



HAL
open science

Caractérisation des propriétés mécaniques par nanoindentation d'un traitement de diffusion et d'un revêtement pour l'amélioration de la résistance à l'usure des aciers à bas carbone

Sahraoui Aissat, Alain Iost, Gildas Guillemot, Younes Benarioua, Mohamed Mechmeche

► To cite this version:

Sahraoui Aissat, Alain Iost, Gildas Guillemot, Younes Benarioua, Mohamed Mechmeche. Caractérisation des propriétés mécaniques par nanoindentation d'un traitement de diffusion et d'un revêtement pour l'amélioration de la résistance à l'usure des aciers à bas carbone. *Mechanics & Industry*, 2011, 12, pp.379-387. 10.1051/meca/2011132. hal-01174094

HAL Id: hal-01174094

<https://hal.science/hal-01174094v1>

Submitted on 27 Feb 2017

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.



Science Arts & Métiers (SAM)

is an open access repository that collects the work of Arts et Métiers ParisTech researchers and makes it freely available over the web where possible.

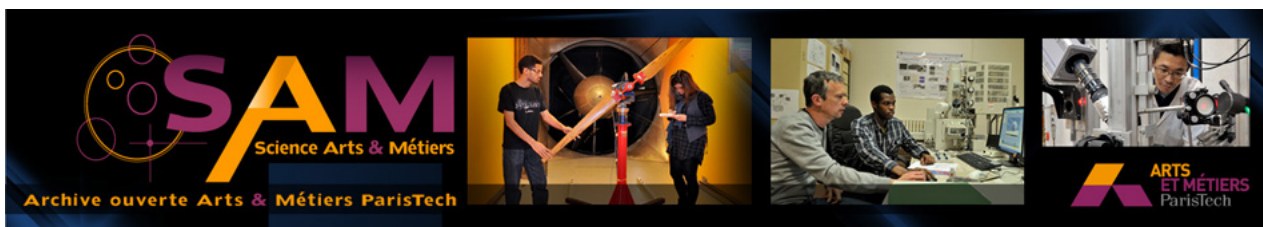
This is an author-deposited version published in: <http://sam.ensam.eu>
Handle ID: <http://hdl.handle.net/10985/9728>

To cite this version :

Sahraoui AISSAT, Alain IOST, Gildas GUILLEMOT, Younes BENARIOUA, Mohamed MECHMECHE - Caractérisation des propriétés mécaniques par nanoindentation d'un traitement de diffusion et d'un revêtement pour l'amélioration de la résistance à l'usure des aciers à bas carbone - Mécanique et Industrie - Vol. 12, p.379-387 - 2011

Any correspondence concerning this service should be sent to the repository

Administrator : archiveouverte@ensam.eu



Science Arts & Métiers (SAM)

is an open access repository that collects the work of Arts et Métiers ParisTech researchers and makes it freely available over the web where possible.

This is an author-deposited version published in: <http://sam.ensam.eu>
Handle ID: <http://hdl.handle.net/null>

To cite this version :

Sahraoui AISSAT, Alain A. IOST, Gildas G. GUILLEMOT, Younes BENARIOUA, Mohamed MECHMECHE - Caractérisation des propriétés mécaniques par nanoindentation d'un traitement de diffusion et d'un revêtement pour l'amélioration de la résistance à l'usure des aciers à bas carbone - Mécanique et Industrie - Vol. 12, p.379-387 - 2011

Any correspondence concerning this service should be sent to the repository

Administrator : archiveouverte@ensam.eu

Caractérisation des propriétés mécaniques par nanoindentation d'un traitement de diffusion et d'un revêtement pour l'amélioration de la résistance à l'usure des aciers à bas carbone

SAHRAOUI AISSAT^{1,a}, ALAIN IOST², GILDAS GUILLEMOT², YOUNES BENARIOUA³
ET MOHAMED MECHMECHE⁴

¹ Laboratoire de Recherche des Technologies Industrielles, Département de Génie Mécanique, Université Ibn Khaldoun–Tiaret, BP 78, 14000 Tiaret, Algérie

² Arts et Métiers ParisTech, CNRS LML, 8 boulevard Louis XIV, 59046 Lille, France

³ Département de Génie Mécanique, Université de M'sila, BP 166, 28000 M'sila, Algérie

⁴ Département de Mécanique, Université de Mostaganem, BP 227, 27000 Mostaganem, Algérie

Résumé – La zone superficielle est très souvent la partie d'un composant qui subit les plus fortes contraintes, c'est également cette zone qui est exposée aux frottements et aux attaques chimiques. Les traitements de surface sont largement utilisés pour régler les problèmes d'usure, d'attaque chimique, de corrosion ou de fatigue. Ce travail concerne la mise au point d'un traitement de conversion de surface par diffusion précipitation. Ce procédé de durcissement superficiel permet d'augmenter et d'améliorer les propriétés en surface des matériaux et plus particulièrement celles des outils. Il est proposé dans ce travail, de rechercher les conditions d'obtention d'un carbure de chrome connu pour ses propriétés de résistance à l'usure, à la corrosion et à l'oxydation, à partir d'un traitement réalisé en trois étapes : la première étape est une cémentation en caisse par le carbone sur deux aciers à bas carbone : le XC18 et le 16MC5. La deuxième étape consiste à déposer à la surface des aciers traités, un film de chrome métallique de quelques μm . La troisième étape consiste à maintenir à haute température les pièces précédemment obtenues pour convertir la surface chromée en carbure par diffusion du carbone de la zone cémentée vers la surface chromée afin d'obtenir par précipitation du carbure de chrome. La caractérisation des propriétés mécaniques (dureté et module de Young) par nanoindentation des échantillons obtenus est réalisée dans ce travail.

