement. Les taux atomiques élevés en carbone de ces analyses, ont été aussi accompagnés par des pourcentages atomiques d'oxygène de l'ordre de 30.36%, 27.28% et 29.27 % respectivement.

Ces résultats, combinés aux conditions de test (Durée, température...etc, Voir **Tableau.15**) ; indiquent qu'il y a eu l'occurrence accélérée du phénomène de graphitisation secondaire par décomposition de la cémentite Fe_3C en ferrite et carbon. D'habitude l'apparition de ce phénomène n'est possible qu'après de très longues périodes de traitement, sa durée d'apparition a été toutefois écourtée par la présence de silicium et d'aluminium dans l'AA6063 et l'acier H13. Etant donné que plusieurs études précédentes ont déjà révélé que la présence de ces deux éléments (silicium et aluminium) dans les aciers, pouvait écourter considérablement les périodes de formation de graphite [79-82, 84-87] ; rendant ainsi sa formation possible à des périodes allant de 20 minutes à 3h [46-48]. Dans un intervalle de température situé entre 482°C et 680°C [79-81, 84-88].

La présence d'oxydes de toute nature (Al_2O_3 , SiO_2 , ...etc), où de nitrures (AlN par exemple) dans les joints de grains ; peut aussi être responsable de la formation de graphite. Car ces oxydes où nitrures sont connu pour servir comme sites d'inoculation pour la formation de graphite [79-86, 88]. La présence d'oxyde dans les tâches noires ; a bien été montrée dans les analyses EDS (cibles n°1,2 et 3) des **Figures.III.22. c, d et e** respectivement.

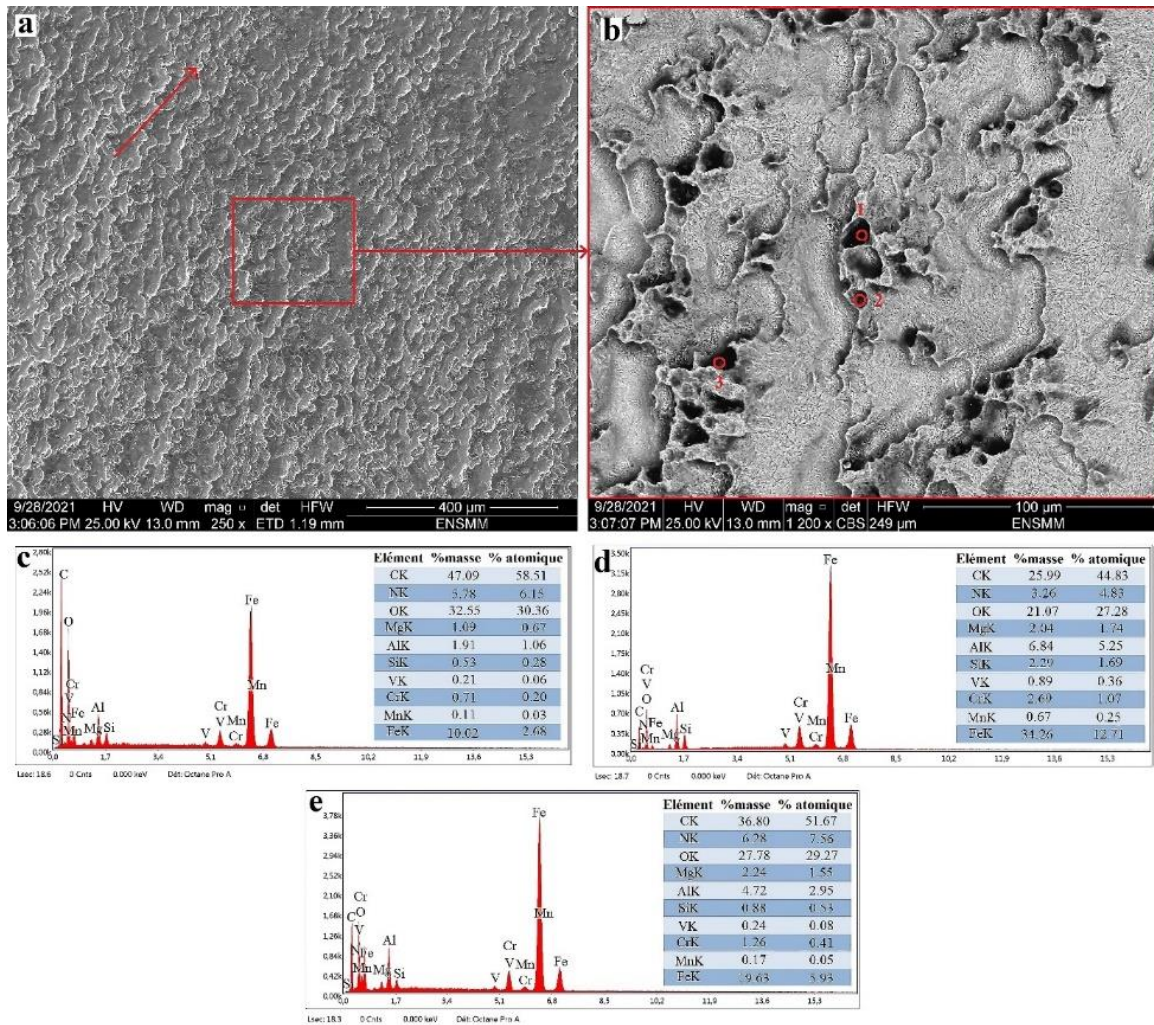


Figure.III.22 : a et b) Microstructure MEB en surface montrant la formation de graphite après 3600 m, c-e) résultats des analyses des Cibles EDS 1,2 et 3.

c) Après 5400 m de parcours de test

Avant Dissolution de la couche d'aluminium transférée sur les pions :

L'observation microstructurale in-situ en coupe transversale avant dissolution de la couche d'aluminium transférée sur la surface d'un pion en acier H13 après 5400 m de distance de test (Paramètres de test présentés dans le **Tableau.15**), est présentée dans la **Figure.III.23**. Cette microstructure montre une surface inclinée sous l'effet de l'usure (Surface du pion en acier H13 nitruré), dégradée, rugueuse et présentant une fissuration généralisée. L'analyse EDS n°1 (Voir **Figure.III.23. b**), a permis d'identifier un débris d'usure d'acier H13 nitruré ; qui s'est incrusté à l'interface commune avec la matrice d'AA6063 (identifiée par l'analyse EDS n°02 de la **Figure.III.23.c**). La présence d'un pourcentage en masse important d'oxygène dans ce débris (59.16% d'après l'analyse EDS n°01) indique que ce dernier s'est oxydé après son détachement d'acier.

Comme déjà évoqué ci-dessus, la formation de ce type de débris et leur incrustation dans l'aluminium provoque à l'échelle industrielle ; un phénomène de contamination en surface des produits extrudés par ces particules ferreuses [1,75]. Le détachement des particules, à partir des surfaces des filières ; provoque d'un autre coté l'accroissement de sa rugosité. Cet accroissement se répercutera sur les produits extrudés, par la formation de défauts (Micro-lignes de filières) ; qui peuvent constituer un défaut après anodisation [1,75].

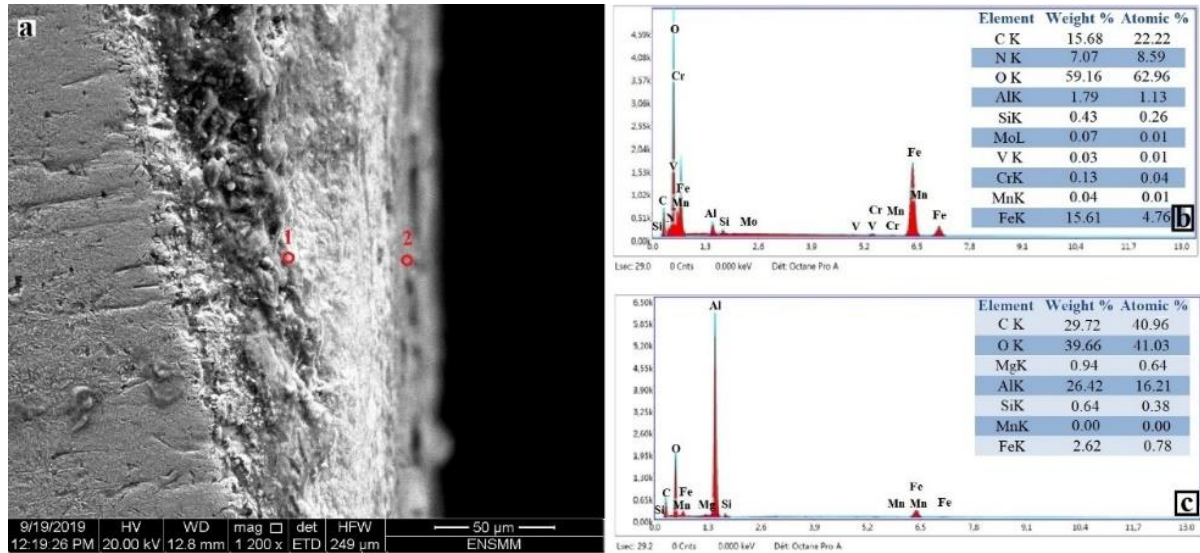


Figure.III.23 : a) Microstructure en coupe transversale après un parcours de 5400 m, b) Analyse EDS Cible n°01 sur les particules précédemment détachées de l'acier et c) analyse EDS cible n°02, sur la matrice d'aluminium AA6063

Un autre exemple après 5400 m de distance de test, avant dissolution d'aluminium ; est présenté dans la **Figure.III.24**. La figure montre un important bloc de matière (Largeur supérieur à 20 µm), qui s'est détaché de la surface d'acier H13 ; ce qui vient soutenir et expliquer l'apparence inclinée constatée précédemment dans la **Figure.III.24**.

A priori l'utilisation d'une filière d'extrusion à l'échelle industrielle, avec un état dégradé (Usure et fatigue) pareil donnera des extrudât d'aluminium de très mauvaise qualité ; pollués par des inclusions ferreuses. Dans le cas des essais en le laboratoire, ce cas de figure (inclusions ferreuses dans l'aluminium) s'est présenté dans la piste d'usure du disque en AA6063 présenté dans la **Figure.III.12.c** (après 5400 m de parcours) ; sous formes de taches sombres.

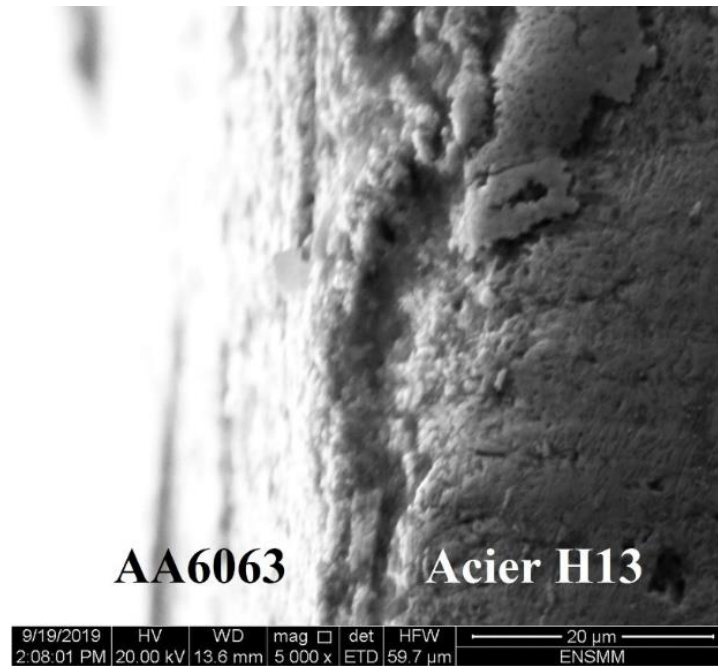


Figure.III.24 : Microstructure en coupe transversale d'un pion d'acier H13 nitruré, après 5400 m de test ; avant dissolution de la couche d'aluminium transférée

Après Dissolution de la couche d'aluminium transférée sur les pions :

L'observation microstructurale de la surface après 5400 m de parcours à 550 ± 1.3 °C (**Figure.III.25**), montre qu'il y eu une unification et une généralisation totale de toutes les rainures observées précédemment après 3600 m de parcours. Les observations microstructurales des parties 'a', 'b' et 'c' en mode d'électrons rétrodiffusés, divisent la surface en deux parties. La première avec un contraste clair, est la matrice d'acier H13 nitruré ; qui présente quelques aspérités hautes striés. Ces aspérités constituent les restes des frontières des joints de grains ayant survécu aux essais d'usure, qui apparaissent parfois avec un aspect arqué. Cela a été confirmé par la présence d'azote, dans leur analyse (Voir analyse EDS n°01 de la **Figure.III.25. d**).

La deuxième partie de surface, avec un contraste sombre, est une zone d'oxydation qui se divise à son tour en deux parties. La première est une zone d'oxydation vitrifiée appelé zone « Glacée », similaire à celle observée dans la **Figure.III.19** (après 1800 m de test); qui s'est formée en couche fine sur la surface d'acier et s'est surement fissuré à cause des fortes sollicitation mécaniques exercés sur la surface. D'après O. Barreau [3] et M.X.Wei et al [103], cette couche fine est typique des aciers à outils pour le travail à chaud ayant 5% de chrome ; et peut aussi se former sur les aspérités des surfaces en contact durant l'usure à chaud. La deuxième partie de la zone sombre, se distingue par la présence de débris métalliques oxydés (Présence d'oxygène comme montré dans les analyses EDS des **Figures.III.22. e-f**.) ; qui se sont détachés antérieurement à partir d'autres zones de la surface et venu s'aggloméré ici.

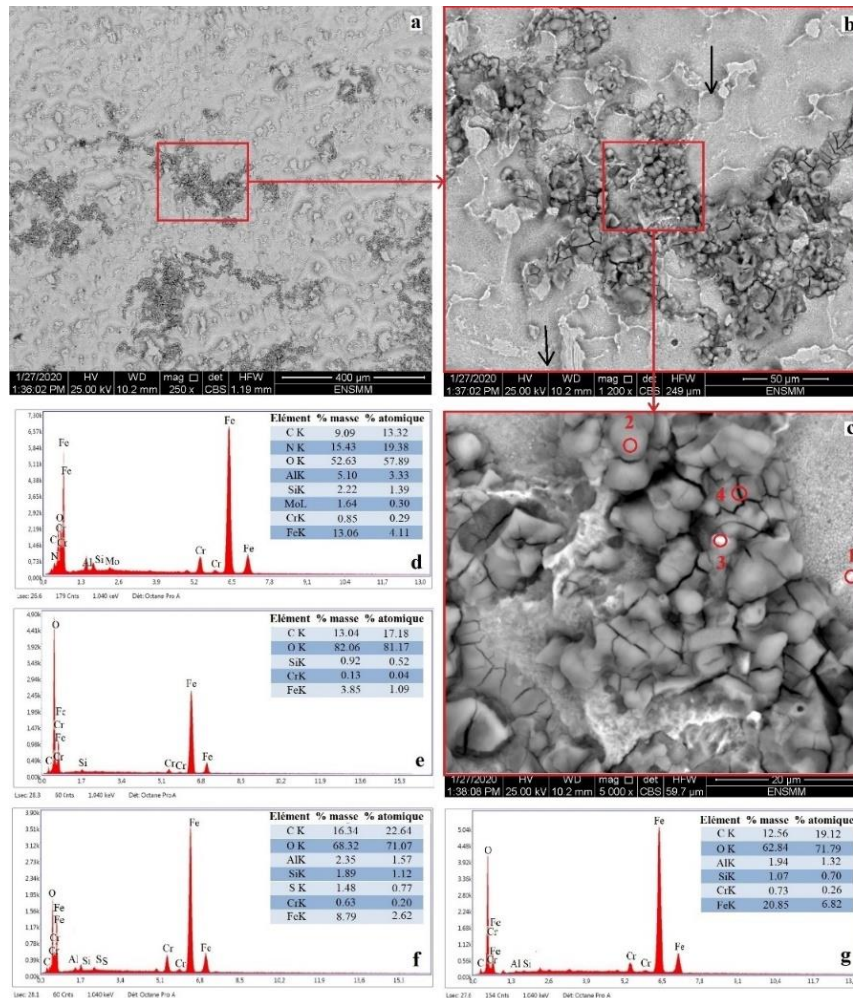


Figure.III.25 : Microstructure MEB en surface après 5400 m de parcours, b) et c) : zoom sur la zone corrodée, d) Analyse de la cible EDS n°01, e) Analyse de la cible EDS n°02, f) Analyse de la cible EDS n°03 et g) Analyse de la cible EDS n°04.

L'observation microstructurale des aspérités striées de la première zone claire (matrice d'acier H13), est montré dans la **Figure.III.26**. Après agrandissement (**Figure.III.26. b**), il s'est avéré que ces stries ; se sont produites dans un sens parfaitement dirigé dans la direction de glissement du disque (Voir la flèche rouge). La formation de ces stries s'est sûrement produite à cause de la présence d'un important nombre de particules métalliques oxydés, dans la matrice d'aluminium ; qui ont agi comme troisième corps abrasif. La deuxième cause pertinente qui a dû provoquer l'apparition de ces stries, est sans doute l'appauvrissement en carbone de la surface à cause de l'occurrence précédemment à 3600 m du phénomène de graphitisation secondaire ; qui a sûrement dû faire chuter la résistance mécanique de la surface d'acier.

Viens s'ajouter à cela le possible adoucissement de la matrice d'acier H13, à cause de l'importante durée de test de 3h (10800 secondes) qui a été utilisée durant les essais à 5400 m de parcours. Ces longues périodes de test peuvent être assimilées à des traitement de revenu à 550°C et plus. D'après M.L. Farès et al [15] et G. Gastro et al [6], l'augmentation des

températures de revenu au-delà de 550°C et la prolongation du temps de travail à haute température, sont les deux facteurs responsables de l'adoucissement de la matrice. Ces deux facteurs provoquent l'initiation de la recristallisation, la séparation et coagulation des carbures, ce qui provoque une chute des propriétés mécaniques.

