

**REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE POPULAIRE
MINISTRE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA
RECHERCHE SCIENTIFIQUE**

UNIVERSITÉ SAAD DAHLEB DE BLIDA

Faculté de technologie

**DEPARTEMENT DE GENIE
MECANIQUE**

MEMOIRE

Pour l'obtention du diplôme de

MASTER en génie mécanique

Option : Matériaux et Traitement de Surface

Thème

**Traitement de surfaces combinées d'un acier
faiblement allié**

Réalisé par :

M : Zakaria. TEGGUICHE

Dirigé par :

M : S. HASSANI

M : A. ABDERRAHMANE

Année universitaire 2014/2015



Remerciements

Ce travail de master a été réalisé simultanément au sein de laboratoire LTSM de l'université Saad Dahleb de Blida et au centre de développement des technologies avancées(CDTA) à la division milieux ionisé et laser(MIL).

J'exprime mes très sincères remerciements à Monsieur Salim HASSANI, directeur de la division MIL, qui a encadré ce mémoire, m'a accompagné au quotidien dans la préparation de ce travail avec la plus grande assiduité ainsi qu'avec des qualités humaines remarquable. Sa présence au quotidien fut un atout majeur pour la réalisation de ce travail, tant d'un point de vue scientifique que moral et pour son bonne humeur.

Je remercie chaleureusement Monsieur Abderrahmane ABDERRAHMANE enseignant au sein de l'université Saad Dahleb, de m'avoir suivi le long de ce travail, ses déplacements, ses conseils et son expérience ont toujours été présent, pour son encadrement et sa disponibilité.

Je remercie vivement Monsieur Driss DERGHAM, Fouaze LAKOUI, Laid HENNI, Amina GHAZLI, Sid Ali ABDELMOUMENE pour leur soutien quotidien qui ont rendu ce semestre de recherche particulièrement animé et agréable.

Je remercie très sincèrement toute l'équipe de caractérisation et spécialement Madame Fadila HAYED, Bendiba GUEDWARE, et Amine DOUMAZ pour leur travail remarquable inconditionnelle pendant toute ma période de recherche.

Je remercie également Monsieur Said ABDI Professeur à l'université Haouri Boumediene (USTHB) et Amine REZZOUG pour les tests tribologiques.

Je remercie l'ensemble de mes collègues, mes Professeurs de l'université de Saad Dahleb ainsi que tous les membres de centre de développement des technologies avancées CDTA et tous ce qui ont contribués à la réalisation de ce travail.

Table des figures

Figure I.1 les principaux procédés utilisés dans la projection thermique.....	4
Figure I.2 Principe de la projection thermique.....	5
Figure I.3 Principe de projection HVOF	7
Figure I.4 Schéma de principe du canon à détonation.....	8
Figure I.5 Principe de fonctionnement d'un pistolet flamme-fil.....	8
Figure I.6 Principe de la projection flamme-poudre.....	9
Figure I.7 Schéma de projection à l'arc électrique.....	11
Figure I.8 Schéma de la projection plasma.....	12
Figure I.9 Le dépôt par la projection thermique à la flamme.....	13
Figure I.10 Représentation schématique des contaminants d'une surface métallique.....	14
Figure 11.2 Schéma simplifié du fonctionnement de la pulvérisation cathodique DC.....	22
Figure III.1 poudre borotec.....	25
Figure III.2 Grenailluse Airblast.	27
Figure III.3 Torch de projection la super jet.	28
Figure III.4 Procédure de projection.	29
Figure III.5 Appareil Posites DFT.....	30
Figure III.6 Pyromètre type Raytek Raynger MX.....	30
Figure III.7 Réacteur de pulvérisation cathodique.	31
Figure III.8 Enceinte à décharge.	32
Figure III.9 Polisseuse MECAPOL 230.	33
Figure III.10 four sous vide de type Neytech Qex 1200.	38
Figure III.11 Microscope optique métallographique ZEISS AXIO IMARER A2.....	39
Figure III.12 Principe de diffraction par rayon X.	39
Figure III.13 Configuration Bragg-Brentano(θ - 2θ).	41
Figure III.14 Diffractomètre Bruker D8 Advance.....	42

Table des figures

Figure III.15 a/ Principe du MEB – b/ JEOL JSM- 6360LV.	43
Figure III.16 Indenteur Vickers.	44
Figure III.17 Microduromètre Vickers Zwick.	44
Figure III.18 Principe de la nano-indentation.	46
Figure III.19 Géométrie de l'indenteur de Berkivch.....	46
Figure III.20 Courbe charge-décharge.....	46
Figure III.21 Instrument de la nanoindentation CSM.	47
Figure III.22 Principe de tribomètre.	48
Figure III.23 Tribomètre CSM.	49
Figure III.24 Schéma de trace de sillon.....	50
Figure IV.1 morphologie de surface A/après usinage B/ après polissage C/ sans refusion.....	52
Figure IV.2 Morphologie de la poudre.....	53
Figure IV.3 Micrographie de la couche Ni-Cr-Si-B-Fe-C sans refusion.....	53
Figure IV.4 micrographie de couche Ni-Cr-Si-B-Fe-C après refusion.....	54
Figure IV.5 micrographie en profile de Ni-Cr-Si-B-Fe-C.....	54
Figure IV.6 Micrographie de couche Ni-Cr-Si-B-Fe-C en profile.....	55
Figure IV.7 Morphologie de dépôt Ti-Al-N.....	55
Figure IV.8 Morphologie de Ti-W-N avec différent pourcentage A/5% de B/ 15% C/20% D/25% E/30% de N ₂	56
Figure IV.9 Morphologie Ti-Al-N après recuit.....	57
Figure IV.10 Morphologie de Ti-W-N après recuit.	57
Figure IV.11 diffractogrammes de borotec(Ni-Cr-Si-B-Fe-C).....	58
Figure IV.12 Diffractogrammes de substrat.	59
Figure IV.13 Diffractogrammes de couche obtenue par projection thermique.....	59

Table des figures

Figure IV 14.A Diffractogrammes de cible Ti-W.....	60
Figure IV.15.B Diffractogrammes de cible Ti-Al.....	61
L'analyse des diffractogramme Figure IV.16.....	61
Figure IV.17 Diffractogrammes des couche Ti-W-N avec différentes pourcentage de N2.....	61
Figure IV.18 Diffractogrammes des couches Ti-W-N et Ti-Al-N après recuit.....	62
Figure IV.19 Diffractogrammes des couches Ti-Al-N et Ti-W-N avec chauffage.	63
Figure IV.20 Mesure de l'épaisseur par MEB.....	64
Figure IV.22 Empreinte de Berkovich.....	65
Figure IV.21 Changement de microdureté en fonction de profondeur.....	65
Figure IV.23 Courbe charge-décharge de la couche borotec.....	67
Figure IV.24 Courbe de nanodureté en fonction de profondeur de couche Ti-Al-N.....	67
Figure IV.25 A/Courbe de nanodureté en fonction de profondeur B/ module de Young en fonction de la profondeur.	68
Figure IV 26 Courbe de nanodureté en fonction de profondeur pour couche de Ti-W-N sur Z200.....	69
Figure IV.27 Courbe de nanodureté en fonction de la profondeur.....	69
Figure IV.28 A/Courbe de nanodureté en fonction de profondeur B/ module de Young en fonction de la profondeur.	70
Figure IV.29 Courbe de coefficient de frottement du substrat.....	71
Figure IV.30 Courbe de coefficient de frottement de borotec.....	72
Figure IV.31 courbe de coefficient de frottement de Ti-W-N sans Bias.....	72
Figure IV.32 courbe de coefficient de frottement de Ti-W-N avec Bias.....	73

Table des figures

Figure IV.33 Largeur de sillon.....	74
Figure IV.34 taux d'usure des échantillons.....	76

Table des matières

Introduction générale	1
I.1 Introduction	4
I-2 Historique	5
I-3 Principe de la technique.....	5
I.4 Les différents types de projection selon la source d'énergie	6
I.4.1 Projection à la flamme	6
I.4.1.1 Projection à la flamme supersonique (HVOF)	6
I.4.1.2 Projection à détonation	7
I.4.1.3 La projection à la flamme classique	8
I.4.1.3.1 Projection flamme-fil	8
I.4.1.3.2 Projection flamme-poudre	9
I.4.1.4 Projection à l'arc	11
I.4.1.4.1 Projection à l'arc électrique	11
I.4.1.4.2 Projection par plasma.....	12
I.5 Formation et structure des dépôts	13
I.6 Préparation de surface	14
I.6.1 La propreté	14
I.6.2 La rugosité	14
I.6.2 Le préchauffage	15
I.7 Caractéristiques des différentes techniques de la projection thermique	15
I.8 conclusion	15
II.1 Introduction	18
II.2 Généralité	18
II.2.1 Couches minces	18
II.2.2 Revêtements durs en couches minces	19
II.2.3 Les plasmas	20
II.3 Méthodes d'élaboration des couches minces par procédé	21

Table des matières

II.3.1 Dépôts chimiques en phase vapeur (CVD)	21
II.3.2 Le dépôt physique en phase vapeur «physical vapor depostion »	22
II.4 La croissance de la couche	22
II.5 Elaboration des couches minces par la pulvérisation cathodique DC (DC Sputtering)	22
II.5.1 Introduction	22
II.5.2 Principe de la méthode	22
II.5.3 La pulvérisation cathodique DC réactive	24
II.6 Conclusion	24
III Partie projection	27
III.1 Matériaux	27
III.1.1 Substrat	27
III.1.2 Propriétés et domaines d'application	27
III.1.3 Usinage des échantillons	27
III.1.4 Poudre pour dépôt par projection thermique (borotec)	28
III.1.4.1 Caractéristiques et avantages du borotec	28
III.1.5 Ti-Al-N	28
III.1.6 Ti-W-N	28
III.2 Préparations des surfaces	29
III.3 Réalisation des revêtements	30
III.3.1 Revêtement par projection thermique	30
III.3.1.1 Castollin Eutectic Eutalloy SuperJet	30
III.3.1.2 Processus de projection	30
III.3.1.3 Paramètres de Projection	31
III.3.1.4 Mesure de température	32
III.3.1.5 Mesure d'épaisseur de revêtement après projection	32
III.3.3 Dépôt d'une couche mince	32
III.3.4 Dispositif expérimental et procédure de dépôt	33
III.3.4.1 L'enceinte à décharge	34

Table des matières

III.3.4.2 Le système de pompage	34
III.3.5 Préparations des substrats avant dépôt	34
III.3.5.1 Polissage des substrats d'acier.....	35
III.3.5.2Le nettoyage des substrats d'acier	36
III.3.6Procédure de dépôt	36
III.3.6.1 Optimisation des paramètres	37
III.3.6.1.1 Variation de taux des gaz de N ₂ et Ar	37
III.3.6.1.2 Traitement thermique des échantillons	38
III.3.6.1.3 Chauffage de porte substrat lors de dépôt	38
III.3.6.3 paramètres du Dépôt final	39
III.4 Traitement thermique	39
III.4.1 objectif du traitement	39
III.5Techniques de caractérisation	40
III.5.1Microscopie Optique Métallographique	40
III.5.2 Diffraction des rayons X	41
III.5.2.1 Principe	41
III.5.2.2 Configuration Bragg-Brentano	42
III.5.3 Microscopie électronique	43
III.5.4 la micro-dureté	44
III.5.5 Nano indentation	46
III.5.5.1 Introduction	46
III.5.5.2 Principe	46
III.5.5.3 Indenteur de Berkovich	47
III.5.5.4 Courbe de charge décharge	47
III.5.6 Tribomètre	48
III.5.6.1 PRINCIPE ET DESCRIPTION DE TRIBOMETRE	48
III.5.7 Mesure du volume d'usure	50
II.6 Conclusion	51
IV.1 Analyses microscopiques	53

Table des matières

IV.1.1 Dépôt par Projection thermique	53
IV.1.2 Examen de la poudre (Ni-Cr-Si-B-Fe-C) par MEB	54
IV.1.3 Micrographie du revêtement (Ni-Cr-Si-B-Fe-C) sans refusion	54
IV.1.4 Micrographie de revêtement Ni-Cr-Si-B-Fe-C avec refusion	55
IV.1.5 Dépôt de couche mince par PVD	56
IV.1.6 Recuit de cristallisation des Ti-Al-N et Ti-W-N	58
IV.2 Caractérisation par DRX	59
IV.2.1 Caractérisation de poudre	59
IV.2.2 Caractérisation du substrat	60
IV.2.3 Caractérisation de la couche de projection	60
IV.2.4 Caractérisation des cibles	61
IV.2.4.1 Caractérisation de cible Ti-W	61
IV.2.4.2 Caractérisation de cible Ti-Al	62
IV.2.5 Caractérisation des dépôts de Ti-W-N	63
IV.2.6 Caractérisation des dépôts après recuit de cristallisation	63
IV.2.7 Caractérisation de dépôt avec chauffage de substrat à 300°C	64
IV.3 L'épaisseur de la couche	65
IV.4 mesure de dureté	66
IV.4.1 mesure de micro-dureté	66
Les essais de micro-dureté ont été réalisés sur une coupe transversal du revêtement allons de cœur de substrat vers la surface de dépôt avec un pas de 0.05 mm.	66
IV.4.2 Mesure de nanodureté	67
IV.4.2.1 Courbe charge-décharge	68
IV.4.2.2 Mesure de nanodureté Ti-Al-N	69
IV.4.2.3 Nanodureté de Ti-W-N	70
IV.4.2.4 Nanodureté de Ti-Al-N et Ti-W-N avec chauffage	71
IV.5 Nanodureté de Dépôt final	72
IV.6 Tests tribologique	74
IV.6.1 coefficient de frottement	74

Table des matières

IV.6.1.1 coefficients de frottement du Substrat	74
IV.6.1.2 coefficients de frottement couche de projection thermique	75
IV.6.1.3 coefficients de frottement couche mince de Ti-W-N sans Bias	75
IV.6.1.4 coefficients de frottement couche mince Ti-W-N avec Bias	76
IV.6.2 Le taux d'usure	76
IV.7 conclusion générale	80
IV.8 References	81

Introduction générale

Les outils de travail, armes, moyens de transport etc. préoccupent l'homme depuis de longues décennies. Les premiers revêtements de peinture, de vernis ou tout simplement les imprégnations dans la résine datent de la préhistoire. L'histoire moderne a été marquée par des découvertes dans tous les domaines avec un capital croissant de connaissances en physique, chimie, sciences et techniques. Mais c'est seulement depuis la période d'histoire moderne que l'homme a commencé à s'intéresser aux aspects physiques et chimiques des méthodes de traitement de surface employées.

Un traitement de surface est généralement réalisé dans le but d'améliorer les caractéristiques superficielles d'un matériau (dureté, module d'élasticité, résistance à l'usure ou à l'oxydation, modification de la conductivité thermique ou électrique, aspect visuel), tout en préservant son intégrité dans son volume.

Les revêtements à base de nickel sont utilisés dans des applications lorsqu'une résistance à l'usure ou à la corrosion est requise, la présence de bore et de silicium sur les compositions des alliages à base de Ni leur donne des caractéristiques qui sont particulièrement adaptées pour la projection plasma ou projection à des vitesses supersoniques (HVOF), mais ces procédés sont très coûteux et complexes à mettre en pratique.

Un autre procédé pour pulvériser les poudres à base de Ni est la projection à flamme, ce procédé est très simple, pas cher et facile à utiliser. En conséquence, coût et temps peuvent être enregistrés. L'utilisation de la projection à flamme ne se limite pas au revêtement, elle est largement utilisée dans la préparation et le chargement des surfaces.

Mais la dureté obtenue par ce procédé reste faible au regard d'autres technologies comme les dépôts en couches minces, ce qui nous a conduit à faire un traitement duplex.

Au plan industriel les techniques de dépôts minces plasma (PVD, PACVD) permettent d'élaborer des dépôts d'épaisseurs de quelques dizaines de nanomètres à quelques micromètres. Le traitement des outils de coupe est une application importante afin de réduire les coûts d'usinage, le temps d'immobilisation, la quantité de liquide de refroidissement et de déchets. Le but de ces dépôts sur des matériaux de substrat adaptés consiste à accroître le temps de vie

de l'outil ainsi que la vitesse de coupe et à diminuer le temps d'usinage. Naturellement de tels dépôts doivent avoir une dureté élevée, avec une très bonne ténacité, une très forte adhésion au substrat ainsi qu'une excellente tenue en température et stabilité thermique.

L'objectif de notre travail est la réalisation de deux couches, une couche épaisse par projection thermique à flamme suivi d'une couche mince dure par pulvérisation cathodique réactif DC.

Ce mémoire de Master est subdivisé en quatre chapitres :

- Le premier chapitre regroupe les techniques de dépôt par projection thermique.
- Le deuxième chapitre exprime la technique d'élaboration d'une couche mince par pulvérisation cathodique.
- Le troisième chapitre est consacré à la méthode d'élaboration des couches minces et épaisse et à la description succincte des techniques de caractérisation utilisées dans le cadre de ce travail.
- Dans le quatrième et dernier chapitre, sont présentés les principaux résultats obtenus dans cette étude.

Le mémoire commence par une introduction et termine par une conclusion générale dans laquelle sont rapportés les principaux résultats obtenus.

Chapitre I

La projection thermique

I.1 Introduction

La projection thermique est considérée comme l'une des technologies clés de l'ingénierie de surface. Étant donné que la technique de la projection thermique a été inventée au début du XXe siècle, l'utilisation de revêtements thermiques pulvérisés a augmenté énormément et ils sont largement utilisés dans l'ensemble des industries mécaniques modernes.

Cette technique utilise une très large gamme des matières premières solides (y compris les métaux et alliages, métaux durs, céramiques et polymères) principalement sous la forme des poudres, des fils et des barguettes ,pour la formation du revêtement, la déformation plastique des particules pulvérisés au moment de l'impact est une condition préalable après accélération à l'intérieur ou à l'extérieur de pistolet de pulvérisation. Dans la plupart des techniques de la projection thermique ceci est réalisé en complète ou partielle fusion du matériau de particules projetées. [1]

La figure I.1 présente les principaux procédés utilisés dans la projection thermique. Ils sont regroupés par la source d'énergie :

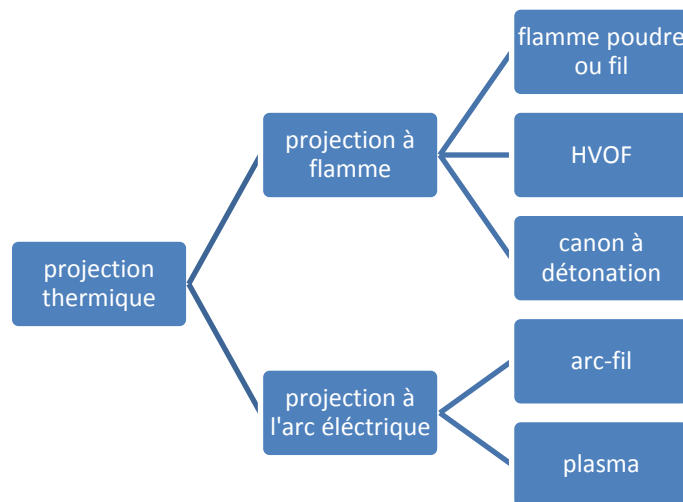


Figure I.1 les principaux procédés utilisés dans la projection thermique.

I-2 Historique

Au début du 20ème siècle (1909) un ingénieur suisse de Zurich, le Docteur Max Ulrich Schoop a minutieusement étudié l'impact de balles en plomb sur un mur en béton, ce qui lui a inspiré de réaliser une invention portant sur l'utilisation de la technique de revêtement en plomb ou en zinc par projection de métal fondu. Dans un premier temps, il a utilisé un creuset rempli de métal fondu et de l'air préalablement chauffé pour la pulvérisation et la projection du métal. Après différentes évolutions techniques, l'utilisation d'un chalumeau comme source d'énergie et d'un métal en poudre a été qualifiée et brevetée en 1911 comme "processus pour fondre un matériau dans une zone de chauffage et pour le propulser à l'état fondu et/ou ramolli par la chaleur, sur une cible pour y former un enduit [2].

I-3 Principe de la technique

La projection thermique est une technique de traitements de surface qui réalise des dépôts épais de matériaux aussi différents que les métaux purs, les alliages métalliques, les oxydes métalliques, les carbures, nitrures, borures, siliciures ainsi que des matières plastiques. Tous ces matériaux peuvent être projetés et déposés sur des substrats métalliques, céramiques, plastiques et également pour certains d'entre eux sur du bois, du verre et même du papier. Les matériels utilisés en projection thermique font appel aux énergies de la flamme oxy-gaz et ou l'arc électrique pour fondre les matériaux d'apport et les propulser à des vitesses quelquefois supersoniques sur les pièces à revêtir [3].

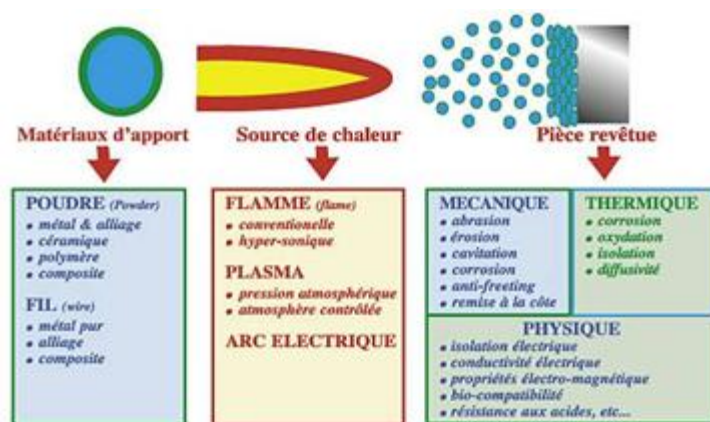


Figure I.2 Principe de la projection thermique[6].

I.4 Les différents types de projection selon la source d'énergie

I.4.1 Projection à la flamme

L'utilisation de l'énergie d'une réaction chimique de combustion est un principe de base pour trois grandes techniques de projection à la flamme. En fonction de la propagation de la réaction chimique, différentes techniques sont utilisables.

1. La projection à la flamme classique à une vitesse d'éjection des gaz de l'ordre de 100 à 150 m/s.
2. La technique appelée HVOF (High Velocity Oxygen Fuel) qui est basée sur la combustion continue de gaz introduits sous pression à fort débit, ce qui conduit à une vitesse d'éjection variant entre 1500 et 2500 m/s.

3. Enfin la projection par détonation : c'est un processus discontinu permettant d'utiliser l'énergie d'une détonation [2].

I.4.1.1 Projection à la flamme supersonique (HVOF)

Dans le procédé de projection hypersonique (HVOF High Velocity Oxy-Fuel), la combustion de fuel (Kérosène, l'acétylène, le propylène et l'hydrogène) avec l'oxygène se fait dans la chambre du pistolet. Et produit une flamme à haute pression qui est forcée vers la buse en augmentant sa vitesse. La poudre peut être introduite axialement dans la chambre sous haute pression ou alimentée par le côté d'une buse de type Laval où la pression est plus faible.

En raison de la haute pression à l'intérieur de la chambre de combustion, la détente des gaz peut propulser des particules injectées dans la flamme à des vitesses supérieures à 2000 m / s. Cependant, la flamme atteint des températures beaucoup plus basses, 2600°C en utilisant du kérosène comme combustible. La figure I.3 résume le revêtement la projection thermique HVOF. La très haute énergie cinétique des particules frappant la surface du substrat ne nécessite pas que les particules soient complètement fondues pour former des revêtements de haute qualité. Il s'agit d'un avantage pour les revêtements de type carbure ou cermet.

La projection HVOF est considérée comme avantageuse par rapport aux autres processus de projection thermique, essentiellement pour des matériaux ayant des points de fusion inférieurs à 3000 K [4].

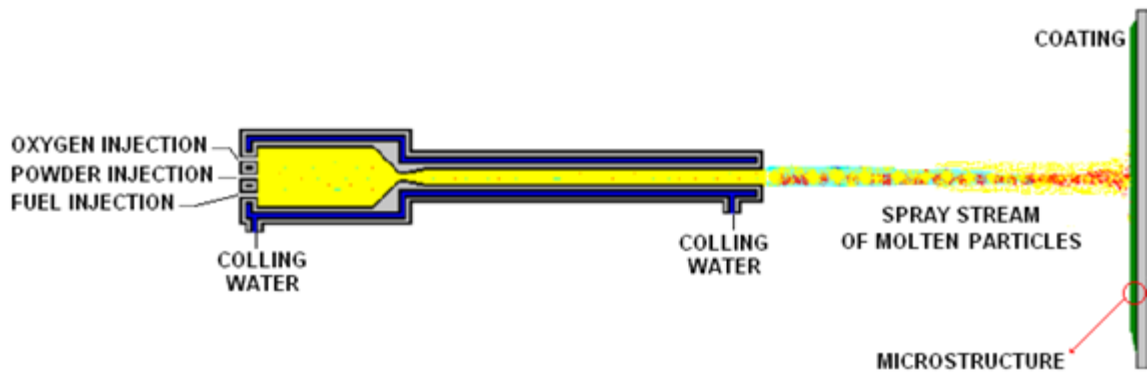


Figure I.3 Principe de projection HVOF[4].