Mots clés : Durcissement superficiel / traitement de diffusion / précipitation / revêtement / carbure de chrome / nanoindentation

Abstract – **Characterization of the mechanical properties by nanoindentation of a treatment of diffusion and a coating for the improvement wear resistance of low carbon steels.** The superficial zone is very often the part of a component which undergoes the strongest constraints, it is also this zone which is exposed to frictions and the chemical attacks. The surface treatments are largely used to solve the problems of wear, chemical attack, corrosion or fatigue. This work concerns the development of a surface conversion treatment by diffusion precipitation. This process of superficial hardening allows to increase and to improve the superficial properties of materials and more particularly those of the tools. It is proposed in this work, to search the conditions for obtaining a chromium carbide known by these properties of wear, corrosion and oxidation resistance, starting from a treatment carried out in three stages: the first stage is a pack carburizing (pack cementation) by carbon on two low carbon steels: the XC18 and the 16MC5. The second stage, concerns the deposition on the surface of treated steels a metallic chromium film of a few μm . In the third stage the parts previously obtained are heated at high temperature to convert the surface chrome species into carbide by diffusion of carbon from the cemented zone towards surface chrome species to obtain by precipitation of chromium carbide. The characterization of the mechanical properties (hardness and Young modulus) by nanoindentation of the samples obtained is carried out in this work.

Key words: Superficial hardening / treatment of diffusion / precipitation / coating / chromium carbide / nanoindentation

^a Auteur pour correspondance : sh_aissat@yahoo.fr

1 Introduction

L'usure se définit comme étant la perte de matière provoquée par la dégradation mécanique d'une surface au contact d'une autre par suite du mouvement relatif de celles-ci. Elle dépend plus des conditions imposées en service que des propriétés des métaux en contact. Ces conditions dans lesquelles l'usure se produit en service sont très diverses et même, lorsque leur nature est connue, elles ne peuvent être définies avec une très grande précision [1].

Pour mieux lutter contre les effets néfastes de l'usure, la mécanique moderne dispose de toute une panoplie de méthodes performantes, parmi lesquelles l'application d'un multitraitement de surface, qui permet d'apporter des solutions à près de 80 % des problèmes [2].

Un multitraitement [3] (traitement de diffusion associé à un revêtement de surface par exemple) est la combinaison de plusieurs procédés de traitements superficiels pour une même surface. Leur recours peut être motivé par l'amélioration d'une propriété en particulier, par l'impossibilité de trouver une couche capable de satisfaire à toutes les exigences, ou par la nécessité de rendre un traitement compatible avec le reste de la pièce.

Les traitements par diffusion de métalloïdes (cémentation, nitruration, carbonitruration, boruration...), ont pour but non seulement de durcir la surface afin d'augmenter sa résistance à l'abrasion, mais aussi d'introduire dans les couches superficielles des contraintes résiduelles de compression chargées d'accroître la résistance à la fatigue des pièces traitées. Ces traitements peuvent s'effectuer en milieu solide (exemple : cémentation en caisse), en milieu gazeux, ou bien en milieu liquide [2].

Les revêtements électrolytiques (nickel, chrome, cadmium, cuivre, etc.) peuvent aider à modifier et à améliorer les propriétés de très nombreux produits et machines actuels.

Pour caractériser les propriétés mécaniques de ces revêtements, l'essai de nanoindentation est de plus en plus utilisé car il est non destructif et donne accès à des propriétés mécaniques locales d'échantillons massifs. Cependant, malgré sa popularité, cet essai reste difficile à analyser et les mesures délicates à interpréter [4].

Dans ce travail, nous présentons tout d'abord la méthodologie nécessaire pour l'obtention en surface de carbures de chrome connus pour leurs propriétés intéressantes (dureté, résistance à l'usure, à la corrosion et à l'oxydation à haute température, ...) par la combinaison d'un traitement de diffusion de métalloïdes (cémentation) et d'un revêtement électrolytique (chromage) des aciers à bas carbone (XC18 et 16MC5/norme AFNOR NF A 35-551).

Nous déterminons ensuite les caractéristiques mécaniques (dureté et module d'élasticité) des aciers ayant subi ces traitements en exploitant les courbes charge/déplacement obtenues à l'aide d'essais d'indentation.

2 Substrats et protocole de dépôts

2.1 Matériau utilisé

Dans cette étude, les substrats ayant servi pour les dépôts de revêtements sont des aciers à faible teneur en carbone (<0,2 %), le XC18 et le 16MC5, recommandés pour la cémentation. La composition chimique de ces aciers et leur dureté HV30 avant traitement de carburation est donnée dans le tableau 1.

2.2 Protocoles expérimentaux

2.2.1 Traitement de diffusion

Un enrichissement superficiel en carbone est réalisé par une cémentation au carbone préalable au dépôt de chrome.

Les pièces sont noyées dans un ciment solide à base de charbon de bois. Le tout est mis dans une caisse en acier réfractaire.

Les traitements sont réalisés à 930 °C pendant une durée de 3, 4, 5 ou 6 h. Le refroidissement des pièces est très lent et se fait en caisse.

2.2.2 Dépôt par voie électrolytique

Le chrome est déposé électrolytiquement sur l'ensemble des aciers XC18 et 16MC5 cémentés. L'objectif de ce dépôt est de former des carbures superficiels suite à l'enrichissement en carbone des deux nuances d'acier.

La température du bain de chromage est de 42 °C, la durée de dépôt est d'environ une heure. Le dépôt par voie électrolytique est privilégié dans cette étude, du fait de son caractère industrialisable.

2.2.3 Traitement thermique de recuit

Le chauffage à haute température permet la conversion de la surface chromée en carbures par diffusion du carbone de la zone cémentée vers la surface et précipitation des carbures de chrome.

Le traitement de recuit est réalisé à différentes températures (400, 500, 600, 700, 800, 900, 1000, 1100, et 1150 °C) sur l'ensemble des échantillons cémentés et chromés selon le cycle thermique de la figure 1.

Le maintien isotherme à la température de traitement est estimé à une heure. Le refroidissement est réalisé au four jusqu'à la température ambiante.

Ce traitement est réalisé dans un four à chambre (ou à moufle), chauffé par des tiges en carborundum (SiC) placées sur toute la longueur de sa partie supérieure.

Il comporte une armoire de commande du type ET2 (220 V/20 A/50 Hz) en tôles d'acier dans laquelle on a intégré le circuit électrique régulateur de la température et une chambre du type KO14 isolée de l'extérieur par des murs en briques réfractaires et protégée par des tôles d'acier soudées (Fig. 2).