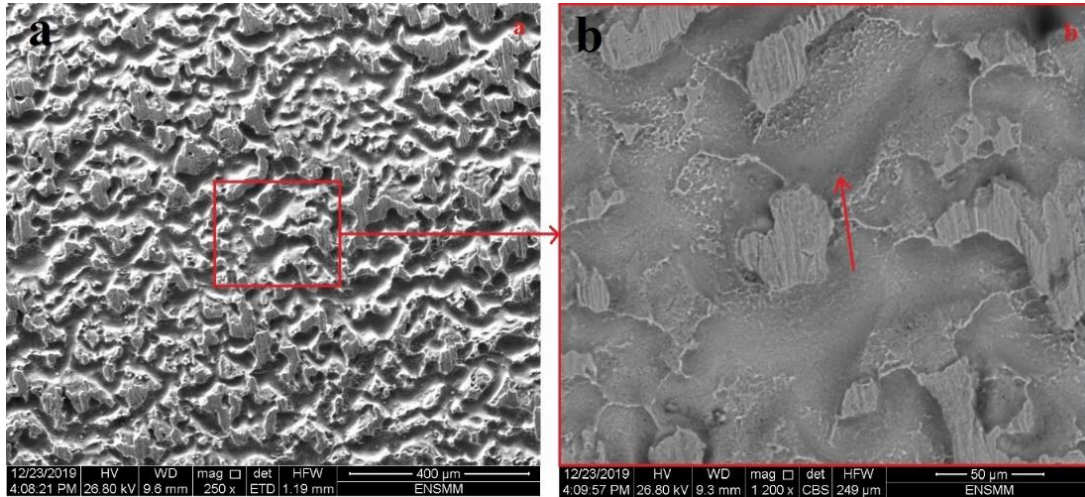


Figure.III.26 : a) et b) Microstructures MEB montrant le phénomène d'abrasion en surface de l'acier H13 nitruré après 5400 m de parcours à 550°C. La direction de glissement est indiquée par la flèche rouge.

L'analyse microstructurale des vallées profondes de la surface de l'acier H13 après 5400 m (Voir **Figure.III.27**) a révélé, comme montré dans la **partie 'a'** ; la présence de cavités qui ont tendance à s'unifier pour atteindre des tailles importantes. L'observation de la même microstructure en mode d'électrons rétrodiffusés (**partie 'b'** de la **Figure.III.27**) a montré ces cavités avec un aspect sombre.

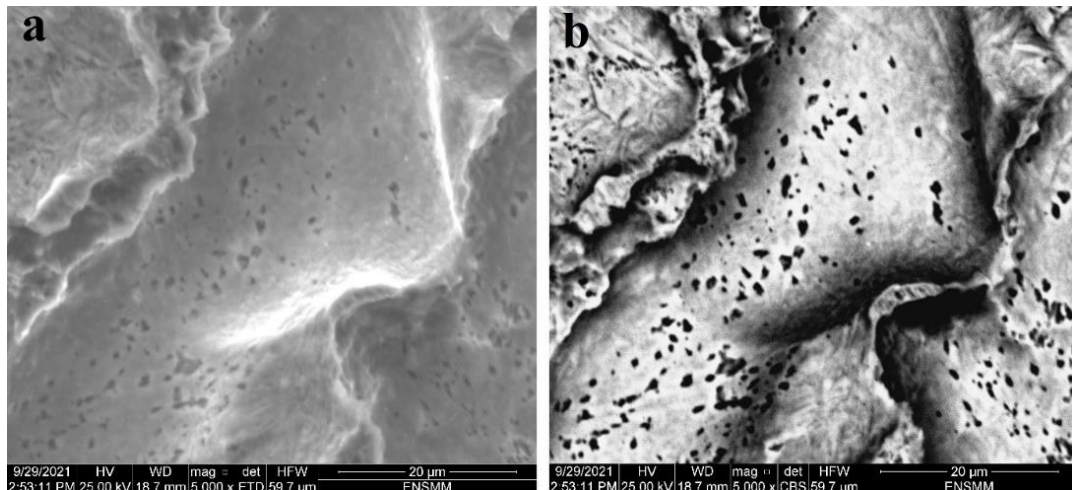


Figure.III.27: Microstructure montrant des cavités dans les vallées profondes de la surface après 5400 m de parcours a) mode d'observation en électrons secondaires ETD b) mode d'électrons rétrodiffusés CBS.

Les analyses EDS de ces cavités après un agrandissement 20000 X (Voir **Figures.III.28. a, b et c**) ; ont révélé la présence de fortes teneurs en chrome avec des pourcentages atomiques égaux à 5.98, 6.52, 5.85 et 6.67 comme montré respectivement dans les cibles EDS n°1,2,3 et 4 des **Figures.III.28. d-g** . Cet accroissement du chrome (régions riches en chrome) indique qu'il y a eu coalescence et grossissement des carbures du type $M_{23}C_6$ [8,13,15] ; qui se sont fracturés et détachés. Ce phénomène serait dû au fait que l'acier H13 testé, aurait subi la plus longue durée de test (plus de 3h) à des températures qui aurait sûrement atteint la barre des 600°C ; en prenant en considération la surchauffe des échantillons causée par les forces de frottement et le cumul de chaleur qui viens s'additionner à la température initiale de 550 ± 1.3 °C. Cela est en conformité avec les constatations faites précédemment par M.L. Fares et al [15] et O. Barreau [3], qui avait stipulé que la réalisation de revenus secondaires à des températures supérieures à 600°C ; avait tendance à provoquer le grossissement des carbures $M_{23}C_6$.

Comme constaté précédemment, le grossissement des carbures $M_{23}C_6$, a provoqué la perte propriétés mécaniques par l'effet d'adoucissement cyclique [6,13,15] et l'initiation de la fissuration grossière [8,16]. Le grossissement des carbures $M_{23}C_6$ est un phénomène récurrent des aciers à moyenne et forte teneur en chrome, qui fait perdre l'aptitude de l'acier à empêcher le grossissement de grains ; ce qui donne lieu à la nucléation et la propagation des fissures [3].

Ces phénomènes de grossissement des carbures, d'adoucissement cyclique et de rupture par fissuration grossière ; peuvent être très néfaste à l'échelle industrielle. Ils provoqueraient une usure sévère sur les filières utilisées, surtout pendant le moment de grandes cadences de production ; qui sont exécutés sans prévoir un système de refroidissement des filières.

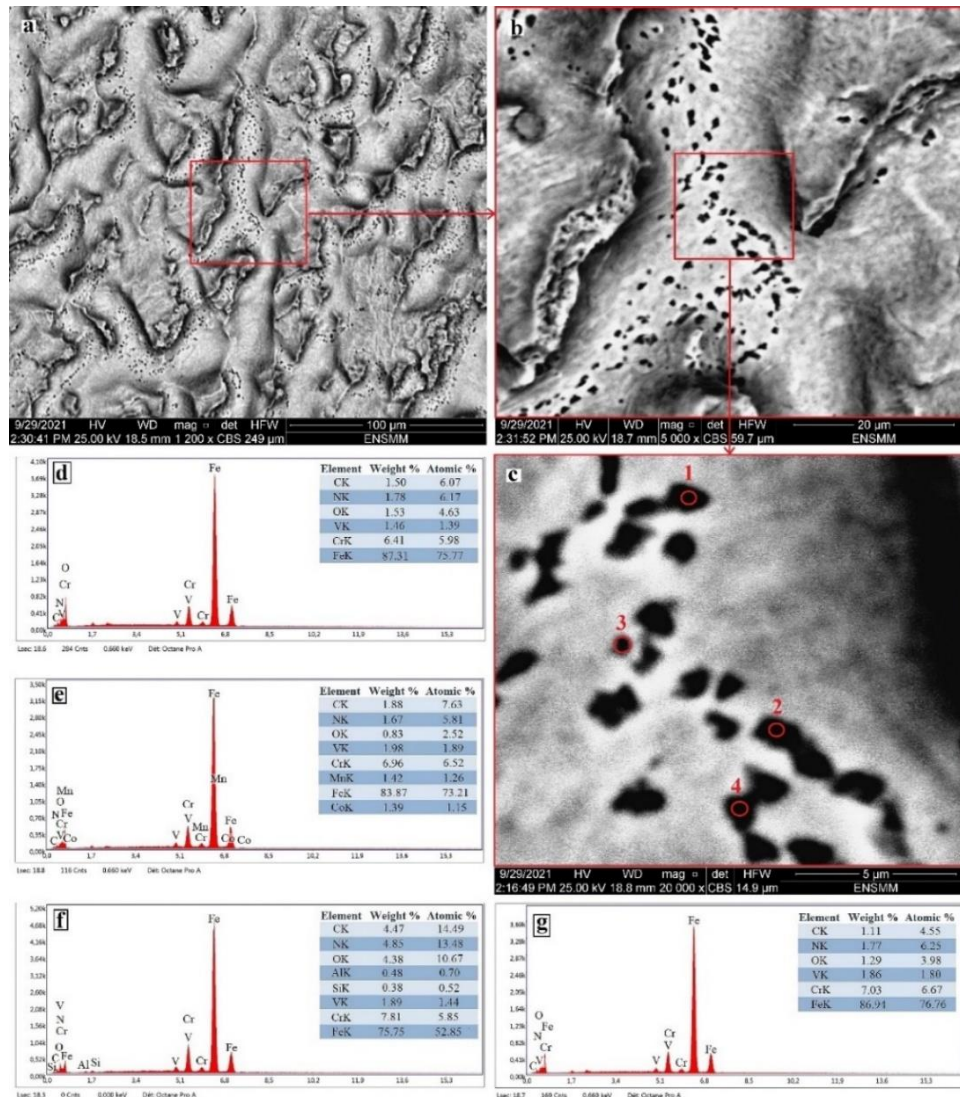


Figure.III.28 : Microstructure MEB montrant les régions de grossissement des carbures a, b et c, d-g) analyses EDS des cavités ou il y a eu détachement des carbures : Cibles 1-4.

III.4.1.2 Echantillons P-BOR800-4

a) Après 1800 m de parcours de test

Avant dissolution de la couche d'aluminium transférée

Les observations microstructurales en coupe transversales des pions en acier H13 boruré (800°C/4h), après 1800 m de parcours (Voir **Figures.III.29. a et b**) ; montrent que la couche de borures de fer a bien résisté aux essais d'usure à chaud (550 ± 1.3 °C) malgré la fissuration et l'écaillage de certaines parties de la couche fragile FeB. La preuve de fissuration et d'écaillage des fragments issues de la phase fragile FeB, a été justifiée par la présence de bore dans la couche d'aluminium transférée sur la surface du pion (Voir analyse de la cible EDS n°01, présentée dans la **Figure.III.29.c**). De son côté la cible EDS n°04, présentée dans la

Figure.III.29. b ; montre un fragment d'usure issu de la phase FeB avant détachement confirmé par l'analyse de la Cible EDS n°04 (**Figure. III.29.f**).

Les deux phases de borures de fer (FeB, Fe₂B) ont pu résister à l'usure et l'écaillage dans les sollicitations mécaniques sévères, durant les essais d'usure à chaud (après 1800 m) ; contre les disques en AA 6063. Cela a été confirmé par la présence de pourcentages atomiques en bore de 48,64% et 29,68 %, dans les analyses EDS des **Figures.III.29. b et c** respectivement (Cibles n°02 et 03) ; faite sur les zones des deux phases FeB et Fe₂B.

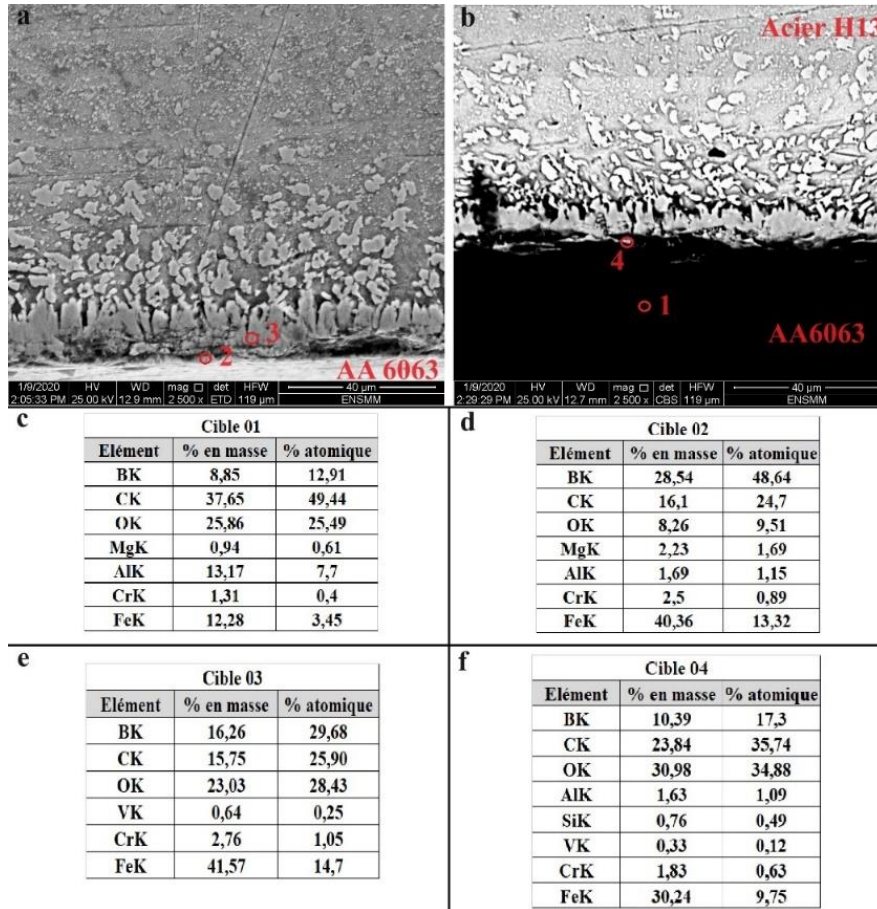


Figure.III.29 : Microstructures MEB en coupe transversale d'un pion de la série P-BOR800-4, après 1800 m d'usure à chaud ; contre des disques en AA6063 : a) Observation en mode ETD, b) en mode CBS, c-d) Résultats d'analyses EDS (Cible 01-04)

Après dissolution de la couche d'aluminium transférée

L'observation microstructurale de la surface d'un pion en acier H13 boruré à (800°C/4h), après dissolution de la couche d'aluminium transférée, est montré dans la **Figure.III.30**. La surface du pion montre qu'il y a eu une fissuration sur les bords du pion, ces fissures débutent sur le bord et se propagent vers l'intérieur de la surface plate (centre) ; dans une direction conforme à la direction de glissement. Cela a été dû à la fissuration de la phase fragile FeB

(Couche fine en surface), qui n'a pas supporté les efforts mécaniques et les chocs répétitifs subis durant l'enfoncement progressif du pion dans le disque d'AA6063 en mouvement.

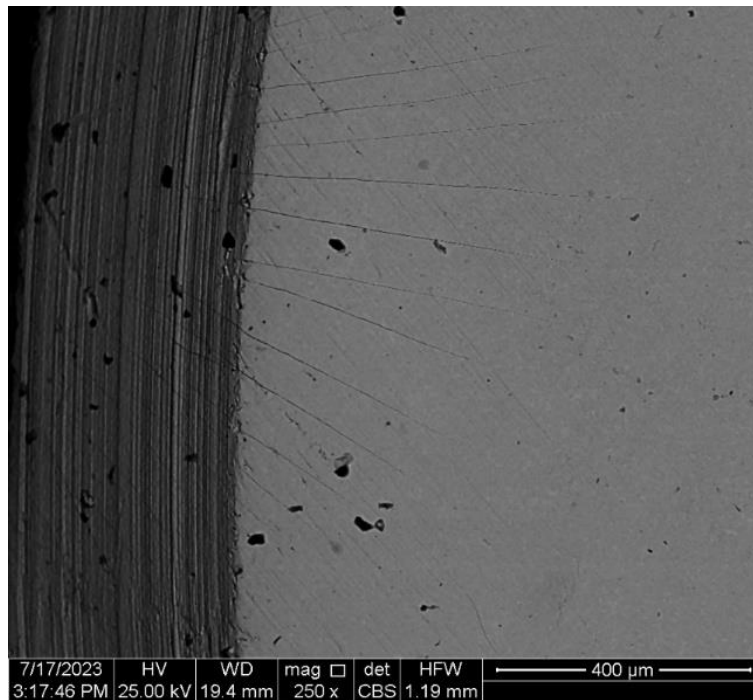


Figure.III.30 : Microstructure MEB en mode CBS d'un pion en acier h13 boruré après 1h (1800 m) de test d'usure à chaud à 550°C, contre un disque en AA6063.

L'observation d'autres surfaces des pions borurés (800°C/4h), testé sous les mêmes conditions de test (Voir **Tableau.15**) ; a montré qu'il y a eu une déformation plastique de la couche de sous surface (Voir **Figure.III.31. a**) ; à cause de sa très faible dureté par rapport à celle de surface. Les faibles valeurs de dureté en sous surface, provoquent sa déformation plastiques et l'apparition de la porosité. Ce qui favorise la rupture de la couche dure de surface par effet de coquille d'œuf [53], avec l'accroissement des sollicitations mécaniques en surface. Les analyses EDS effectuées sur les zones montrées dans les **Figures.III.31. b et c**, ont révélé que cette déformation plastique de la couche de sous surface n'a provoqué que le détachement de petites proportions de surface issues la couche FeB (Présence de bore dans l'analyse n°02 de la **Figure. III.31.e**) ; par adhésion à l'aluminium.

Cependant ce mode d'usure et rupture de la surface ne s'est pas généralisé sur toute la surface comme montré dans les **Figures.III.31. a-c**. Les autres régions de la surface ont montré une couche en surface des borures de fer avec un aspect lisse et intact après 1800 m de distance de test, cela a aussi été confirmé par la présence de bore dans l'analyse EDS n°1 de la **Figure. III.31.d**.