La très haute énergie cinétique des particules frappant la surface du substrat ne nécessite pas des particules complètement fondu pour former des revêtements de haute qualité HVOF. Il se agit d'un avantage pour les revêtements de type carbure de cermet.

La pulvérisation HVOF est considéré comme avantageuse par rapport aux autres processus de projection thermique, essentiellement pour des matériaux ayant des points de fusion inférieurs à 3000 K [4].

I.4.1.2 Projection à détonation

Le procédé est connu sous le nom de D-Gun (détonation gun). Le dispositif principal est un canon à détonation, ou la réaction d'oxydation se produit avec une vitesse supérieure à la vitesse du son. Le canon est constitué d'un tube de diamètre 21 à 25 mm et d'une longueur d'environ 1 m fermé d'un côté. Il est équipé d'un système de soupapes pour injecter les gaz et la poudre ainsi que d'un dispositif d'allumage entièrement automatisé.

La poudre est injectée en même temps que le mélange des gaz (généralement acétylène/oxygène).

L'onde de choc de l'explosion amorcée par une étincelle propulse la poudre tout au long du canon avec une vitesse proche de 1000 m/s.

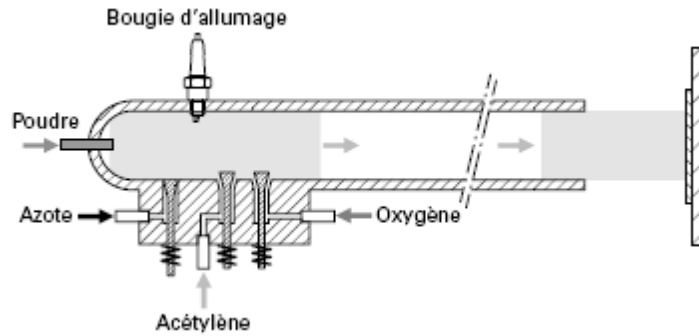


Figure I.4 Schéma de principe du canon à détonation [2].

Les allumages sont reproduits avec une fréquence de 4 à 10 tirs par seconde et Successivement suivis d'un balayage du canon avec un gaz neutre. Le revêtement obtenu possède un faible taux de porosité (moins de 1%) et une très bonne adhérence (80 MPa) mais il est limité à une épaisseur qui ne dépasse pas 300 μm [2].

I.4.1.3 La projection à la flamme classique

I.4.1.3.1 Projection flamme-fil

Contrairement au procédé flamme-poudre, la flamme ne sert en projection flamme-fil qu'à fondre le métal d'apport, introduit sous forme de fil, de cordon, ou de barguette, en son centre. Une fois fondu, le matériau d'apport est projeté sur le substrat par un courant d'air comprimé.

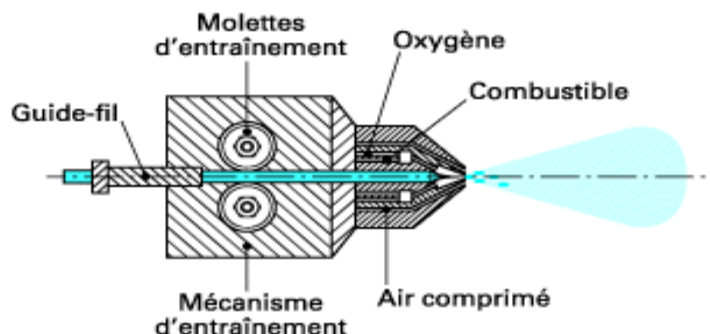


Figure I.5 Principe de fonctionnement d'un pistolet flamme-fil[5].

La vitesse des particules est d'environ 150 m/s et la distance entre buse et substrat est comprise entre 100 et 200 mm. Les épaisseurs déposées peuvent aller de quelques dixièmes de millimètre à quelques millimètres, à des taux horaires très variables suivant les matériaux, les diamètres de fil utilisés, et les propriétés de dépôts recherchées : de 1 kg/h, pour certaines céramiques préparées sous forme de cordon souple ou de la refusion après projection permettant d'améliorer l'adhérence et de diminuer la porosité. La projection d'aciers, d'alliages à bas point de fusion, de céramiques ou de polymères est également possible [5].

I.4.1.3.2 Projection flamme-poudre

On désigne généralement sous le nom de projection flamme-poudre le procédé de projection thermique le plus ancien, consistant à introduire un matériau sous forme de poudre dans une flamme oxy-combustible et à le véhiculer grâce à l'énergie cinétique transmise par les gaz de combustion (figure I.6).

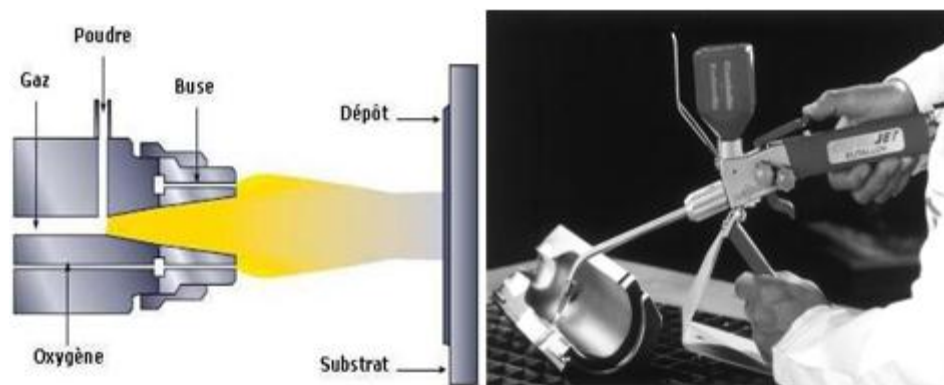


Figure I.6 Principe de la projection flamme-poudre [5].

La poudre à projeter peut être un métal pur, un alliage, un composite, un cermet ou certaines céramiques à bas point de fusion. La température de fusion des matériaux utilisés doit être inférieure à 0,6 à 0,7 la température de la flamme ($T_{\text{fusion}} = 0,6 \text{ à } 0,7 T_{\text{flamme}}$).

En raison de la faible vitesse d'impact des particules projetées, de l'ordre de 30 à 50 m/s, les dépôts obtenus ont une faible adhérence (de l'ordre de 20 à 40 MPa) et une porosité relativement élevée (10 à 20%). Les matériaux les plus utilisés sont les alliages auto fusibles (alliages à base de Ni ou Co contenant du bore et/ou du silicium et les alliages à bas point de fusion. Pour les alliages auto-fusibles, la refusions et la liaison du dépôt avec le substrat, sont obtenues par un post-traitement de chauffage après projection. Les dépôts refondus sont denses et presque sans porosité. De plus, les oxydes sont éliminés grâce au bore et au silicium

sur lesquels l'oxygène se fixe préférentiellement et qui diffusent ensuite vers la surface du fait du gradient de température [6].

Ces torches sont des chalumeaux oxygaz équipés d'un récipient contenant la poudre. Celle-ci tombe par gravité et est entraînée par un des gaz de combustion, pour être introduite dans la flamme. La vitesse de projection est très faible. La distance de la buse au support est très courte (quelques millimètres). La flamme sert à chauffer le substrat et à assurer la fusion de la poudre. Une liaison de type brasure est ainsi réalisée.

Ces chalumeaux sont peu onéreux et sont très appréciés pour leur facilité d'emploi. Ils restent un outil privilégié des services maintenance et des petites entreprises pour résoudre des problèmes de rattrapage de côtes, d'abrasion ou de corrosion par exemple. Les matériaux d'apport sont des alliages dits « auto fusibles » (voir § 5) à base Ni ou Co (alliés à des éléments tels que Cr, B, Si) et chargés éventuellement en carbures [5].

Ces pistolets se différencient des précédents par leur puissance calorifique et par le fait que le substrat n'est pas chauffé par la flamme. Les pistolets flamme-poudre sont de deux types :

— à réservoir de poudre intégré, la poudre tombant par gravité puis étant aspirée par un des gaz de combustion.

— à réservoir séparé, relié au pistolet par un flexible, la poudre étant véhiculée par un gaz porteur (gaz neutre, air...).

Ces matériels sont utilisés soit manuellement (ils sont alors couplés avec un tableau de réglage des pressions et débits de gaz), soit sur machines automatiques, la gestion des cycles et des paramètres étant assurée par des consoles programmables.

La vitesse des particules projetées est faible (30 m/s) et la distance entre buse et substrat est comprise entre 100 et 200 mm (afin que la poudre ait un temps de séjour suffisamment long pour être fondue).

Ce procédé permet des dépôts de quelques dixièmes de millimètre d'épaisseur, à des taux horaires de dépôt d'environ 2 à 3 kg/h, sans échauffement important du substrat. Les matériaux les plus utilisés restent les alliages auto fusibles.

Ce matériel est plus répandu que le précédent, et reste d'un coût très abordable, il est apprécié pour son niveau sonore faible et est utilisé dans tout type d'industrie pour des

applications telles qu'isolation thermique ou électrique, usure, corrosion, sur pièces neuves ou usagées [5].

I.4.1.4 Projection à l'arc

I.4.1.4.1 Projection à l'arc électrique

La projection à l'arc électrique est un processus très utile pour faire des revêtements métalliques grâce à son faible coût. Le fil utilisé pour le soudage peut être pulvérisé à arc électrique à haut débit (30 à 50 kg / h). Deux fils sont utilisés dans ces procédés, qui sont chargés électriquement, l'un positif et l'autre négatif par passage de courant. Les fils sont réunis pour faire un arc, l'air comprimé provenant de la buse réduit le métal fondu à petites particules et les pulvérise sur le substrat. Un taux de pulvérisation plus élevée peut être obtenu en utilisant un courant élevé. Le revêtement formé par ce procédé a une densité relativement élevée et adhère bien sur le substrat. Une plus grande densité et de plus la force de liaison peut être obtenue par mise en œuvre du procédé dans une chambre à pression réduite [7].

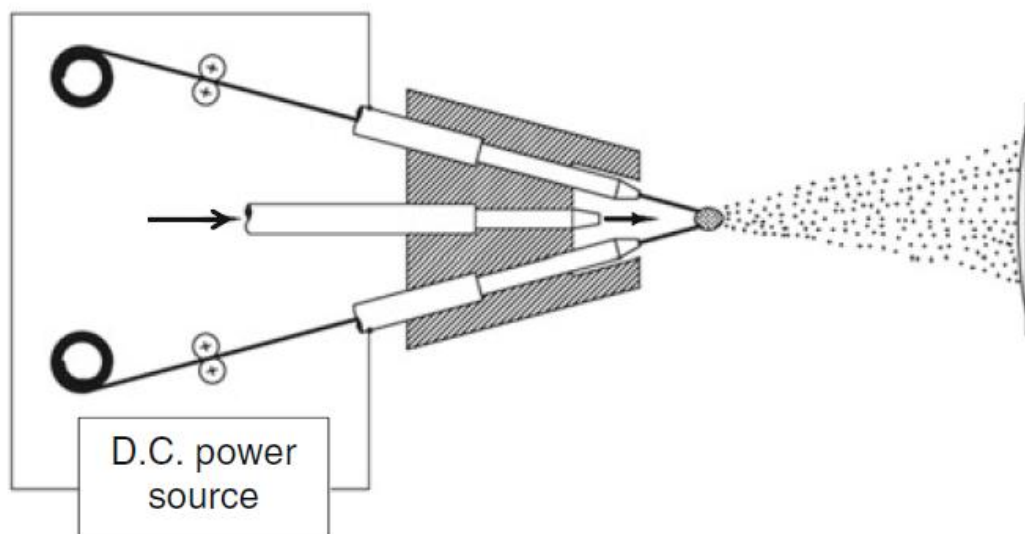


Figure I.7 Schéma de projection à l'arc électrique [7].

I.4.1.4.2 Projection par plasma

C'est la méthode la plus commune de revêtement par projection thermique, et est appliquée comme projection plasma air - Air Plasma Spraying (APS) - ou comme projection sous atmosphère contrôlée.

Un arc électrique se forme entre une cathode et la buse concentrique du pistolet pulvérisateur. Un mélange de gaz et de flux élevé le long de l'électrode est ionisé par l'arc, et forme le plasma. Ce jet de plasma est projeté hors de la buse, où la poudre du matériau de revêtement est injectée dans le jet de plasma. La chaleur et la vélocité du jet de plasma fait fondre rapidement et fait accélérer les particules pour les conduire sur le substrat et former un revêtement. Les revêtements par jet de plasma ont une structure plus dense que les revêtements projetés à la flamme.

Les particules peuvent atteindre une vitesse de 300 m / s, et à des températures extrêmement élevées, de 13000K à 30000K

La projection de plasma comporte l'avantage de pouvoir être projetée sur les matériaux avec des points de fusion élevés tels que la céramique ou les métaux réfractaires.

Il s'agit d'une méthode de projection polyvalente pour des revêtements de haute qualité et utilisés pour un vaste choix d'applications, y compris les revêtements sur les surfaces de traction, les revêtements pour barrière [9].

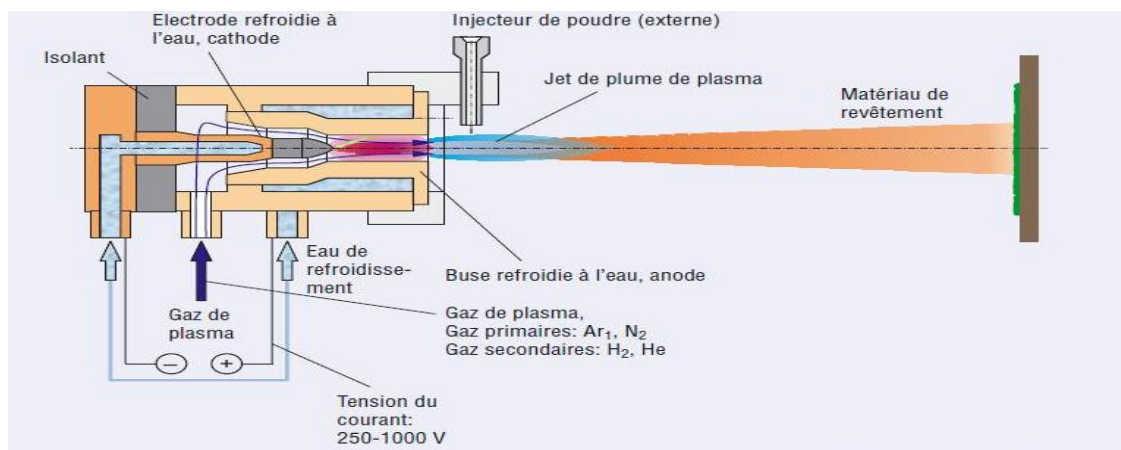


Figure I.8 Schéma de la projection plasma [9].

I.5 Formation et structure des dépôts

Les dépôts formés par projection thermique sont obtenus par empilements successifs de gouttelettes de matériau fondu ou à l'état pâteux. La structure ainsi formée est du type lamellaire. Afin de réaliser un bon accrochage mécanique, la surface des pièces à revêtir est préalablement préparée pour en augmenter la rugosité et permettre aux particules de s'ancrer dans les irrégularités de surface.

L'adhésion est assurée par un ancrage mécanique du matériau qui pénètre dans les microcavités et irrégularités de surface du substrat avant la solidification.

Les dépôts sont généralement stratifiés, s'ils ne sont pas traités a posteriori. Ils sont poreux, la porosité provenant soit de microcavités dues à un empilage imparfait des gouttelettes, soit de gaz enfermés pendant la solidification. Le taux de porosité varie de moins de 1 % à 25 % suivant les procédés et les matériaux utilisés. Les dépôts comportent des inclusions telles que des oxydes ou encore d'autres matériaux provenant des chalumeaux eux-mêmes, des particules infondues ou partiellement fondues n'ayant pas subi un cycle thermique complet (en raison de leur taille ou de leur cheminement dans la source de chaleur)[5].

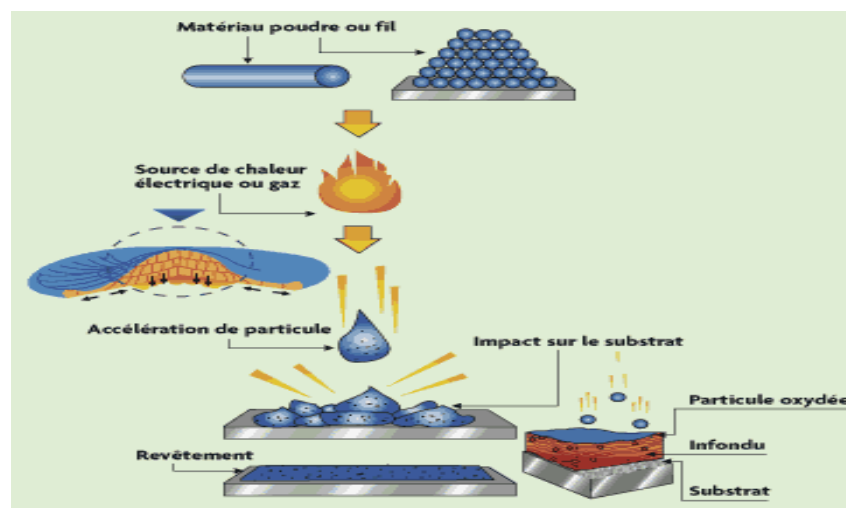


Figure I.9 Le dépôt par la projection thermique à la flamme.

I.6 Préparation de surface

Les substrats avant projection sont généralement directement issus de l'étape de découpe ou d'usinage, leur état de surface est pollué par les résidus des traitements mécaniques et par les molécules de l'atmosphère adsorbées.

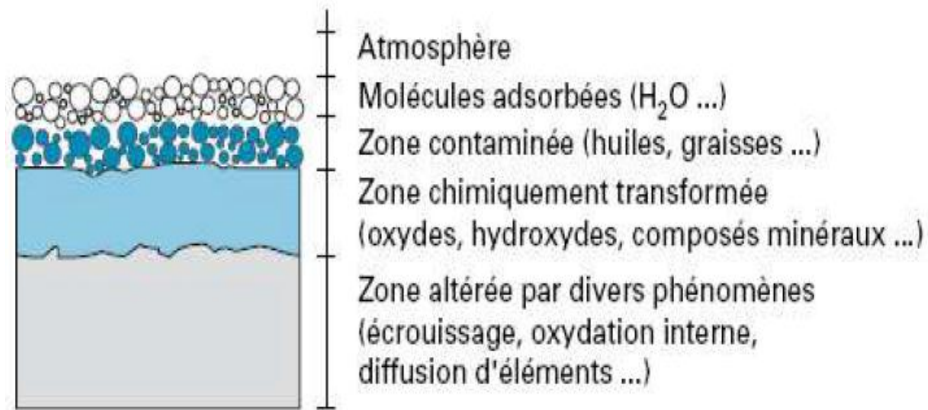


Figure I.10 Représentation schématique des contaminants d'une surface métallique.

La bonne projection exige une préparation rigoureuse des surfaces à revêtir. Si quelques fois on peut obtenir, avec des particules liquides et très chaudes, des liaisons ponctuelles par fusion entre le projectile et le subjectile, cet accrochage reste toujours très insuffisant. En effet, que ce soit pendant les opérations d'usinage sur des pièces rechargées, ou au cours des sollicitations sur des pièces protégées contre la corrosion, les efforts mécaniques induits aux revêtements engendreront son décollement. Il est donc utile et nécessaire de préparer la surface pour obtenir.

I.6.1 La propreté

La propreté est le constat visuel de la disparition plus ou moins importante des impuretés de toutes natures, pouvant souiller la surface d'un produit. Elle permet aussi de mettre à jour les modifications physiques éventuelles de la structure (défauts ou autres). Cette propreté sera obtenue, suivant le type de polluant de la surface, soit par un dégraissage soigné après usinage dans le cas d'opération de rechargement, soit par un sablage dans le cas d'opération de protection anticorrosion.

I.6.2 La rugosité

Pour obtenir une bonne adhérence, la propreté est nécessaire, mais pas suffisante. Il faut créer un accrochage mécanique entre le produit et le support. Celui-ci s'obtient par la

réalisation d'une rugosité sur toute la surface par un bombardement intensif de projectiles dans le cas du sablage, ou par l'enlèvement organisé de matière créant un relief, dans le cas d'un usinage.

I.6.2 Le préchauffage

Un léger préchauffage de la pièce à traiter, est toujours conseillé afin d'augmenter le pouvoir d'adhérence. Il devient indispensable pour les revêtements à partir de poudre et surtout pour les matières plastiques qui ne sont pas conductrices de chaleur.

Le préchauffage peut aussi être employé pour la dessiccation de certaines pièces poreuses, imprégnées en profondeur d'eau ou de graisse ou d'huile, que le nettoyage n'a pas atteinte [13].

I.7 Caractéristiques des différentes techniques de la projection thermique

Tableau I.1 résume et compare les principales caractéristiques des techniques de projection thermique [10] :

Caractéristiques	Projection flamme	Arc électrique	plasma	HVOF	Canon à détonation
Température de flamme (°C)	3 000	6 000	12 000	3 000	3 000
Vitesse des particules (m/s)	40 à 150	250	200	700	950
Taux horaire de dépôt (Kg/h)	1 à 20	5 à 30	1 à 4	3 à 5	3 à 5
Rendement moyen (%)	50 à 70	80	70	70	70
Taux de porosité (%)	10 à 20	8 à 15	1 à 10	0.5 à 2	0.5 à 2
Force d'adhérence (MPa)	20 à 40	40	30 à 70	50 à 80	50 à 80
Epaisseur déposée (mm)	0.1 à 1.5	0.2 à 3	0.05 à 1.5	0.05 à 1	0.05 à 1

I.8 conclusion

Dans ce chapitre nous avons abordé de manière générale le principe de la projection thermique et en particulier la projection flamme- poudre qui a été utilisé dans notre travail de thèse

La technique de la projection a flamme poudre consiste à fondre les matériaux sous forme de poudre et la propulser sur un substrat pour former une couche.

Le prochain chapitre sera consacré aux dépôts des couches minces en utilisant des technique PVD (Physical Vapor Deposition).

Chapitre II

Dépôt de couches minces

II.1 Introduction

Depuis les années 90, les dépôts durs et minces obtenus par procédé PVD (Physical Vapour Deposition) ou PACVD (Plasma Assisted Chemical Vapour Deposition) sont développés de manière importante car ils représentent un fort potentiel pour l'amélioration des performances tribologiques des pièces mécaniques. En effet, ces dépôts surclassent généralement les traitements de durcissement superficiel traditionnels tant par leur propriétés intrinsèques (dureté, module de Young) que par leur résistance aux tests d'usure classiques.

Les techniques de dépôt sous vide se situent actuellement à un point charnière de leur développement. Grâce aux efforts de recherche et développement menés tant en milieu universitaire qu'industriel, les procédés sont désormais bien maîtrisés. Pour les pièces mécaniques, on sait réaliser de manière reproductible des couches de 1 à 5 μm d'épaisseur, d'architecture avec une complexité croissante pour des coûts en baisse constante du fait de

L'optimisation des procédés (remplissage et architecture des machines, manutention des pièces...). Cependant la définition de l'architecture et des propriétés de ces films innovants sur des pièces réelles relève encore de l'empirisme faute de moyens théoriques pour dimensionner les couches et de méthodes adaptées à la prédiction de leur durabilité [14].

II.2 Généralité

II.2.1 Couches minces

On appelle couche mince un matériau dont l'une des dimensions, en général l'épaisseur, est très petite (quelques nanomètres «nm» à quelques micromètres " μm ") devant les deux autres dimensions. Cette faible distance entre les deux surfaces limites du matériau entraîne une perturbation des propriétés physique selon cette dimension.

L'intérêt des couches minces provient de la particularité des propriétés physicochimiques acquise par le matériau selon cette direction [15].

La différence essentielle entre le matériau à l'état massif et celui en couches minces est liée au fait que dans l'état massif on néglige généralement avec raison le rôle des limites dans les propriétés, tandis que dans une couche mince ce sont au contraire les effets liés aux surfaces limites qui sont prépondérants. Plus l'épaisseur sera faible plus cet effet de bidimensionnelle sera important [16].