Le tableau 2 donne les symboles adoptés pour la désignation des échantillons préparés.

Tableau 1. Compositions chimiques des aciers XC18 et 16MC5 (% massique).

Nuance selon AFNOR NF A 35-551	Nuance selon NF EN 10084	C	Si	Mn	P	S	Al	Cr	Mo	Ni	Cu	Dureté HV ₃₀ kg
XC18	C16E	0,16	0,19	0,66	<0,001	<0,001	<0,001	0,07	0,02	0,09	0,12	140
16MC5	16MnCr5	0,14	0,25	1,08	0,0239	0,0459	0,032	0,86	0,04	0,12	0,18	190

Tableau 2. Désignation des échantillons préparés.

Cémentation	Chromage électrolytique	Recuit réalisé
C1 : cémentation pendant 3 h	1 h	R4 : recuit à 400 °C R5 : recuit à 500 °C R6 : recuit à 600 °C R7 : recuit à 700 °C R8 : recuit à 800 °C R9 : recuit à 900 °C R10 : recuit à 1000 °C R12 : recuit à 1100 °C R11 : recuit à 1150 °C
C2 : cémentation pendant 4 h	Idem	Idem
C3 : cémentation pendant 5 h	Idem	Idem
C4 : cémentation pendant 6 h	Idem	Idem

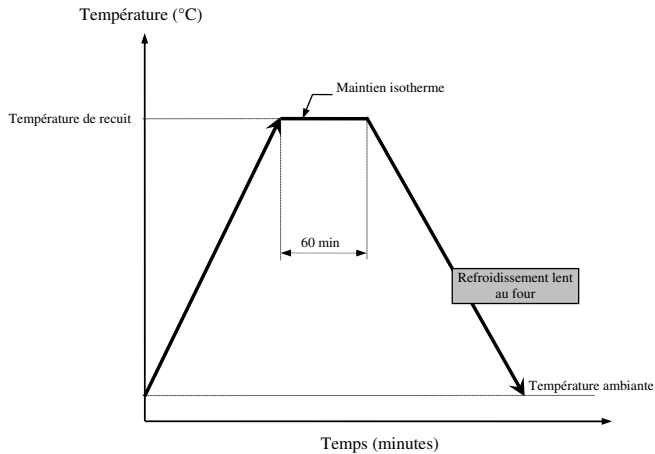


Fig. 1. Cycle thermique des recuits réalisés sur les échantillons cémentés et chromés.

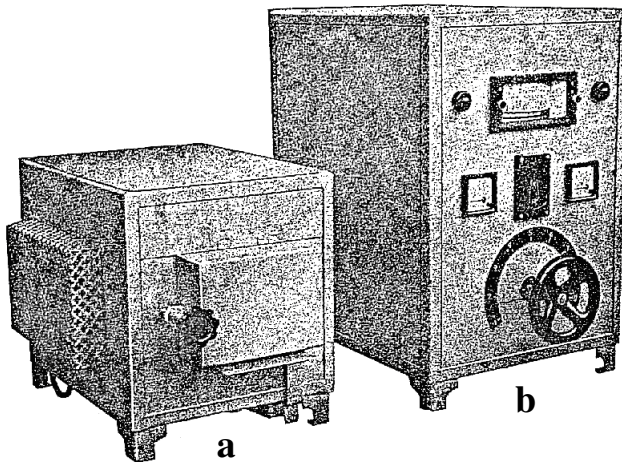


Fig. 2. Four à chambre utilisé pour les traitements thermiques de recuit (a) chambre, (b) armoire de commande.

2.2.4 Essais de nanoindentation

Les essais de nanoindentation, dédiés à la mesure des propriétés mécaniques des échantillons cémentés, chromés et chauffés à hautes températures ont été réalisés à l'aide d'un nanoindenteur MTS XP muni d'un diamant de type Berkovich (en forme de pyramide à 3 faces).

Les différentes mesures de nanoindentation sont réalisées en mode dynamique. Cette technique consiste, lors du chargement, à imposer à l'indenteur une variation sinusoïdale en force ou en déplacement d'amplitude connue.

Dans tous nos essais, les chargements imposés à l'indenteur étaient contrôlés en force, avec une séquence charge/recharge de 60 s, comme le montre la figure 3a. La vitesse de chargement est de 10 nm.s⁻¹.

Des variations de température peuvent entraîner une dilatation de l'indenteur lors de la mesure. Cette dilatation provoque à son tour des variations de dimension nanométriques non négligeables de l'indent et introduisent des erreurs expérimentales. Pour prendre en considération cette dérive thermique, un palier de maintien d'une durée de 30 s est imposé à l'indenteur pendant lequel le mouvement de la pointe causé par la dilatation thermique est mesuré. La force est ensuite libérée jusqu'à atteindre 10 % de sa valeur maximale (Fig. 3a).

La dérive thermique a été gardée au-dessous de $\pm 0,05$ nm.s⁻¹ pour tous les essais réalisés dans ce travail.

La base de données expérimentales est composée de trois essais d'indentation constitués de six cycles de charge et décharge successifs avec des charges égales respectivement à 12,5, 25, 50, 100, 200 et 400 mN.

La figure 3b représente une courbe typique d'indentation d'un échantillon.

On peut observer, sur la figure 3b, que lors de la recharge, il peut se former une hystérésis. Ce phénomène

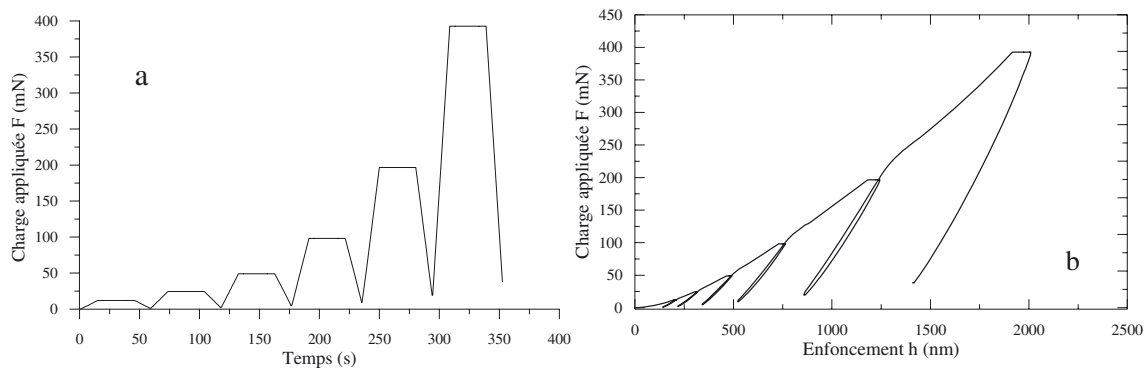


Fig. 3. (a) Procédure charge–recharge. (b) Exemple d’une séquence de nanoindentation à charges imposées, obtenue sur un échantillon cimenté pendant 5 h, chromé et recuit à 1150 °C.