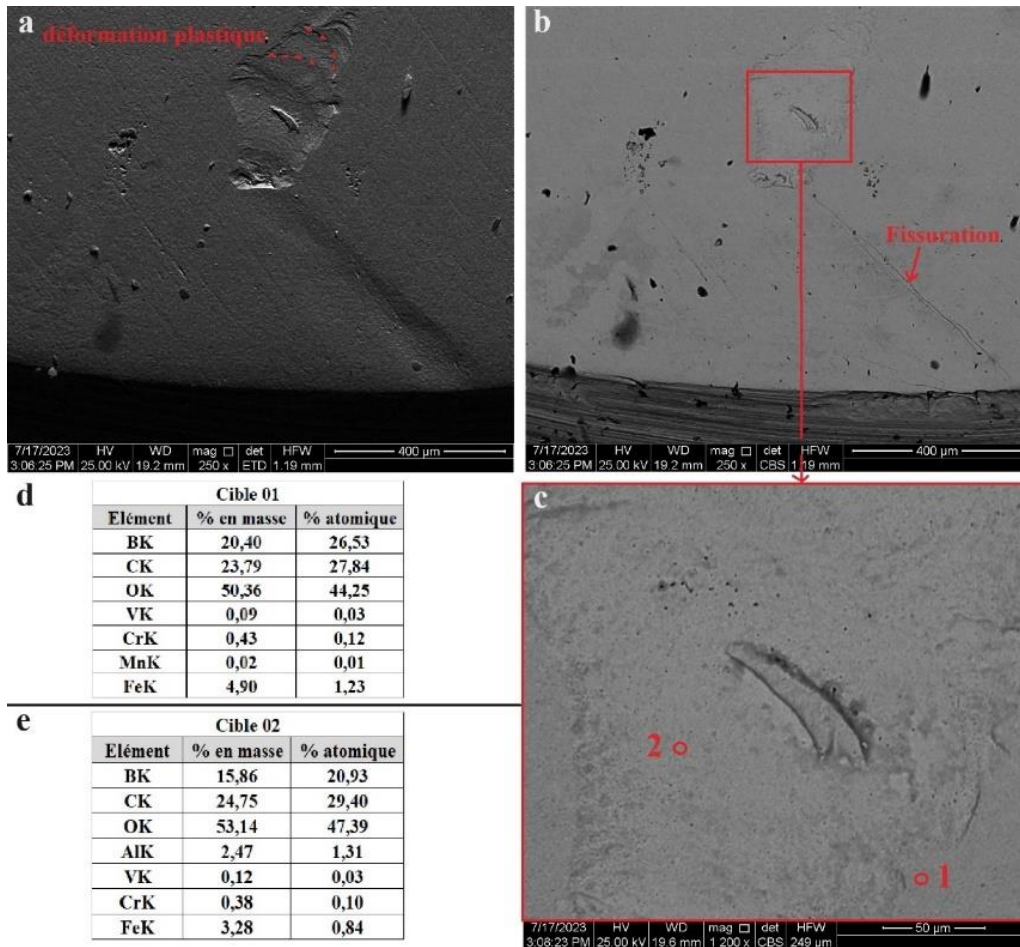


Figure.III.31 : Microstructures MEB en surface sur un pion en acier H13 boruré à 800°C/4h, après 1800 m d'essai d'usure et dissolution de la couche d'aluminium transférée : a) Vue en mode ETD, b) Vue en mode CBS, c) Zoom sur une partie de la microstructure b, d) Analyse EDS (Cible 1) sur une zone de surface intacte, e) Analyse EDS (Cible 2) sur une zone d'écaillage de FeB.

b) Après 3600 m de parcours de test

Après dissolution de la couche d'aluminium transférée

Les résultats d'usure à chaud en surface après 3600 m, sont montrés dans **La Figure. III.32**. Les observations microstructurales dans les parties a-c, montrent qu'il y a eu intensification et évolution d'usure avec le même mécanisme précédemment décrit après 1800 m ; soit par déformation plastique de la couche de sous surface et rupture de la couche en surface par effet de coquille d'œuf. La rupture s'est faite suivant une direction bien déterminée conforme à celle de la direction de rotation du disque en aluminium (Voir flèche rouge dans la **Figure.III.32. b**). Toutefois, malgré ce long parcours de test d'usure à chaud ; la couche de borures de fer en surface à une autre fois réussi à surmonter les conditions sévères des essais d'usure à chaud contre l'AA6063. La couche de borures de fer a éprouvé, une grande résistance à l'oxydation à haute température.

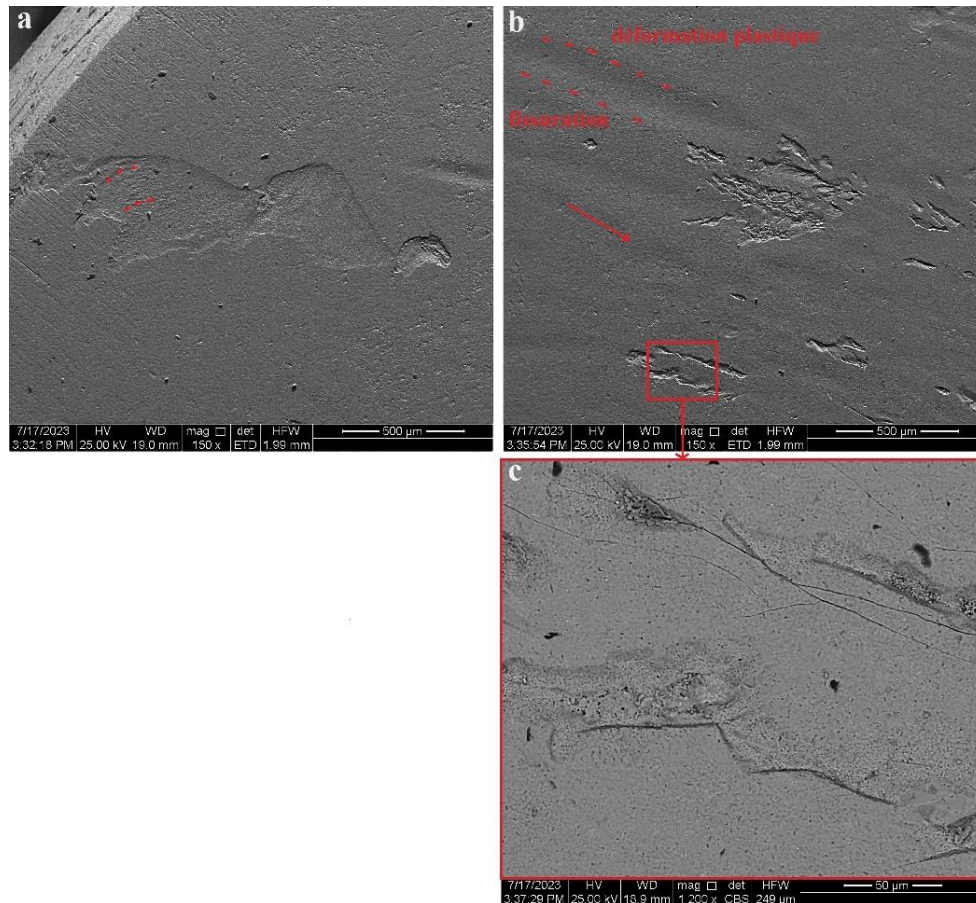


Figure.III.32 : Microstructures MEB en surface d'un pion de la série P-BOR800-4, après essais d'usure à chaud à 550°C et une distance de glissement de 3600 m : a) écaillage de la couche FeB en surface après déformation plastique en sous surface, b) Fissuration de la couche de surface suite à la déformation plastique de sous surface, c) Zoom sur une zone d'écaillage, la direction de glissement est indiquée par la flèche rouge

c) Après 5400 m de parcours de test

Avant dissolution de la couche d'aluminium transférée

La **Figure.III.33** : présente l'aspect métallographique en coupe transversale des pions (P-BOR800-4), après 5400 m de test d'usure à chaud. La couche de borures de fer a montré une autre fois, une grande performance de résistance à l'usure et à l'oxydation, après un tel parcours de test d'usure à chaud (5400 m) ; contre l'AA6063. Les microstructures MEB des parties 'a' et 'b' de cette même figure, montrent une couche de borure de fer intacte, mis à part quelques fissurations sur la phase fragile FeB (Voir analyse EDS n°02 de la **Figure.III.33. c**). Mais dans l'ensemble, la couche de borures de fer n'a pas été détériorée sous l'action de la couche d'aluminium transférée (montré par l'analyse EDS n° 1 de la partie 'c' de cette même figure). D'un autre côté, l'analyse EDS n°03 (**Figure.III.33. e**) ; a montré la présence de silicium dans la zone de transition. La présence de cet élément dans la zone de transition, provoque une chute de dureté [48, 50, 51,53].

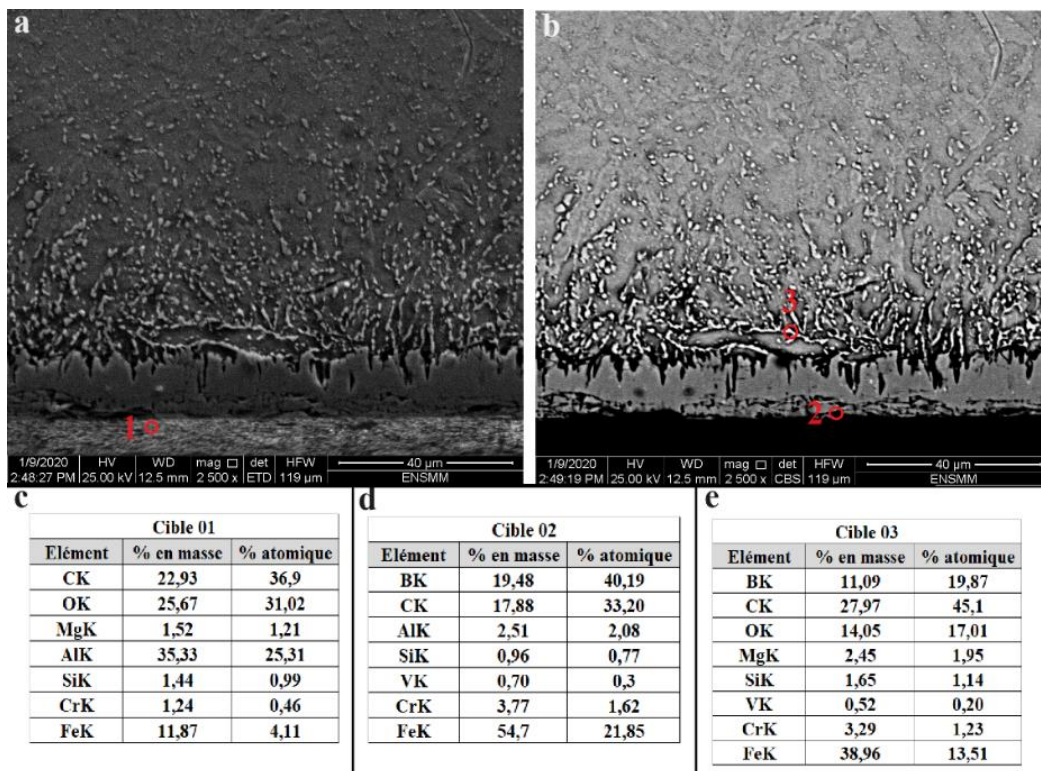


Figure. III.33 : Microstructures MEB en coupe transversale d'un Pion en acier H13 boruré après 5400 m de distance de test : **a)** Mode ETD, **b)** Mode CBS, **c-e)** analyses EDS des cibles 01, 02 et 03 respectivement.

Après dissolution de la couche d'aluminium transférée

Les observations microstructurales en surface, des pions en acier H13 boruré à (800°C/4h), (Voir **Figure.III.34. a et b**) ; montrent des caractéristiques d'usure similaires à celles observés avec les conditions de test précédentes (1800 et 3600 m). Malgré l'utilisation de la plus longue distance de test (5400 m) et la plus longue durée de test (3h), les pions borurés n'ont été usés que superficiellement, avec une usure non généralisée sur la surface (**Figure.III.34. a**). La **Figure.III.34. b** montre qu'il a eu un affaissement de la couche de sous surface (déformation plastique), qui a mené au phénomène d'usure par effet de coquille d'œuf [53] qui a tendance à démarrer sur les bords du pion et se généraliser en allant vers le centre de la surface.

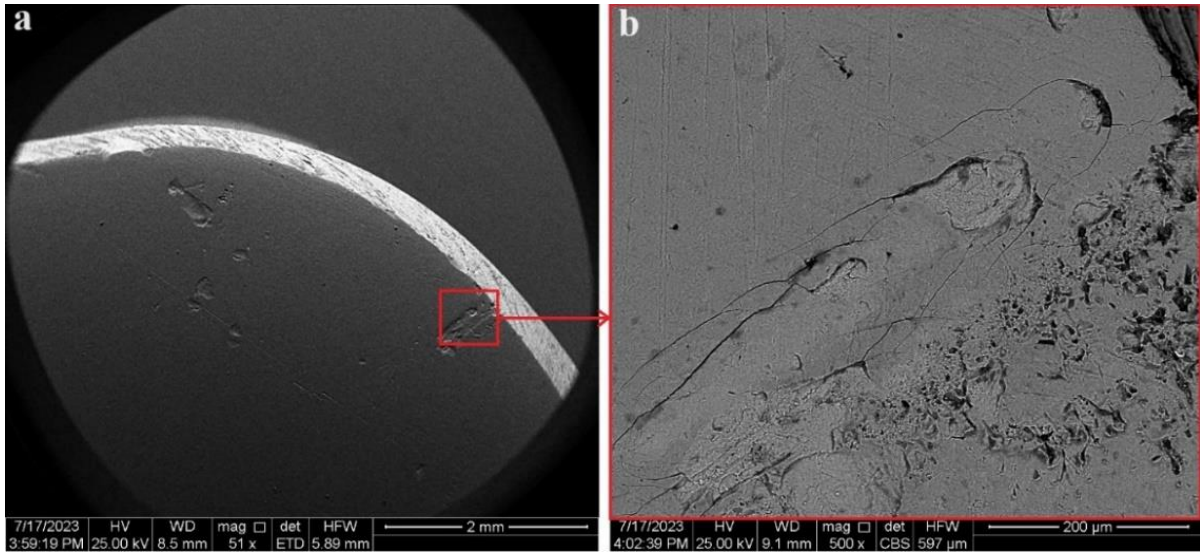


Figure.III.34 : Observations Microstructurales en surface de l'acier H13 boruré après 5400 m de distance de test d'usure à chaud à 550°C pendant 3h.

III.4.1.3 Echantillons P-BOR900-6

a) Après 1800 m de parcours de test

Avant dissolution de la couche d'aluminium transférée

L'exemple d'observations microstructurales en coupe transversales des échantillons en acier H13 boruré à 900°C pendant 6h, est montré dans la **Figure.III.35**. Il y a eu fissuration, fragmentation, puis détachement de la couche de borures de fer FeB, connue pour son caractère dure et fragile. Le détachement et l'écaillage en surface de cette couche (FeB) a laissé des cratères d'environ 16 μm de profondeur, qui ont été remplis d'aluminium (Comme clairement montré par la **Figure.III.35. a** et l'analyse EDS n°01 de la **Figure.III.35. b**).

La microstructure montre aussi un affaissement de la couche de Fe₂B (Confirmée par l'analyse EDS n°2 de la **Figure.III.35. c**), due sûrement à la déformation de la ZT (zone de transition) riche en silicium ; comme déjà évoqué pour le cas des échantillons P-BOR800-4.

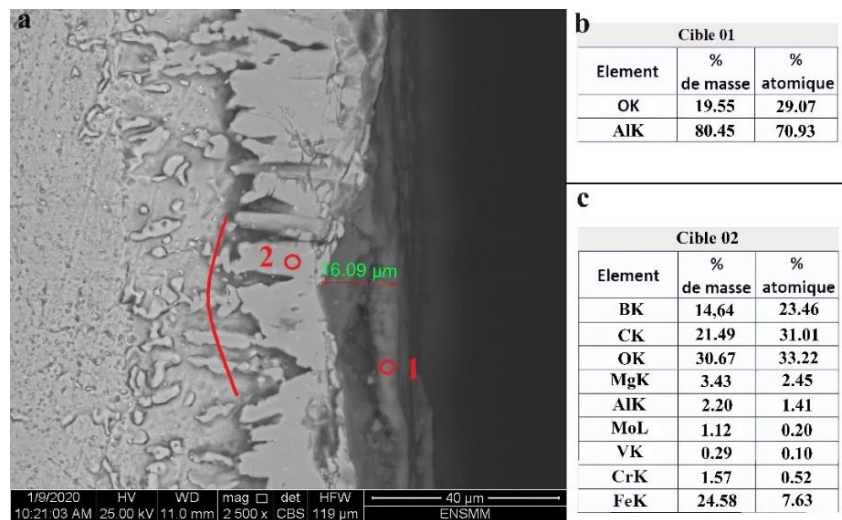


Figure.III.35 : Microstructure MEB en coupe transversale d'acier H13 Boruré (900°C/6h), après 1800 m de test d'usure à chaud contre un disque en AA6063 ; avant élimination de la couche d'aluminium transférée

Après dissolution de la couche d'aluminium transférée

Les résultats d'usure à chaud d'un pion en acier H13 boruré à 900°C/ 6h, après 1800 m, sont montrés dans les microstructures MEB **Figure. III.36. a-c**. Ces derniers montrent qu'il y a eu une usure par fissuration de la couche fragile de borure de Fer « FeB », qui s'est amorcée sur les bords des pions ; pour se propager ensuite vers son centre. La fissuration s'est associée à un phénomène d'écaillage intense des parties précédemment fragmentées, sur les bords du pion, probablement par détachement adhésif (Collage à l'AA6063). A ce stade de test (1800 m de parcours) l'analyse des zones du centre de surface de ce même pion n'a révélé qu'une fissuration en surface sans écaillage.

La différence du coefficient de dilatation thermique ' α ' entre les phases FeB et Fe₂B (celui de la phase FeB est 3 fois supérieure à celui de la Phase Fe₂B) [4,48,50, 52, 53, 60], peut aussi être tenue comme responsable pour la fissuration, la rupture et écaillage de la phase FeB.