Le passage de la matière à des dimensions nanométriques fait apparaître des propriétés inattendues et souvent totalement différentes de celles des mêmes matériaux à l'échelle micro-ou macroscopique, notamment en terme de résistance mécanique, de réactivité chimique, de conductivité électrique et de fluorescence. Les nanotechnologies conduisent donc à l'élaboration des matériaux dont les propriétés fondamentales peuvent être modifiées, par exemple, l'or est totalement inactif à l'échelle micro, alors qu'il devient un excellent catalyseur de réactions chimiques lorsqu'il prend des dimensions nanométriques.

II.2.2 Revêtements durs en couches minces

Les matériaux durs sont devenus de plus en plus importants pour revêtir les outils de coupe et les surfaces des pièces résistant à l'usure. Les revêtements durs offrent une solution économique aux problèmes d'usure et d'abrasion. Les matériaux les plus utilisés sont les métaux de transition (Cr, Ti, Mo, etc.), les nitrures et les carbures qui en découlent par dopage à l'azote ou au carbone.

En général, les revêtements durs se subdivisent en deux groupes :

- les revêtements possédant une dureté $< 40\text{GPa}$: de nitrures des métaux de transition.
- les revêtements super durs avec des duretés $> 40\text{GPa}$: le nitrure de bore cubique (c-BN), le carbone amorphe (DLC)...etc.

Pour l'instant de fait de la haute affinité que possède le carbone pour le fer, l'application des outils de coupe revêtus diamant à l'usinage de l'aluminium et ses alliages et à l'usinage du bois est limitée. Les revêtements à base de nitrures des métaux de transition (Ti, Cr, V, Nb...) élaborés par PVD sont renommés pour augmenter la durée de vie des outils de coupe et ont donc naturellement connu un rapide essor industriel. Leurs propriétés tribologiques ont fait l'objet de nombreuses études. La première raison du développement des dépôts à base de nitrures est le durcissement superficiel engendré par cette couche mince. Les auteurs s'accordent sur des valeurs de dureté de l'ordre de 25 GPa pour le Ti-N, valeur plus élevée que pour Cr-N qui est plus « tendre » avec une dureté variant entre 18 et 23 GPa selon les conditions de dépôts [25]. Le nitrure de titane se cristallise dans le système cubique Na-Cl avec une orientation préférentielle (111). L'application d'une tension de polarisation permet de densifier la structure et de faire diminuer la taille des grains, ce qui explique que la dureté augmente de 10 à 42 GPa [23].

Les revêtements Ti-Al-N possèdent des structures cubiques à face et structure hexagonale. La structure cristallographique des films $Ti_{1-x}Al_xN$ évolue avec l'augmentation de la teneur en Al dans Ti-N et qui se traduit par une transition entre la structure cubique à celle hexagonale. La teneur en Al pour laquelle s'opère ce changement de structure varie entre 52% et 70% Al. Cela peut s'expliquer en partie par les différentes techniques de dépôts utilisées [23].

II.2.3 Les plasmas

Le plasma appelé aussi le quatrième état de la matière, désigne un fluide ou un gaz partiellement ou totalement ionisé composés d'électrons, de particules ioniques chargées positivement ou négativement, de radicaux, de photons, d'atomes neutres et de molécules. L'ensemble est électriquement neutre.

On distingue les plasmas chauds, où les gaz sont majoritairement ionisés et des plasmas froids ou décharges lumineuses, possédant un faible taux d'ionisation, de l'ordre de 10^{-4} ions par espèce neutre.

Un plasma peut être généré en soumettant un gaz à un champ électrique continu ou alternatif. Les électrons libres sont alors accélérés et acquièrent de l'énergie. Au cours de leurs déplacements, ils entrent en collision (élastique ou inélastique) avec des molécules ou des atomes. Les chocs inélastiques provoquent l'ionisation des molécules de gaz. Le gaz passe alors d'un état d'isolant électrique à un état de conducteur par production d'espèces libres chargées. L'apparition d'espèces ionisées et excitées initie un grand nombre de phénomènes réactionnels complexes (ionisation, dissociation, émission, recombinaison, neutralisation, désexcitation, attachement...), permettant l'observation d'un phénomène de décharge lumineuse [24].

II.3 Méthodes d'élaboration des couches minces par procédé

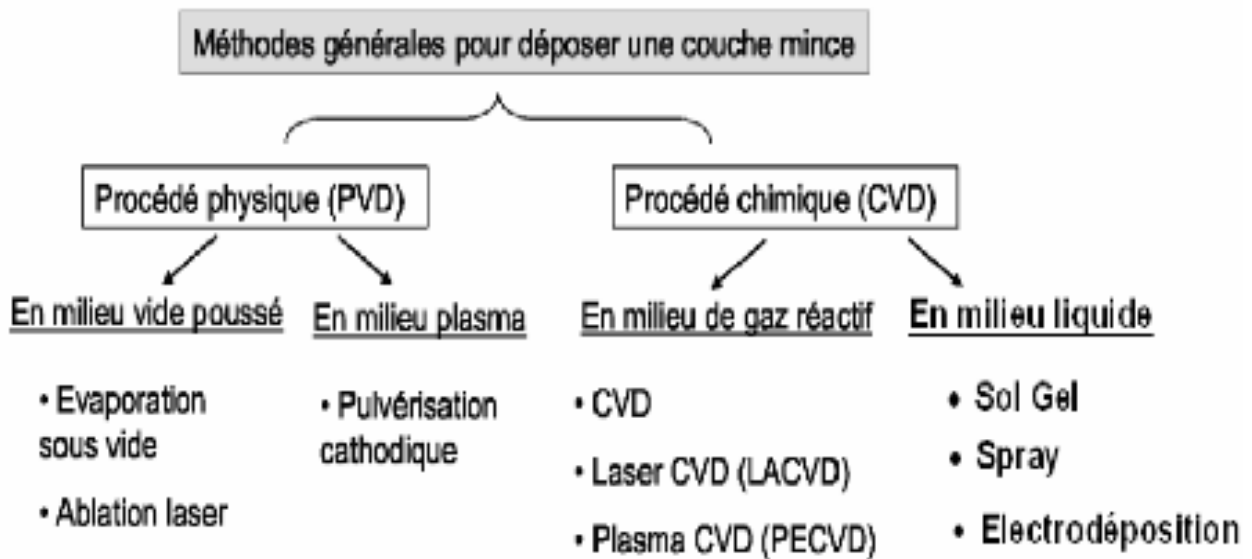


Figure II.1 Méthodes de dépôt des couches minces sous vide [18].

II.3.1 Dépôts chimiques en phase vapeur (CVD)

Le procédé de dépôt chimique en phase vapeur (ou CVD pour Chemical Vapor Deposition) utilise des précurseurs gazeux. La première utilisation de ce procédé date de 1893 (dépôt de tungstène pour la réalisation de lampe à incandescence). Le principe consiste à mettre en contact un composé volatil du matériau à déposer (précurseur) avec la surface à recouvrir, en présence ou non d'autres gaz. Il se produit alors une ou plusieurs réactions chimiques donnant au moins un produit solide au niveau du substrat. Les autres produits de réaction doivent être gazeux afin d'être éliminés hors du réacteur [19].

L'inconvénient le plus important qui limite la diffusion des techniques CVD dans l'industrie est la température élevée (500-1050°C) [24] nécessaire pour la décomposition thermique des précurseurs utilisés pour réaliser les dépôts. L'autre inconvénient est que ces procédés comportent des processus complexes et mettent en présence des produits toxiques et/ou explosifs. Ce qui est très peu recommandable pour l'écologie. De plus, la croissance de films se faisant dans une atmosphère réactive, l'équipement peut être attaqué et subir des dommages sans oublier que la température de travail limite le traitement de certains substrats [20].

II.3.2 Le dépôt physique en phase vapeur «physical vapor deposition »

Le dépôt physique en phase vapeur «PVD» est un procédé de recouvrement de surface par des atomes ou molécules d'un matériau à déposer, qui viennent adhérer sur le substrat à recouvrir en passant par un milieu passif (vide ou atmosphère inerte) ou actif (plasma, gaz réactif). Différents mécanismes physiques permettent de générer les espèces constituant le dépôt [31]. Les procédés par PVD regroupent principalement l'évaporation, l'ablation laser et la pulvérisation cathodique sous toutes ses formes.

Dans notre travail de thèse, on a utilisé la technique de dépôt par pulvérisation cathodique diode (Sputtering).

II.4 La croissance de la couche

On peut distinguer trois étapes dans la formation d'une couche mince :

1. Création de la ou des espèces à déposer.
2. Transport de ces espèces vers le substrat.
3. Dépôt sur le substrat et croissance de la couche.

II.5 Elaboration des couches minces par la pulvérisation cathodique DC (DC Sputtering)

II.5.1 Introduction

La pulvérisation cathodique permet la création de revêtements métallurgiques ou de films céramiques, à l'aide d'un plasma, trouvant leurs applications dans des domaines aussi divers que la mécanique, l'optique, l'électronique, les industries chimique et aéronautique, etc. D'un point de vue général, les revêtements sont réalisés sous atmosphère raréfiée ($< 10\text{Pa}$) suivant trois étapes : la création d'une vapeur métallurgique à partir d'une source (ou cible), son transport au sein d'un réacteur et sa condensation à la surface d'un substrat à revêtir [24].

II.5.2 Principe de la méthode

Le processus, représenté sur la figure I.6, peut être défini comme étant l'éjection d'atomes superficiels d'une cible du matériau à déposer (cathode) par des atomes ionisés d'un gaz neutre (en général l'Argon), et le transfert de ces atomes éjectés sur un substrat (anode)

que l'on désire recouvrir d'une couche mince. Ce processus se déroule toujours dans une chambre à vide.

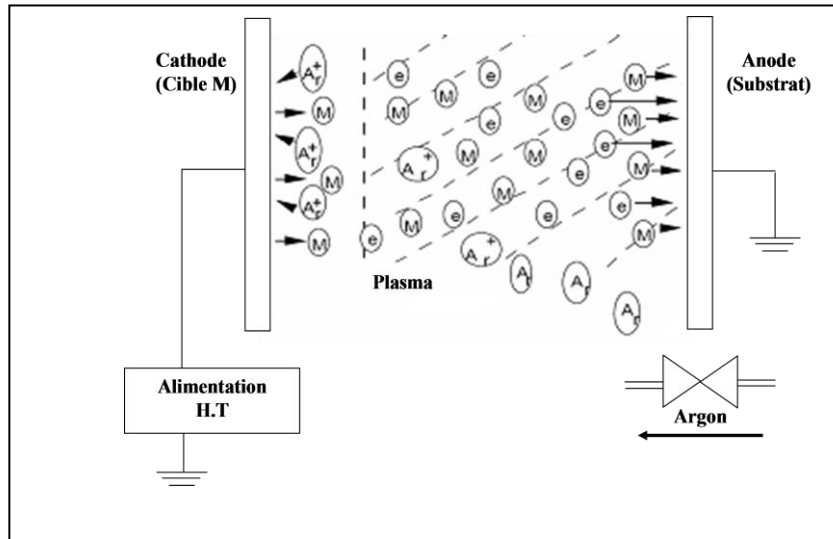


Figure 11.2 Schéma simplifié du fonctionnement de la pulvérisation cathodique DC.

Comme le montre la figure II.2, les particules énergétiques sont les ions de l'argon (Ar^+) du plasma, accélérés dans le champ électrique de la cible, portée à une tension négative par rapport à celle du plasma. Les particules pulvérisées sont en général électriquement neutres. Elles sont diffusées dans toute l'enceinte. Un certain nombre d'entre elles sont recueillies sur un support appelé substrat, placé en face de la cible typiquement 5 à 10 cm, et sur lequel elles forment une couche mince. La chaleur de condensation n'est pas la cause principale de l'échauffement du substrat [25].

En réalité les ions positifs responsables de la pulvérisation sont obtenus à partir des collisions électrons-atomes. Les électrons énergétiques, par effet de collision, donnent une partie de leurs énergies aux atomes :

- Si l'énergie transférée est inférieure à l'énergie d'ionisation ($11.5 < E < 15.7\text{eV}$), un électron orbital sera excité sur un niveau d'énergie plus élevé pour 10^{-8} sec et retournera à son état d'origine en émettant un photon en lumière visible. Cette excitation est à l'origine du phénomène de luminescence.

- Si l'énergie transférée est supérieure à l'énergie d'ionisation ($E > 15.7\text{eV}$ pour de l'argon), un second électron libre est créé avec ion positif. Par la suite, les deux électrons libres vont être accélérés.

Afin d'augmenter la densité ionique au voisinage de la cible le système à diode, pulvérisation cathodique DC simple, est développée pour avoir la pulvérisation cathodique DC magnétron. Ce nouveau système est équipé d'un dispositif magnétron, qui est constitué d'aimants situés sous la cible et qui va créer un champ magnétique à la surface de la cible. La combinaison de ces deux champs, magnétique et électrique, donne naissance à des lignes de champ qui piègent les électrons secondaires. L'augmentation du nombre d'électrons secondaires provoquera systématiquement l'augmentation du taux de pulvérisation.

II.5.3 La pulvérisation cathodique DC réactive

Dans le cas où on introduit dans l'enceinte un gaz réactif, azote ou l'oxygène, avec le gaz plasmagène l'argon, les atomes pulvérisés vont se réagir chimiquement, en présence du plasma, avec le gaz réactif pour former le matériau que l'on désire obtenir d'où l'appellation pulvérisation cathodique réactive [22].

II.6 Conclusion

Dans ce chapitre nous avons abordé de manière générale le principe des dépôts de couches minces et en particulier la pulvérisation cathodique diode DC (Sputtering).

Le principe de la technique PVD, DC(diode), consiste à bombarder une cible du matériau, métal pur ou alliage, à déposer avec des ions énergétiques créés dans un plasma, les ions délogent les atomes de la cible par collision. Pour augmenter la densité du plasma près de la cible, un système d'aimants peut être additionné à la structure de la cathode qui a pour rôle de confiner les électrons secondaires émis par la cible due aux effets de collision ion/cible au voisinage de la cible se qui provoquera l'ionisation des atomes du gaz (Argon) se trouvant près de la cathode.

Le prochain chapitre sera consacré au protocole expérimental réalisé au niveau des laboratoires de CDTA et au laboratoire de génie mécanique à l'université de Saad Dahleb Blida.

Protocole expérimentale

III Partie projection

III.1 Matériaux

III.1.1 Substrat

Le substrat utilisé dans le cadre de cette étude est un acier faiblement allié (AFNOR 42CD4) de forme cylindrique de 35 mm de diamètre. Les échantillons de ce derniers seront revêtus par la même poudre, sa composition chimique et ces propriétés mécanique sont donnés dans les tableaux III.1 et III.2 :

Tableau III.1 Composition s chimique de 42CD4 :

C	Cr	Mo	S	Mn	P	Si
0.38-0.45	0.90-1.20	0.15-0.30	≤0.035	0.60-0.90	≤0.035	0.40 Maxi

Tableau III.2 propriétés mécaniques de substrat :

Rm N/mm²	Re N/mm²	A %	Micro dureté
750-1300	500-900	10-14	400 HV0.1

III.1.2 Propriétés et domaines d'application

- Acier de construction faiblement allié au chrome molybdène pour trempe et revenu.
- Bonne trempabilité à l'huile, bonne résistance aux surcharges à l'état traité.
- Cet acier très employé en mécanique, pour des pièces de moyennes à fortes sections : arbres, essieux, crémaillères, vilebrequins, bielles, engrenages.
- Cet acier est parfois utilisé pour des pièces trempées superficiellement [35].

III.1.3 Usinage des échantillons

Des échantillons sous forme de disque de dimensions de 35 mm de diamètre et de 8 mm d'épaisseur ont été découpés à l'aide d'un tour parallèle, et pour améliorer l'état de surface on a procédé à une correction à l'aide d'une rectifieuse, le découpage et la rectification ont été réalisés dans une société privé SOMAB.

III.1.4 Poudre pour dépôt par projection thermique (borotec)

Eutalloy® 10009 (BoroTec) est un alliage chrome-nickel(Ni-Cr-Si-B-Fe-C) idéal pour les applications de revêtement de protection en cas de forte usure sur une variété de métaux de base, y compris les aciers inoxydables et les alliages de nickel. Le dépôt est extrêmement résistant à la corrosion et à l'oxydation, même à des températures élevées. Il a un faible coefficient de frottement et des propriétés de résistance à l'usure qui le rendent apte à la protection contre la friction métal-à-métal, la dureté de la poudre est 55-60 HRc [36].



Figure III.1 poudre borotec.

III.1.4.1 Caractéristiques et avantages du borotec

- Faible coefficient de frottement.
- Excellente résistance à l'abrasion à basse pression et à l'érosion.
- Bonne résistance à la corrosion.
- Facile à utiliser.
- Appliqué par projection-fusion, en utilisant la torche Super Jet Eutalloy [36].

III.1.5 Ti-Al-N

Les nitrures de titane et d'aluminium sont largement utilisés pour revêtir des outils de coupe en acier rapide de manière à les rendre plus résistants à l'usure et à l'oxydation. TiN a une bonne dureté mais s'oxyde à des températures assez basses ($\approx 500^\circ\text{C}$), contrairement à Ti-Al-N plus résistant à l'oxydation mais plus fragile. Les ternaires Ti-Al-N présentent un bon compromis de ces propriétés. Les films Ti-Al-N cristallisent dans un réseau cubique et hexagonal pour respectivement les faibles et fortes proportions d'aluminium. Cette transition entre la structure cubique et hexagonale est complexe et largement étudiée. L'ajout d'aluminium favorise une augmentation des propriétés mécaniques jusqu'à une proportion comprise entre 50 et 60% en fonction des conditions de dépôts. Le changement de structure cristallographique n'explique pas à lui seul ces modifications. Des travaux récents ont montré une influence de la structure électronique et de l'arrangement atomique de ces couches sur leur comportement à l'endommagement [26].

III.1.6 Ti-W-N

Les couches minces de système W-Ti-N ont d'abord été utilisés comme barrière de diffusion pour des circuits micro-électroniques [27]. Des travaux antérieurs, alliant les films

de W-Ti avec de l'azote était montré pour être un bon moyen d'améliorer les propriétés mécaniques, telles que la dureté jusqu'à 50 GPa et pour d'adhésivité / cohésion la charges critiques est jusqu'à 70 N. En outre, avec le N amélioration d'addition sur la résistance à la corrosion les films ont été trouvés. La bonne tenue à la corrosion et ses propriétés mécaniques permettent de prédire que ces films doivent être adaptés pour les composants mécaniques, comme l'estampage ou la découpe d'outils pour l'usinage à grande vitesse [33.], ainsi que les films de Ti-w-N ont une très bonne résistance à l'usure [34].

III.2 Préparations des surfaces

L'adhésion des revêtements réalisés par projection thermique est basée principalement sur l'accrochage mécanique, donc pour une meilleure adhérence du dépôt au substrat nous avons utilisé le grenaillage pour créer la rugosité nécessaire pour favoriser l'ancrage mécanique. Cette opération est faite aussi pour éliminer toute trace de graisse de rouille et d'oxydes qui se trouvent éventuellement sur la surface. L'augmentation de la rugosité de surface est obtenue par un lancement à grande vitesse des grains de tailles micrométriques de sables d'alumine (Al_2O_3) contre l'échantillon à l'aide d'air comprimé sous une grande pression. Le grenaillage est réalisé au niveau du laboratoire LTSM.



Figure III.2 Grenailleuse Airblast.

III.3 Réalisation des revêtements

III.3.1 Revêtement par projection thermique

III.3.1.1 Castollin Eutectic Eutalloy SuperJet

SuperJet Eutalloy est un système universel de projection de poudre, qui peut facilement être adapté pour l'application de revêtements de protection ou pour des réparations de pièces métalliques plates, de bords fins de précision ou des pièces cylindriques tournantes.

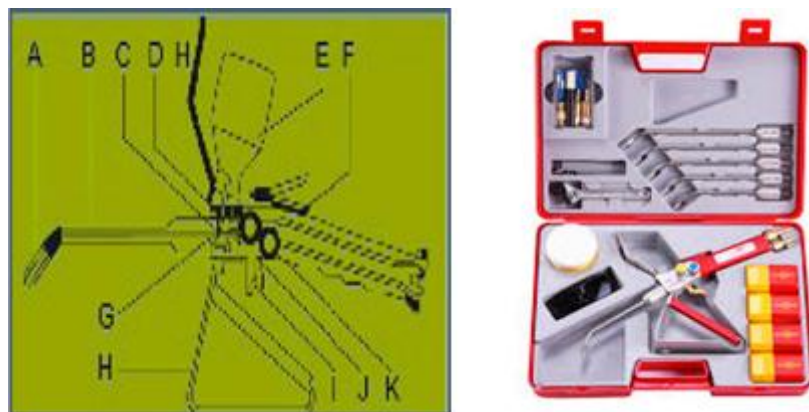


Figure III.3 Torche de projection la super jet.

- | | |
|---------------------------------|--|
| A : Buse de projection. | B : Lance orientable et interchangeable. |
| C : Aspiration de l'alliage. | D : Valve d'alimentation. |
| E : Module d'alliage. | F : Levier de commande de l'écoulement de l'alliage. |
| G : Chambre de mélange des gaz. | H : Bouclier de protection thermique. |
| I : Levier d'arrêt séquentiel. | J : Vanne de réglage d'acétylène. |
| K : Vanne de réglage d'oxygène. | |

III.3.1.2 Processus de projection

Après la préparation des surfaces comme décrit précédemment, l'élaboration de nos revêtements a été réalisée par projection thermique à la flamme oxyacétylénique. Une torche à

flamme de type fusion-refusion de Castollin Eutectic désigné par Eutalloy SuperJet a été utilisé pour l'exécution des revêtements sur les substrats.

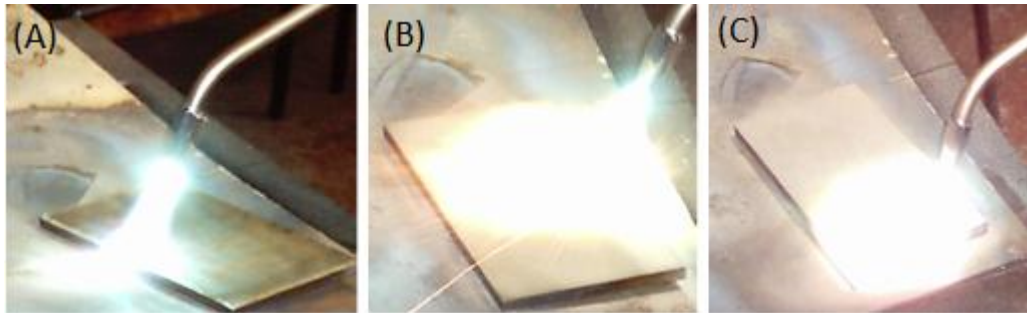


Figure III.4 Procédure de projection.

Le déroulement de projection thermique a été réalisé en trois parties :

- A) Chauffage : un chauffage du substrat avec le Super Jet a été effectué jusqu'à atteindre une température de 300°C, cette température est mesurée à l'aide d'un thermomètre infrarouge de type ...
- B) Projection thermique : elle appliquée sur toute la surface du substrat avec la même vitesse et la même distance buse-substrat.
- C) Refusion : qui a pour but de fusionner de nouveau la couche projetée afin de diminuer les porosités et d'avoir une diffusion entre le revêtement et le substrat. La refusion s'est effectuée à la température de 1000°C.

III.3.1.3 Paramètres de Projection

Après plusieurs essais préliminaires, nous avons arrivé à établir meilleurs paramètres de projection avec la buse utilisée, sont donnés dans le tableau ci-dessous montre ces paramètre.

Tableau III.3 Paramètres de dépôt par projection thermique :

Paramètres	superjet eutalloy
Pression d'oxygène	2.5 bar
Pression d'acétylène	0.7 bar
L'angle de projection	90°
Distance de projection	150-200 mm
Distance de préchauffage	15-20 mm
Vitesse de préchauffage	50 mm ² /s
Vitesse de projection	64 mm ² /s

Vitesse de refusion	25 mm ² /s
Code de la poudre	Eutalloy 10009
Composition chimique	Ni-Cr-Si-Fe-C-B

III.3.1.4 Mesure de température

La température est contrôlée au cours du préchauffage par un thermomètre infrarouge (pyromètre infrarouge) qui nous donne des résultats précis et sans contact, son utilisation est simple et fiable. C'est pour cela qu'on a utilisé un pyromètre de type Raytek Raynger MX l'appareille est illustrée sur la figure III.5



Figure III.5 Pyromètre type Raytek Raynger MX.