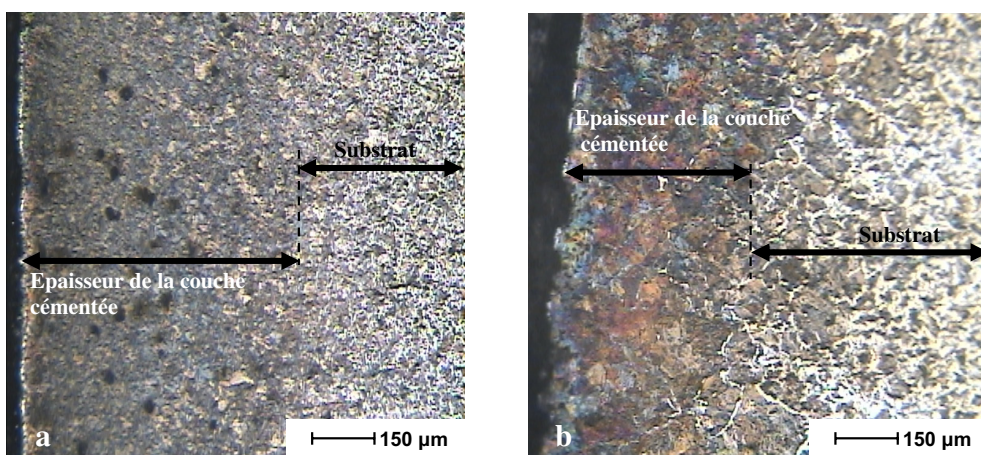


Fig. 4. Analyse métallurgique des aciers cimentés, (a) 16M5, (b) XC18. Durée de cémentation : 4 h.

est caractéristique de l’influence de l’écroissage de surface sur le comportement du matériau [5].

Dans le cadre de ce travail les échantillons indentés n’ont subi aucun polissage et cela peut aussi influencer les courbes d’indentation.

Les courbes de décharge obtenues permettent de tracer une courbe de variation de la dureté et du module d’élasticité en fonction de la force appliquée ou la profondeur indentée. Ces courbes sont analysées automatiquement par le logiciel de l’appareil, selon le modèle d’Oliver et Pharr [6].

3 Résultats et discussions

3.1 Profondeur de cémentation

Les résultats des analyses chimiques réalisées à l’aide d’un spectromètre à étincelles (Spark Spectrometer) sur plusieurs échantillons, montrent que le pourcentage de carbone obtenu après cémentation est compris entre 0,7 % et 0,8 % (% massique).

Pour révéler la structure des couches intérieures des pièces cimentées et déterminer l’épaisseur de ces couches, les échantillons ont été enrobés dans une résine, polis,

attaqués à l’acide nitrique HNO_3 (2 %) et observés au microscope optique. La durée de l’attaque est de 2 à 3 s.

La figure 4 représente un exemple de mesure de l’épaisseur de la couche cimentée des échantillons carburés pendant 4 h, et qui apparaît plus sombre que le substrat suite à l’attaque à l’acide nitrique (HNO_3).

Les courbes de la figure 5 ont été obtenues à partir des observations microscopiques des échantillons cimentés (exemple de Fig. 4) et en calculant la moyenne arithmétique d’au moins trois mesures de l’épaisseur de la couche cimentée.

Ces courbes représentent l’évolution de la profondeur de cémentation en fonction du temps de cémentation pour les deux nuances d’aciers.

Cette figure illustre, d’une part, l’influence du temps de cémentation sur l’épaisseur cimentée et, d’autre part, le rôle de la composition de l’acier sur la profondeur de cémentation obtenue.

Pour une durée de cémentation de 3 h, la couche cimentée est de 300 μm . Elle augmente quasiment linéairement avec la durée de traitement qui est l’un des principaux facteurs influençant l’épaisseur de la zone de diffusion.

L’acier faiblement allié (16M5) est plus favorable à la pénétration du carbone que l’acier de classe XC (XC18).

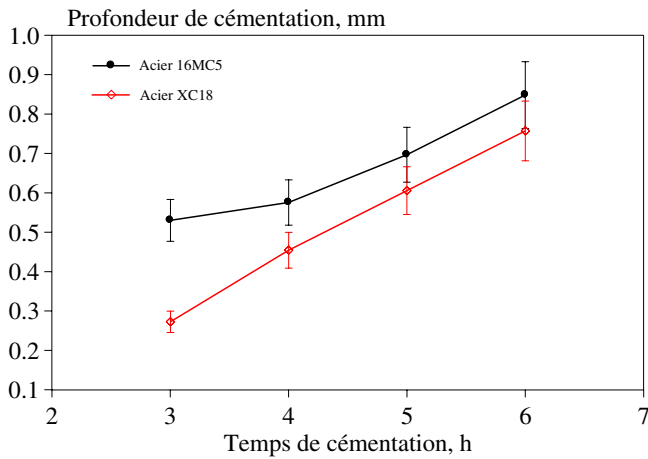


Fig. 5. Profondeur de cémentation, en fonction du temps de cémentation. Cémentation en caisse à 930 °C.