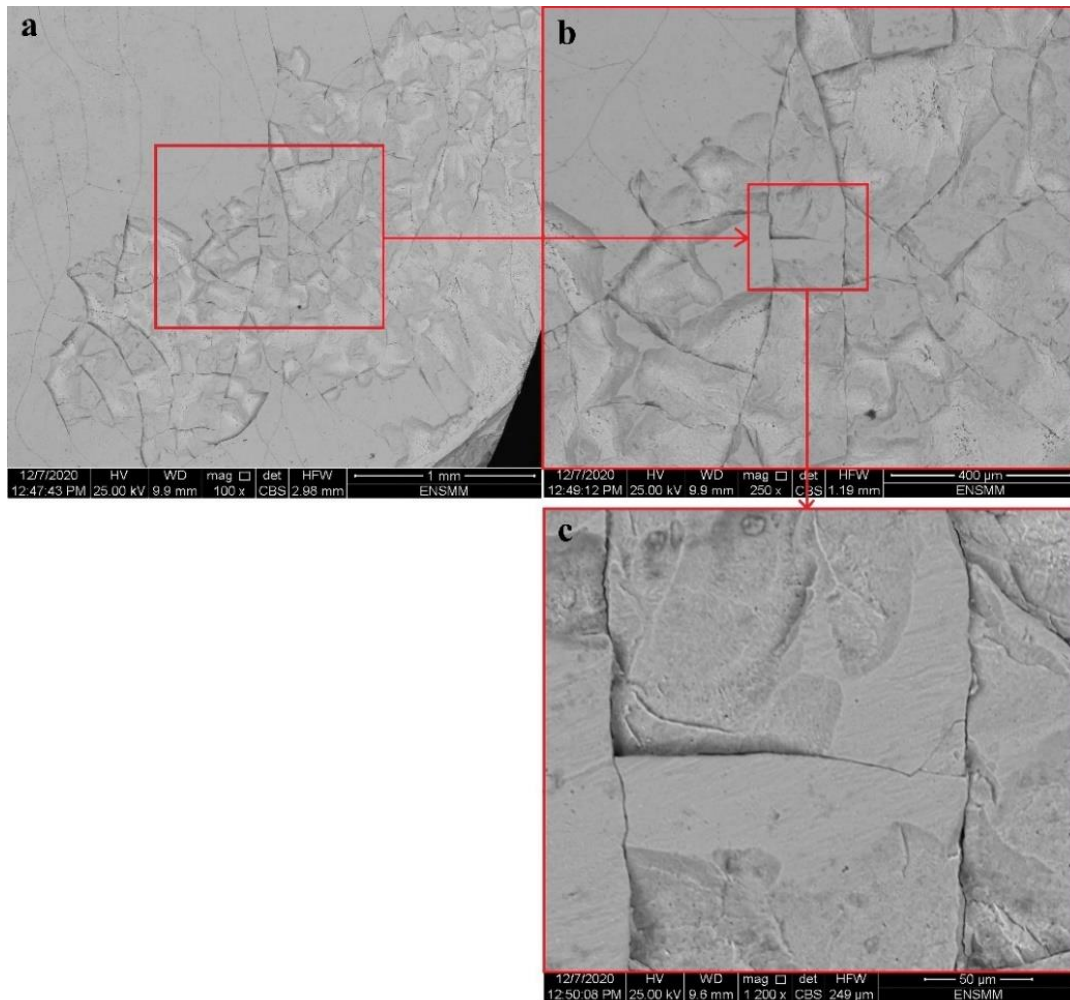


Figure.III.36 : a-c) Microstructure MEB en surface des pions en acier H13 borurés à 900°C/6h, après 1800 m de parcours de test d’usure à chaud.

b) Après 3600 m de parcours de test

Après dissolution de la couche d’aluminium transférée

Les Observations microstructurales des pions en acier H13 borurés après 3600 m de distance de test (Voir **Figure.III.37**), ont démontré des mêmes caractéristiques d’usure en surface similaires à celle observés après 1800 m de distance de test ; à savoir la fissuration, la rupture et l’écaillage de la couche de borure de fer FeB. Due surement à la faible ténacité de la couche épaisse ($34,55 \pm 7,46 \mu\text{m}$) de FeB en surface, et de la probable déformation plastique de la ZT.

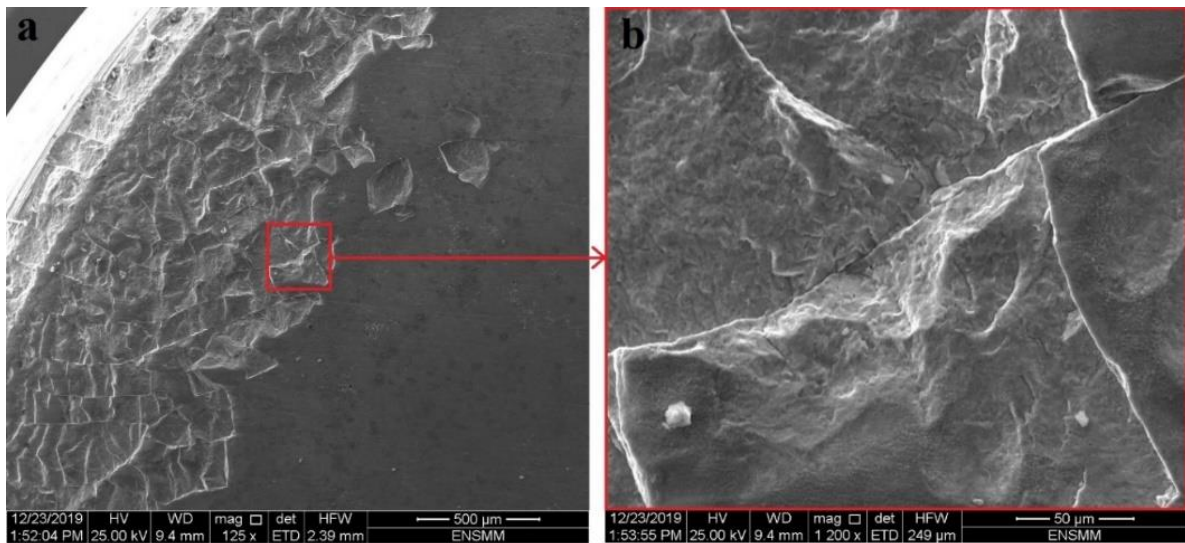


Figure.III.37 : Microstructure MEB en surface d'un pion en acier H13 boruré à 900°C/6h, après 3600 m de distance de test.

c) Après 5400 m de parcours de test

Avant dissolution de la couche d'aluminium transférée

L'analyse microstructurale en coupe transversale, après 5400 m de distance de test, représenté dans les **Figures.III.38. a et b** ; montrent une couche de FeB (analyses EDS n°2 et 3, des **Figures.III.38.d et e** respectivement) très fissurée et dégradée. Qui s'est presque détachée en totalité sous le pouvoir adhésif d'aluminium. La **Figure.III.38. b**, montre une couche d'aluminium ayant un contraste sombre ; contaminée par des particules claires issues sûrement de la couche de FeB écaillée. Cela a été confirmé par la présence de bore dans la cible EDS n°01 de la Figure. 008-b.c. Cependant la couche de Fe₂B est restée intacte (analyse EDS n°4 de la **Figure.III.38. f**), malgré la déformation de ZT.

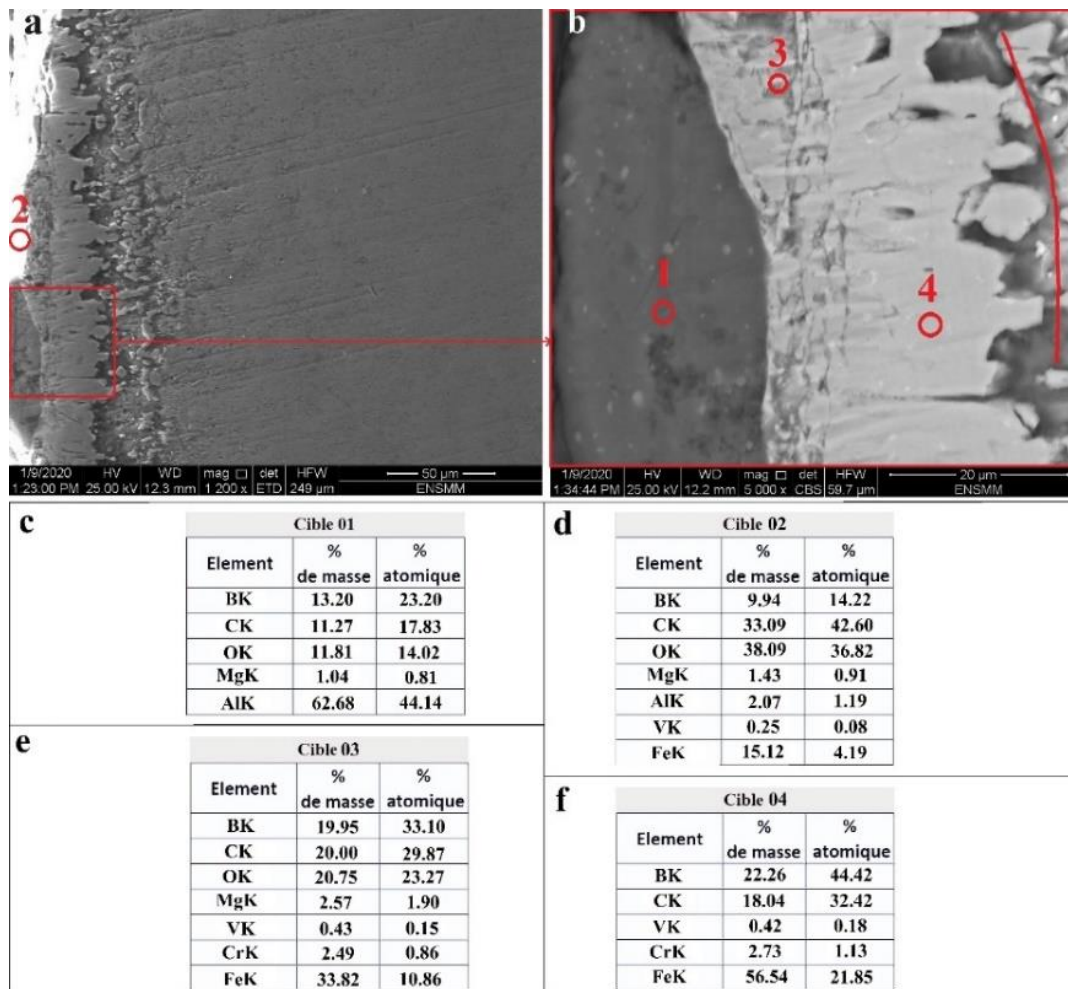


Figure.III.38 : Observations microstructurales en coupe transversale d'un échantillon en acier H13 boruré à 900°C/6h, après 5400 m de parcours de test avant élimination de la couche d'aluminium transférée : a et b), c-f) Analyses EDS des cibles 1-4.

Après dissolution de la couche d'aluminium transférée

L'analyse en surface après 5400 m de test d'usure (**Figure.III.39. a-c**), confirme la détérioration avancée de la surface par écaillage de la couche fragile de FeB par fissuration, rupture et écaillage par adhésion à l'aluminium. Toutefois cette même microstructure n'a montré aucune trace d'oxydation en surface même après cette longue période de test (3h). Cela justifie la présence encore de la phase Fe₂B, qui protège la surface.

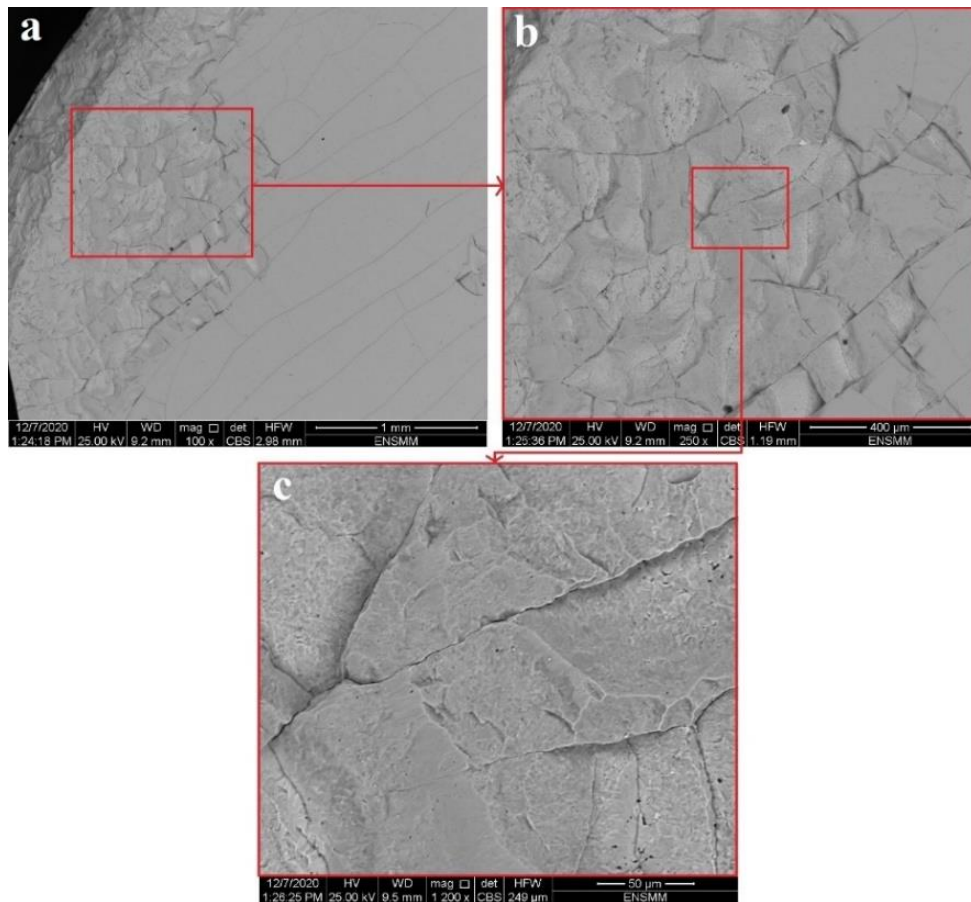


Figure.III.39 : a-c) Observations microstructurales MEB en surface d'un pion P-BOR900-6, après 5400 m de distance de test d'usure à chaud.

III.4.2 Analyses par DRX

III.4.2.1 Echantillons P-NIT

a) Après 1800 m de parcours de test

La **Figure.III.40** montre le spectre DRX d'un échantillon en acier H13 nitruré, ayant parcouru 1800 m de distance de test d'usure dans les conditions rapportées dans le **Tableau.15**. En comparant ce spectre avec le spectre déjà démontré dans **la Figure.III.3** (état de référence avant usure), il a été constaté la disparition des pics de diffraction de la phase de nitrure de fer $\epsilon\text{-Fe}_{2-3}\text{N}$ suivant les angles de diffraction de 38.134° , 41.050° , 68.918° et 76.504° et la diminution de l'intensité du pic suivant l'angle 43.523 . Ces angles ont été présentés par rapport aux valeurs des angles théoriques de la phase la phase $\epsilon\text{-Fe}_{2-3}\text{N}$ de la carte PDF2-2004 référencée 01-073-2101.

La disparition et/ou la diminution de la proportion de la phase ε -Fe₂₋₃N, est due probablement à son oxydation et sa transformation en Fe₃O₄ [7] ; sans oublier l'écaillage de la couche de nitrures à cause de la fissuration par fatigue ainsi que le détachement par adhésion avec l'aluminium (comme montré précédemment par analyses MEB et EDS).

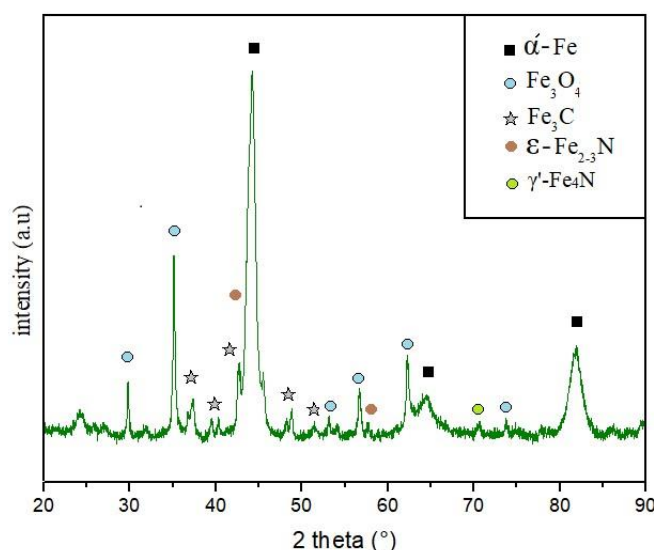


Figure.III.40: Spectre DRX en surface d'un pion en acier H13 nitruré, après un parcours de test de 1800 m d'essai d'usure à chaud.

b) Après 3600 m de parcours de test

Le spectre DRX après 3600 m de test (Voir **Figure.III.41**), a été majoritairement composé des pics de diffraction de la phase α' -Fe suivant les angles de diffraction théoriques de 44.667°, 65.028° et 82.342° (Carte PDF2-2004 Réf: 01-087-0721), avec presque la disparition des totalités des pics de diffraction de la cémentite Fe₃C (mis à part des petites diffractions suivant les angles 2 θ de 37.478 et 37.606 ° de la carte PDF2-2004 référencée 03-065-0393). Ce résultat vient un autre fois soutenir les résultats précédemment discutés après Observations MEB et analyses EDS, des échantillons testés à chaud à (550 ± 1,3 °C) après 3600 m de parcours (Voir **section III.4.1.1.b**) ; qui ont validé l'hypothèse de décomposition de la cémentite en α -Fe et graphite. Cette décomposition s'est faite après occurrence du processus de graphitisation secondaire.