III.3.1.5 Mesure d'épaisseur de revêtement après projection

Après projection thermique, les mesures d'épaisseur ont été prises avec un appareil à ultrasons Positest DFT montré à la figure III.6



Figure III.6 Appareil Posites DFT.

III.3.3 Dépôt d'une couche mince

Les revêtements à base de nitrures ont été appliqués avec succès, comme revêtements résistants à l'usure au cours des trente dernières années et ont fait preuve de leur efficacité notamment pour des applications telles que la protection des matériaux pour outils d'usinage à sec à grande vitesse.

Jusqu'à présent une large diversité de revêtements durs est disponible commercialement. La grande majorité des dépôts appliqués sont basés sur Ti-N, Ti-C, Ti-C-N, Ti-Al-N, Cr-AlN, C-rN, Al₂O₃, etc.. [26].

III.3.4 Dispositif expérimental et procédure de dépôt

Le réacteur plasma qu'on a utilisé dans notre étude pour déposer les couches minces de Ti-Al-N et Ti-W-N a été conçu et réalisé au Centre des Développement des Technologies Avancées CDTA.

Le dispositif expérimental de pulvérisation cathodique est présenté par la figure III.7 (photographie), le réacteur plasma est constitué de trois parties essentielles qui sont :

- Une enceinte à décharge munie d'un système d'admission de gaz.
- Un générateur de courant continu de haute tension.
- Un système de pompage.



Figure III.5 Réacteur de pulvérisation cathodique.

1,2 : Bouteilles de gaz (N2) et (Ar).

5 : Coffret de jauge primaire (Pirani).

7 : Coffret de jauge secondaire (Penning).

8 : Enceinte.

10 : Pompe primaire.

12 : Générateur de DC.

14 : Système de refroidissement.

16 : Gâte valve.

3,4 : Ligne de gaz.

6 : Commande de pompage.

9 : Pompe secondaire.

11 : Bias.

13 : Alimentation de courant.

15 : Contrôle débit de gaz.

17 : Levier a trois positions.

III.3.4.1 L'enceinte à décharge

Elle est fabriquée en acier inoxydable, de forme cylindrique, dont les dimensions sont : hauteur $h = 250$ mm, diamètre $\Phi = 230$ mm.

Les parois de l'enceinte ont été réalisées avec une importante épaisseur, pour éviter l'écrasement dû à la pression atmosphérique extérieure.

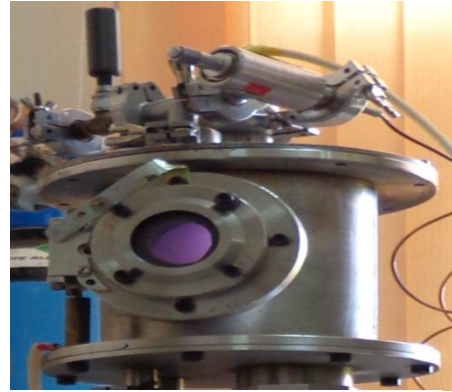


Figure III.6 Enceinte à décharge.

L'enceinte à décharge contient :

- Le porte substrat : lui aussi en acier inoxydable avec un diamètre de 100 mm.
- Le porte cible : c'est la partie supérieure de l'enceinte à laquelle est fixée la cible.
- L'arrivée des gaz.
- La partie basse est reliée avec le système de pompage.

III.3.4.2 Le système de pompage

Il est composé de deux pompes à vide : Une pompe primaire (pompe à palette) Leybold Heraeus D40B (débit: 4 m³/h), avec laquelle nous atteignons une pression de 10⁻³ Torr. Une pompe secondaire d'huile (pompe à diffusion) Edwards 100 (débit : 200 l/s), qui permet d'atteindre une pression de l'ordre de 10⁻⁶ Torr. Cette partie assure deux fonctions, d'une part le pré-vidage de l'enceinte et son maintien sous un vide inférieur à 10⁻⁵ Torr, et l'autre part assure la circulation du gaz utilisé pour former le plasma.

La pression est mesurée par une jauge Alcatel type Pirani pour le vide primaire et pour le secondaire par une jauge Alcatel, de type Penning.

III.3.5 Préparations des substrats avant dépôt

La préparation des substrats est une étape très cruciale avant toute opération de dépôt, car la qualité de la surface des substrats influe directement sur la qualité des couches. Des essais préliminaires ont été réalisés sur des substrats en acier de différentes compositions : l'acier à outil Z200, l'acier XC48, 42CD4, le silicium et le verre.

Les plaquettes de silicium polies sont découpées en petits morceaux, dont les dimensions sont non-uniformes.

Quant aux substrats d'acier (Z200 et XC48) ont été découpés à l'atelier mécanique, à l'aide d'un tour parallèle (TOS TRENCIN SN 40).

III.3.5.1 Polissage des substrats d'acier

Le polissage est essentiellement une opération de finition qui a pour but, d'éliminer les défauts superficiels tels que les imperfections géométriques (rugosité) et de maîtriser l'aspect de surface. Il se réalise en plusieurs étapes successives : tout d'abord avec un abrasif grossier (par exemple carbure de silicium) de granulométrie décroissante, puis avec un abrasif fin (alumine en suspension aqueuse² ou pâte diamantée...).

A l'aide d'une polisseuse MECAPOL 230 (figure III.9), on poli les substrats d'acier inoxydable et XC48, en utilisant des papiers avec des particules abrasives, sorte de papier de verre, mais avec une taille de particules plus fine et maîtrisée.

En fait, la taille des particules va de P240 à P2500 (La nomenclature la plus employée pour la taille des grains des papiers est celle de l'ISO 6344 taille moyenne des grains 58,5 à 8,4 μm).

La polisseuse MECAPOL 230 est conforme à la norme CE. Elle est de 470 mm de largeur, 175/320 mm de hauteur et 680 mm de profondeur, elle pèse 39 Kg.

Le châssis porteur est fabriqué en acier, alors que la carrosserie et la cuve en composite, résistant aux chocs et à toutes attaques chimiques.



Figure III.7 Polisseuse MECAPOL 230.

L'appareil est alimenté à 230 Volts, et dispose d'un moteur de 900 Watts qui permet de donner au plateau de 300 mm de diamètre une vitesse qui varie de 20 à 600 tr/mn (Affichage

digital). L'accélération du plateau peut être progressive et la rotation de celui-ci peut se faire dans les deux sens.

III.3.5.2 Le nettoyage des substrats d'acier

Quels que soient les substrats utilisés, leur nettoyage fut identique. Une succession de passages dans des bains de solvant permet d'éliminer toutes les impuretés qu'elles soient de nature organique (résine, graisses, hydrocarbures,...) ou bien solide (poussière, morceaux de silicium, métaux,...). En effet, toute impureté se trouvant à la surface de l'échantillon peut générer une mauvaise adhérence du film, des contraintes inter faciales etc.... [27].

Les échantillons sont nettoyés selon la séquence suivante :

- Acétone pure (99,5%).
- Ethanol (99,5%).

Toutes les séquences ont été effectuées dans un bac à ultrasons sous vibration pendant 10 minutes. A la fin de chaque étape, les substrats sont rincés à l'eau déionisée et séché à l'air comprimé après stockés dans des piluliers contenant de l'éthanol absolu jusqu'à leur utilisation.

III.3.6 Procédure de dépôt

Les substrats sont posés directement après le nettoyage sur le porte-substrat dans l'enceinte de dépôt. Un vide primaire de l'ordre de 10^{-3} Torr puis le vide secondaire de l'ordre de 10^{-6} Torr doivent être atteints et on étrangle la gâche valve jusqu'à une pression de 10^{-4} Torr.

Une fois la première étape est réalisée, nous injectons :

- le gaz d'argon (avec une pureté de 99,9999 %) qui s'ionise lors de l'application d'une haute tension, par le générateur DC, ce qui produit une atmosphère lumineuse avec une couleur violet le plasma.
- Le gaz d'azote (avec une pureté de 99.9999%) est appelé "gaz réactif" car sa présence dans la chambre à vide va engendrer des réactions chimiques capables de synthétiser des composés chimiques stables.

Nous appliquons une haute tension de à la cathode pour générer le plasma, sachant que notre dépôt sur les substrats commence à se produire à partir de cet instant.

Pour les dépôts, nous avons polarisé le porte substrat à des tensions négatives (Bias).

III.3.6.1 Optimisation des paramètres

III.3.6.1.1 Variation de taux des gaz de N₂ et Ar

L'objectif de cette partie est de optimiser les paramètres de déposition des couches de Ti-Al-N et Ti-W-N, afin d'atteindre cet objectif on a fait varier pour chaque expérience le taux d'azote et de l'argon, ce travail s'est effectué sur des substrats de XC48,Z200,verre et de silicium pour chaque essai.

Tableau III. 3 Paramètres généraux de dépôt :

Tension	2000V
Puissance	20W
Distance inter électrode	45mm
Taux de l'argon	variable
Taux d'azote	variable
Temps de dépôt	120 minutes
Température de porte substrat	50 °C (température de plasma)
Bias	-50 Volt
Pression de travail	100 mTorr

Tableau III.4 Pourcentages des gaz de N₂ et Ar utilisés dans la déposition Ti-W-N.

Essais	Taux d'azote	Taux d'argon
1	5%	95%
2	15%	85%
3	20%	80%
4	25%	75%
5	30%	70%

III.3.6.1.2 Traitement thermique des échantillons

Après la déposition des couches de Ti-Al-N et Ti-W-N Les substrats ont subis un traitement thermique de cristallisation dans un four à vide à des différentes températures comme il est décrit dans le tableau III.6 ci-dessous :

Tableau III.6 Paramètre de recuit.

	Température	Temps de maintien	Pression	Vitesse de chauffage	Vitesse de refroidissement
Traitement 1	900°C	2heures	7 mm Hg	10°C/min	10°C/min
Traitement 2	800°C	1heure	7 mm Hg	10°C/min	10°C/min

III.3.6.1.3 Chauffage de porte substrat lors de dépôt

Pour une deuxième partie on a introduit le facteur de température au moment de dépôt par chauffage de porte substrat.

Le Tableau III.7 Paramètres de dépôt avec chauffage.

Tension	2000V
Puissance	20W
Distance inter électrode	45mm
Taux de l'argon	75%
Taux d'azote	25%
Temps de dépôt	60 minutes
Température de porte substrat	300°C
Pression de travail	100 mTorr

III.3.6.3 paramètres du Dépôt final

Le résultats des essais préliminaire nous ont permis de bien choisir la cible et les meilleures paramètres à utiliser pour le dépôt final, pour ce dernier, afin d'optimiser encore la qualité de la couche, on a procédé avec et sans Bias.les paramètres utiliser sont mentionnés dans le tableau III.9 ci-dessous :

Tableau III.8 Paramètre de déposition final.

Tension	2000V
Puissance	20W
Distance inter électrode	45mm
Taux de l'argon	95%
Taux d'azote	5%
Temps de dépôt	120 minutes
Température de porte substrat	50 °C (température de plasma)
Bias	-50, 0 V
Pression de travail	100 mTorr

III.4 Traitement thermique

Les traitements thermiques sont des opérations combinées de chauffage et de refroidissement. Ils ne modifient pas la composition chimique de l'alliage.

III.4.1 objectif du traitement :

Consiste à chauffer une pièce à une température juste au-dessus de la température de cristallisation soit entre 550°C et 700°C (point de transformation) et à la maintenir à cette température, puis à la refroidir complètement. La température de cristallisation dépend du matériau.

Mais le chauffage des métaux en contact avec l'air, produit une oxydation liée à la présence d'oxygène, Pour éviter cette oxydation il faut,

- soit chauffer sous atmosphère neutre exempte d'air (azote, argon ou hydrogène par exemple),
- soit éliminer l'oxygène par pompage de l'air contenu dans un four construit pour être étanche aux introductions d'air extérieur.

Pour éviter totalement l'oxydation, la pression doit être réduite à 0,1 mbar ; cela s'obtient par un pompage avec des pompes à vide. Les traitements sous vide s'effectuent donc dans des fours spéciaux étanches et dotés de systèmes de pompage pour y faire régner un vide relatif 10^{-2} à 10^{-5} mbar. Toutefois, le vide présente l'inconvénient d'absence de convection, et le chauffage s'effectue uniquement par un rayonnement beaucoup plus lentement que sous atmosphère, surtout aux plus basses températures [29.31].

Pour cela on a du utilisé un four sous vide de type Neytech Qex 1200, c'est un four sous vide primaire (ou sous atmosphère d'un gaz) qui peut attendre une température maximale de 1200°C, équipé d'un écran alphanumérique multilingue programmable (100 programmes conventionnels) avec affichage graphique relié à un logiciel.



Figure III.8 four sous vide de type Neytech Qex 1200.

III.5 Techniques de caractérisation

Plusieurs techniques ont été utilisées pour la caractérisation de nos échantillons, dans ce qui suit nous allons rappeler les principes de fonctionnement de quelques méthodes en indiquant les conditions de mesures de chaque méthode.

III.5.1 Microscopie Optique Métallographique

➤ Principe :

C'est un instrument d'optique muni d'un objectif et d'un oculaire, qui permet de grossir l'image d'un objet de petites dimensions (grossissement) et de séparer les détails de cette image (résolution) afin qu'il soit observable par l'œil humain. Le pouvoir de résolution du microscope optique ne dépasse guère 1500 x.

L'objet à observer est placé devant la première lentille qui est l'objectif et l'observation se fait par la deuxième lentille « l'oculaire ». L'observation de la microstructure se fait alors par la réflexion de la lumière sur la surface de l'échantillon. Le faisceau incident fourni par un illuminateur est dévié par une lame semi-réfléchissante ou un prisme et traverse l'objectif pour éclairer l'objet [28].

Les observations ont été réalisées à l'aide d'un microscope de marque ZEISS AXIO IMARER A2 (figure III.11), équipé d'une camera AXIOCAM MRC5. Le microscope est lié avec un micro-ordinateur et les différentes micrographies obtenues sont traitées à l'aide du logiciel Axiovision 4.6. Les parties essentielles du microscope sont : Une platine orientable destinée à recevoir l'échantillon. Un dispositif d'éclairage qui comporte plusieurs parties : Une source lumineuse et un illuminateur qui, permet l'éclairage uniforme de l'objectif.

Un dispositif d'observation constitué d'un objectif, dont le grossissement peut aller de 50 à 1000 fois (X5, X10, X20, X50, X100), d'un oculaire pour observation avec l'œil et d'un projectif pour photographie.



Figure III.9 Microscope optique métallographique ZEISS AXIO IMARER A2.

III.5.2 Diffraction des rayons X

La diffraction des rayons X permet l'étude cristallographique des phases au sein des alliages métalliques.

III.5.2.1 Principe

Lorsqu'un faisceau de rayon X monochromatique est dirigé sur un matériau polycristallin, il est en partie réfléchi par les plans atomiques de certains cristaux. Pour que la diffraction des photons X soit mesurée,

l'incidence du faisceau par rapport aux plans atomiques doit avoir lieu sous un angle particulier. Il faut en effet que les ondes réfléchies soient en phase de sorte à l'interférer de manière constructive pour ensuite être mesurées par le détecteur. Les conditions nécessaires à cette interférence constructive sont données Par la loi de Bragg :

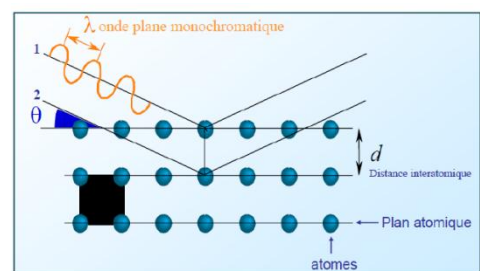


Figure III.10 Principe de diffraction par rayon X.

$$2d_{hkl} \sin\theta = n\lambda.$$

Ou

d_{hkl} :est la distance inter réticulaire séparant les plans définis par les indices de Miller (h, k, l)

θ :l'angle d'incidence et donc de réflexion par rapport à ces plans et enfin

λ :la longueur d'onde des photons X [29].

III.5.2.2 Configuration Bragg-Brentano

En diffraction X, la configuration Bragg-Brentano, appelée aussi $\theta/2\theta$ est la plus utilisée.

L'angle d'incidence θ séparant le faisceau incident de rayons X et la surface de l'échantillon est égale à l'angle de mesure entre le détecteur et la surface de l'échantillon. Cela signifie que les plans qui sont dans la situation de réflexion de Bragg sont toujours parallèles à la surface.

L'échantillon tourne autour de l'axe du goniomètre à une vitesse $\omega = d\theta/dt$ constante.

Le détecteur placé sur le même cercle que la source X se déplace avec une vitesse double $\omega' = 2\omega$.

Avec cette géométrie, la technique de diffraction X est de moins en moins sensible quand l'épaisseur des couches minces devient de plus en plus faible.

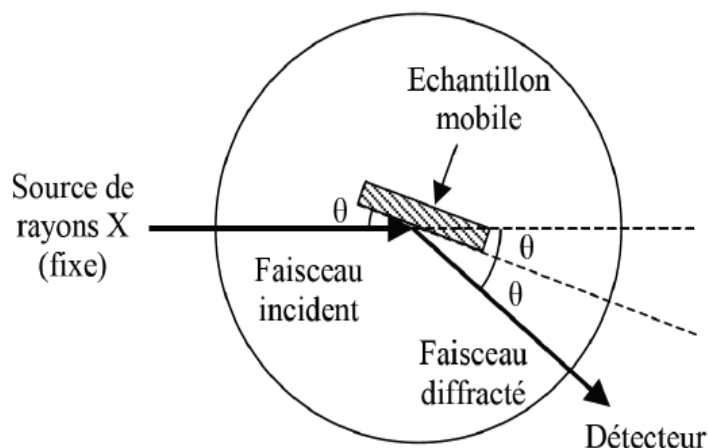


Figure III.11 Configuration Bragg-Brentano (θ - 2θ).

Le diffractomètre utilisé pour cette étude était un Bruker D8 Advance (figure III.14). Il utilise le montage de BRARG-BRENTANO avec une configuration θ - 2θ (thêta deux thêta).

La source de rayons X est une anticathode de cuivre, utilisant la raie $K\alpha$ du cuivre de longueur d'onde $\lambda = 1,5418 \text{ \AA}$. La Plage d'acquisition du diffractomètre est située entre 0° et 90° , avec une précision de pas allant jusqu'à 0.01° et son angle d'incidence minimale est de 0.1° (configuration en incidence rasante $\Omega = 2^\circ$).



Figure III.12 Diffractomètre Bruker D8 Advance.

III.5.3 Microscopie électronique

Le principe général consiste à envoyer un faisceau d'électrons qui interagit avec l'échantillon. En réponse, l'échantillon examiné renvoie plusieurs rayonnements spécifiques qui sont détectés et analysés selon la technique choisie (Figure III.15). Il est ainsi possible d'obtenir des renseignements de diverses natures.

En Microscopie Electronique à Balayage (MEB) on travaille en vide ordinaire de l'ordre de $1,3 \cdot 10^{-3} \text{ Pa}$ avec toutes sortes d'échantillons sans préparation particulière. Le dépôt d'un film conducteur d'or ou de carbone est parfois nécessaire si l'on veut observer des échantillons isolants.

Un faisceau d'électrons est produit au sommet de l'appareil à l'aide d'un canon à électrons (Figure II.7.a). Ce canon est placé dans une colonne maintenue sous vide et les électrons sont obtenus en chauffant un filament. Le faisceau d'électrons primaires ainsi formé suit un chemin vertical dans la colonne du microscope. Il est ensuite focalisé sur l'échantillon

grâce à des lentilles électromagnétiques et des bobines défectrices. Lorsque le faisceau entre en interaction avec l'échantillon, les électrons secondaires sont recueillis par les détecteurs placés à cet effet et le signal obtenu est ensuite analysé et transformé en signal visuel. Dans tous les cas, le grandissement va de 10 à 100 000 au maximum.

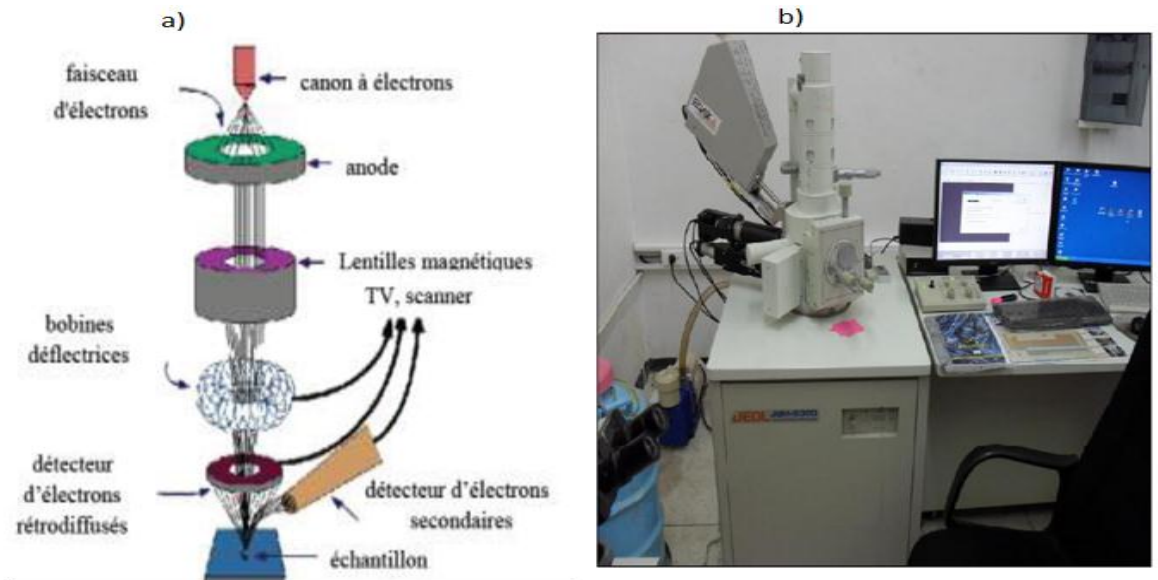


Figure III.13 a/ Principe du MEB – b/ JEOL JSM- 6360LV.

La Microscopie Electronique à Balayage est actuellement la méthode la plus utilisée pour observer la morphologie et les microstructures des couches (en coupe transverse) et pour mesurer leur épaisseur. Ces observations apportent également des compléments d'information sur le mode de croissance des couches et les précipités qui peuvent se former.

Nous avons effectué des observations au MEB sur un microscope Jeol JSM-6360LV (Figure III.15b).

III.5.4 la micro-dureté

Les méthodes de mesure de la dureté sont basées sur la pénétration d'un indentateur appliqué progressivement sous l'action d'une force F sur une surface et maintenu pendant un temps précis. La valeur de la dureté est déterminée par la mesure de la dimension ou de la profondeur de l'empreinte faite par l'indentateur soumis à des charges et des vitesses d'application contrôlées.

L'essai de micro-dureté Vickers fait appel à un pénétrateur de forme pyramidal. La pyramide est en diamant et à une base carrée d'angle au sommet 136° , appliquée avec une

force F . On mesure ensuite les diagonales de cette empreinte à l'aide d'un appareil optique (microscope optique métallographique) afin de déterminer la dureté Vickers.

La dureté Vickers HV est déterminée par équation III.1 : $HV = 1,854 F/d^2$.

F = charge d'essai (de 1 à 120 daN).

D = diagonale (moyenne de d_1 et d_2) de l'empreinte en mm.

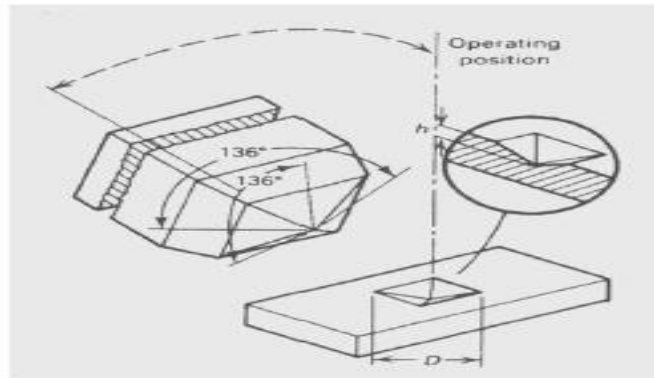


Figure III.14 Indenteur Vickers.

Pour cela on a utilisé la dureté Vickers avec un microduremètre Vickers Zwick équipé de : empreinte produite par un diamant pyramidal avec la surface de base carrée et angle dièdre de 136° , caméra Sony CCD IRIS (high resolution) d'objectif : X10 et X40 et force d'essai entre 10g et 5kg.