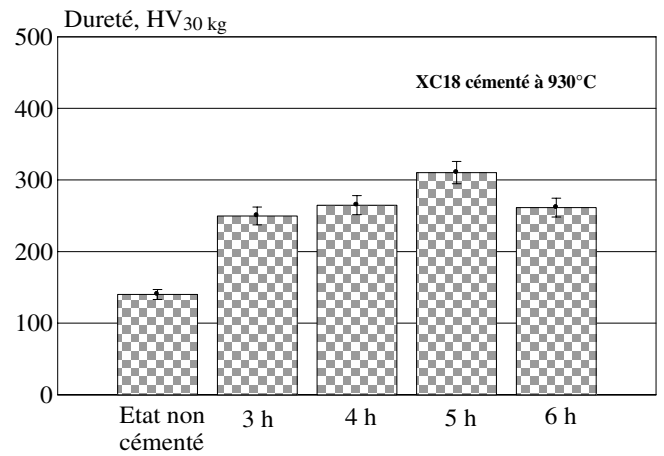


Fig. 7. Effet de la durée de cémentation sur la dureté.

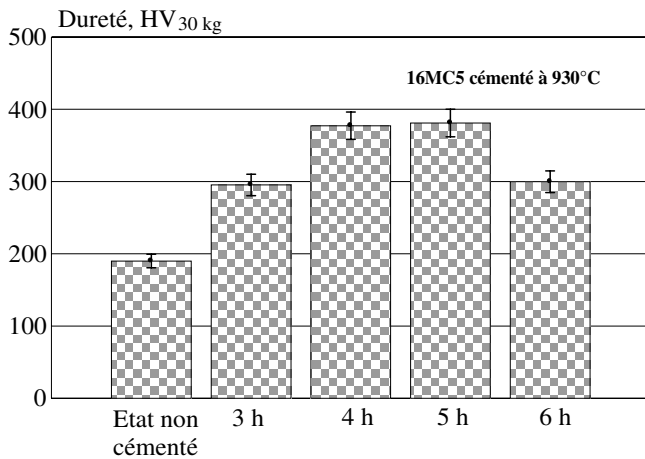


Fig. 6. Effet de la durée de cémentation sur la dureté.

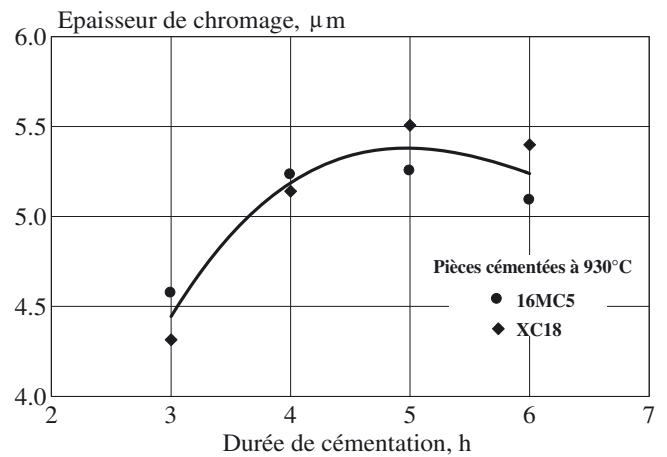


Fig. 8. Variation de l'épaisseur de chromage pour des pièces cémentées pendant 3, 4, 5 et 6 h.

3.2 Dureté des couches cémentées

La dureté des couches cémentées a été mesurée sur un duromètre de type (Zwisch/Roell indentec) qui est équipé d'un pénétrateur Vickers en diamant, après enrobage et polissage des échantillons.

La mesure de la dureté en coupe transverse n'a pas été réalisée et seule la dureté de surface des pièces cémentées est considérée dans ce travail.

La cémentation améliore considérablement la dureté des aciers étudiés. Elle est plus importante pour l'acier faiblement allié que pour l'acier de classe XC.

Cette dureté augmente avec le temps de cémentation, pour atteindre son maximum vers les 5 h de cémentation et cela pour les deux nuances (Figs. 6, 7).

Il semble que des concentrations plus élevées en carbone dans la couche superficielle dégradent les propriétés mécaniques de la pièce cémentée.

3.3 Épaisseur de chromage

La figure 8 indique l'épaisseur de chromage en fonction de la durée de cémentation pour les deux nuances d'acier.

D'une manière générale, cette épaisseur augmente progressivement avec la durée de cémentation jusqu'à atteindre un maximum aux environs de 5 h, puis elle commence à diminuer au delà de cette valeur.

Il semble que la grande affinité du chrome pour le carbone (tendance à former des carbures) fait que le chrome réagit facilement avec le carbone et diffuse dans la couche cémentée jusqu'à une certaine profondeur ; dépendante de la durée de cémentation. Il semble aussi que l'épaisseur de chromage décroît avec une surcarburation des aciers (6 h de cémentation).

3.4 Traitement thermique de recuit

Pour les traitements effectués à 400, 500, 600, 700, 800, 900 et 1000 °C, nous avons remarqué l'absence de toute couche protectrice. Par contre, le recuit pratiqué entre 1100 °C et 1150 °C est très propice à la formation de couches protectrices, constituées de carbures de chrome de type $Cr_{23}C_6$, Cr_7C_3 et Cr_3C_2 [7, 8] et résistantes à l'usure comme le montre le cliché MEB de la figure 9.

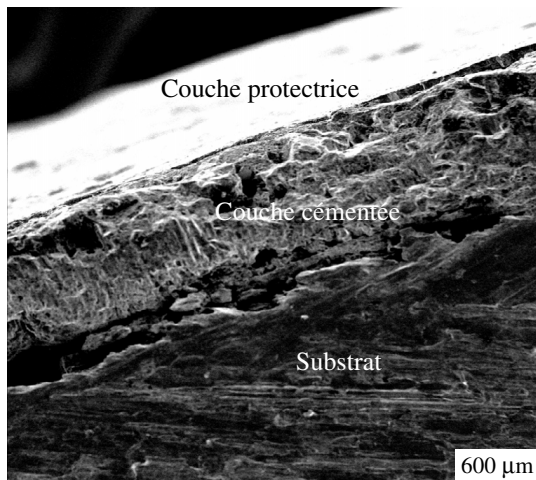


Fig. 9. Coupe transversale de l'acier 16MC5 cimenté pendant 5 h, chromé et recuit à 1150 °C.