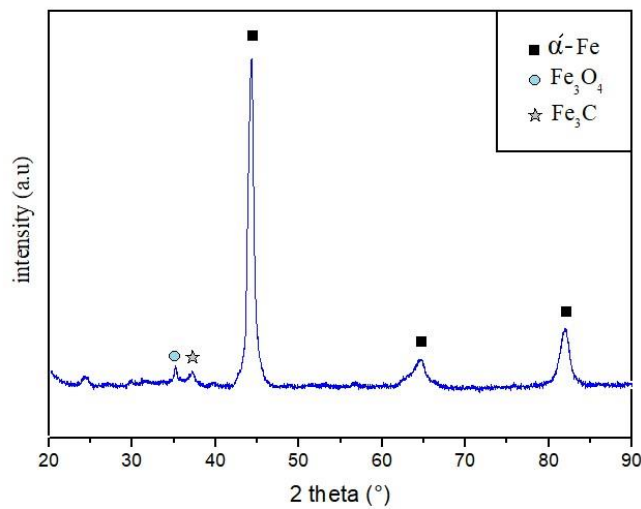


Figure.III.41 : Spectre DRX en surface d'un échantillon en acier H13 nitruré, après un parcours de test de 3600 m d'essai d'usure à chaud.

c) Après 5400 m de parcours de test

Les résultats obtenus dans le spectre DRX après 5400 m, sont présentés dans la **Figure.III.42**. La figure présente des résultats similaires à ceux obtenus après 3600 m, avec la présence en majorité des pics de diffraction de la matrice α'-Fe et de très petits pics de diffraction issues de la phase Fe₃O₄. Cela est tout à fait en accord avec les résultats des observations MEB et analyses EDS de la section **III.4.4.1.c**, qui ont démontré la présence d'une couche fine d'oxydes sur la surface de la matrice d'acier H13 et des agglomérés de particules d'oxydes.

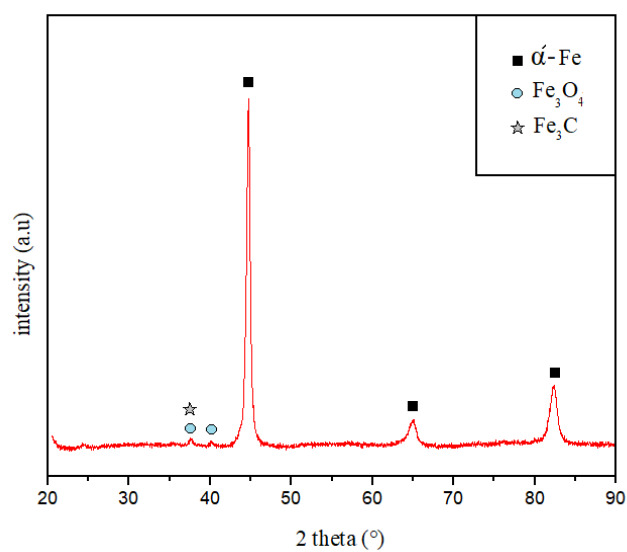


Figure.III.42 : Spectre DRX en surface d'un échantillon en acier H13 nitruré, après un parcours de test de 5400 m d'essai d'usure à chaud.

III.4.3 Analyses par Profilométrie 3D et paramètres de surface et de volume (ISO 25178-2)

III.4.3.1 Echantillons P-NIT

a) Evolution des paramètres de surface Sa et Sz en fonction de la distance de test :

La Figure.III.43 : démontre l'évolution des valeurs de Sa, en fonction de la distance de test ; après essais d'usure à chaud à $550^{\circ}\text{C} \pm 1.3^{\circ}\text{C}$. Il y a eu un accroissement des valeurs de Sa, avec l'évolution de la distance de test ; suivant une allure presque linéaire. La valeur moyenne de Sa à l'état de référence (Acier H13 nitruré à l'état intact) a été calculée à $0.236 \pm 0.036 \mu\text{m}$, ensuite cette valeur a évolué à $1.208 \pm 0.215 \mu\text{m}$ après 1800 m de test ; ensuite à $3.208 \pm 0.296 \mu\text{m}$ après 3600 m. Pour atteindre enfin la valeur moyenne de $4.73 \pm 0.636 \mu\text{m}$ après 5400 m de parcours. L'accroissement progressif de ce paramètre de surface témoigne, l'accroissement de la rugosité de surface, qui s'accompagne d'un accroissement intense des forces de frottement et de contraintes de cisaillement. Qui agissent sur les surfaces des pions en acier H13 et des disques en aluminium. De tels accroissements de rugosité provoquent la dégradation accélérée des états de surface et peut s'avérer néfaste à l'échelle industrielle. L'utilisation de filière d'extrusion avec une telle rugosité de surface (surtout après 3600 et 5400 m de parcours), se répercutera directement sur les états de surface des profilés extrudés ; par l'apparition des lignes de filières, des micro lignes des filières et l'incrustation de particules ferreuses dans la peau des produits extrudés [1,75], cela vient soutenir les constatations déjà faites après observations MEB et analyses EDS.

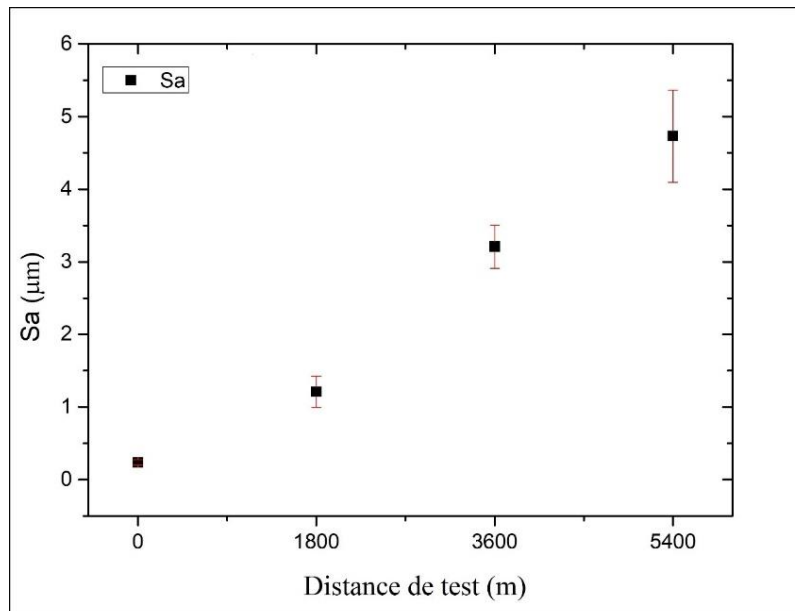


Figure.III.43 : Evolution de la hauteur moyenne arithmétique de surface 'Sa' en fonction la distance de glissement après test d'usure à $550^{\circ}\text{C} \pm 1.3^{\circ}\text{C}$.

La Figure.III.44 montre l'évolution de Sz, des pions en acier H13 nitruré en fonction de la distance parcourue (0, 1800, 3600 et 5400 m), après tests d'usure à chaud ($550 \pm 1,3^\circ\text{C}$). Avant début des essais (état de référence), la valeur moyenne de Sz ; a été calculée à $5.454 \pm 1.255 \mu\text{m}$. Ensuite, cette valeur a évolué $39.529 \pm 4.388 \mu\text{m}$ après 1800 m de test. Puis elle a évolué à $44,120 \pm 9,71 \mu\text{m}$ après 3600 m. Pour atteindre enfin, une valeur maximale de $56.816 \pm 4.374 \mu\text{m}$; après 5400 m de parcours.

L'évolution brusque de la pente de la droite d'évolution de Sz entre 0 et 1800 m, avec des valeurs allant de $5,454 \pm 1.255 \mu\text{m}$ à $39,529 \pm 4,388 \mu\text{m}$; se justifie par la formation microcratères dans une direction verticale à celle de la direction de glissement. Comme précédemment évoqué et observé (par MEB et EDS), la formation de ces microcratères ; est provoqué par fatigue, fissuration le long des joints de grains et détachement de matière par adhésion. L'abaissement de cette pente de droite d'évolution entre 1800 et 3600 m, avec des valeurs allant de $39,529 \pm 4,388 \mu\text{m}$ à $44,120 \pm 9,71 \mu\text{m}$; se justifie par l'évolution de l'usure en surface dans une direction préférentielle parallèle à la direction de glissement au détriment de la direction verticale de la force normale appliquée. Cette évolution préférentielle, provoque comme constaté précédemment lors des observations MEB ; l'unification des microcratères initialement formées à 1800 m et la formation de rainures suivant la direction de glissement de l'aluminium en contact avec la surface d'acier. Cette évolution et unification horizontale des microcratères, justifie la grande valeur de l'écart type après 3600 m de glissement. Ce grand écart type ($9,71 \mu\text{m}$), qui a été constaté pour les valeurs de Sz après 3600 m de distance de glissement ; justifie que l'évolution de l'usure en surface entre 1800 m et 5400 m suit une direction préférentielle horizontale à la surface au détriment de la direction verticale. Car les valeurs moyennes des hauteurs maximales de surface propres à des distances de 3600 m peuvent où bien coïncider avec des valeurs de 5400 m, ou bien coïncider avec des valeurs de 1800 m ; ce qui les placent tout à fait au centre.

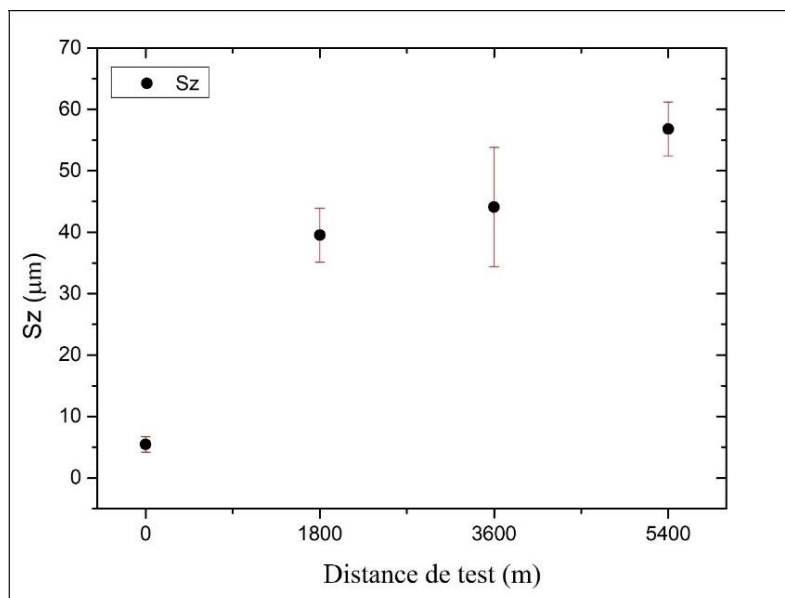


Figure.III.44 : Evolution de la hauteur maximale de surface Sz en fonction de la distance de glissement après test d'usure à chaud à $550^\circ\text{C} \pm 1.3^\circ\text{C}$.

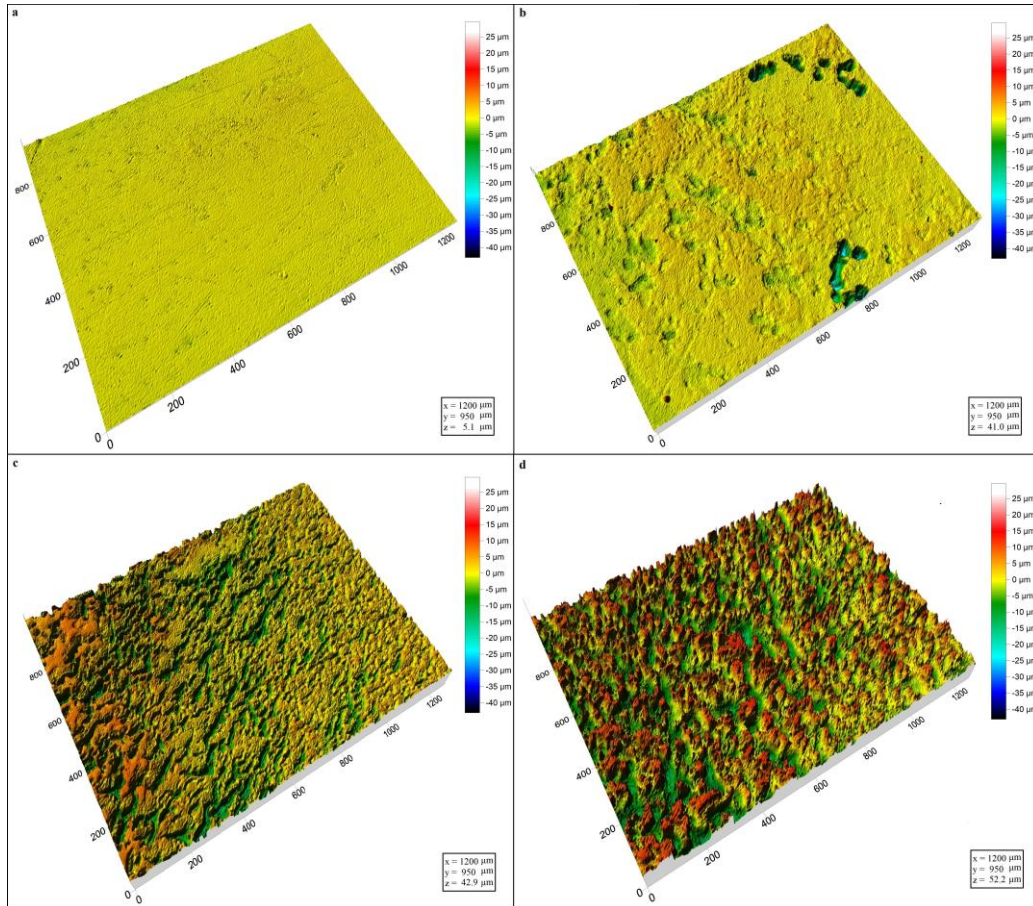
b) Evolution des topographies de surface 3D en fonction des distances des test d'usure

L'évolution de la topographie de surface en fonction de la distance de glissement, des pions en acier H13 nitruré ; est montrée dans la **Figure.III.45** (les données ont été mesurées par profilométrie 3D puis traités par le logiciel Surfer 11 ®). Ces illustrations graphiques, après des distances de test de 0 (état de référence), 1800, 3600 et 5400 m ; sont en parfaite conformité avec les observations faites précédemment lors des analyses des microstructures au MEB et montrent pertinemment l'évolution progressive de l'usure en surface en fonction du temps et parcours de test. L'utilisation des topographies de surface 3D pour montrer les états de surfaces après usure a déjà été utilisé précédemment par Y. Birol [19,46, 22], pour caractériser l'évolution de l'usure sur des échantillons en acier h13 à l'échelle laboratoire et/ou pour étudier les topographies de surface d'un canal de filière après fin de vie. Elle a aussi été utilisée par S. Rubach et al [101], pour évaluer l'usure dans les chemises des cylindres pour les moteurs à combustions utilisés dans l'automobile.

L'illustration graphique de la topographie de surface à l'état initial (état de référence) de la **Figure.III.45. a**, montre un aspect homogène, sans aspérité, ni rayures. La topographie de surface observée après 1800 m de parcours de test (Voir **Figure.III.45. b**), montre une surface qui est divisé en trois régions ; comme précédemment observé dans les microstructure MEB de la **Figure.III.18**. Une première région située dans le sommet correspondant à la couche de nitruration intacte avec un aspect qui tend vers la couleur orange, la seconde région (couche de diffusion) en dessous de la couche de nitruration ; et enfin une troisième zone où il y a eu la formation de microcratères profonds.

Les observations des topographies de surfaces après 3600 m de parcours et 5400 m de parcours, qui sont illustrés respectivement dans les **Figures.III.45.c et d** ; soutiennent les conclusions tirées précédemment ci-dessus après observations MEB. Qui avait stipulé que l'évolution de l'usure des surfaces à partir de 1800 m se faisait suivant une orientation horizontale par rapport à la surface, avec l'apparition et l'évolution de rainures larges issues de l'unification des microcratères précédemment formés ; qui sont accompagnés de l'évolution des vides du cœur et des vallées dans ces surfaces. Comme déjà évoqué précédemment, l'utilisation de filières d'extrusion ayant des topographies de surfaces similaires (Voir **Figures.III.45.c et d**) ; est totalement déconseillée (répercussion sur les produits extrudés : défauts surfaciques, lignes de filière et micro-lignes de filière, inclusions ferreuses...etc.).

L'apparition de surface ayant des topographies similaires à l'échelle industrielle nécessitera, soit la rectification des filières (Si le stade de perte de cotation dans les produits finis, n'a pas été atteint) ; soit son remplacement total.



La Figure.III.45. Evolution de la topographie de surface en fonction de la distance de glissement après essais d'usure à $550 \pm 1.3^\circ\text{C}$: a) Etat de référence (0m), b) après 1800 m d'essai, c) après 3600 m et d) après 5400 m [99].

c) Evolution des paramètres de volume en fonction des distances de tests d'usure

L'évolution des paramètres de volume (norme EN ISO 25178-2), en fonction de la distance de test à $550^\circ\text{C} \pm 1.2^\circ\text{C}$; est présenté dans la **Figure.III.46**. Ces paramètres ont été tirés en intégrant la courbe de rapport de matière (Courbes d'Abbott-Firestone) par rapport aux limites spécifiés dans ladite norme, soit 10% et 80%.

Dans les **Figures.III.46. a-d**, il y a eu une évolution progressive des paramètres V_{mp} , V_{mc} , V_{vc} et V_{vv} en fonction de la distance de glissement. V_{mp} a évolué d'une valeur initiale de $0.017 \pm 0.006 \mu\text{m}^3 / \mu\text{m}^2$ à l'état de référence, à une valeur finale de $0.181 \pm 0.028 \mu\text{m}^3 / \mu\text{m}^2$ après 5400 m de test ; soit une évolution d'environ 10 fois.

V_{mc} a évolué d'une valeur initiale de $0.231 \pm 0.047 \mu\text{m}^3/\mu\text{m}^2$ à l'état de référence, à une valeur finale de $5.22 \pm 0.795 \mu\text{m}^3/\mu\text{m}^2$ après 5400 m de distance de test ; soit une évolution d'environ 22 fois. V_{vc} a évolué d'une valeur initiale de $0.304 \pm 0.072 \mu\text{m}^3/\mu\text{m}^2$, à l'état de référence à une valeur finale de $8.288 \pm 1.983 \mu\text{m}^3/\mu\text{m}^2$; soit une évolution d'environ 27 fois. V_{vv} a évolué d'une valeur initiale de $0.034 \pm 0.006 \mu\text{m}^3/\mu\text{m}^2$ à l'état de référence, à une valeur finale de et $0.487 \pm 0.048 \mu\text{m}^3/\mu\text{m}^2$ après 5400 m ; soit une évolution d'environ 14 fois.

