

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

S. AISSAT^a, A. IOST^b, G. GUILLEMOT^b, Y. BENARIOUA^c, M. MECHMECHE^d

^a Laboratoire de Recherche des Technologies Industrielles / Département de Génie Mécanique
Université Ibn Khaldoun - Tiaret / B.P. 78 - 14000 Tiaret / Algérie
Tel. : 046/42/41/47 - Fax. : 046/42/47/10 - E-mail : sh_aissat@yahoo.fr

^b Arts et Métiers ParisTech, CNRS LML, 8 Boulevard Louis XI, 59046 LILLE France

^c Département de Génie Mécanique / Université de M'sila / B.P.166 - 28000 M'sila / Algérie

^d Département de Mécanique / Université de Mostaganem / B.P. 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, 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 (dépôt électrolytique) à la surface un film de chrome métallique de quelques μm .

La troisième étape est un maintien à haute température qui va permettre la conversion de la surface chromée en carbure par diffusion du carbone de la zone cémentée du substrat vers la surface et la précipitation du carbure de chrome.

La caractérisation des propriétés mécaniques (dureté et module d'Young) par nanoindentation des échantillons obtenus est réalisée dans ce travail.

Mots clés- Durcissement superficiel, traitement de diffusion, précipitation, revêtement, carbure de chrome, nanoindentation.

I. SUBSTRATS ET PROTOCOLE DE DEPOTS

A. 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 HV 30 avant traitement de carburation est donnée dans le tableau 1.

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

Nuance NF A 35-551	C	Si	Mn	P	S	Al	Cr	Mo	Ni	Cu	Dureté HV 30
XC18	0.16	0.19	0.66	0.001	0.001	0.001	0.07	0.02	0.09	0.12	140
16MC5	0.14	0.25	1.08	0.0239	0.0459	0.032	0.86	0.04	0.12	0.18	190

B. Protocoles Expérimentaux

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 bain solide à base de charbon de bois. Le tout est mis dans une caisse en acier refractaire.

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

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.

3) Chauffage à Haute Température

Le chauffage à haute température permet la conversion de la surface chromée en carbures par diffusion du carbone de la zone cémentée du substrat vers la surface et précipitation des carbures de chrome. Ce chauffage est réalisé à différentes températures (400, 500, 600, 700, 800, 900, 1000, 1100, et 1150 °C) sur l'ensemble des échantillons cémentés et chromés dans un four à chambre. Le maintien isotherme à la température de traitement est estimé à une heure.

Le refroidissement est réalisé au four jusqu'à la température ambiante. Le tableau 2 donne les symboles adoptés pour la désignation des chantillons par pas.

Tableau 2. Désignation des chantillons par pas

Temps de cémentation	Temps de chromage	Température de recuit
C1 : 3 heures	1 heure	R4 : 400 C / R5 : 500 C R6 : 600 C / R7 : 700 C R8 : 800 C / R9 : 900 C R10 : 1000 C / R12 : 1100 C R11 : recuit 1150 C
C2 : 4 heures	Idem	Idem
C3 : 5 heures	Idem	Idem
C4 : 6 heures	Idem	Idem

4) Essais de Nanoindentation

Les essais de nanoindentation, permettent la mesure des propriétés mécaniques des chantillons cémentés, chromés et chauffés hautes températures ont été réalisés à l'aide d'un nanoindenteur MTS XP muni d'un diamant de type Berkovich.

La base de données expérimentales est composée de trois essais d'indentation constitués de six cycles de charge et de charge successifs avec des efforts variants de 12.5 mN à 400 mN.

Pour le calcul du module de Young et de la dureté, les courbes d'indentation sont analysées automatiquement par le logiciel de l'appareil, selon la méthode d'Oliver et Pharr. Les courbes mesurées sont analysées avec le modèle d'Oliver et Pharr [5].

II. RESULTATS ET DISCUSSIONS

A. Profondeur de Cémentation

Les courbes de la figure 1 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 cémentée 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 heures, la couche cémentée est plus mince. Elle augmente avec la durée de traitement qui est l'un des principaux facteurs influençant l'épaisseur de la zone de diffusion.

L'acier faiblement allié (16MC5) est plus favorable à la pénétration du carbone que l'acier de classe XC (XC18).