Les échantillons revêtus ont un éclat métallique et une couleur grise.

3.5 Mesure du module de Young et de la dureté par nanoindentation

Par suite de l'écaillage subi par les revêtements déposés sur l'acier XC18 (plus précisément ces revêtements ont subi un gonflement puis un décollement total du substrat), les résultats présentés ci-dessous concernent uniquement les revêtements déposés sur l'acier 16MC5.

La figure 10 montre les effets de la durée de cimentation et de la température de recuit sur les courbes force-profondeur d'indentation établies pour une charge maximale de 12,5 mN.

Ces courbes représentent les valeurs moyennes de trois essais d'indentation des charges appliquées en mN (12,5 mN, cas de Fig. 10) et les profondeurs d'indentation en nm obtenues par suite de l'application de ces charges.

Sur cette figure nous remarquons que la pente de la courbe de décharge de l'échantillon cimenté pendant 6 h, chromé et recuit à 1150 °C (C4R11) se rapproche de celle de l'échantillon C3R11 (cimenté pendant 5 h, chromé et recuit à la même température).

La pente de l'échantillon C3R11 est plus importante que celle correspondant aux traitements C1R11, C1R12, et C3R12, indiquant que le revêtement C3R11 a un module d'élasticité plus élevé, qui est de l'ordre de 262 GPa. Celui de l'échantillon C4R11 est égal à 106 GPa pour la même valeur de l'effort appliqué 12,5 mN.

Ce retour élastique est plus important après un recuit à 1150 °C pour une durée de cimentation supérieure ou égale à 5 h, il est plus faible après un recuit à 1100 °C.

La non linéarité de la partie décharge des courbes C1R11, C1R12, C3R12 et C4R11, indique que ces revêtements sont moins résistants et qu'ils ont subi un délaminage. Cet effet peut être aussi un problème de la machine.

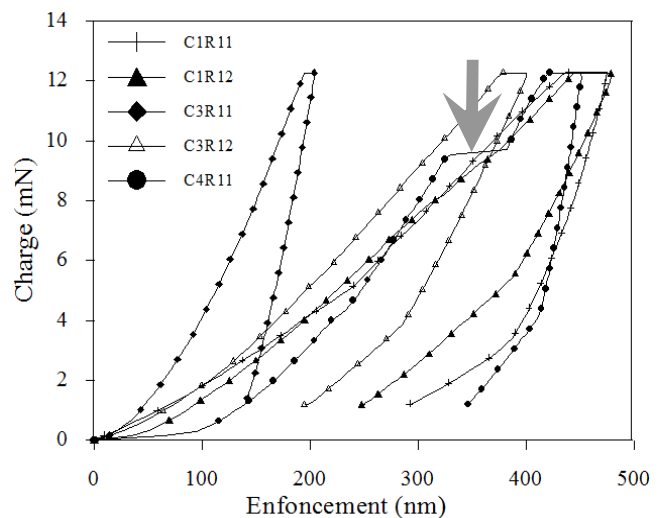


Fig. 10. Évolution des courbes de force-déplacement en fonction de la température de traitement des revêtements déposés sur le 16MC5.

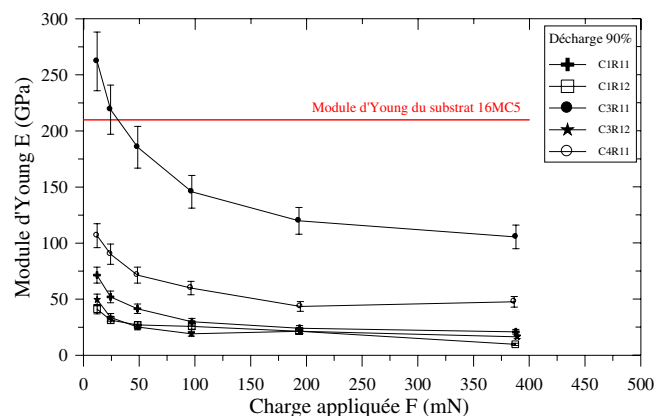


Fig. 11. Variation du module de Young des dépôts réalisés en fonction des différentes charges maximales appliquées.

Les profondeurs de pénétration relevées pour une charge constante de 12,5 mN sont les plus faibles pour le revêtement C3R11, ce qui indique que sa dureté est plus importante (18 GPa). Ces déplacements sont plus importants dans le cas des autres revêtements.

La figure 10 révèle la présence d'une marche (indiquée par une flèche) correspondant à la rupture du revêtement C4R11 lors de l'augmentation de la charge. La délamination de ce revêtement s'initie pour une force appliquée voisine de 9,50 mN.

Les valeurs du module d'élasticité et de la dureté sont obtenues à partir de la moyenne de trois essais effectués avec des forces maximales de 12,5 mN, 25, 50, 100, 200 et 400 mN.

La variation de ces propriétés en fonction des différentes charges maximales appliquées est représentée dans les figures 11 et 12 respectivement pour le module d'élasticité et la dureté.

On constate que le module de Young des différents revêtements décroît pour de fortes charges. Il présente

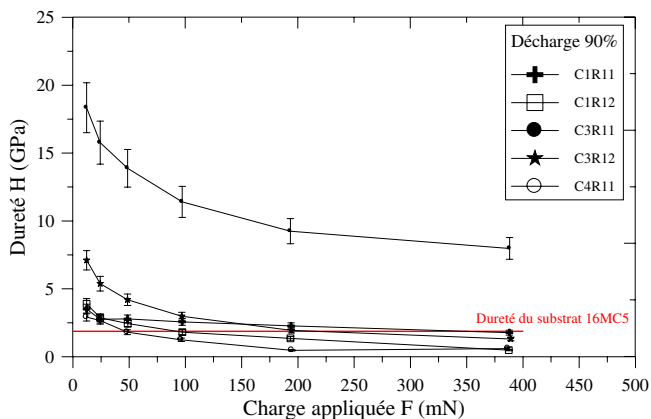


Fig. 12. Variation de la dureté des dépôts réalisés en fonction des différentes charges maximales appliquées.