Cette méthode est largement appliquée pour mesurer des pièces de faible épaisseur ou couches superficielles minces à dureté élevée. La dureté est déterminée par l'empreinte laissée dans la surface mise à l'essai (rectifiée ou même polie) par une pyramide en diamant à base carrée sous une charge de 200g.



Figure III.15 Microduremètre Vickers Zwick.

III.5.5 Nano indentation

III.5.5.1 Introduction

Les dépôts PVD sont appliqués souvent pour améliorer la résistance à l'usure et la tenue en service des composants mécaniques. Leur utilisation est donc tributaire de leur niveau de performance.

Lors de la mesure des caractéristiques mécaniques des dépôts, si la charge appliquée sur l'indenteur est trop importante, les valeurs obtenues sont biaisées par la déformation du substrat. Pour limiter ce phénomène, l'enfoncement maximal de l'indenteur doit être petit par rapport à l'épaisseur du dépôt.

La technique d'indentation instrumentée inventée au cours des années 1980 permet de pallier cette limitation en appliquant des charges de l'ordre de dizaine de micro newtons (μN) pour des profondeurs comprises entre quelques dizaines de nanomètres (nm) et quelques micromètres (μm). La nanoindentation offre une large gamme d'applications pour la caractérisation mécanique des matériaux : dureté, module de Young, fluage, adhérence, etc. La dureté et le module de Young sont les propriétés les plus étudiées [31].

III.5.5.2 Principe

Tout en gardant le principe traditionnel d'indentation, l'essai de nanoindentation consiste, à enfoncer sur la surface d'un échantillon, une pointe (généralement en diamant) supposée indéformable et qui peut avoir différentes formes géométriques.

Le principe d'un nanoindentation est présenté sur la figure III.18. L'échantillon est placé sous la colonne de l'indenteur. La colonne est maintenue par les ressorts. Elle est mise en mouvement par la bobine magnétique qui détermine la charge. Le déplacement de la colonne de l'indenteur est mesuré à l'aide des capteurs de déplacement capacitifs.

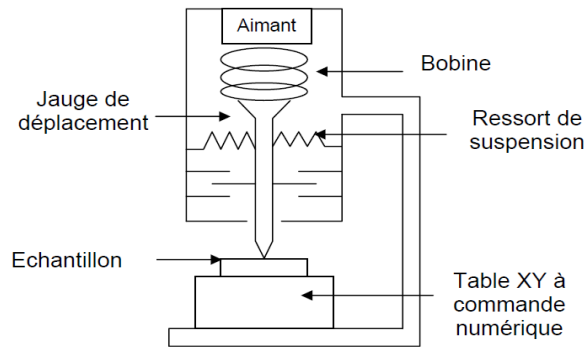


Figure III.16 Principe de la nano-indentation.

III.5.5.3 Indenteur de Berkovich

Les géométries d'indenteur les plus répandues dans les essais de nanoindentation sont la pointe de type Berkovich et de type Vickers. Cependant, la pointe Berkovich présente un avantage dû à la possibilité d'avoir un rayon de courbure très petit du fait de l'existence de seulement trois arêtes et la géométrie pyramidale aux trois faces limite les défauts de pointe en comparaison avec la géométrie Vickers à quatre faces.

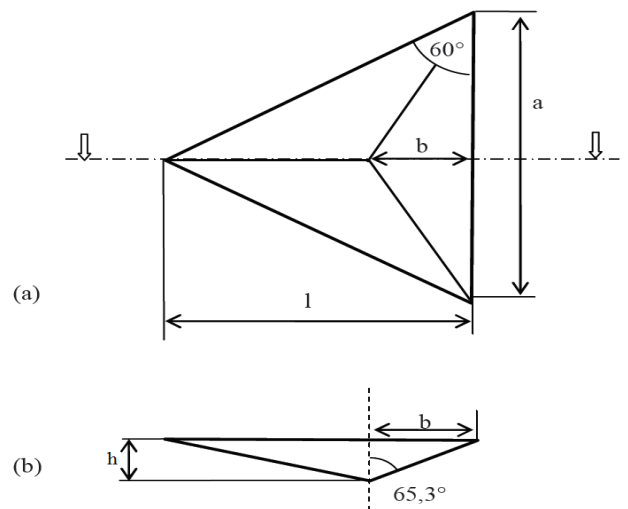


Figure III.17 Géométrie de l'indenteur de Berkovich.

III.5.5.4 Courbe de charge décharge

La courbe obtenue lors d'un essai de nano-indentation se présente sous la forme charge décharge, pour un indenteur de Berkovich l'aire d'indentation est donnée par la formule :

L'équation III.2 $A = 24,5 \cdot h_c^2$.

la nano-dureté, exprimée en méga pascals, est donnée par :

L'équation III.3 $H = P_{\max}/A$.

Il est possible d'en déduire le module d'élasticité équivalent E_{it} :

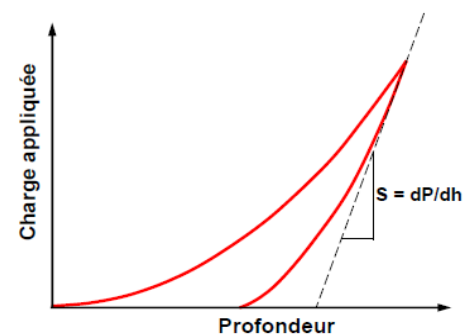


Figure III.18 Courbe charge-décharge.

$$\text{Equation III.4 } E_{it} = \frac{\sqrt{\pi}}{2} \times \frac{P}{\sqrt{A_p}}$$

A_p : Aire de contact projetée, est déterminée à partir de la profondeur de contact.

P : la charge appliqué.



Figure III.19 Instrument de la nanoindentation CSM.

III.5.6 Tribomètre

III.5.6.1 PRINCIPE ET DESCRIPTION DE TRIBOMETRE

La configuration du tribomètre utilisé pour étudier l'usure sous frottement sec des alliages de surface ; est de type bille-sur-disque à rotation continue.

Une bille est placée en contact avec la surface de l'échantillon sous une charge prédéfinie. Le dispositif est monté sur un bras de levier, ce dernier est associé à un capteur de déplacement. Le coefficient de frottement est déterminé durant le test en mesurant la déflexion de ce bras élastique. Les taux d'usure pour la bille et la surface sont calculés en déterminant la perte de volume durant le test. Cette méthode simple facilite l'étude des mécanismes de frottement pour une grande variété de couple de matériaux avec ou sans agent de lubrification. En outre, le contrôle des paramètres de test tels que la vitesse, la pression de

contact, la fréquence, la durée de test ainsi que les paramètres environnementaux (température, lubrification), permettent de reproduire les sollicitations réelles d'utilisation de ces matériaux.

Un point particulier de ces instruments repose sur la possibilité d'interrompre le test dès que le coefficient de frottement atteint une valeur prédéfinie, ou, lorsqu'un nombre de cycles est réalisé. De plus, les tribomètres sont équipés d'une enceinte de confinement afin d'utiliser l'instrument dans des conditions atmosphériques de température et d'hygrométrie contrôlées. Des instruments spécifiques ont été développés pour des applications haute température en mode rotatif, ou en vide primaire ou secondaire.

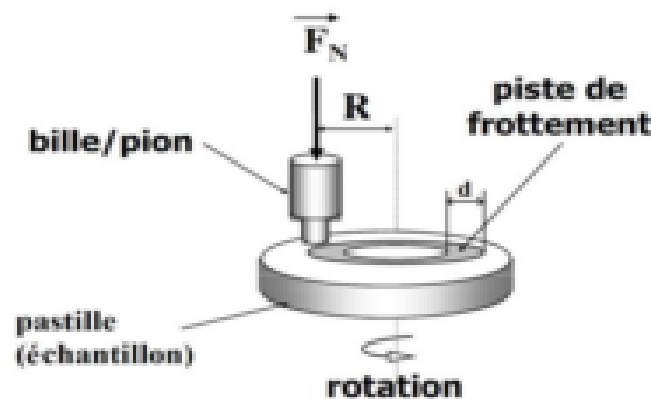


Figure III.20 Principe de tribomètre.

Les tests d'usure ont été réalisés sur un tribomètre de type bille-plan de déplacement rotatif continu CSM Tribomètre ayant une charge maximal autorisée de 10N.

Les échantillons qui constituent les plans sont fixés sur un disque animé d'un mouvement de rotation, ajustable par translation afin de varier le rayon de frottement (de 0,1 à 21mm).

L'antagoniste est une bille fixe à 99,5% d'alumines, de 10mm de diamètre. Une charge normale de 1N appliquée sur la bille pendant une durée de 15 min pour 100 cycles et 150 cycles avec une amplitude de 10mm/cycle pour des rayons de 5et10mm. Les essais sont effectués à l'air ambiant. La force tangentielle de frottement, F_T , entraîne un déplacement latéral du bras élastique supportant la tige porte bille. Un capteur indicatif enregistre la déformation élastique du bras, ce qui nous indique la valeur de F_T . La charge normale, F_N ,

étant connue et la valeur du coefficient de frottement, μ , est calculée par le logiciel d'acquisition et de traitement des données, Elle est ensuite enregistrée en fonction du nombre de cycles.



Figure III.21 Tribomètre CSM.

III.5.7 Mesure du volume d'usure

Le calcul du Volume des débris d'usure nécessite l'utilisation d'un profilomètre (accessoire fournie avec le tribomètre). L'absence du profilomètre nous a donc incités à utiliser une autre technique pour évaluer la quantité de la matière enlevée par usure.

A l'aide d'un logiciel ou d'un outil de mesure de microscope on mesure le sillon (la largeur de trace laissée par la bille), cette valeur va être introduite dans une formule pour trouver la surface du sillon (la trace d'usure) :

$$\text{Equation III.5 } S = r^2 \sin^{-1} \left(\frac{d}{2r} \right) - \left(\frac{d}{4} \right) (4r^2 - d^2)^{\frac{1}{2}} \quad [32].$$

Avec:

- S : La surface de sillon.
- r : Le rayon de la bille (r=5 mm) et d : La largeur sillon.

Le volume de l'usure peut être calculé (la matière perdue) par la formule suivante :

Équation III.6 $V = 2\pi R S$. (R est le rayon de sillon) comme le montre la figure au-dessous.

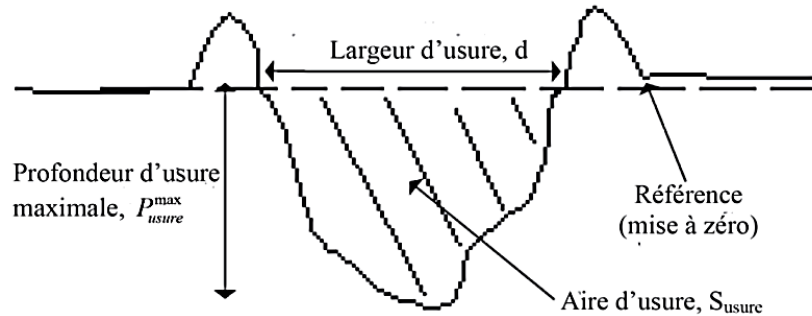


Figure III.22 Schéma de trace de sillon.

Le taux d'usure est donné par la formule suivante :

Equation III.7 $W_S = V_{\text{disque}} / D_S F_N$.

Avec :

- D_S : la distance parcourus.
- F_N : la force Normale .

II.6 Conclusion

Dans ce chapitre on fait une description sur le fonctionnement de matériel ainsi que les paramètres pris dans notre travail, les résultats trouvés sont motionnées dans le chapitre IV résultats et discussions.

Résultats et discussions

IV.1 Analyses microscopiques

IV.1.1 Dépôt par Projection thermique

Les substrats d'acier au carbone faiblement allié (AFNOR 42CD4) ont été observés par la microscopie optique après chaque étape durant notre étude (après usinage, polissage, projection, refusion) la figure IV.1 montre les différents états de surface des substrats.

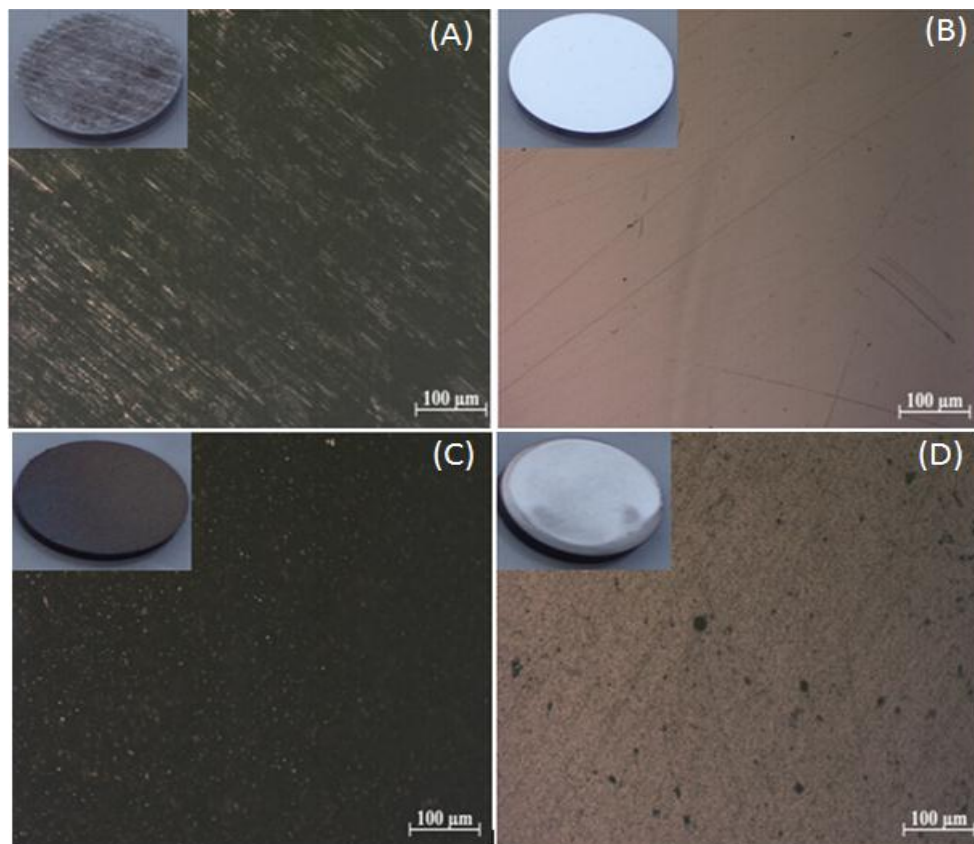


Figure IV.1 Morphologie de surface A/après usinage B/ après polissage C/revêtement sans refusion D/ revêtement avec refusion.

IV.1.2 Examen de la poudre (Ni-Cr-Si-B-Fe-C) par MEB

L'examen de la poudre au microscope électronique à balayage a montré l'existence de particules ayant une forme sphérique avec une surface lisse. Un autre type de particules beaucoup moins répandues a été observé et concerne celles de forme diverse.

Ces formes peuvent être liées au procédé de fabrication de cette poudre qui est produite par atomisation, il est à noter que le diamètre moyen des particules de cette poudre est de l'ordre de $70 \pm 10 \mu\text{m}$ pour les grandes sphères et $30 \pm 10 \mu\text{m}$ pour les petites sphères.

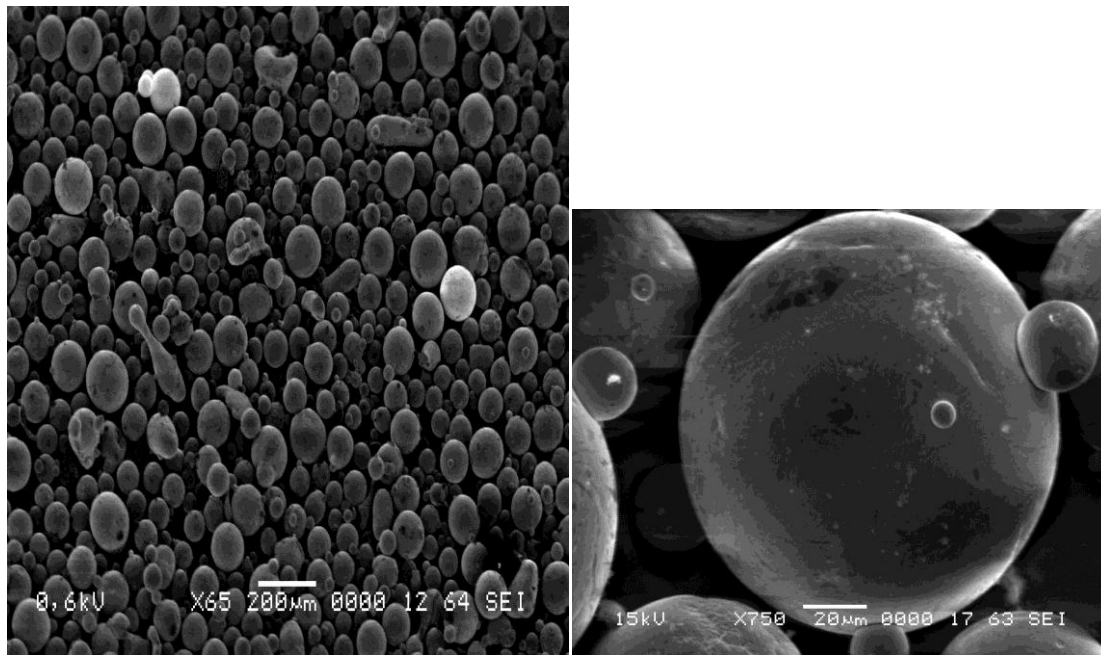


Figure IV.2 Morphologie de la poudre.

IV.1.3 Micrographie du revêtement (Ni-Cr-Si-B-Fe-C) sans refusion

Les micrographies (MEB) de la couche (Ni-Cr-Si-B-Fe-C) obtenue par projection thermique sans refusion montrent une grande porosité et beaucoup des particules de la poudre non fondue ce qui a créé une rugosité importante, ainsi que l'étalement de des particules fondues est bien présent sous forme lamellaire ou sous forme géométriques diverses.

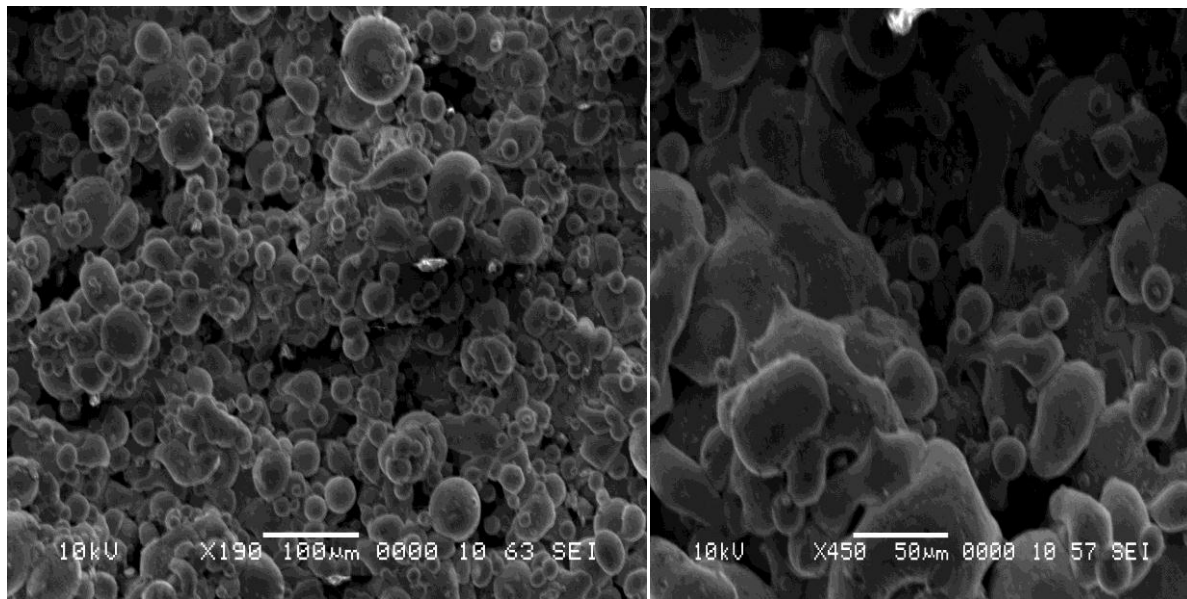


Figure IV.3 Micrographie de couche Ni-Cr-Si-B-Fe-C sans refusion.

IV.1.4 Micrographie de revêtement Ni-Cr-Si-B-Fe-C avec refusion

Après la refusion les porosités ont diminuées considérablement, l'absence des particules non fondues ce qui a conduit à la diminution de la rugosité de la surface.

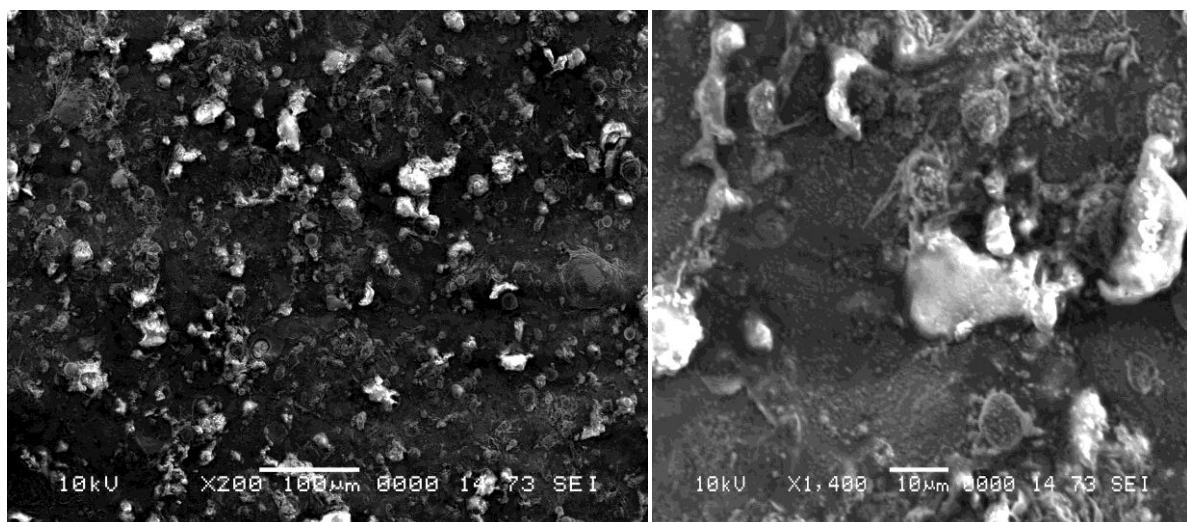


Figure IV.4 Micrographie de couche Ni-Cr-Si-B-Fe-C après refusion.

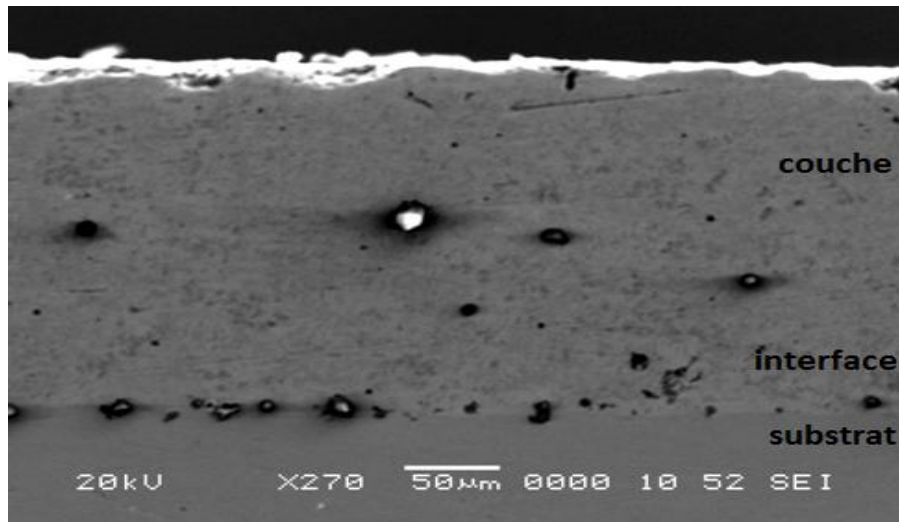


Figure IV.5 Micrographie en profil du revêtement Ni-Cr-Si-B-Fe-C.