Ces évolutions démontrent une autres fois, qu'après 1800 m de tests d'usure à $550^\circ\text{C} \pm 1,3^\circ\text{C}$; l'évolution de l'usure s'est faite suivant une direction horizontale par rapport à la surface usée (les valeurs de paramètres de volume du cœur volume V_{mc} et V_{vc} ont évolué de 22 fois et 27 fois respectivement entre 0 et 5400 m de distance,). Cela est dû en grande partie à l'occurrence simultanée de plusieurs phénomène et mécanismes ayant mené à l'usure accélérée. A savoir, la fatigue et la fissuration, l'oxydation, le détachement adhésif, la coalescence des carbures, graphitisation et abrasion. L'évolution dominante des paramètres de volume du cœur (V_{mc} et V_{vc}), peut aussi justifier la diminution du paramètre de vides de vallées V_{vv} entre 3600 et 5400 m de distance ; de $0,538 \pm 0,533 \mu\text{m}$ à $0,487 \pm 0,048 \mu\text{m}$.

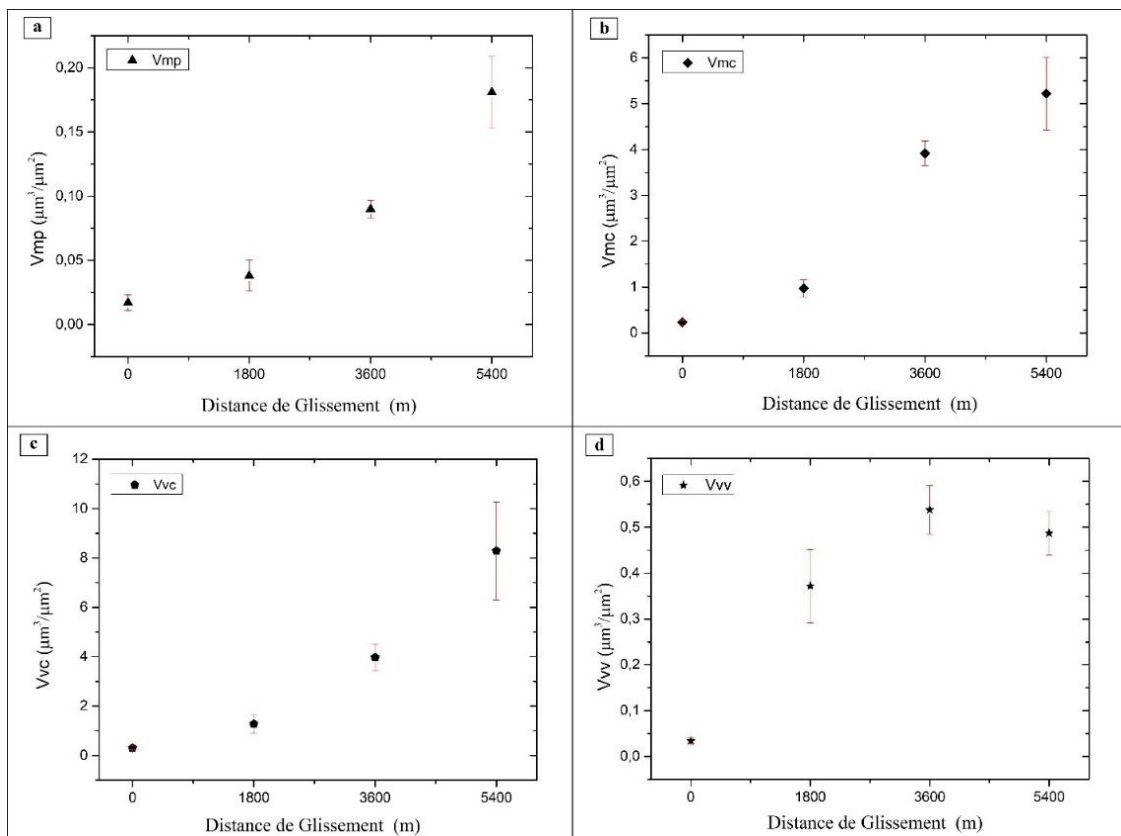


Figure.III.46 : Evolution des paramètres de volume en fonction de la distance de test à $550 \pm 1,3^\circ\text{C}$: a) V_{mp} , b) V_{mc} , c) V_{vc} et d) V_{vv} .

L'utilisation des paramètres de volume, s'est avérée très prometteuse pour l'identification des seuils d'usure critiques sur les pions d'acier H13 nitrurés ; les résultats se sont démontrés en concordance avec les analyses MEB. Cette dernière peut aussi s'avérer très prometteuse pour l'évaluation des filières d'extrusion à l'échelle industrielle, pour identifier les seuils de production au-delà desquels des réparations ou des changements de filières seront à prévoir.

L'exemple d'évolution des courbes d'Abbott-Firestone d'une série de quatre échantillons, ayant été évalués après des distances de test de 0 (état de référence), 1800, 3600, et 5400 m respectivement ; sont montrés dans la **Figure.III.47**. Ces courbes ont été présentés avec leurs topographies de surface respectives, en récoltant dans un premier temps les données à l'aide d'un profilomètre (Veeco Wyco NT9100, différent de celui qui a été utilisé ci-dessus dans la section **III.4.1.3.b**) ; ensuite en traitant ces données par le Logiciel « Montains Map Universal 7 ® de Digital Surf ».

L'élargissement progressifs des aires de V_{mp} , V_{mc} , V_{vc} et V_{vv} sur les courbes (Voir **Figures.III.47. a-g**), délimitées par les limite de la norme ISO 25178-2 (10 et 80%) [100] ; est en conformité avec les valeurs moyennes déjà cités ci-dessus (trouvés à l'aide d'équipements différents, voir **section III.4.1.3.b**). Surtout en prenant en considération que les valeurs de ces paramètres de volume, se calculent par les intégrales des courbes par rapport aux limites définies par la norme ISO 25178-2.

La diminution du volume de matières des pics (V_{mp}) (Voir **Figure.III.47. d**) entre 3600 et 5400 m de distance de test, de $0.106 \mu\text{m}^3 / \mu\text{m}^2$ après 3600 m à $0.0719 \mu\text{m}^3 / \mu\text{m}^2$ après 5400 m ; justifie qu'il y a eu le phénomène d'abrasion sur les apérités du sommet de l'échantillon testé après 5400 m de distance. Cela est en conformité avec ce qui a déjà été montré dans les microstructures MEB des **Figures.III.25 et III.26** (Abrasion sur les aspérités supérieures). La diminution du paramètre V_{mp} , a été déjà liée précédemment au phénomène d'usure par abrasion sur les chemises des cylindres pour moteur automobile à combustion ; par S. Rubach et al [101].

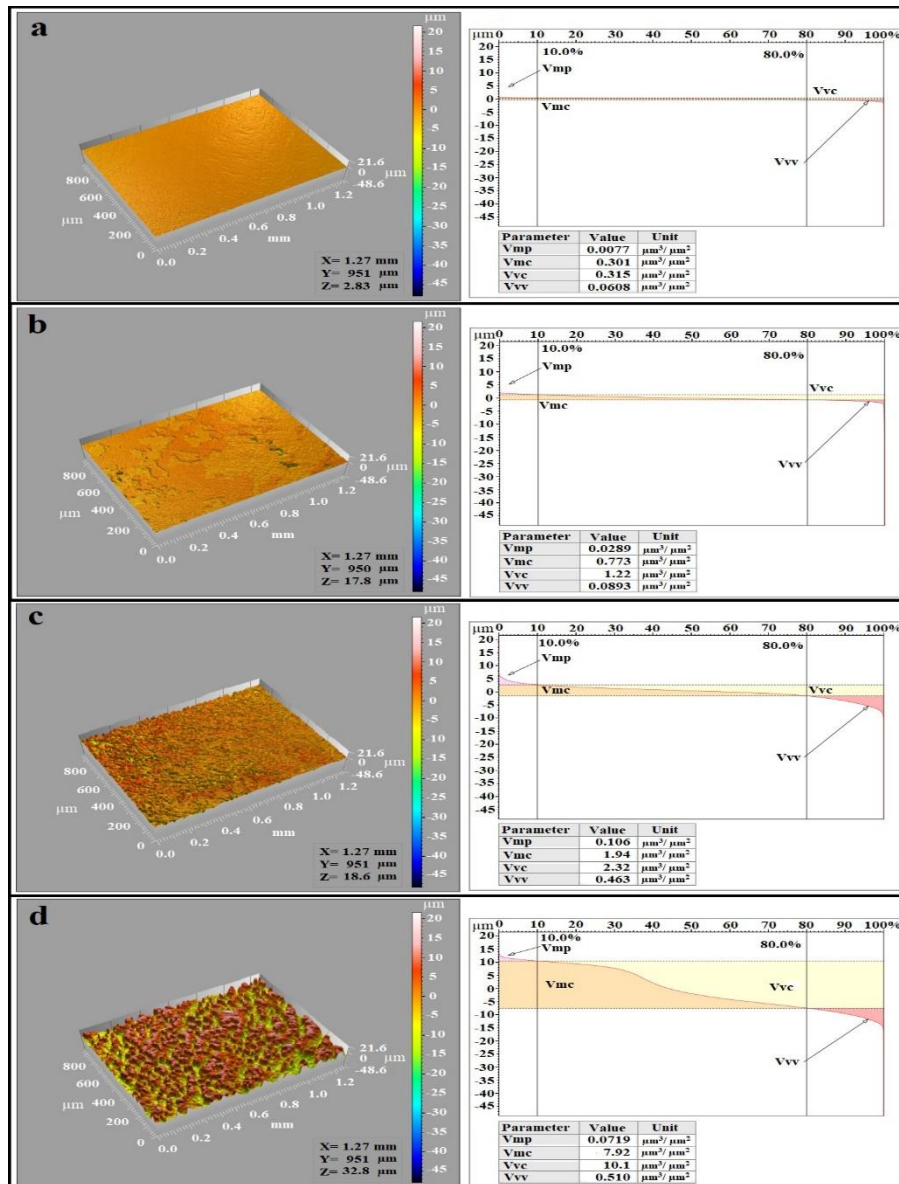


Figure.III.47 : Evolution des courbes d'Abbott Firestone en fonction de la distance de glissement, chaque courbe est accompagnée de sa topographies de surface : a) Etat de référence, b) après 1800 m, c) après 3600 m et d) après 5400 m.

III.4.4 Pertes de masse, volume d'usure et taux d'usure spécifique

III.4.4.1 Echantillons P-NIT

a) Pertes de masse

Les histogrammes de pertes de poids des pions en acier H13 nitrurés, calculés après des tests d'usure à chaud de 1800 à 5400 m ; sont présentés dans la **Figure.III.48**. La perte de masse moyenne après 1800 m de test, contre des disques en AA6063 ; a été égale à 0.0017 ± 0.0003 g. Ensuite cette valeur a évolué à une valeur dépassant le double de la valeur initiale, soit 0.0041

± 0.0007 g ; après 3600 m de distance de test. Enfin la valeur maximale a été calculée après 5400 m de distance de test, à 0.0090 ± 0.0008 g ; avec un accroissement de plus 5 ordres de grandeurs par rapport à la valeur initiale de 1800 m. Comme déjà évoqué dans la section III.4.1.3.a, l'accroissement de la rugosité de surface après 1800 m, aurait joué un rôle prépondérant dans la dégradation de surface et la perte en matière. En provoquant l'accroissement des forces de frottement, le surchauffement des surfaces et l'accroissement des contraintes de cisaillement ; ce qui s'est traduit par une dégradation accélérée.

La perte de masse accélérée des pions en acier H13 nitruré peut être assimilée, à l'échelle industrielle ; à une perte de cotations au niveau des portées de filières. Ce qui se traduira par des pertes économiques considérables.

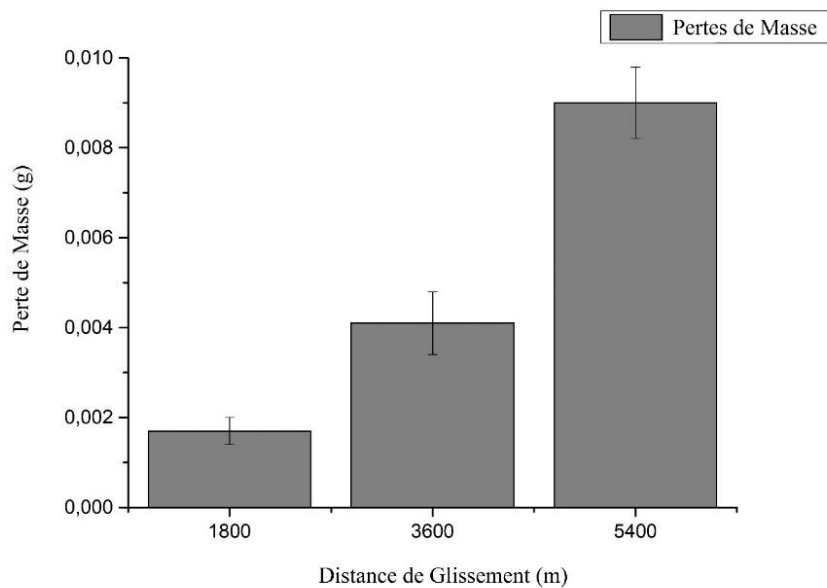


Figure.III.48- : Evolution de la perte de masse en fonction de la distance de glissement, après essais d'usure à chaud, à 550°C.

b) Volume d'usure

Il est impossible d'estimer le volume d'usure dans les échantillons qui ont été utilisés dans cette thèse (Echantillons P-NIT, P-BOR800-4, P-BOR900-6), par la méthode de profilométrie 3D (Voir Section I.7.2). Les surfaces circulaires plates des pions, ont été en contact total avec les disques en AA 6063 durant les essais à chaud ; donc il n'y a plus de surface intacte qui servira de référence (l'usure a été distribuée sur toute la surface plate du pion). Donc les volumes d'usure, après chaque distance de test ont été calculé ; par la deuxième méthode qui a été décrite dans cette la section I.7.1. En divisant les valeurs de perte de masse, sur la masse volumique ρ de l'acier H13 ($7,76 \text{ g/cm}^3$) [104] comme le stipule la norme **ASTM G99**. La valeur ρ de l'acier H13 nitruré a été supposé égale à celle de la masse volumique de l'acier H13.

Les résultats d'évolution du volume d'usure par rapport à la distance de glissement, calculés suivant l'équation n°9 ; sont présentées sous forme d'histogramme dans la **Figure.III.49**.

Le volume d'usure après 1800 m de test a été égal à $0.2190 \pm 0.0386 \text{ mm}^3$, ensuite il a dépassé le double de sa valeur initiale après 3600 m ; en atteignant $0.5283 \pm 0.0902 \text{ mm}^3$. Pour atteindre enfin une valeur de $1.1597 \pm 0.1030 \text{ mm}^3$.

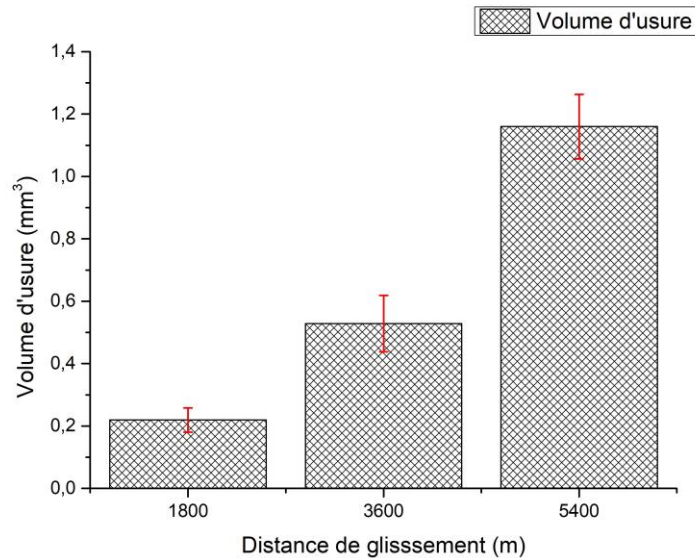


Figure.III.49 : Evolution du volume d'usure en fonction de la distance de glissement, après essais d'usure à chaud, à 550°C.

c) Taux d'usure spécifique :

Le taux d'usure spécifique a été calculé en utilisant l'équation d'Achard (Voir équation n°10 de la section I.7.2), les résultats sont montrés dans la **Figure.III.50**. Les valeurs du taux d'usure spécifique ont évolué de $1.2170 \times 10^{-5} \pm 2.1477 \times 10^{-6} \text{ (mm}^3 \cdot \text{N}^{-1} \cdot \text{m}^{-1}\text{)}$, après 1800 m de test. A $2.1477 \times 10^{-5} \pm 1.9091 \times 10^{-6} \text{ (mm}^3 \cdot \text{N}^{-1} \cdot \text{m}^{-1}\text{)}$, après 5400 m de test. Il a été remarqué que les valeurs d'évolution des histogrammes du taux d'usure spécifique, en fonction des distances de test d'usure à chaud ; ne sont pas cohérentes avec les valeurs de perte de masse, et de volume d'usure (Voir **Figure.III.48 et III.49** respectivement). Cela est sûrement dû, à la limite de cette formule pour expliquer le cas d'un couple tribologique dur/doux (Cas de cette thèse) ; étant donné qu'elle est bien adaptée au système tribologique Dur/Dur.