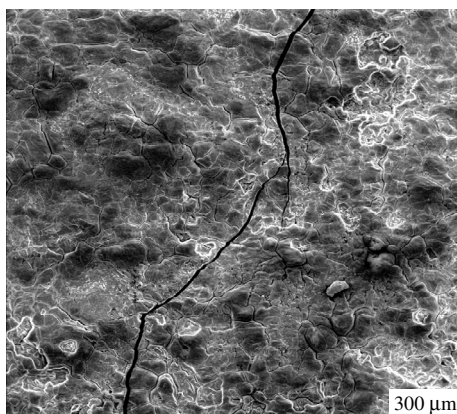


Fig. 13. Cliché MEB du revêtement C4R11 (cémentation pendant 6 h suivie d'un chromage électrolytique et d'un recuit à 1150 °C).

des valeurs plus importantes pour l'échantillon cimenté pendant 5 h que pour celui cimenté pendant 6 h et recuits à 1150 °C. Ces valeurs sont plus faibles pour les échantillons recuits à 1100 °C et ceux cimentés pendant une durée inférieure à 5 h.

Pour de faibles charges, le revêtement C3R11 présente un module d'élasticité supérieur de l'ordre de 50 GPa à celui du substrat.

La figure 12 permet de constater que la dureté des dépôts réalisés diminue avec l'augmentation des charges appliquées par l'indenteur, et qu'à ces différentes charges, la dureté mesurée pour le dépôt C3R11 est plus importante que la dureté du substrat et que celle mesurée pour les autres dépôts.

Une marche (indiquée par une flèche sur la Fig. 10) est observée sur la courbe de charge du dépôt C4R11. Elle correspond à l'apparition de fissures, comme celle illustrée par la figure 13 et qui indique que ce revêtement est fragile.

Une étude comparative des valeurs du module d'élasticité et de la dureté des dépôts réalisés, calculées à partir des courbes force-enfoncement et obtenues à une

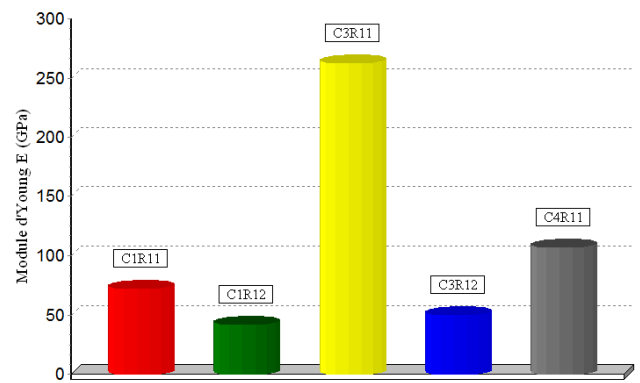


Fig. 14. Comparaison entre les modules de Young obtenus à une charge maximale.

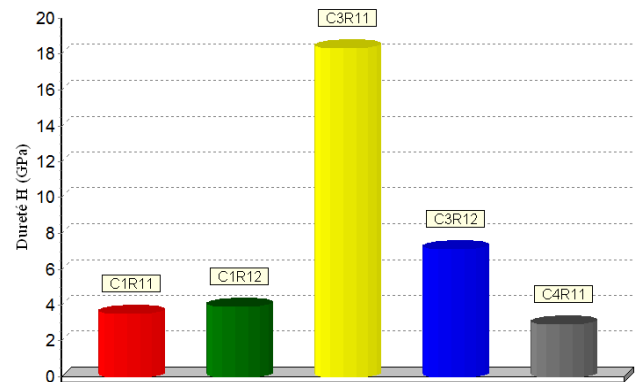


Fig. 15. Comparaison entre les duretés obtenues à une charge maximale.

charge maximale de 12,5 mN est synthétisée dans les figures 14 et 15.

Le revêtement C3R11 (cimenté pendant 5 h et recuit à 1150 °C) présente les meilleures propriétés mécaniques (E et H) avec la charge maximale appliquée.

Les valeurs du module d'élasticité des revêtements recuits à 1100 °C sont inférieures à 50 GPa. Ceux recuits à 1150 °C représentent des valeurs qui varient de 70 à 262 GPa (Fig. 14).

Une baisse importante de la dureté (Fig. 15) est observée pour les revêtements cimentés pendant 3 et 6 h.

Les valeurs de la dureté et du module d'élasticité des substrats, comparées à celles des couches cimentées obtenues après 5 h de cémentation et à celles du revêtement C3R11 (retenu pour ses meilleures caractéristiques), sont données au tableau 3.

On peut conclure que les revêtements obtenus dans ce travail par la combinaison de deux procédés différents, conduit à une amélioration significative des propriétés mécaniques (Tab. 3).

Les valeurs de la dureté et du module d'élasticité obtenues dans cette étude et rapportées dans le tableau 4, sont comparées à celles des revêtements à base de chrome sursaturés en carbone et celles du chrome électrolytique dur [7]. Ces résultats sont compatibles avec ceux de la

Tableau 3. Comparaison des propriétés mécaniques des substrats, des couches cémentées pendant 5 heures, et du revêtement C3R11.

Substrat		Dureté HV 30	Dureté (GPa) ⁽¹⁾	Module de Young (GPa)
XC18	Substrat	140	1,38	210
	Couche cémentée : 5 h de cémentation	310	3,04	Nd
	Couche protectrice (revêtement C3R11)	Nd (décollement total du revêtement)	Nd	Nd
16MC5	Substrat	190	1,87	210
	Couche cémentée : 5 h de cémentation	381	3,74	Nd
	Couche protectrice (revêtement C3R11)	1835	18 (nanoindentation)	262 (nanoindentation)

Nd : non déterminée ; (1) <http://www.gordonengland.co.uk/hardness/hvconv.htm> (site utilisé pour la conversion de la dureté en GPa).

Tableau 4. Propriétés mécaniques des revêtements à base de chrome sursaturés en carbone, comparées à celles du chrome électrolytique dur (la dernière ligne représente les valeurs obtenues au cours de cette étude).