Cette micrographie est prise en coup transversal de l'échantillon par MEB montre que le dépôt (Ni-Cr-Si-B-Fe-C) est bien adhérente sur le substrat ce qui est expliqué par un bon accrochage mécanique, les impuretés sur l'interface issu des conditions de dépôt, la couche présente des impuretés et des porosités comme montre la figure suivante :

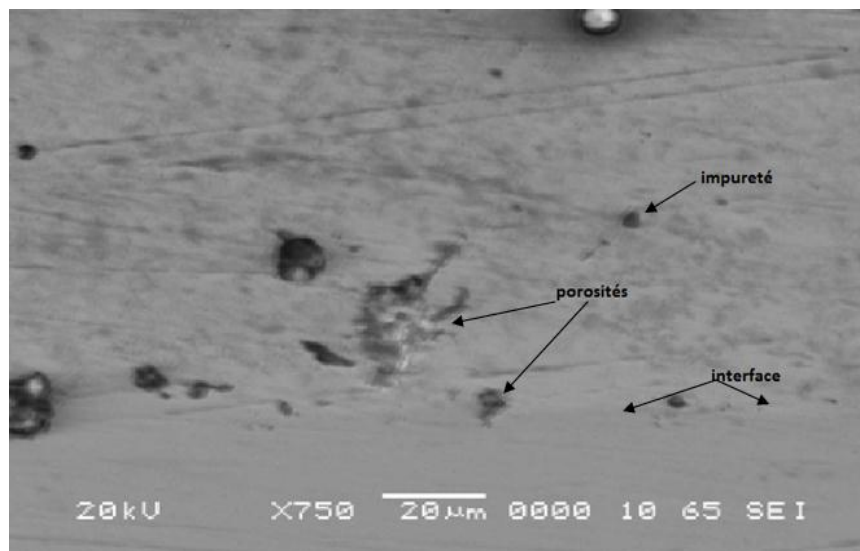


Figure IV.6 Micrographie de revêtement Ni-Cr-Si-B-Fe-C en profil.

IV.1.5 Dépôt de couche mince par PVD

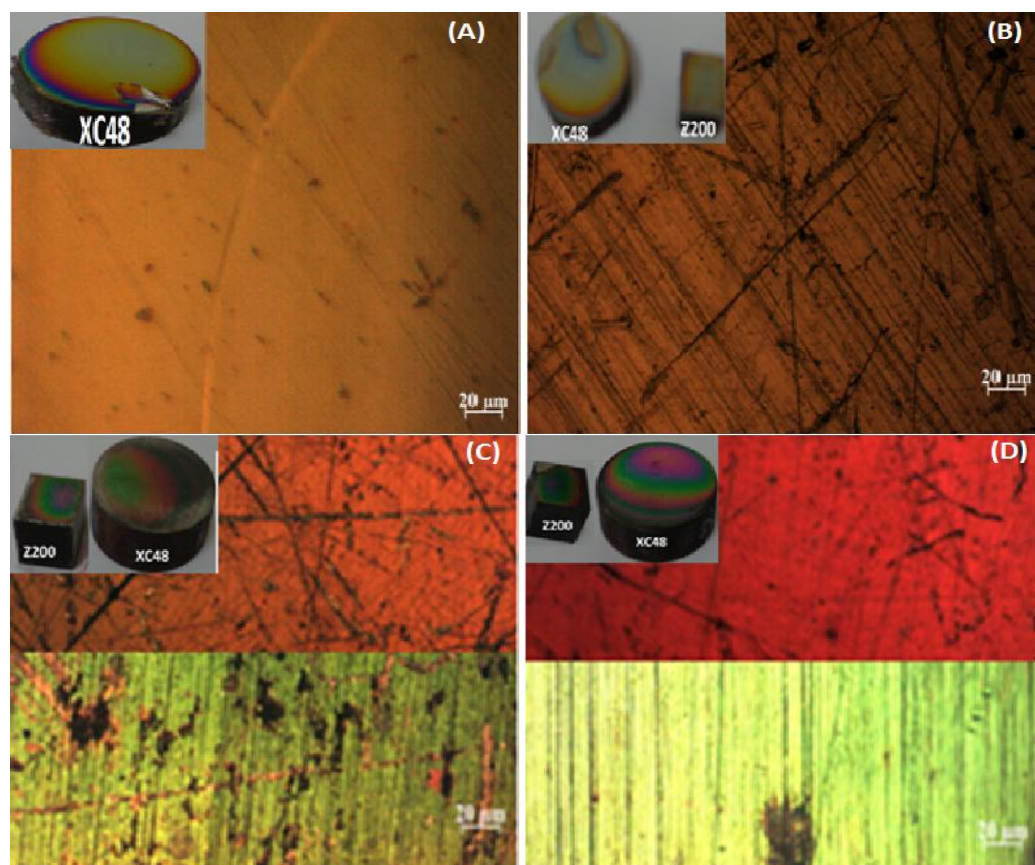
La figure IV-2 montre la différence entre la zone avec dépôt par une couleur rougeâtre et la zone sans dépôt Ti-Al-N avec couleur grisâtre.



Figure IV.7 Morphologie de dépôt Ti-Al-N.

Des observations par microscope optique métallographique ont été effectuées afin de Caractériser l'état de surface des substrats revêtus.

La figure VI.3 Montre la morphologie des différentes observations de l'état de surface des substrats d'aciers de XC48 et de Z200 après dépôt de Ti-W-N pour différentes pourcentage des gaz de N₂ et Ar.



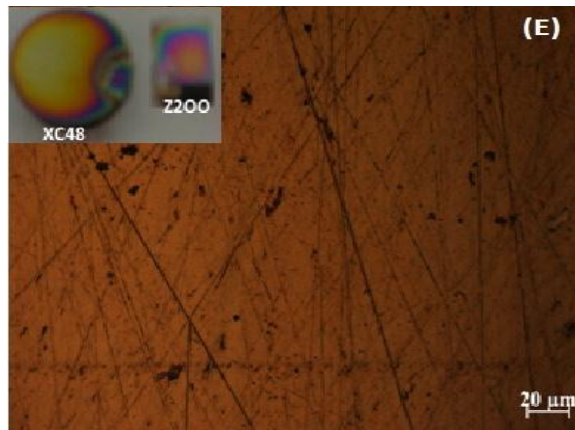


Figure IV.8 Morphologie de Ti-W-N avec différent pourcentage A/5% de B/ 15% C/20% D/25% E/30% de N_2 .

Ces microstructures montrent l'uniformité de la couleur des dépôts sur toute la surface pour les pourcentages respectivement 5,15 et 30% de N_2 . C'est dû à la uniformité de l'épaisseur.

Pour le 20% et 25% de N_2 on voit bien des différentes couleurs ce qui est expliqué par des différentes épaisseurs de la couche.

IV.1.6 Recuit de cristallisation des Ti-Al-N et Ti-W-N

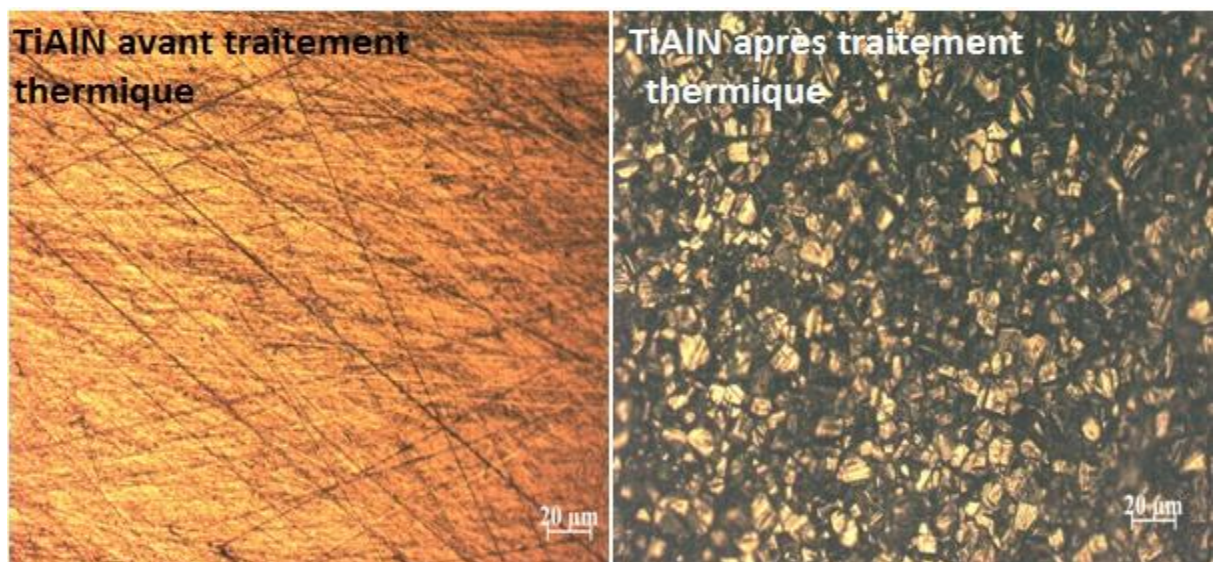


Figure IV.9 Morphologie Ti-Al-N après recuit.

D'après ces micrographies un changement de la microstructure du dépôt après le recuit de 900°C , et bien en évidence une apparition des grains sous la forme de cristal de géométries différentes a été constatée.

L'analyse de Ti-W-N après recuit à 800°C montre un soulèvement de la couche et des fissurations du dépôt sur toute la surface.

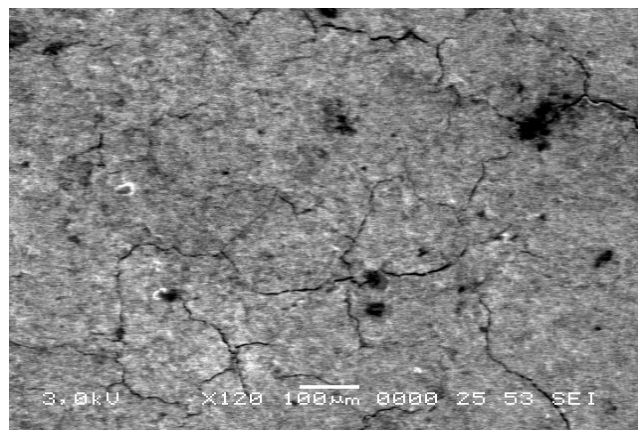


Figure IV.10 Morphologie de Ti-W-N après recuit.

IV.2 Caractérisation par DRX

IV.2.1 Caractérisation de poudre

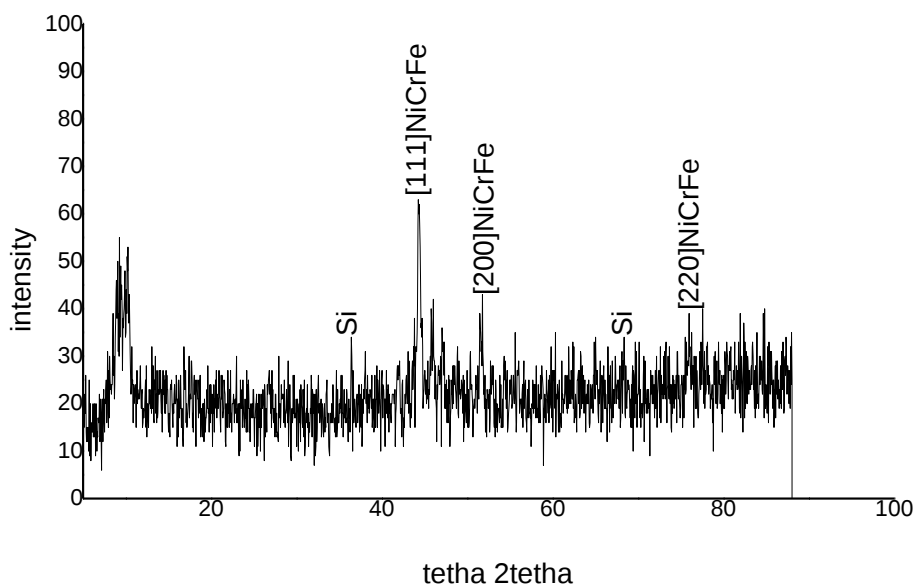


Figure IV.11 Diffractogrammes de la poudre (Ni-Cr-Si-B-Fe-C).

La figure IV.10 Montre les diffractogrammes des poudres (Ni-Cr-Si-B-Fe-C) utilisées pour l'élaboration des échantillons une seule phase est présente c'est la phase Ni-Cr-Fe selon des orientations (111),(200)et(220) et de silicium en phase cubique .

IV.2.2 Caractérisation du substrat

La figure IV.10 Montre la diffraction des rayons X(DRX) des substrats sur lesquels les dépôts sont effectués la phase FeCr est présente selon deux orientations préférentielles (110), et (200).

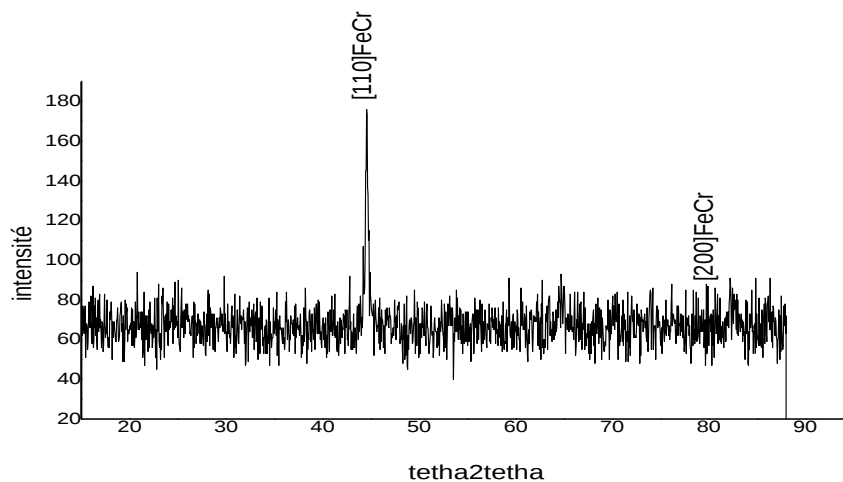


Figure IV.12 Diffractogrammes de substrat.

IV.2.3 Caractérisation de la couche de projection

Sur la figure. IV.12 illustre une analyse DRX de la couche obtenue par projection thermique sur des substrat de d'acier à partir de (Ni-Cr-Si-B-Fe-C),le diffractogramme révèle la présence d'une seule phase $\text{Cr}_3\text{Ni}_5\text{Si}_2$ de structure cubique bien cristallisée selon les orientations (210),(211),(310)et (322), et la présence de Si dans le système cubique.

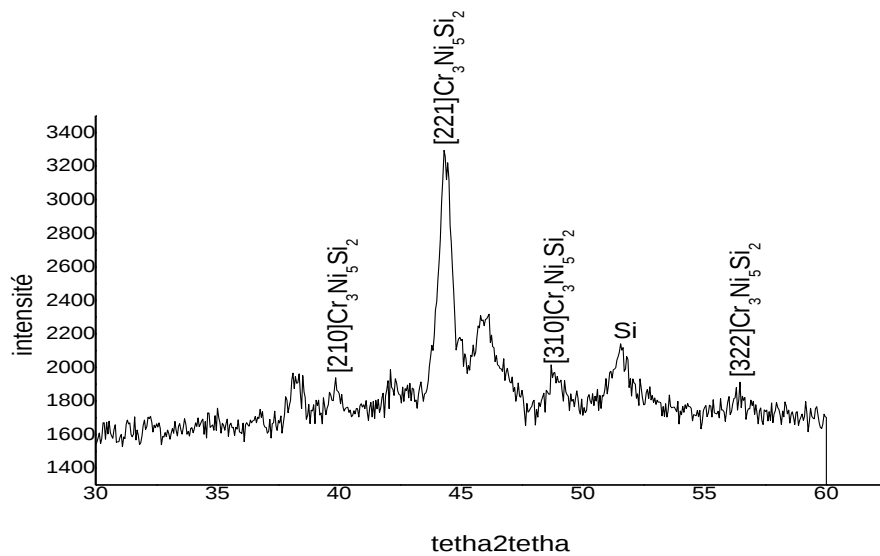


Figure IV.13 Diffractogrammes de couche obtenue par projection thermique.

IV.2.4 Caractérisation des cibles

IV.2.4.1 Caractérisation de cible Ti-W

La figure IV.13.A Montre la diffraction des rayons X(DRX) de la cible Ti-W, trois pics sont bien remarqué sur le diffractogramme avec trois orientations (110),(200) et (211) correspond aux positions 40.5°,58,2°et 73.2° respectivement avec une structure cubique.

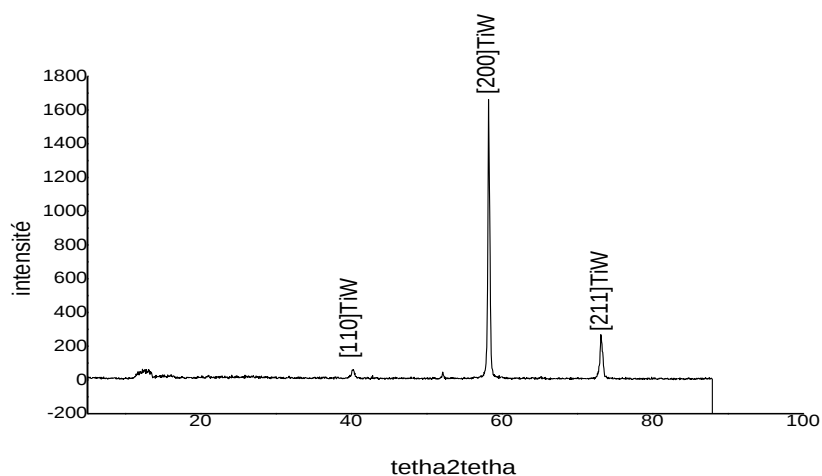


Figure IV 14.A Diffractogrammes de cible Ti-W.

IV.2.4.2 Caractérisation de cible Ti-Al

La figure .IV.13.B Montre la diffraction des rayons X(DRX) de la cible Ti-Al, cette analyse montre une structure Tétragonale avec des orientations (011),(112), (116),(019),(0012),(0212),(136) et (2212)situé dans les positions 22.8°,33°,39°,40.5°46°,66°,80°et 83.5° respectivement.

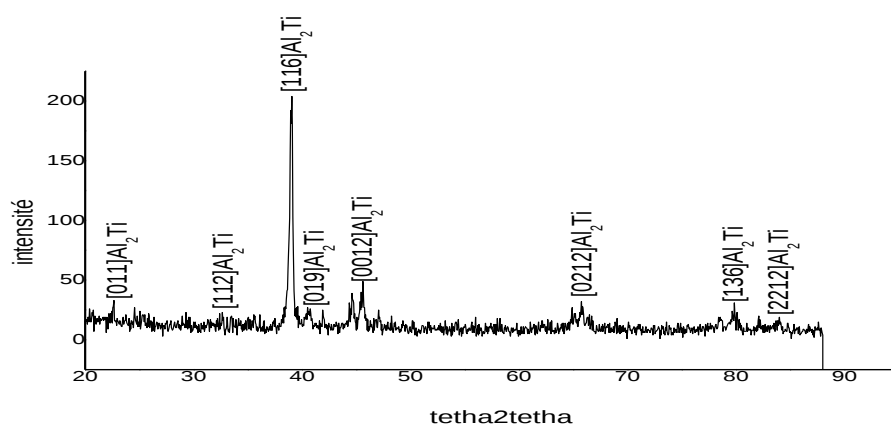


Figure IV.15.B Diffractogrammes de cible Ti-Al.

IV.2.5 Caractérisation des dépôts de Ti-W-N

L'analyse des Diffractogramme Figure IV.16 des films obtenus ne révèle l'existence d'aucun pic. Ces couches s'avèrent non cristallisées ou pratiquement amorphes.

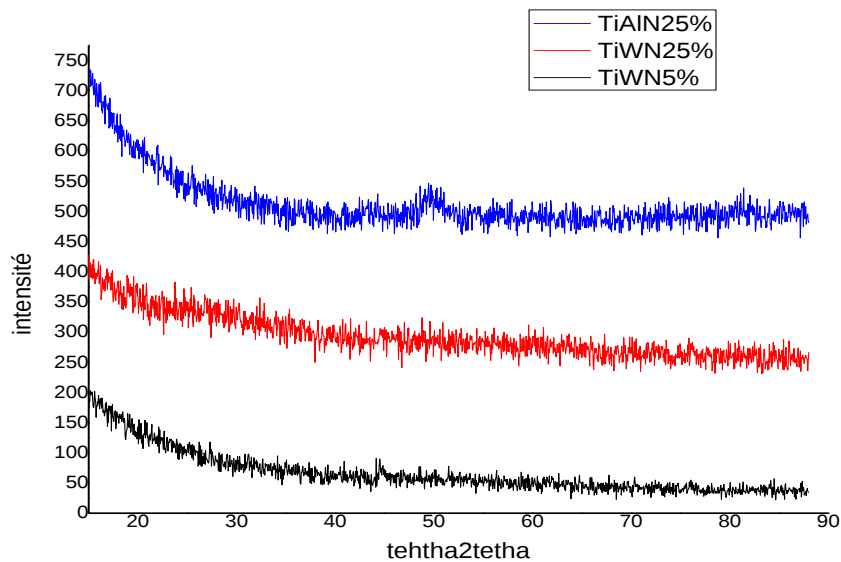


Figure IV.17 Diffractogrammes des couche Ti-W-N avec différents pourcentage de N_2 .

IV.2.6 Caractérisation des dépôts après recuit de cristallisation

Après recuit de cristallisation effectué à 900°C sur des dépôt de Ti-Al-N la diffraction des rayons X (DRX) montre des pics des $AlTi_3$ dans les positions 36°, 40°, 72° et 78° qui correspondent respectivement aux plans (200), (202), (301) et (400) avec une structure hexagonale, ainsi que la présence du pic de Fe dans la position 44° et 82° qui correspond respectivement aux plans (110) et (200) qui est le substrat (FeCr), nous remarquons l'absence de l'azote dans la structure.

Outre la diffraction des rayons X (DRX) de Ti-W-N après recuit effectué à 800°C de cristallisation ne révèle l'existence d'aucun pic. Ces couches s'avèrent non cristallisées ou totalement amorphe, nous constatons que la température de recuit n'était pas suffisante ou le substrat en acier n'a pas résisté à la température de traitement thermique.

Remarque : le recuit de Ti-Al-N est fait sur la couche de borotec qui a une température de fusion de 2050°C et pour le recuit de Ti-W-N et fait sur les aciers de XC48 et Z200.

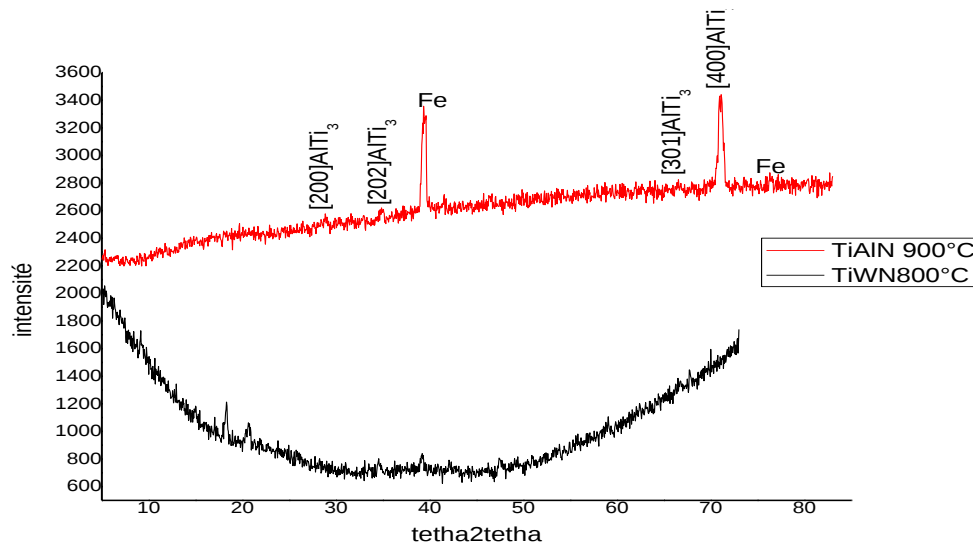


Figure IV.18 Diffractogrammes des couches Ti-W-N et Ti-Al-N après recuit.

IV.2.7 Caractérisation de dépôt avec chauffage de substrat a 300°C

L'analyse des Diffractogramme (Figure IV.16) obtenus sur les films de Ti-Al-N et Ti-W-N obtenus après chauffage de substrat à 300°C ne révèle l'existence d'aucun pic. Ces couches s'avèrent non cristallisées ou pratiquement amorphes.

Les deux pics présentés dans le Diffractogramme de Ti-Al-N sont des pics de substrat

Nous constatons l'apport de la température de 300°C lors de dépôt n'a pas permis la cristallisation de films.