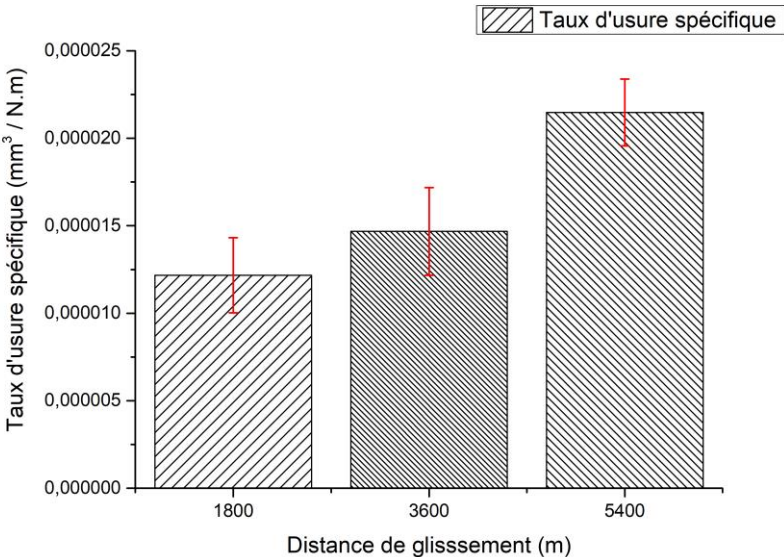


Figure.III.50 : Evolution du taux d’usure spécifique en fonction de la distance de glissement, après essais d’usure à chaud, à 550°C.

Conclusion Générale

- Le banc d'essais conçu dans notre laboratoire pour la simulation de l'usure des filières de mise en forme au cours du procédé d'extrusion à chaud d'aluminium a fonctionné normalement sans problèmes majeurs, c'était un gage très important quant à la poursuite de notre étude. Sa configuration, bien que nouvelle par rapport à celles utilisées antérieurement, a donnée des résultats satisfaisants similaires à ceux obtenus par d'autres chercheurs ; usure par fatigue des couches de surface et de sous surface, déformation plastique, oxydation, détachement adhésif et abrasion.

- Les observations approfondies au MEB et les analyses EDS ont démontré l'existence du phénomène de graphitisation secondaires dans l'acier nitruré après un contact prolongé contre l'aluminium à haute température (après 3600m). Ce qui a généré un adoucissement en surface de l'acier H13 et la perte de ses propriétés mécaniques en surface.

- Les investigations MEB et EDS ont montré le phénomène de coalescence et grossissement des carbures du type $M_{23}C_6$, pour des tests sur de longues distances de glissement (5400 m) pour une durée de plus de 3 heures ; ce qui a fait perdre à l'acier H13 nitruré ses propriétés mécaniques. D'où la nécessité de prévoir des systèmes de refroidissement des filières, où des périodes de refroidissement après des cadences de travail élevées.

- Les pions en acier H13 borurés à 800°C/4h, ont montré un meilleur comportement à l'usure et l'oxydation à haute température ; malgré le problème de déformation de la couche de sous surface.

- Les pions en acier H13 borurés à 900°C, ont aussi montré un meilleur comportement à l'oxydation à haute température ; mais ont souffert d'une importante perte de matière suite à la fissuration et le détachement de leurs couches de surface fragile FeB

- L'utilisation de la technique de profilométrie 3D et la détermination des paramètres de surface et de volume de la norme ISO 25178-2, s'est avérée très prometteuse dans le contrôle qualité des produits extrudés et l'amélioration du procédé d'extrusion. En fixant les cadences critiques au-delà desquelles il faudra réparer ou changer les filières (test sur 1800 m), pour avoir un meilleur rendement du procédé et éviter une consommation excessive d'énergie.

Perspectives

- Essayer les traitements de boruration en caisse sur des cas réelles de filières d'extrusion en industrie pour consolider ou réfuter les résultats en laboratoire
- Améliorer d'avantage la durée de vie des outillages et étendre les études vers d'autres procédés de mise en forme
- Concevoir une vraie presse d'extrusion au niveau laboratoire

Références Bibliographiques

- [1] Terry Sheppard, *Extrusion of aluminium alloys*, Springer New York, NY, eBook ISBN 978-1-4757-3001-2, Published: 09 March 2013, <https://doi.org/10.1007/978-1-4757-3001-2>.
- [2] R. Develay, *Mise en forme de l'aluminium – Filage ou extrusion*, Techniques de l'ingénieur, 10 sept.1997, <https://doi.org/10.51257/a-v1-m651>.
- [3] O. Barreau, *Etude du frottement et de l'usure d'acier à outils de travail à chaud*, Thèse de doctorat de l'Institut National Polytechnique de Toulouse, Spécialité Sciences et Génie des Matériaux, (2004).
- [4] Günen, A., Karahan, İ.H., Karakaş, M.S. et al. Properties and Corrosion Resistance of AISI H13 Hot-Work Tool Steel with Borided B4C Powders. *Met. Mater. Int.* 26, 1329–1340 (2020). <https://doi.org/10.1007/s12540-019-00421-0>.
- [5] Abul Fazal M. Arif, Effect of Extrusion Die Profile on the Uniformity of Nitrided Layers, *Materials and Manufacturing Processes*, 24:6, 619-625, 2009. <https://doi.org/10.1080/10426910902768998>.
- [6] G. Castro, A. Fernández-Vicente, J. Cid, Influence of the nitriding time in the wear behaviour of an AISI H13 steel during a crankshaft forging process, *Wear* 263 (2007) 1375-1385, <https://doi.org/10.1016/j.wear.2007.02.007>.
- [7] Guang Chen, Ling Xue, Zhenghua Tang, Xiaoying Li, Hanshan Dong, Investigation of surface modifications for combatting the molten aluminium corrosion of AISI H13 steel, *Corrosion Science* (174) 2020 108836. <https://doi.org/10.1016/j.corsci.2020.108836>
- [8] Ning, A.; Yue, S.; Gao, R.; Li, L.; Guo, H, Influence of Tempering Time on the Behavior of Large Carbides' Coarsening in AISI H13 Steel. *Metals* 2019, 9, 1283. <https://doi.org/10.3390/met9121283>
- [9] Xiaoli Zhao, Bo Wang, Duanjun Sun, Chuanwei Li, Lizhan Han, Jianfeng Gu, Effect of pre-existing VC carbides on nitriding and wear behavior of hot-work die steel, *Applied Surface Science*, (486) 2019 179-186. <https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2019.04.270>
- [10] M. Terčelj, A. Smolej, P. Fajfar, R. Turk, Laboratory assessment of wear on nitrided surfaces of dies for hot extrusion of aluminium, *Tribology International* (40), 2007 374-384. <https://doi.org/10.1016/j.triboint.2005.09.032>
- [11] Thomas Björk, Jens Bergström, Sture Hogmark, Tribological simulation of aluminium hot extrusion, *Wear* (224), 1999 216-225. [https://doi.org/10.1016/S0043-1648\(98\)00332-9](https://doi.org/10.1016/S0043-1648(98)00332-9)
- [12] Marcos Pérez, Francisco Javier Belzunce, The effect of deep cryogenic treatments on the mechanical properties of an AISI H13 steel, *Materials Science and Engineering: A* (624) 2015 32-40. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2014.11.051>
- [13] Xinbin Hu, Lin Li, Xiaochun Wu, Mei Zhang, Coarsening behavior of M23C6 carbides after ageing or thermal fatigue in AISI H13 steel with niobium, *International Journal of Fatigue* (28) 2006 175-182. <https://doi.org/10.1016/j.ijfatigue.2005.06.042>

- [14] M. Hernandez, M.H. Staia, E.S. Puchi-Cabrera, Evaluation of microstructure and mechanical properties of nitrided steels, *Surface and Coatings Technology* (202) 2008 1935-1943. <https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2007.08.018>
- [15] M. L Fares, M. Athmani, Y.Khelfaoui, A.Khettache, An investigation into the effects of conventional heat treatments on mechanical characteristics of new hot working tool steel, *IOP Conf. Ser.: Mater. Sci. Eng.* 28 (2012) 012042. <https://doi.org/10.1088/1757-899X/28/1/012042>
- [16] K.M. McHugh, Y. Lin, Y. Zhou, E.J. Lavernia, Influence of cooling rate on phase formation in spray-formed H13 tool steel, *Materials Science and Engineering: A* (477) 2008 50-57. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2007.05.121>
- [17] Mutlu, I., Oktay, E. &Ekinci, S, Characterization of microstructure of H13 tool steel using ultrasonic measurements, *Russian Journal of Nondestructive Testing* (49) 2013 112-120. <https://doi.org/10.1134/S106183091302006X>
- [18] C.-M. Karamboiki, A. Mourlas, P. Psyllaki, J. Sideris, Influence of microstructure on the sliding wear behavior of nitrocarburized tool steels, *Wear* (303) 2013 560-568. <https://doi.org/10.1016/j.wear.2013.04.002>
- [19] Yucel Birol, Sliding wear of CrN, AlCrN and AlTiN coated AISI H13 hot work tool steels in aluminium extrusion, *Tribology International* (57) 2013 101-106. <https://doi.org/10.1016/j.triboint.2012.07.023>
- [20] M. Kalin, J. Jerina, The effect of temperature and sliding distance on coated (CrN, TiAlN) and uncoated nitrided hot-work tool steels against an aluminium alloy, *Wear* (330-331) 2015 371-379. <https://doi.org/10.1016/j.wear.2015.01.007>
- [21] J. Jerina, M. Kalin, Initiation and evolution of the aluminium-alloy transfer on hot-work tool steel at temperatures from 20°C to 500°C, *Wear* (319) 2014 234-244. <https://doi.org/10.1016/j.wear.2014.07.021>
- [22] Yucel Birol, Behiye Yuksel, Performance of gas nitrided and AlTiN coated AISI H13 hot work tool steel in aluminium extrusion, *Surface and Coatings Technology* (207) 2012 461-466. <https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2012.07.051>
- [23] Guang Chen, Jun Wang, Hongyuan Fan, Danqi Wang, Xiaoying Li, Hanshan Dong, Combat molten aluminium corrosion of AISI H13 steel by low-temperature liquid nitrocarburizing, *Journal of Alloys and Compounds* (776) 2019 702-711. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2018.10.298>
- [24] G. Telasang, J. Dutta Majumdar, G. Padmanabham, I. Manna, Wear and corrosion behaviour of laser surface engineered AISI H13 hot working tool steel, *Surface and Coatings Technology* 261 (2015) 69-78. <https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2014.11.058>
- [25] Shinde, Tarang, Dhokey, N B, Influence of Tertiary Carbides on Improving Fatigue Limit of H13 Die Steels, *Metallography, Microstructure, and Analysis* (6) 2017 398-406. <https://doi.org/10.1007/s13632-017-0380-7>
- [26] Zhao, Gd., Zang, Xm., Li, Wm. et al. Study on primary carbides precipitation in H13 tool steel regarding cooling rate during solidification. *China Foundry* 17, 235-244 (2020). <https://doi.org/10.1007/s41230-020-9092-8>

Références Bibliographiques

- [27] Xing He, Chundong Hu, Zimeng Wang, Hongshan Zhao, Xicheng Wei, and Han Dong, Carbide transformation behaviours of a Cr-Mo-V secondary hardening steel during over-ageing, *Mater. Res. Express* 7 036511 (2020). DOI 10.1088/2053-1591/ab7c86
- [28] A. Bahrami, S.H. Mousavi Anijdan, M.A. Golozar, M. Shamanian, N. Varahram, Effect of conventional heat treatment on wear resistance of AISI H13 tool steel, *wear* 258 (2005) 846-851. <https://doi.org/10.1016/j.wear.2004.09.008>
- [29] M. Pellizzari, M. Zadra & A. Molinari, Tribological properties of surface engineered hot work tool steel for aluminium extrusion dies, *Surface Engineering* (23:3) 2007 165-168. <https://doi.org/10.1179/174329406X150477>
- [30] M. Pellizzari, High temperature wear and friction behaviour of nitrided, PVD-duplex and CVD coated tool steel against 6082 Al alloy, *Wear* (271) 2011 2089-2099. <https://doi.org/10.1016/j.wear.2011.01.067>
- [31] Terčelj, M., Peruš, I. & Kugler, G, Wear Progress of Nitrided Layer at Low, Medium and High Contact Pressures During a Laboratory Simulation of Aluminium Hot Extrusion, *Tribology Letters* (55) 2014 69-81. <https://doi.org/10.1007/s11249-014-0333-0>
- [32] M. Vilaseca, S. Molas, D. Casellas, High temperature tribological behaviour of tool steels during sliding against aluminium, *Wear* (272) 2011 105-109. <https://doi.org/10.1016/j.wear.2011.07.007>
- [33] Yong Duan, Shengguan Qu, Xiaoqiang Li, Effect of quench-tempering conditions prior to nitriding on microstructure and fretting wear mechanism of gas nitrided X210CrW12 steel, *Surface and Coatings Technology* (360) 2019 247-258. <https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2018.12.066>
- [34] Friehling, P. B., Poulsen, F. W., & Somers, M. A. J, Nucleation of iron nitrides during gaseous nitriding of iron; the effect of a preoxidation treatment, *Zeitschrift für Metallkunde*, 92 (2001) 589-595.
- [35] P.B. Friehling & M.A.J. Somers, On the effect of preoxidation on nitriding kinetics, *Surface Engineering* (16:2) 2000 103-106. doi.org/10.1179/026708400101516928
- [36] Jingcai Li, Xingmei Yang, Shukai Wang, Kunxia Wei, Jing Hu, A rapid D.C. plasma nitriding technology catalyzed by pre-oxidation for AISI4140 steel, *Materials Letters* (116) 2014 199-202. <https://doi.org/10.1016/j.matlet.2013.11.033>
- [37] B Podgornik, J Vižintin, O Wänstrand, M Larsson, S Hogmark, H Ronkainen, K Holmberg, Tribological properties of plasma nitrided and hard coated AISI 4140 steel, *wear* 249 (2001) 254-259. [https://doi.org/10.1016/S0043-1648\(01\)00564-6](https://doi.org/10.1016/S0043-1648(01)00564-6)
- [38] Shogo Takesue, Shoichi Kikuchi, Hiroyuki Akebono, Tatsuro Morita, Jun Komotori, Characterization of surface layer formed by gas blow induction heating nitriding at different temperatures and its effect on the fatigue properties of titanium alloy, *Results in materials* 5 (2020) 100071. <https://doi.org/10.1016/j.rinma.2020.100071>
- [39] P. Corengia, G. Ybarra, C. Moina, A. Cabo, E. Broitman, microstructural and topographical studies of DC-pulsed plasma nitriding AISI 4140 low-alloy steel, *Surface and Coatings Technology* 200 (2005) 2391-2397. <https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2005.01.060>

Références Bibliographiques

- [40] Yang Li, Yongyong He, JunJie Xiu, Wei Wang, YiJie Zhu, Baoguo Hu, wear and corrosion properties of AISI 420 martensitic stainless steel treated by active screen plasma nitriding, *Surface and Coatings Technology* 329 (2017) 184-192. <https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2017.09.021>
- [41] B Podgornik a, J Vižintin a, V Leskovšek b, wear properties of induction hardened, conventional plasma nitrided and pulse plasma nitrided aisi 4140 steel in dry sliding conditions, *Wear* 232 (1999) 231-242. [https://doi.org/10.1016/S0043-1648\(99\)00151-9](https://doi.org/10.1016/S0043-1648(99)00151-9)
- [42] I. Altinsoy, K.G. Onder, F.G. Celebi Efe, C. Bindal, Gas Nitriding Behaviour of 34CrAlNi7 Nitriding Steel, *ACTA PHYSICA POLONICA A*, 125 (2014)
- [43] Elhadj Ghelloudj, Mohamed Tahar Hannachi, Hamid Djebaili, Effect of salt bath nitriding on surface roughness behaviour of AISI 4140 steel, *Acta Metallurgica Slovaca*, 23 (2017), 45-54. DOI 10.12776/ams.v23i1.816
- [44] Karl-Michael Winter, Process-Electronic GmbH, Stefanie Hoja, Heinrich Klümper-Westkamp, Etat de l'art de la maîtrise et du contrôle de la nitruration et de la nitrocarburation, IWT Stiftung Institut für Werkstofftechnik, 1 décembre 2013, *Traitement et matériaux* n° 0425.
- [45] Le, N.M., Schimpf, C., Biermann, H. et al. Effect of Nitriding Potential KN on the Formation and Growth of a "White Layer" on Iron Aluminide Alloy. *Metall Mater Trans B* 52, 414-424 (2021). <https://doi.org/10.1007/s11663-020-02029-x>
- [46] Yucel Birol, Analysis of wear of a gas nitrided H13 tool steel die in aluminium extrusion, *Engineering Failure Analysis* (26) 2012 203-210. <https://doi.org/10.1016/j.engfailanal.2012.07.016>
- [47] C. Boher, S. Le Roux, L. Penazzi, C. Dessain, Experimental investigation of the tribological behaviour and wear mechanisms of tool steel grades in hot stamping of high-strength boron steel, *Wear* 294-295 (2012) 286-295. <https://doi.org/10.1016/j.wear.2012.07.001>
- [48] Mustafa Sabri Gök, Yılmaz Küçük, Azmi Erdoğan, Mecit Öge, Erdoğan Kanca, Ali Günen, Dry sliding wear behaviour of borided hot-work ytool steel at elevated temperatures, *Surface and Coatings Technology* 328 (2017) 54-62. <https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2017.08.008>
- [49] E. Hernández-Sánchez, Y. M. Domínguez-Galicia, C. Orozco-Álvarez, R. Carrera-Espinoza, H. Herrera-Hernández, J. C. Velázquez, "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", *Advances in Materials Science and Engineering*, vol. 2014, Article ID 249174, 9 pages, 2014. <https://doi.org/10.1155/2014/249174>
- [50] Manthani N, Joshi A, Pawar V, Singh R (2018) Improvement in Wear Resistance of AISI H13 Steel by Pack-Boronizing Method. *J Nanosci Nanotechnol Res* Vol.2: No.1: 2.
- [51] T. Balusamy, T.S.N. Sankara Narayanan, K. Ravichandran, Il Song Park, Min Ho Lee, Pack boronizing of AISI H11 tool steel: Role of surface mechanical attrition treatment, *Vacuum* (2013) 36-43, <https://doi.org/10.1016/j.vacuum.2013.04.006>