	Dureté (GPa)	Module de Young (GPa)	Méthode d'élaboration	Références
	Cr 6–12 GPa	—	Électrodéposition	[8]
Cr	6 GPa	—	Pulvérisation cathodique magnétron	[9]
Cr	4–6 GPa	—	Pulvérisation cathodique	[10]
Cr(C)	25,5 GPa			
Cr(C)	13–22 GPa (nanoindentation)	305 GPa	MOCVD (pression réduite)	[11]
Cr(C)	18 GPa (nanoindentation)	262 GPa	Traitement de conversion de surface par diffusion précipitation	Cette étude

littérature où des duretés de 18 GPa avec des modules de Young de 262 GPa sont obtenues.

4 Conclusion

Les différents résultats obtenus montrent l'intérêt de la nanoindentation pour la caractérisation des propriétés mécaniques des matériaux revêtus dans le cadre de ce travail.

Ces résultats semblent indiquer qu'une augmentation de la température de recuit conduit à des propriétés mécaniques supérieures. Elle a une influence notable sur la dureté et le module de Young des revêtements. Ainsi, le recuit à 1150 °C provoque un durcissement des dépôts et une augmentation du module de Young des dépôts de l'ordre de 50 GPa.

Le revêtement C3R11 se démarque des autres par des valeurs plus élevées du module de Young et de sa dureté. Ces propriétés (E et H) dépendent de la charge appliquée.

La dureté du dépôt C3R11 est nettement supérieure à celle du substrat et cela pour les différentes charges appliquées (12,5, 25, 50, 100, 200 et 400 mN).

Il semble que la dureté diminue avec une sursaturation en carbone (cas du revêtement C4R11).

Musil et al. [12, 13] ont classé les revêtements selon leur dureté en différentes catégories : ils sont durs si $H < 40$ GPa, superdurs si $40 \text{ GPa} < H < 80$ GPa et ultradurs si $H > 80$ GPa. Conformément à ce classement,

nous pouvons dire que les revêtements obtenus dans cette étude, sont durs ($H < 40$ GPa).

Les revêtements obtenus dans cette étude et en particulier le C3R11 présente une dureté intéressante de l'ordre de 18 GPa. Cette dureté est due à la présence de carbone dans le réseau du métal [7]. Ceci nous permet de dire que les revêtements obtenus sont des revêtements de carbure de chrome, connus par leurs propriétés intéressantes à résister à l'usure. Les phases cristallisées stables dans ce type de revêtement sont Cr_{23}C_6 , Cr_7C_3 et Cr_3C_2 .

Ces revêtements réalisés sous une pression atmosphérique, sont assujettis à une contamination d'oxygène et à la présence d'oxyde du type Cr_2O_3 dans leur structure [7–14].

Les dépôts réalisés sur le substrat XC18 ont subi un décollement total, ceux réalisés sur le 16MC5 présentent un décollement spontané de leur revêtement.

La dégradation avérée au niveau de l'adhérence des revêtements déposés est due probablement à la mauvaise préparation de la surface de ces substrats.

La mauvaise adhérence des revêtements déposés résulte aussi des contraintes internes excessives, dues au traitement de cémentation (réalisé à 930 °C) et aux recuits réalisés jusqu'à 1150 °C.

Il semble aussi qu'une durée de cémentation importante peut induire une détérioration de l'adhérence ou un décollement de la couche (cas des revêtements cémentés pendant 6 h) en raison des contraintes internes du matériau qui deviennent alors élevées.

Références

- [1] Manuel des fontes moulées, Ed. techniques des industries de la fonderie, Sèvres, 1983
- [2] J.J. Caubet, J. Polti, Frottement, in *Encyclopædia Universalis*, 1998
- [3] P. D'Ans, Contribution à la mise au point d'une démarche rationnelle de sélection des traitements de surface, illustrée dans le cas des dispositifs de fonderie de l'aluminium, thèse de doctorat, Université Libre de Bruxelles, Bruxelles, 2009
- [4] M. Fivel, D. Rodney, M. Verdier, Simulations multi échelles de la plasticité cristalline : Modélisation de l'essai d'indentation, Groupe GPM2, Laboratoire SIMaP, Grenoble, Annexe-bilan, 2007-2009
- [5] J.M. Collin, G. Mauvoisin et P. Pilvin, Identification des paramètres de lois de comportement des métaux par un test d'indentation instrumentée, colloque indentation, L.A.R.M.A.U.R, Université de Rennes 1, Rennes, 2008
- [6] W.C. Oliver, G.M. Pharr, An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments, *J. Mater. Res.* 7 (1992) 1564–1583
- [7] A. Douard, Dépôt de carbures, nitrures et multicouches nanostructurées à base de chrome sous pression atmosphérique par DLI-MOCVD nouveaux procédés et potentialités de ces revêtements métallurgiques, thèse de doctorat, Institut National Polytechnique de Toulouse, Toulouse, 2006
- [8] G.A. Lausmann, Electrodeposited hard chromium, *Surf. Coat. Technol.* 86-87 (1996) 814–820
- [9] F. Cosset, G. Contoux, A. Celerier, J. Machet, Deposition of corrosion-resistant chromium and nitrogen-doped chromium coatings by cathodic magnetron sputtering, *Surf. Coat. Technol.* 79 (1996) 25–34
- [10] A. Aubert, J. Danroc, A. Gaucher, J.P. Terrat, Hard chrome and molybdenum coatings produced by physical vapour deposition, *Thin Solid Films* 126 (1985) 61–67
- [11] F. Maury, L. Gueroudji, C. Vahlas, S. Abisset, L. Pelletier, Carbon free Cr metal thin films deposition at low temperature by MOCVD, *Chemical Vapor Deposition*, in : M.D. Allendorf, C. Bernard (éd.), Vol. 97
- [12] J. Musil, J. Vlcek, Magnetron sputtering of films with controlled texture and grain size, *Mater. Chem. Phys.* 54 (1998) 116–122
- [13] J. Musil, Hard and superhard nanocomposite coatings, *Surf. Coat. Technol.* 125 (2000) 322–330
- [14] A.S. Adamou, Comportement tribologique et réactivité de l'alliage 718 en atmosphère contrôlée et à haute température, thèse de doctorat, Institut National Polytechnique de Toulouse, Toulouse, 2005