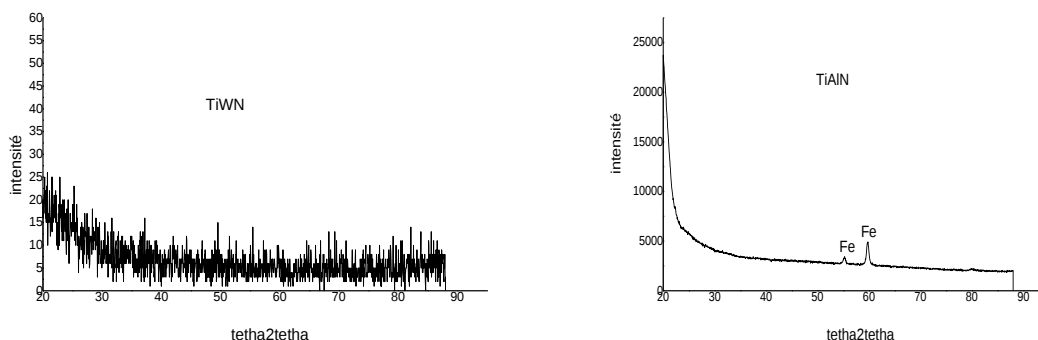


Figure IV.19 Diffractogrammes des couches Ti-Al-N et Ti-W-N avec chauffage.

IV.3 L'épaisseur de la couche

Les images prise par MEB pour la couche de Ti-W-N sur silicium nous facilite la mesure d'épaisseur de la couche, premièrement le silicium utilisé a un excellent état de surface, en plus les couches minces apparait facilement sur le silicium, à l'aide d'un logiciel Image J on a mesuré l'épaisseur de la couche mince de Ti-W-N avec et sans Bias, pour être bien précis on mesure l'épaisseur dans trois zones et on prend la moyenne des épaisseurs, mais ces mesure restent indicatif.

Tableau IV. 1 Epaisseurs de Ti-W-N avec et sans Bias :

	Epaisseur (μm)
Ti-W-N sans Bias	≈2
Ti-W-N avec Bias	≈1.3

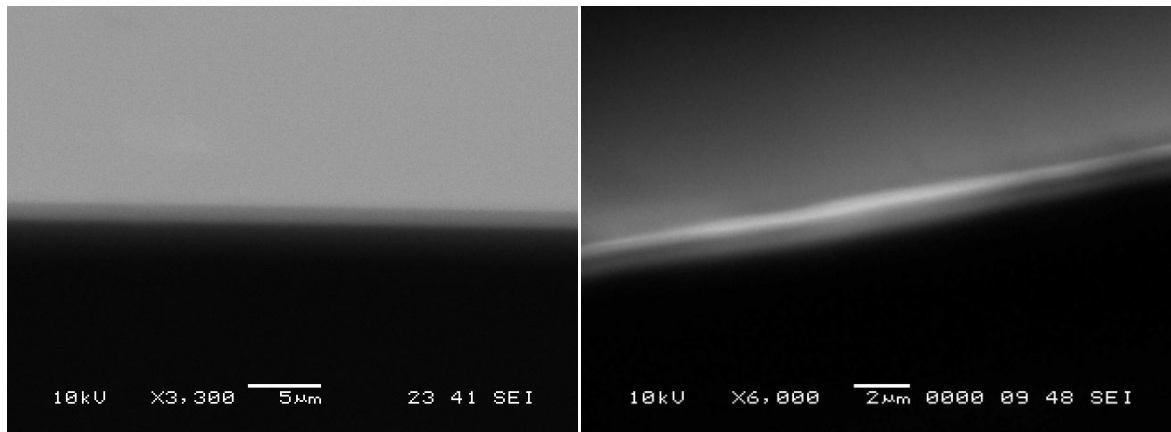


Figure IV.20 Mesure de l'épaisseur par MEB.

IV.4 mesure de dureté

IV.4.1 mesure de micro-dureté

Les essais de micro-dureté ont été réalisés sur une coupe transversal du revêtement allons de cœur de substrat vers la surface de dépôt avec un pas de 0.05 mm.

Les variations de la micro-dureté du revêtement projeté thermiquement ainsi que du substrat sont illustré dans la figure IV.18 Trois régions peuvent être distinguée, dans le profil de micro-dureté, ceci correspond au revêtement, à l'interface et au substrat respectivement.

La micro-dureté du revêtement de (Ni-Cr-Si-B-Fe-C) est de l'ordre de 930HV.

A l'interface la dureté diminue aux alentours de 600HV pour atteindre la dureté du substrat qui est de 426HV.

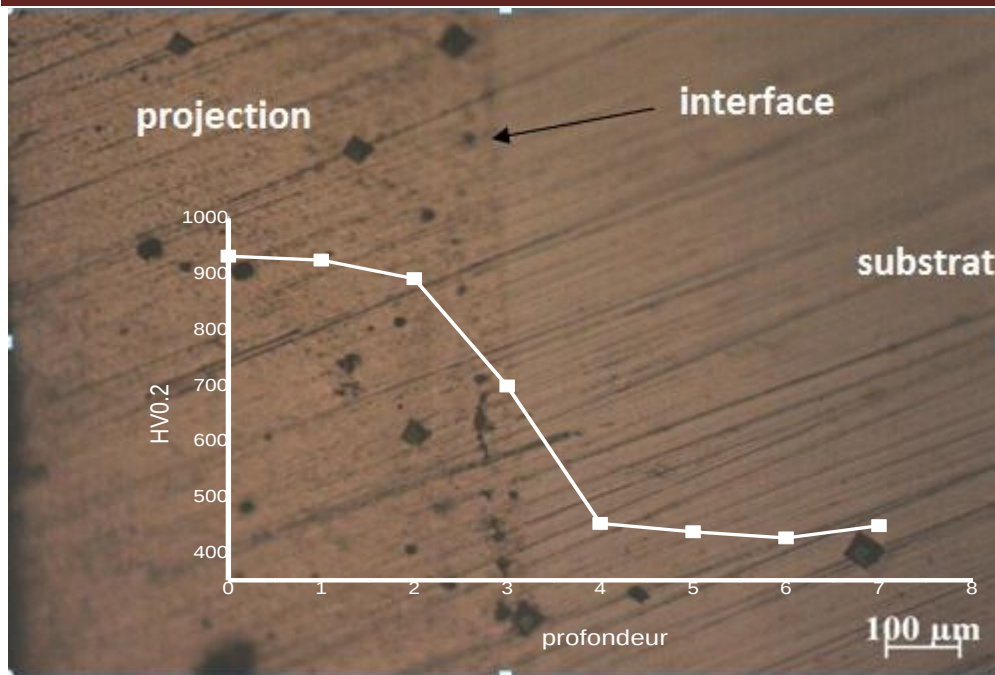


Figure IV.21 Profil de microdureté du revêtement Ni-Cr-Si-B-Fe-C

IV.4.2 Mesure de nanodureté

Dans cette partie des essais de nanoindentation ont été effectués sur différentes couches Ti-Al-N, Ti-W-N avec et sans chauffage de porte substrat lors de dépôt.

Pour chaque échantillon nous avons réalisé une matrice de 20 essais. Durant l'essai la charge maximale F_m est augmentée pour chaque essai de 0.5mN à 80mN ou plus et cela dépend de la profondeur et de la dureté du dépôt.

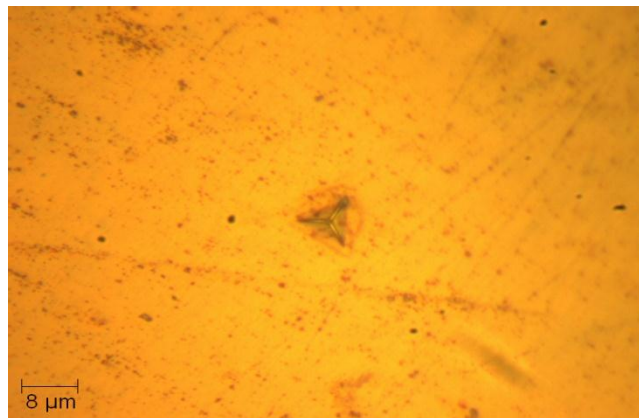


Figure IV.22 Empreinte de Berkovich.

Figure IV.22 Empreinte de Berkovich sur la couche de Ti-Al-N avec une charge de 200mN.

La force appliquée par l'indenteur sur les échantillons et avec la pénétration forment la pente de la charge, dès que cette courbe atteindra la force maximale préalablement fixée

dans le logiciel l'indenteur se retire après un temps de maintien, le relâchement de pénétrateur est enregistré par la courbe de décharge, cette dernière montre une pente aussi, la profondeur atteint se Dèmeunier, autrement dit le matériau reprend sa forme initiale est à cause de la déformation élastique.

IV.4.2.1 Courbe charge-décharge

La figure représente La courbe effort-pénétration (charge-décharge) enregistrée sur la couche de projection thermique (Ni-Cr-Si-B-Fe-C).

On remarque que pour les courbes de charge décharge de la projection thermique à faible effort de pénétration (avec un pas de 0.1mN) l'indenteur pénètre dans la couche avec une profondeur de 20 nm sans que la charge augmente ce qui est traduit par le glissement de l'indenteur dans la couche. Ce phénomène est souvent interprété par la présence d'une fissure ou d'une porosité qu'est la plus probable dans notre cas (l'un des problèmes des dépôt par projection thermique), dans ce cas ca nous donne une idée sur la longueur de la porosité qui est de l'ordre de glissement de l'indenteur 20nm.

Pour les grandes charges (avec un pas de 10mN) les courbes obtenues sont beaucoup plus précis et la partie application de la charge ne montre pas des plateaux ce que confirme que les pores ne sont pas ressentis par l'indenteur.

La dureté est exprimée (H_{it} en MPa) et le module élastique par (E_{it} en GPa) sont déterminés à partir de la courbe charge – décharge obtenue des équations décrites au chapitre III :

- substrat
 - $H_{it}=4553.9$ MPa.
 - $E_{it}=256.08$ GPa.
 - $HV=421.74$ Vickers.
- Porjection
 - $H_{it}= 16570$ MPa.
 - $E_{it}= 316.81$ GPa.
 - $HV=1834.6$ Vickers.

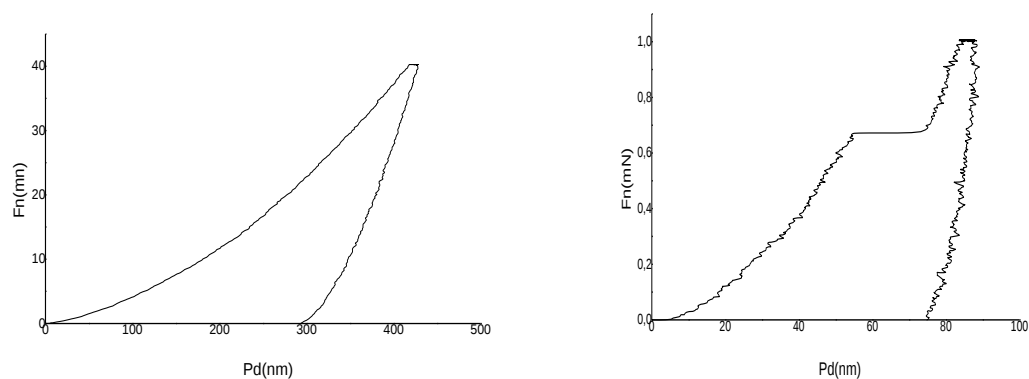


Figure IV.23 Courbe charge-décharge de couche borotec.

IV.4.2.2 Mesure de nanodurété Ti-Al-N

Les paramètres qui donnent les meilleurs duretés, ont été déjà déterminés par l'équipe de mon encadreur donc on a pris directement les pressions montrées dans le tableau VI.2 ci-contre :

Tableau IV.2 Paramètre de déposition Ti-Al-N.

Tension	2000V
Puissance	20W
Distance inter électrode	45mm
Taux de l'argon	75%
Taux d'azote	25%
Temps de dépôt	120 minutes
Température de porte substrat	50 °C (température de plasma)
Bias	-50 V
Pression de travail	100 mTorr

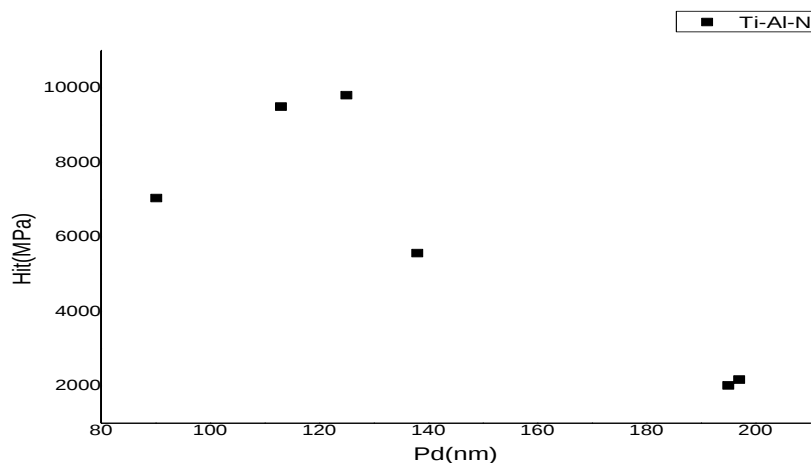


Figure IV.24 Courbe de nanodureté en fonction de profondeur de couche Ti-Al-N.

La courbe de la dureté en fonction de la pénétration nous donne l'idée sur la dureté de la couche mince, cette figure nous montre que la nano dureté de la couche de Ti-Al-N est 10000 MPa à la profondeur de 110-125 nm, En augmente la charge on pénètre plus dans la couche et l'effet de substrat influence sur nos mesure.

IV.4.2.3 Nanodureté de Ti-W-N

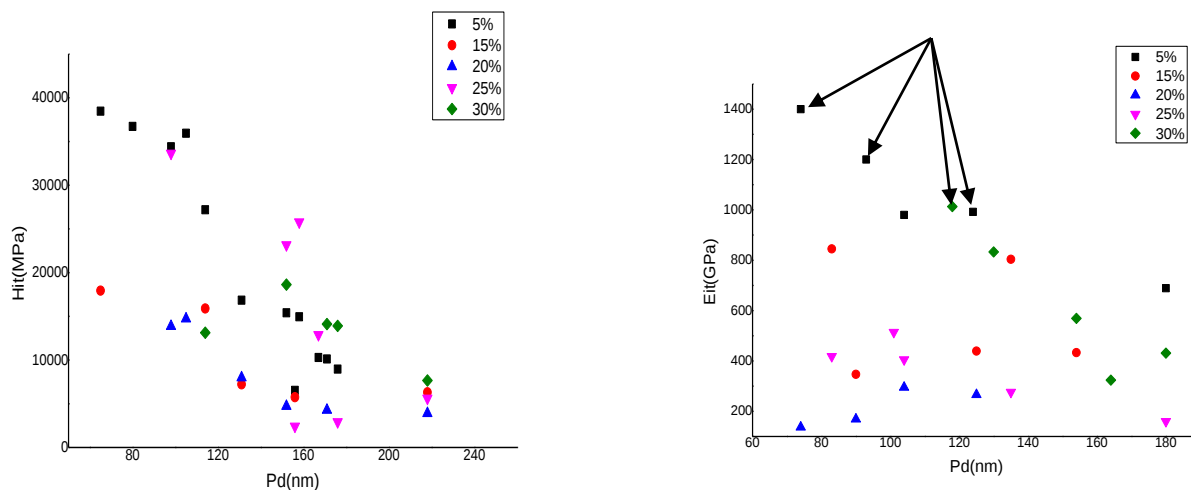


Figure IV.25A/Courbe de nanodureté en fonction de profondeur B/ module de Young en fonction de la profondeur.

Des mesures de nanodureté ont été faite sur la série de XC48 avec défèrent pourcentage de N₂ et Ar, la figure IV.25/A montre que les couches ayant un pourcentage de

5%N₂et 85%Ar ont des duretés d'environ 38000 MPa dans une profondeur inférieure à 120nm, le 15,20et30%de N₂ ont une dureté maximale de 19000 MPa et enfin la couche qui un pourcentage de 30% de N₂ a une dureté qui ne dépasse les 20000 MPa.

La figure IV.25/B exprime le module d'élasticité de Ti-W-N pour chaque pourcentage de N₂ et Ar, les point marqué par des flèches présente des valeur supérieures aux valeurs trouvées habituellement ; cela nécessite une étude plus approfondie pour expliquer cette anomalie.

La nanoindentation a montré que la dureté de la couche Ti-W-N est supérieure à 20000MPa, donc c'est une couche très dure, afin de confirmer ce résultat on a fait un deuxième essai sur l'acier Z200.

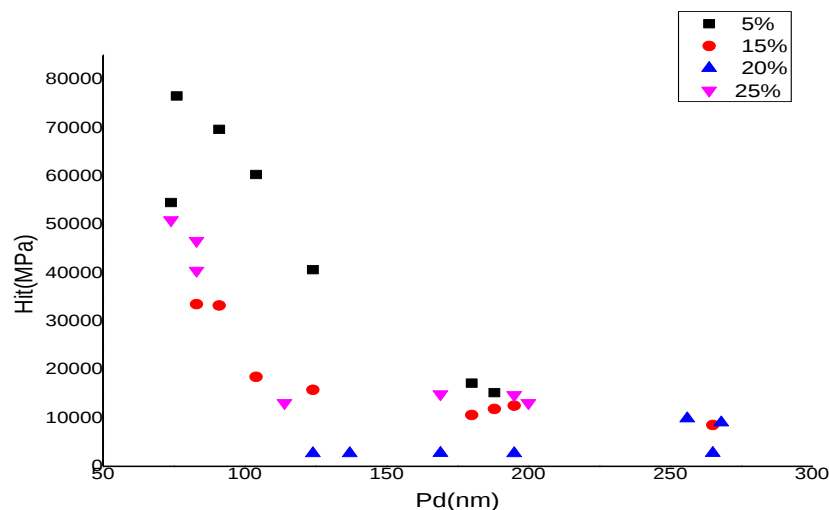


Figure IV 26 Courbe de nanodureté en fonction de profondeur pour couche de Ti-W-N sur Z200.

Les couches ayant un pourcentage 5% et 25% de N₂ sont super dure avec une nanodureté de 75000 et 50000MPa respectivement, la couche 15% de N₂ donne une nanodureté de 30000MPa ce qui fait une couche très dure, la couche 20% de N₂ donne une très faible dureté.

IV.4.2.4 Nanodureté de Ti-Al-N et Ti-W-N avec chauffage

La figure IV.27 montre la nano indentation de Ti-W-N (5%) et Ti-Al-N (25%) avec chauffage de porte substrat à 300°C.

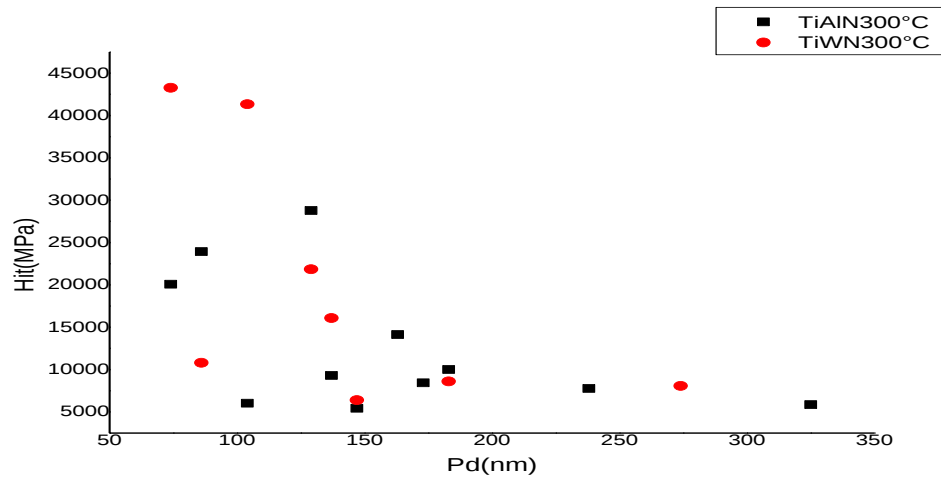


Figure IV.27 Courbe de nanodureté en fonction de la profondeur.

Nous constatons que la dureté de couche de Ti-Al-N a augmenté après un dépôt avec chauffage de port substrat à 300°C, outre la dureté de la couche Ti-W-N a diminué. Le chauffage a permis la couche de se décontracter donc de perdre en dureté.

La figure IV.27.B exprime le module d'élasticité de Ti-W-N avec chauffage, on remarque des point qui dépassent 1000GPa (marqué par des flèches) et ca confirme le résultat de la figure. IV.26.B.

IV.5 Nanodureté de Dépôt final

Les résultats des essais préliminaire nous ont permis de bien choisir la cible et les meilleures paramètres à utiliser pour le dépôt final, pour ce dernier, afin d'optimiser encore la qualité de la couche. Les paramètres utilisés sont mentionnés dans le tableau IV.3 ci-dessous :

Tableau IV.3 Paramètre de déposition final.

Tension	2000V
Puissance	20W
Distance inter électrode	45mm
Taux de l'argon	95%
Taux d'azote	5%
Temps de dépôt	120 minutes
Température de porte substrat	50 °C (température de plasma)
Bias	-50, 0 V

Pression de travail

100 mTorr

Malgré que la dureté de la couche de Ti-Al-N a augmenté avec chauffage lors du dépôt, celle-ci reste bien inférieure à celle Ti-W-N sans chauffage, de ce fait le choix de la couche de dépôt final est le Ti-W-N sans chauffage, et pour une dernière optimisation on a fait deux dépôt sans et avec bias.

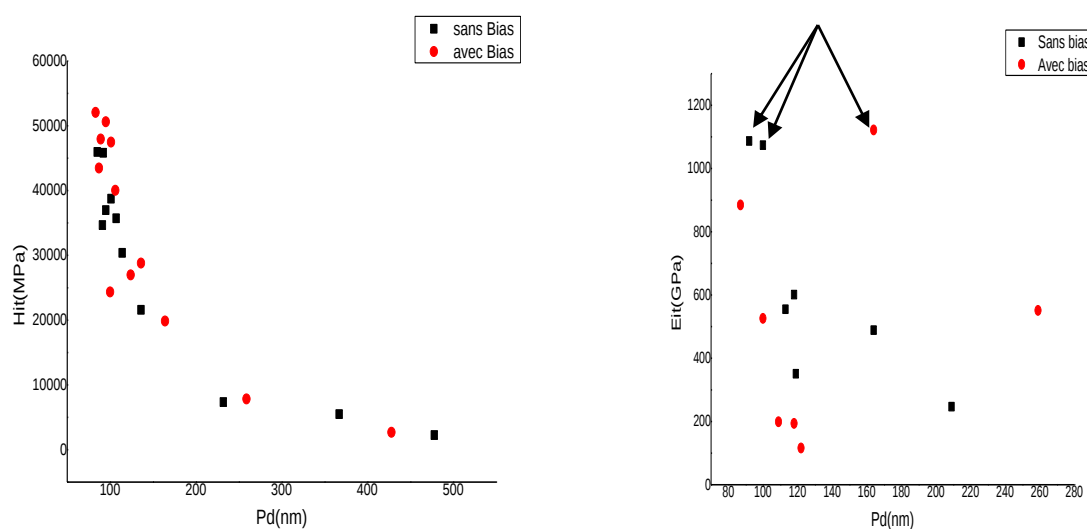


Figure IV.28A/ Courbe de nanodureté en fonction de profondeur B/ Module de Young en fonction de la profondeur.

La figure IV.28.A montre que les meilleures dureté obtenues sont marquée la présence de Bias, nous constatons que le Bias augmente la dureté de la couche Ti-W-N.

La figure IV.27.B exprime le module d'élasticité de Ti-W-N avec chauffage, on remarque des point dépassent 1000 GPa (marqué par des flèches) et ca confirme le résultat de la figure.IV.26.B.

IV.6 Tests tribologique

IV.6.1 coefficient de frottement

Le coefficient de frottement est suivi au cours de l'essai par la mesure de la force tangentielle. L'évolution du coefficient de frottement en fonction du temps présente d'abord une diminution ou une augmentation dans une première phase de l'essai puis une phase de stabilisation.

La première phase correspond à la formation du tribofilm, la deuxième à l'entretien de celui-ci.

On détermine ainsi un coefficient de frottement initial et un coefficient de frottement stabilisé.

Les coefficients de frottement obtenus tendent également à diminuer lorsque la charge appliquée augmente. Les barres hachées correspondent au coefficient de frottement initial, les barres pleines au coefficient de frottement stabilisé.

IV.6.1.1 coefficients de frottement du Substrat

La figure IV.26 montre une augmentation du coefficient de frottement de 0.12 à 0.55 après 379 secondes dans première phase, dans la deuxième phase on voit une stabilisation à 0.55 du coefficient de frottement et c'est le coefficient de frottement du substrat.