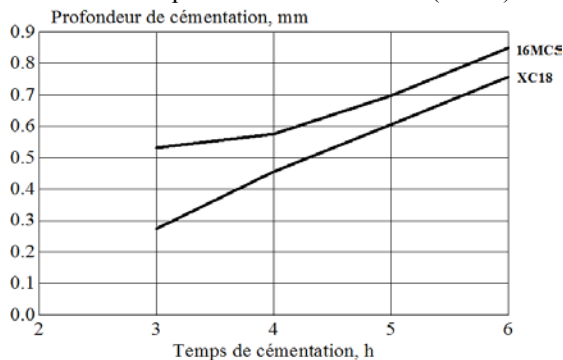


Figure 1. Profondeur de cémentation, en fonction du temps de cémentation. Cémentation en caisse 930 C.

B. Épaisseur de Chromage

La figure 2 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 heures, puis elle commence à diminuer au-delà de cette valeur.

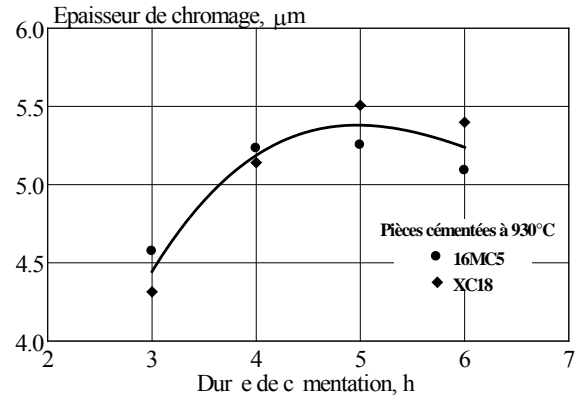


Figure 2. Variation de l'épaisseur de chromage pour des pièces cémentées pendant 3, 4, 5 et 6 heures.

C. Chauffage à Haute Température

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 résistantes à l'usure comme le montre le cliché MEB de la figure 3. Les chantillons revêtus ont un éclat mat et une couleur grise.

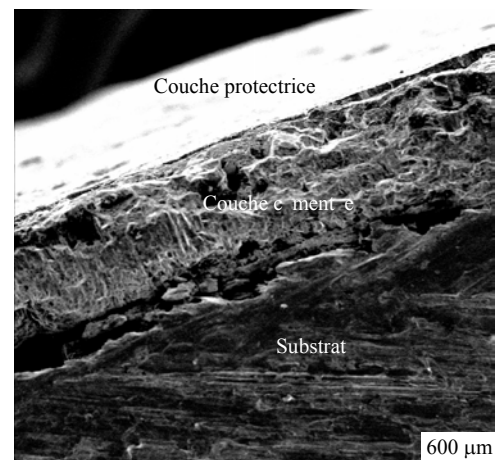


Figure 3. Coupe transversale de l'acier 16MC5 cémenté pendant 5 heures, chromé et recuit 1150 C.

D. Mesure du Module d'Young et de la Dureté par Nanoindentation

Les valeurs du module d'élasticité (figure 4) et de la dureté (figure 5) 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.

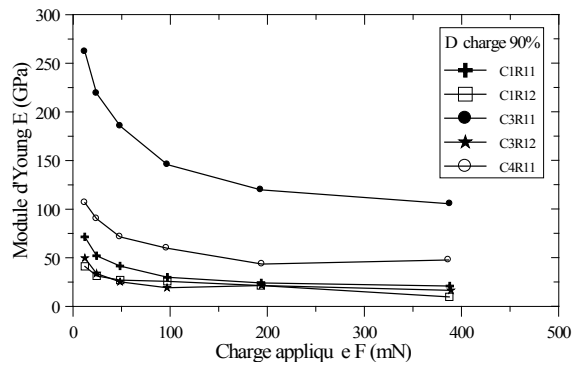


Figure 4. Variation du module d Young des d p ts r alis s en fonction des diff rentes charges maximales appliqu es.

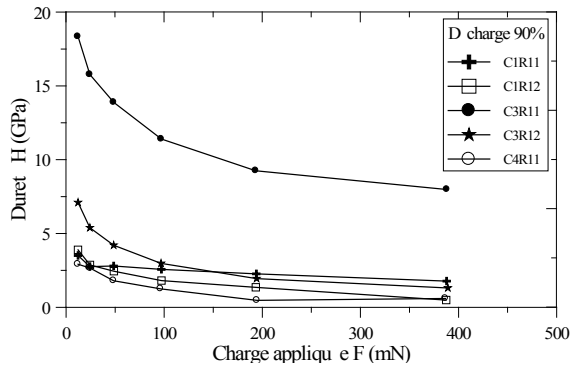


Figure 5. Variation de la duret des d p ts r alis s en fonction des diff rentes charges maximales appliqu es.

On constate que le module d Young des diff rents rev tements d cro t pour de fortes charges. Il pr sente des valeurs plus importantes pour l chantillon c ment pendant 5 heures et recuit 1150 C.