Références Bibliographiques

- [52] Vipin Jain, G Sundararajan, Influence of the pack thickness of the boronizing mixture on the boriding of steel, *Surface and Coatings Technology* 149 (2002) 21-26. [https://doi.org/10.1016/S0257-8972\(01\)01385-8](https://doi.org/10.1016/S0257-8972(01)01385-8)
- [53] K. Genel, Boriding kinetics of H13 steel, *Vacuum* 80 (2006) 451-457. <https://doi.org/10.1016/j.vacuum.2005.07.013>
- [54] Azmi Erdoğan, Investigation of high temperature dry sliding wear behavior of borided H13 hot work tool steel with nanoboron powder, *Surface and Coatings Technology* 357 (2019) 886-895. <https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2018.10.066>
- [55] Adnan ÇALIK, Effect of Powder Particle Size on the Mechanical Properties of Boronized EN H320 LA Steel Sheets, *ISIJ International*, Vol 53 (2013), No 1, pp.160- 164. <https://dx.doi.org/10.2355/isijinternational.53.160>
- [56] Cevdet Meriç, Salim Sahin, Selim Sarper Yilmaz, Investigation of the effect on boride layer powder particle size used in boronizing with solid boron-yielding substances, *Materials Research Bulletin* (2000) 2165-2172. [https://doi.org/10.1016/S0025-5408\(00\)00427-X](https://doi.org/10.1016/S0025-5408(00)00427-X)
- [57] V.I. Dybkov, W. Lengauer, K. Barmak, Formation of boride layers at Fe-10% Cr alloy-boron interface, *Journal of Alloys and Compounds* 398 (2005) 113-122. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2005.02.033>
- [58] Huseyin Cimenoglu, Erdem Atar, Amir Motallebzadeh, High temperature tribological behaviour of borided surfaces based on the phase structure of the boride layer, *Wear* 309 (2014) 152- 158. <https://doi.org/10.1016/j.wear.2013.10.012>
- [59] Sukru Taktak, Some mechanical properties of borided AISI H13 and 304 steels, *Materials and Design* 28 (2007) 1836- 1843. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2006.04.017>
- [60] C. Martini, G. Palombarini, G. Poli, D. Prandstraller, Sliding and abrasive wear behaviour of boride coatings, *Wear* 256 (2004) 608-613. <https://doi.org/10.1016/j.wear.2003.10.003>
- [61] Roger DEVELAY, Propriétés de l'aluminium et des alliages d'aluminium corroyés, *Techniques de l'ingénieur*, 10 Jul. 1992. <https://doi.org/10.51257/a-v2-m440>
- [62] Guillaume WANTE, Influence des paramètres microstructuraux sur le comportement mécanique d'alliages d'aluminium 6005A et de leurs assemblages soudés, Thèse de Doctorat de l'Université de Lille I, Spécialité Mécanique, (1999).
- [63] Michel STUCKY, Traitements thermiques des alliages d'aluminium- Matériels et recommandations, *Techniques de l'ingénieur*, 10 juin 2011. <https://doi.org/10.51257/a-v2-m1290>
- [64] Bruno DUBOST, Pierre SAINFORT, Durcissement par précipitation des alliages d'aluminium, *Techniques de l'ingénieur*, 10 oct.1991. <https://doi.org/10.51257/a-v1-m240>

Références Bibliographiques

- [65] Ali Akbar Emamverdian, Yu Sun, Chunping Cao, Catalin Pruncu , Yu Wang, Current failure mechanisms and treatment methods of hot forging tools (dies)- a review, *Engineering Failure Analysis* 129 (2021) 105678. <https://doi.org/10.1016/j.engfailanal.2021.105678>
- [66] Fischer, A., Dudzinski, W., Gleising, B., Stemmer, P. (2018). Analyzing Mild- and Ultra-Mild Sliding Wear of Metallic Materials by Transmission Electron Microscopy. In: Dienwiebel, M., De Barros Bouchet, MI. (eds) *Advanced Analytical Methods in Tribology. Microtechnology and MEMS*. Springer, Cham. https://doi.org/10.1007/978-3-319-99897-8_2
- [67] P. Matteis, G. Scavino, E. Quadrini, P. Perucci & D. Firrao, Damage of repeatedly nitrocarburised steel dies for aluminium extrusion, *Surface Engineering* (25:7) 507-516. <https://doi.org/10.1179/026708408X339073>
- [68] D. Bombač, M. Terčelj, I. Peruš, P. Fajfar, The progress of degradation on the bearing surfaces of nitrided dies for aluminium hot extrusion with two different relative lengths of bearing surface, *Wear* (307) 2013 10-21. <https://doi.org/10.1016/j.wear.2013.08.015>
- [69] S.Q. Wang, F. Wang, X.H. Cui, K.M. Chen, Effect of secondary carbides on oxidation wear of Cr-Mo-V cast steels, *Materials Letters* 62 (2008) 279-281. <https://doi.org/10.1016/j.matlet.2007.05.018>
- [70] Liliang Wang, Jie Zhou, Jurek Duszczyk, Laurens Katgerman, Identification of a friction model for the bearing channel of hot aluminium extrusion dies by using ball-on-disc tests, *Tribology International* (50) 2012 66-75. <https://doi.org/10.1016/j.triboint.2012.01.010>
- [71] Liliang Wang, Jie Zhou, Jurek Duszczyk , Laurens Katgerman, Friction in aluminium extrusion -Part 1: A review of friction testing techniques for aluminium extrusion, *Tribology International* 56 (2012) 89-98. <https://doi.org/10.1016/j.triboint.2012.01.012>
- [72] Thomas Björk, Richard Westergård, Sture Hogmark, Jens Bergström, Per Hedenqvist, Physical vapour deposition duplex coatings for aluminium extrusion dies, *Wear* (225–229) 1999 1123-1130. [https://doi.org/10.1016/S0043-1648\(99\)00089-7](https://doi.org/10.1016/S0043-1648(99)00089-7)
- [73] A.Molinari, M.Pellizari, G. Straffelini, M. Pirovano, Corrosion behaviour of a surface-treated AISI H11 hot work tool steel in molten aluminium alloy, *Surface and Coatings Technology* (126) 2000 31-38. [https://doi.org/10.1016/S0257-8972\(00\)00530-2](https://doi.org/10.1016/S0257-8972(00)00530-2)
- [74] Sumanth Shankar, Drian Appelian, Die Soldering: Mechanism of the Interface Reaction between Molten Aluminium Alloy and Tool Steel, *Metallurgical and materials Transactions B*, (33B) 2020 465-476. <https://doi.org/10.1007/s11663-002-0057-7>
- [75] M. P. Clode & T. Sheppard, Formation of die lines during extrusion of AA6063, *Materials Science and Technology* (6:8) 1990 755-763. <https://doi.org/10.1179/mst.1990.6.8.755>
- [76] A.F.M Arif, A.K Sheikh, S.Z Qamar, A study of die failure mechanisms in aluminum extrusion, *Journal of Materials Processing Technology* (134) 2003 318-328. [https://doi.org/10.1016/S0924-0136\(02\)01116-0](https://doi.org/10.1016/S0924-0136(02)01116-0)
- [77] Pavel Novák, Alena Michalcová, Ivo Marek, Martina Mudrová, Karel Saksl, Jozef Bednarčík, Petr Zikmund, Dalibor Vojtěch, On the formation of intermetallics in Fe–Al system

Références Bibliographiques

– An in situ XRD study, *Intermetallics*, (32) 2013 127-136.
<https://doi.org/10.1016/j.intermet.2012.08.020>

[78] Naoki Takata, Manamu Nishimoto, Satoru Kobayashi, Masao Takeyama, *Crystallography of Fe₂Al₅ phase at the interface between solid Fe and liquid Al*, *Intermetallics* (67) 2015 1-11.
<https://doi.org/10.1016/j.intermet.2015.07.011>

[79] A.Inam, R.Brydson, D.V. Edmonds, A high-resolution of graphite nodule formation in experimental medium-carbon machining steel, *Materials Characterization* 131 (2017) 508-516,
<https://doi.org/10.1016/j.matchar.2017.07.040>.

[80] D.V. Edmonds and K.He, Acceleration of graphitisation in carbon steels to improve machinability, Institute for materials Research, university of leeds, LS2 9JT, UK

[81] A.Inam, R. Brydson, D.V. Edmonds, Effect of starting microstructure upon the nucleation sites and distribution of graphite particles during a graphitising anneal of an experimental medium-carbon machining steel, *Materials Characterization* 106 (2015) 86-92,
<https://doi.org/10.1016/j.matchar.2015.05.014>

[82] P. Rubin, R.Larker, E. Navara, M.-L.Antti, Graphite formation and dissolution in ductile irons and steels having high silicon contents : Solid-state transformations, *Metallography, Microstructure and Analysis* (2018) 7 : 587-595. <https://doi.org/10.1007/s13632-018-0478-6>.

[83] J.X.Gao, B.Q. Wei, D.D.Li, K.He, Nucleation and growth characteristics of graphite spheroids in bainite during graphitization annealing of a medium carbon steel, *Materials Characterization* 118 (2016) 1-8. <https://doi.org/10.1016/j.matchar.2016.05.003>

[84] Atsuki Okamoto, Graphite formation in high-purity cold rolled carbon steels, *Metallurgical Transaction A*, volume 20A, October 1989 1917-1925, <https://doi.org/10.1007/BF02650278>

[85] Jude R.Foulds and John P.Shingledecker, an updated assessment of graphitization of steels in elevated temperature service, *Journal of Materials Engineering and Performance* 24, 586-597 (2015). <https://doi.org/10.1007/s11665-014-1376-y>

[86] K He, A Brown, R Brydson and E V Edmonds, An EFTEM study of dissolution of cementite during the graphitisation annealing of a quenched medium carbon steel, *Journal of Physics Series 26* (2006) 111-114. DOI:10.1088/1742-6596/26/1/026

[87] M.A.Neri, R.Colas, S.Valtiera, Effect of deformation on graphitization in high carbon steels, *Journal of Materials Processing technology* 83(1998) 142-150.
[https://doi.org/10.1016/S0924-0136\(98\)00053-3](https://doi.org/10.1016/S0924-0136(98)00053-3).

[88] A.Inam, Kejian He, D.Edmonds, Graphitisation : A potential new route to Free-machining Steels, *HSLA steels 2015, Microalloying 2015 & Offshore Engineering Steels 2015* pp 817-822. https://doi.org/10.1007/978-3-319-48767-0_101

[89] Iván Uribe Pérez, Tito Luiz da Silveira, Tito Fernando da Silveira & Heloisa Cunha Furtado, Graphitization in low alloy steel pressure vessels and piping, *Journal of Failure Analysis and Prevention* volume 11, pages3–9 (2011). DOI: 10.1007/s11668-010-9414-z.

[90] M. Tercelj, G. Kugler, R. Turk, P. Cvahte, P. Fajfar, Measurement of temperature on the bearing surface of an industrial die and assessment of the heat transfer coefficient in hot extrusion of aluminium : a case study, *Int. J. Vehicle Design*, Vol. 39, Nos. 1/2, 2005.
<https://doi.org/10.1504/IJVD.2005.007222>

Références Bibliographiques

- [91] Milan Terčelj, Peter Panjan, Peter Cvahte, Peter Fajfar, Goran Kugler, Increasing of Service Times of Nitrided and CrN Coated Dies for Al Hot Extrusion, *Procedia Engineering* (81) 2014 1952-1957. <https://doi.org/10.1016/j.proeng.2014.10.263>
- [92] I. Hutchings, P. Shipway, *Tribology: friction and wear of engineering materials* (Second Edition), Butterworth-Heinemann 2017 107-164. <https://dx.doi.org/10.1016/B978-0-08-100910-9.00005-2>
- [93] L. Wang, Y. He, J. Zhou, J. Duszczuk, Effect of temperature on the frictional behaviour of an aluminium alloy sliding against steel during ball-on-disc tests, *Tribology International* 43 (2018) 299-306. <https://doi.org/10.1016/j.triboint.2009.06.009>
- [94] M. David Hanna, Tribological evaluation of aluminium and magnesium sheet forming at high temperatures, *Wear* (267) 2009 1046-1050. <https://doi.org/10.1016/j.wear.2009.01.007>
- [95] Samit Kumar Ray, Amritanshu Banerjee, Bidyut Kumar Bhangi, Debapriya Pyne, Barnali Dutta, 2 - Tribological analysis—general test standards, *Tribology of Polymers, Polymer Composites, and Polymer Nanocomposites*, Elsevier (2023) 17-50. <https://doi.org/10.1016/B978-0-323-90748-4.00001-7>
- [96] [24] X.Jiang, P.i.Scott, D.J. Whitehouse and L.Blunt, Paradigm shifts in surface metrology. Part II. The Current shift, *Proceedings of the Royal Society A* (463) 2007 2071-2099. <https://doi.org/10.1098/rspa.2007.1873>
- [97] Yazhao ZHANG, Alexander KOVALEV, Yougang MENG, Combined effect boundary layer formation and surface smoothing on friction and wear rate of lubricated point contacts during normal running-in process, *Friction* (6) 2018 274-288. <https://doi.org/10.1007/s40544-018-0228-4>
- [98] Nurul Farhana Mohd Yusof, Zaidi MohdRipin, A Technique to measure surface asperities plastic deformation and wear in rolling contact, *Wear* (368-369) 2016 46-504. <https://doi.org/10.1016/j.wear.2016.09.017>
- [99] A.Berrais, A. Boudebane, M. Labaiz, A. Montagne, S. Lemboub, M.Z. Touhami, A. Ourdjini, Analysis of wear of a nitrided AISI H13 hot work tool steel in an aluminium hot extrusion process, *Wear* 514-515 (2023) 204587. <https://doi.org/10.1016/j.wear.2022.204587>
- [100] Naftary Gathimba, Yasuo Kitane, Takeshi Yoshida, Yoshito Itoh, Surface roughness characteristics of corroded steel pipe piles exposed to marine environment, *Construction and Building Materials* 203 (2019) 267-281. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2019.01.092>
- [101] Stephan Rubach, Tom Riemer, Jurgen Valentin, Claudia Delto, Wear Detection On Cylinder Liners with Optical 3D Measuring Technology, *MTZ Worldwide* (75) 2014 38-43. <https://doi.org/10.1007/s38313-014-0032-0>
- [102] W.C. Oliver, G.M.Pharr, An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments, *Journal of Materials Research* (7) 1992 1564-1583. <https://doi.org/10.1557/JMR.1992.1564>
- [103] M.X. Wei, S.Q. Wang, L. Wang, X.H. Cui, K.M. Chen, Effect of tempering conditions on wear resistance in various wear mechanisms of H13 steel, *Tribology International* (44) 2011 898-905. <https://doi.org/10.1016/j.triboint.2011.03.005>
- [104] A. Fedrizzi, M.Pellizari, M.Zadra, Sviluppo di un acciaio per lavorazione a caldo rinforzato tramite alligazione meccanica, *La Metallurgia Italiana*-n. 2/2013.

Références Bibliographiques

[105] ASTM-A681: Standard specification for tool steels Alloy, DOI: 10.1520/A0681-08R22

[106] ASTM G 99: Standard Test Method for Wear Testing with a Pin-on-Disk Apparatus, DOI: 10.1520/G0099-17

Annexe

Publications, Communications et Brevets d'invention

Publications:

A.Berrais, A. Boudebane, M. Labaiz, A. Montagne, S. Lemboub, M.Z. Touhami, A. Ourdjini, Analysis of wear of a nitrided AISI H13 hot work tool steel in an aluminium hot extrusion process, *Wear* 514-515 (2023) 204587. <https://doi.org/10.1016/j.wear.2022.204587>

Communications internationales :

BERRAIS Abderrahmane, BOUDEBANE Azzedine, LABAIZ Mohamed, MONTAGNE Alex, IOST Alain, Simulation Expérimentale du Procédé d'extrusion à Chaud d'Alliage d'Aluminium, 6èmes Journées Scientifiques Franco-Maghrébines Caractérisation des Matériaux Complexes, 17,18 novembre 2019, Annaba-Algérie.

Abderrahmane BERRAIS, Azzedine Boudebane, Moamed Labaiz, Alex Montagne, Alain Iost, Thierry Coorevits, Usure à interface non lubrifiée d'un acier à outil AISI H13 boruré durant un procédé d'extrusion à chaud d'alliage d'aluminium, XIII^{ème} Journées Maghrébines des Sciences des Matériaux JMSM'2020, 09-11 Mars 2020, Oran, Algérie.

A. BERRAIS, A. BOUDEBANE and M. LABAIZ, Effect of treatment temperature and time on wear damage of borided AISI H13 tool steel in aluminium hot extrusion process, Second Arab Conference on Mechanics & Engineering, December 10th, 11th and 12th (2023), Biskra, Algeria.

Communications nationales :

Abderrahmane BERRAIS, Azzedine Boudebane, Moamed Labaiz, Alex Montagne and Mohamed El Zine Touhami, Wear resistance of borided AISI H13 tool steel in an experimental simulation of hot aluminium extrusion process, Journées Nationales des Sciences des Matériaux (JNSM 2021), 17-18 Novembre 2021, Batna, Algérie.

Abderrahmane BERRAIS, Azzedine Boudebane, Moamed Labaiz, Alex Montagne and Mohamed El Zine Touhami, Sliding Wear of Borided AISI H13 Hot Work Tool Steel in Aluminium Extrusion Process, 1st National Conference on Materials Sciences and Engineering (MSE'22), June 28 & 29th, 2022, Khenchela, Algérie.

A. BERRAIS, A. BOUDEBANE and M. LABAIZ, Graphitization and surface carbon depletion of nitrided AISI H13 Tool steel in aluminium hot extrusion process, Journée Nationale des sciences et Techniques Appliquées 'JNSTA'23', 09 Novembre 2023, Constantine, Algérie

Brevets d'invention :

Dépôt d'une demande de brevet intitulée : Banc d'essai (BE2CTC) pour la caractérisation du comportement tribologique des matériaux et outils de mise en forme à chaud en laboratoire dans les conditions industrielles réelles. Avec comme inventeurs : **A. BERRAIS, A. BOUDEBANE et M. LABAIZ**. Enregistrée sous le numéro **230708** en date du **04/06/2023**.