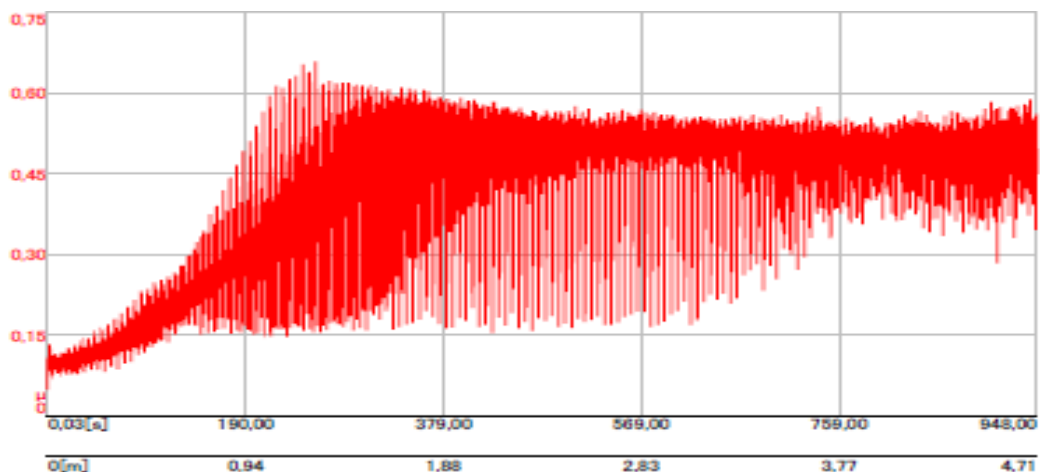


Figure IV.29 Courbe de coefficient de frottement du substrat.

IV.6.1.2 coefficients de frottement couche de projection thermique :

Le coefficient de frottement initial qui est de 0.12 et après 190 secondes se stabilise pour nous donne le coefficient de frottement de la couche de projection thermique qui est égale à 0.18.

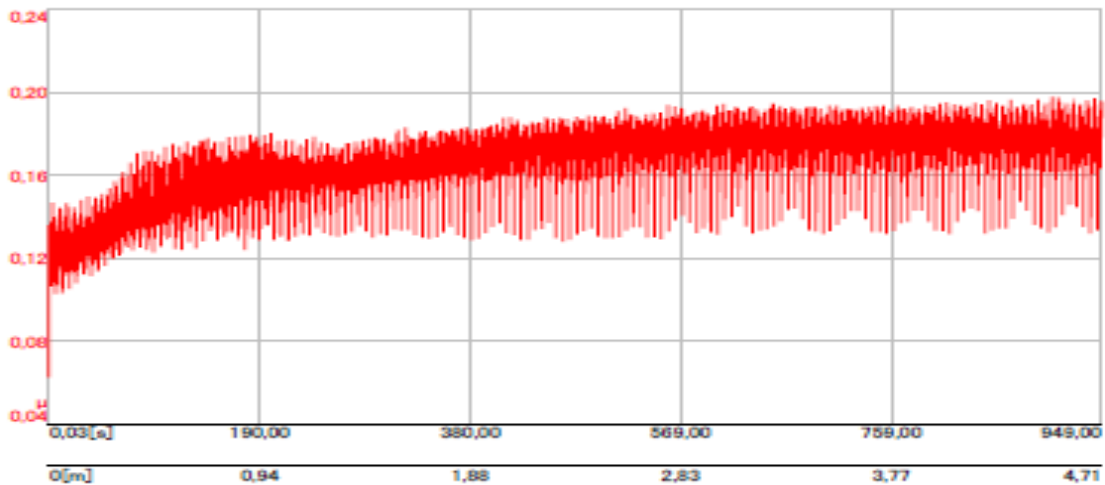


Figure IV.30 Courbe de coefficient de frottement de borotec.

IV.6.1.3 coefficients de frottement couche mince de Ti-W-N sans Bias

Le coefficient de frottement initial est de 0.1 après 48 secondes se stabilise au alentour de 0.5 cette valeur représente le coefficient de frottement de substrat, nous concluons que la valeur de 0.1 est le coefficient de frottement de la couche mince de Ti-W-N sans Bias.

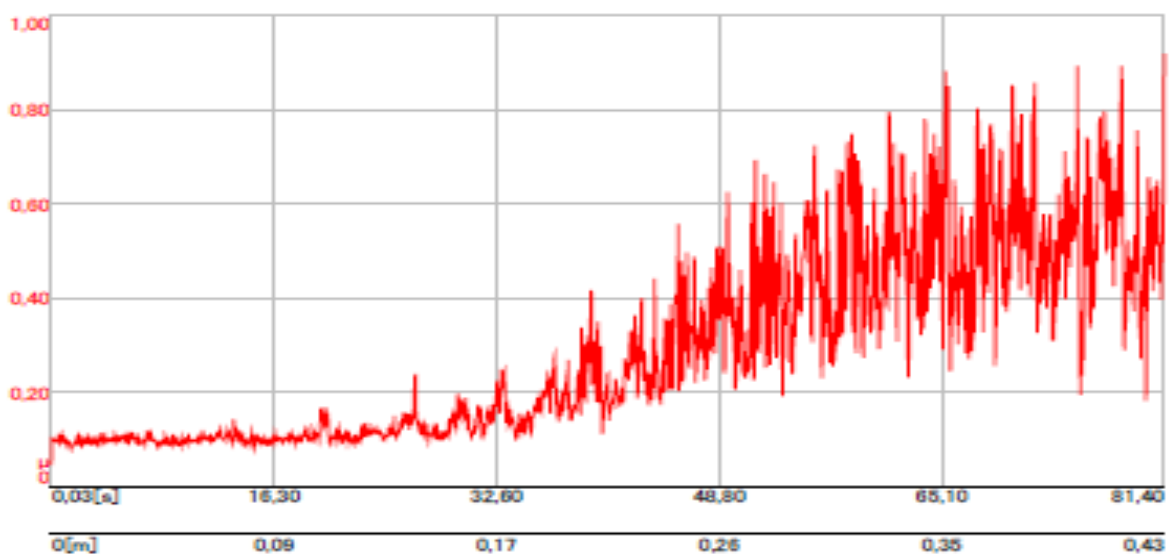


Figure IV.31 Courbe de coefficient de frottement de Ti-W-N sans Bias.

IV.6.1.4 coefficients de frottement couche mince Ti-W-N avec Bias

On remarque que l'amplitude entre le coefficient de frottement max et min assez importante, mais ceci indique que le coefficient de frottement de la couche Ti-W-N avec Bias est proche de la valeur 0.2.

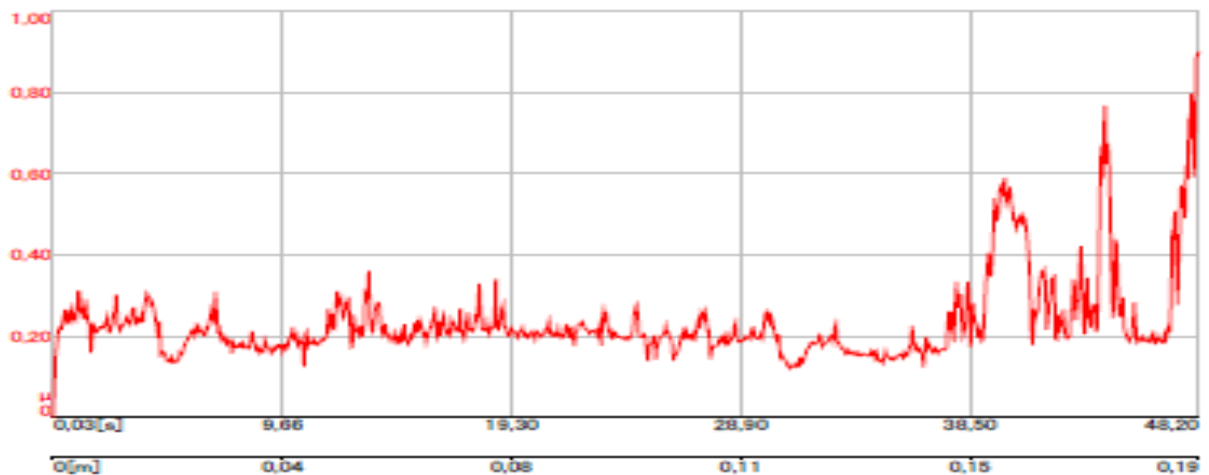


Figure IV.32 Courbe de coefficient de frottement de Ti-W-N avec Bias.

Nous pouvons classer le coefficient de frottement pour chaque matériau dans le tableau IV.4 ci-dessous :

Tableau IV.4 Coefficient de frottement des échantillons

Matériaux	Substrat	Ni-Cr-Si-B-Fe- C	Ti-W-N sans Bias	Ti-W-N avec bias
coefficient de frottement (μ)	0.55	0.18	0.1	0.2

IV.6.2 Le taux d'usure

Comme montré au chapitre précédent pour calculer le taux d'usure il faut calculer la largeur de sillon pour déterminer la surface de sillon et enfin l'introduire dans les équations III.5, III.6 et III.7 pour avoir le taux d'usure les différentes mesure.

La largeur de sillon a été prise directement par le microscope optique ZEISS AXIO qui est équipé d'un système de mesure, pour chaque échantillon on a calculé la moyenne des trois différentes largeurs mesuré.

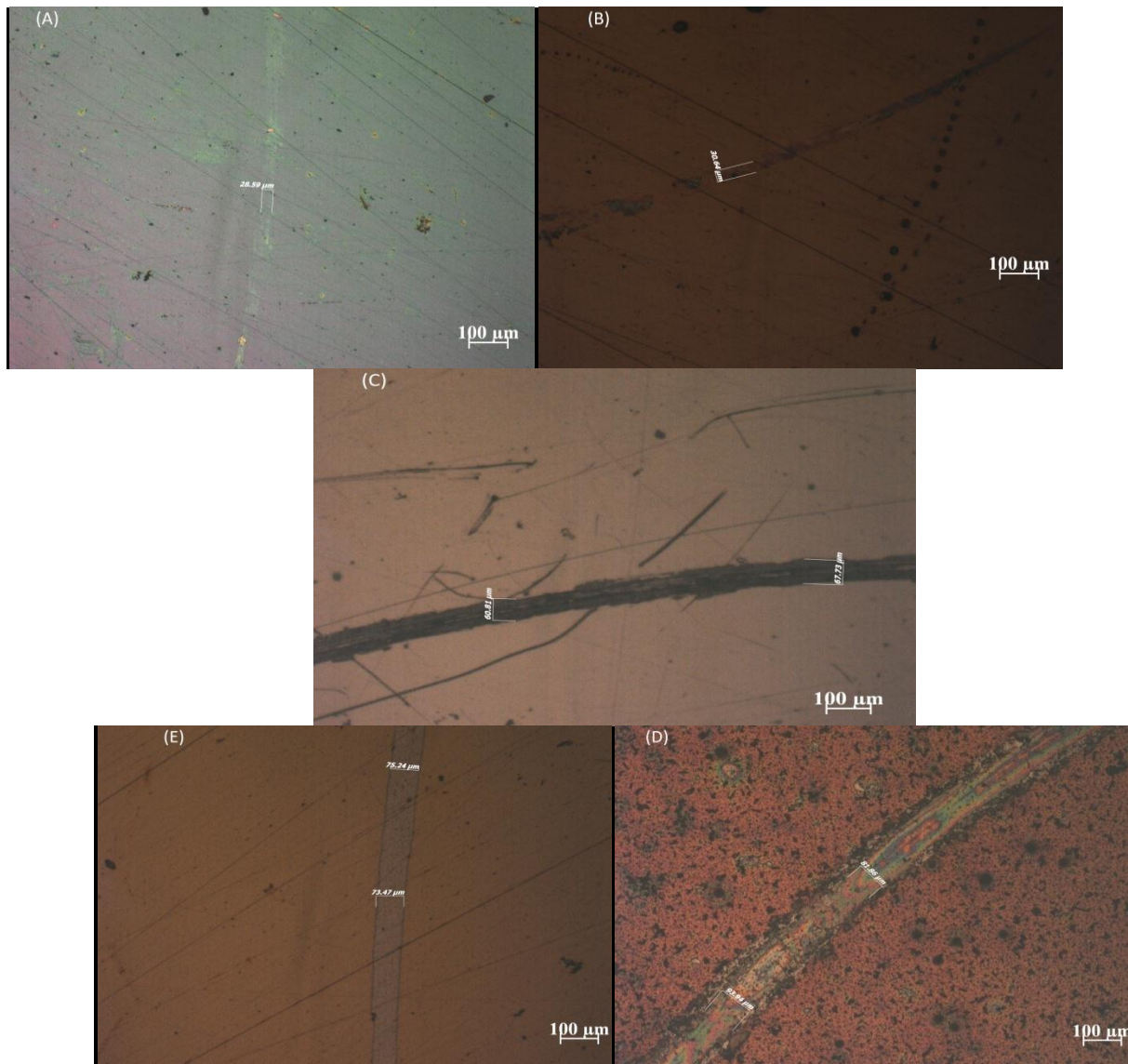


Figure IV.33 Largeur de sillon.

La figure (A) montre l'état et la largeur de sillon avec un rayon $R=10\text{mm}$, force de 1N et une vitesse linéaire $V_{\text{lin}}=0.5\text{cm/S}$ sur un film de Ti-W-N avec Bias.

La figure (B) montre l'état et la largeur de sillon avec un rayon $R=10\text{mm}$, force $F=1\text{N}$ et une vitesse Linéaire $V_{\text{lin}}=0.5$ sur un film de Ti-W-N avec Bias.

La figure (C),(D)et(F) montrent respectivement l'état et la largeur de sillon avec un rayon $R=5\text{mm}$, force de 1N et une vitesse linéaire $V_{\text{lin}}= 0.5\text{cm/S}$ sur substrat, film Ti-W-N sans Bias et film de Ti-W-N avec Bias.

Le sillon sur la couche de Ni-Cr-Si-B-Fe-C n'est pas visible même au microscope optique, c'est dû à sa bonne tenue à l'usure et la faible charge appliquée (1N).

Tableau IV.5 Taux d'usure pour les différentes couches :

	Largeur de sillon(μm)	Surface de sillon (mm^2)	Volume de sillon (mm^3)	Distance parcours (m)	Taux d'usure ($\text{mm}^3/\text{N.m}$)
Substrat	68	9.57	58.09	0.19	305.09
Couche	—	—	—	—	—
Ni-Cr-Si- B-Fe-C (R=5mm)					—
Dépôt	80	12.25	70.62	0.19	371.68
Ti-W-N sans Bias (R=5mm)					
Dépôt	89	11.25	78.25	0.19	411.84
Ti-W-N avec Bias (R=5mm)					
Dépôt	30	8.44	53	0.19	278.94
Ti-W-N avec Bias (R=10mm)					
Dépôt	28	7.88	49	0.19	257.89
Ti-W-N sans Bias R=10 mm)					

Le sillon sur la couche Ni-Cr-Si-B-Fe-C n'est pas visible avec le microscope optique voire même il y a de sillon, nous constatons que les paramètres utilisés n'ont pas causé l'usure de la couche, de ce fait la couche Ni-Cr-Si-B-Fe-C a une excellente tenue à l'usure par rapport au autre couche.

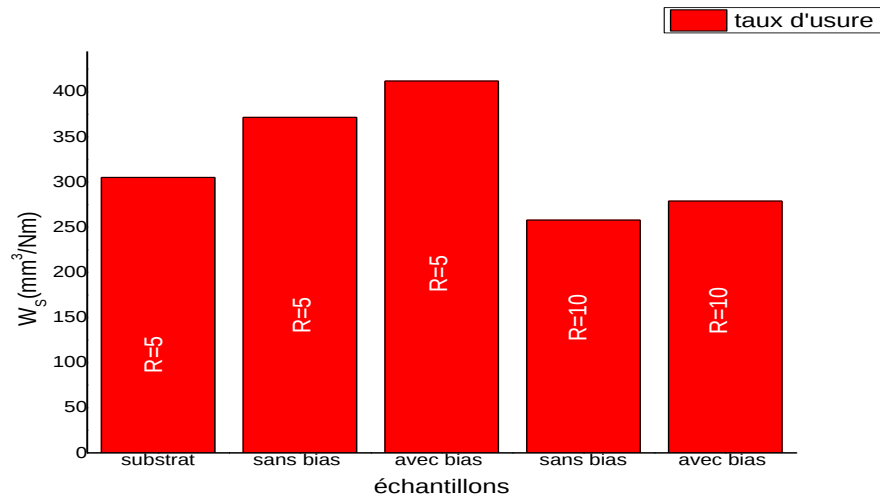


Figure IV.34 Taux d'usure des échantillons.

L'histogramme nous montre que le taux d'usure pour la couche de Ti-W-N sans Bias est meilleur que le taux d'usure de Ti-W-N avec Bias.

Comme le mode de défaillance de ces couches est principalement l'enlèvement (arrachement) de la couche à cause de la faible adhérence laquelle est accentuée par la présence des contraintes internes ; ce résultat peut donc être expliqué par le fait que la couche déposée avec Bias présente des contraintes internes plus importantes que celles présentes dans la couche déposée sans Bias.

Conclusion générale

IV.7 Conclusion générale

L'objectif principal de notre étude était la réalisation des revêtements durs qui ont une excellente résistance à l'usure sur un substrat en acier faiblement allié. Ces revêtements ont été élaborés par deux méthodes afin d'assurer un traitement duplex, la projection à flamme d'une poudre à base de Cr- Ni (NiCrBSiFe), et par pulvérisation physique à phase vapeur de Ti-W-N et Ti-Al-N.

La dureté de la couche obtenue par projection thermique à flamme reste faible (900HV_{0.2}) par contre les épaisseurs sont très bonnes (200 µm), outre la dureté de la couche mince de Ti-W-N dépasse les 40 GPa ce qui nous donne une couche ultra dure mais l'épaisseur reste très faible de l'ordre de 1 µm.

Pour obtenir une couche épaisse et très dure au même temps on a procédé au traitement duplex en combinant les procédés de projection à flamme et le PVD afin de profiter des particularités de chaque procédé.

Le problème de l'interface entre la couche élaborée par projection thermique (NiCrBSiFe) et la couche mince Ti-W-N est traduit par une faible adhérence entre les deux couches.

Reference bibliographies

- [1] **Michael Berger** “Application of hard metals as thermal spray coatings Int. Journal of Refractory Metals and Hard Materials Lutz”- 30 May 2014.
- [2] **SOKOLOV Dmitry Evguenievitch** « Contribution au développement de la projection thermique à très faible pression » thèse pour grade de doctorat université de DE BELFORTMONTBELIARD- 2009.
- [3] **IDEXPO, L'Hay-les-Roses, FRANCE** (1988) (Revue) 40.
- [4] Protection against Erosive Wear Using Thermal Sprayed Cermet (2011) page 14-16.
- [5] **A. PRONER** ; M1645 revêtement par projection thermique (technique de l'ingénieur) 2005.
- [6] : <http://www.citra-limousin.com>.
- [7] Praxair Technology, Inc., Plasma Spray Process, Praxair S.T. Technology, Inc., 2005.
- [8] **Carlos P. Bergmann and Juliane Vicenzi**, Protection against Erosive Wear Using Thermal Sprayed Cermet.2011 page 4-8.
- [9] Metallographic preparation of thermally sprayed orthopaedic devices, Richard C. Compton, Zimmer, Inc., Etats-Unis, Structure 28, 1995 Summary Report of the Plasma.
- [10] **Yamina MEBDOUA** « Etude Numérique des Phénomènes Thermiques Contrôlant la Solidification d'une Lamelle en Projection Thermique : Application à la Formation du dépôt » Thèse pour obtenir le grade de Docteur de l'université de LIMOGES août 2008.
- [11] **MAICHI Maamar** « Fabrication d'outils de coupe en plaquette par projection thermique et la boruration » thèse pour master université de Saad Dahleb Blida 2012)
- [12] **ETTOUAHRI Abderrahmane** Réalisation par projection thermique des revêtements durs à gradient de propriétés Caractérisation mécanique et tribologique thèse pour master université de Saad Dahleb Blida 2014.
- [13] <http://www.surfatec.org/>.

- [14] **Florent LEDRAPPIER, Laurent HOUZÉ** « Le challenge de la caractérisation des Traitements et Revêtements de Surface » 2006.
- [15] **ATTALLAH MOURAD** « Elaboration et caractérisation des couches minces d'oxyde de silicium, obtenues par voie sol-gel » thèse pour magister université de Constantine 2010.
- [16] **Ismahane BERRACHED** « Elaboration et caractérisation des couches minces de carbure de titane par la pulvérisation cathodique RF magnétron » USTHB these pour master) 25/06/2013.
- [17] **Claudine CHAHINE** « Copolymérisation plasma : étude des mécanismes de croissance et de la structuration des couches minces copolymères » thèse pour grade docteur 2013.
- [18] **HAFDALLAH Abdelkader** « Étude du Dopage des Couches Minces de ZnO Elaborées par Spray Ultrasonique » magister université de Constantine 2007.
- [19] **Benkhetta Youcef** « *L'effet du débit de la solution sur les propriétés des couches minces d'oxyde de zinc (ZnO) déposées par spray ultrasonique* » thèse pour master. Université de Biskra 2013.
- [20] **Geoffrey DARUT**, « Elaboration de revêtements à structure sub-micrométrique pour applications tribologiques par projection plasma de suspensions », Thèse de doctorat, Université de Limoges, 2010.
- [21] **LADJ Manal** « *Elaboration et caractérisation des (Ti, Al) N par Pulvérisation Cathodique Magnétron RF couches minces dures Réactive* » thèse de master université de Boumerdes 2013.
- [22] **Noua BOUHSSIRA** « Elaboration et Caractérisation des Couches Minces d'Oxyde de Zinc par Evaporation » thèse de magister université de Constantine 18/06/2005.
- [23] **Hayat BERKANE** « ÉLABORATION ET CARACTERISATION DE REVÊTEMENTS DURS Ti-Al, Ti-Al-N et Al-Cr-N » thèse pour magister université de Constantine 2013.
- [24] **BOUDRIFA OUASSILA** « *MECANISME DE FORMATION DE COUCHES MINCES DE FER- NICKEL OBTENUES PAR PVD* » these pour magister université de setif 14 /11/2010.
- [25] **Brahim Tlili** « Caractérisation de film durs multicouches élaborés par pulvérisation magnétron, influence des conditions d'élaboration sur les propriétés » thèse pour grade doctorat l'École Nationale d'Ingénieurs de Tunis 2010.
- [26] **M.-J. PAC , S. GILJEAN, G. ARNOLD , M. BROSSE, P. LOUISA** « Indentation de films minces $\text{Ti}_x\text{Al}_{1-x}\text{N}$ ($0 \leq x \leq 1$) : analyse mécanique et structurale » 2 septembre 2011.
- [27] **Nadjette Belhamra** « Réalisations et caractérisations de revêtements durs à base de nitrures et de carbures : Applications à l'usinage des métaux » thèse pour grade de doctorat université de Biskra 2014.

[28] **LADJ Manal** « Elaboration et caractérisation des (Ti, Al) N par Pulvérisation Cathodique Magnétron RFcouches minces dures » thèse pour master université de Boumerdes 2013.

[29] **BOUNAB Fatima** « Evolutions microstructurales Lors des traitements thermiques imposés à un acier faiblement allié (53MnSi4) » thèse pour master université de Biskra 2013.

[30] **Ismahane BERRACHED** « Elaboration et caractérisation des couches minces de carbure de titane par la pulvérisation cathodique RF magnétron » thèse de master université USTHB 2013.

[31] Caractérisation mécanique des couches minces par nanoindentation (<http://www.institut-numerique.org/>).

[32] **Ismail DAOUD, Amine REZZOUG, Djamel MIROUD, Billel CHENITI**
« Comportement tribologique du composite à matrices métalliques (CMM) W-10Ni-5Fe élaboré par le procédé d'infiltration spontanée » CSC Annaba 11-09-2014.

[33] **P.N. Silva, J.P. Dias, A. Cavaleiro** “Tribological behaviour of W–Ti–N sputtered thin films” Surface & Coatings Technology 200 (2005) 186– 191.

[34] **P.N. Silva, J.P. Dias, A. Cavaleiro** “Performance of W–Ti–(N) coated pins in lubricated pin-on-disk tests” Surface & Coatings Technology 202 (2008) 2338–2343.

[35] (www.metaux-detail.com) et (DEPERY DUFOUR, fiche produit 42CD4).

[36] <http://www.castolin.com>.