La figure 5 permet de constater que la duret des d p ts r alis s diminue avec l augmentation des charges appliqu es par l indenteur, et qu ces diff rentes charges, la duret mesur e pour le d p t C3R11 est plus importante que celle mesur e pour les autres d p ts.

La chute de duret devient plus accentu e pour les d p ts C1R11, C1R12, C3R12 et C4R11 suite une mauvaise adh sion de ces rev tements sur le substrat.

Les valeurs de la duret et du module d lasticit obtenues dans cette tude et rapport es dans le tableau 3, sont compar es celles des rev tements base de chrome sursatur s en carbone et celles du chrome lectrolytique dur [6]. Ces r sultats sont en bon accord avec les mesures issues de la litt rature.

Tableau 3. Propri t s m caniques des rev tements base de chrome sursatur s en carbone, compar es celles du chrome lectrolytique dur (la derni re ligne repr sente les valeurs obtenues au cours de cette tude)

	H (GPa)	E (GPa)	M thode d' laboration	R f rrences
Cr	6-12 GPa	—	Electrodeposition	[7]
Cr	4-6 GPa	—	Pulv risation cathodique	[8]
Cr(C)	25,5 GPa	—		
Cr(C)	13-22 GPa (nanoindentation)	305	MOC D (pression r duite)	[9]
Cr(C)	18 GPa (nanoindentation)	262	Traitement de conversion de surface par diffusion pr cipitation	Cette tude

III. CONCLUSION

Les diff rents r sultats obtenus montrent l int r t de la nanoindentation pour la caract risation des propri t s m caniques des mat riaux rev tus dans le cadre de ce travail.

Ces r sultats semblent indiquer qu une augmentation de la temp rature de recuit conduit des propri t s m caniques sup rieures. Elle a une influence notable sur la duret et le module d Young des rev tements.

Le rev tement C3R11 se d marque des autres par des valeurs plus lev es du module d Young et de sa duret . Ces propri t s (E et H) d pendent de la charge appliqu e.

Les rev tements obtenus dans cette tude pr sentent une duret int ressante de l ordre de 18 GPa. Cette duret est due la pr sence de carbone dans le r seau du m tal [6]. Ce qui nous permet de dire que les rev tements obtenus sont des rev tements de carbure de chrome, connus par leurs propri t s int ressantes r sister l usure. Les phases cristallis es stables dans ce type de rev tement sont $Cr_{23}C_6$, Cr_7C_3 et Cr_3C_2 .

Les d p ts r alis s sur le substrat XC18 ont subi un d collement total, ceux r alis s sur le 16MC5 pr sentent un d collement spontan de leur rev tement.

La mauvaise adh rence des rev tements d pos s r suite aussi des contraintes internes excessives, dues au traitement de c mentation (r alis 930 C) et aux recuits r alis s jusqu 1150 C.

I . R FERENCES

- [1] Manuel des fontes moules, traduit et adapt de IRON CASTINGS HANDBOOK par le centre d'information des fontes moules, 1983.
- [2] J. J. Caubet et J. Polti, Frottement, in Encyclop dia Universalis (1998).
- [3] P. D Ans, Contribution la mise au point d une d marche rationnelle de s lection des traitements de surface, illustr e dans le cas des dispositifs de fonderie de l aluminium, th se de doctorat, Universit Libre de Bruxelles, Bruxelles, 2009.
- [4] M. Fivel, D. Rodney, M. erdier, Simulations multi chelles de la plasticit cristalline : Mod lisation de l essai d indentation, Groupe GPM2, Laboratoire SIMaP, Grenoble, Annexe-bilan-2007-2009.
- [5] W.C. Oliver and G.M. Pharr, An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments, Journal of Materials Research 7(6) (1992) 1564-1583.
- [6] A. Douard, D p t de carbures, nitrures et multicouches nanostructur es base de chrome sous pression atmosph rique par DLI-MOC D nouveaux proc ds et potentialit s de ces rev tements m tallurgiques, th se de doctorat, Institut National Polytechnique de Toulouse, Toulouse, 2006.
- [7] G.A. Lausmann, Electrodeposited hard chromium, Surface and Coatings Technology 86-87 (1996) 814-820.
- [8] A. Aubert, J. Danroc, A. Gaucher, and J.P. Terrat, Hard chrome and molybdenum coatings produced by physical vapour deposition, Thin Solid Films 126 (1985) 61-67.
- [9] F. Maury, L. Gueroudji, C. ahlas, S. Abisset, and L. Pelletier, Carbon free Cr metal thin films deposition at low temperature by MOC D, in Chemicalapor Deposition, ed. by M.D. Allendorf and C. Bernard, ol.97(25).

