



HAL
open science

Amélioration de la durée de service d'outils d'usinage du bois par traitements de surface et préparation de l'arête de coupe

Chafik Labidi

► **To cite this version:**

Chafik Labidi. Amélioration de la durée de service d'outils d'usinage du bois par traitements de surface et préparation de l'arête de coupe. Sciences de l'ingénieur [physics]. Arts et Métiers ParisTech, 2006. Français. NNT : 2006ENAM0058 . pastel-00002491

HAL Id: pastel-00002491

<https://pastel.hal.science/pastel-00002491>

Submitted on 5 Jun 2007

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.



Ecole doctorale n° 432 : Sciences des Métiers de l'Ingénieur

THÈSE

pour obtenir le grade de

Docteur

de

l'École Nationale Supérieure d'Arts et Métiers

Spécialité "Mécanique et matériaux"

*présentée et soutenue publiquement
par*

Chafik LABIDI

le 1^{er} décembre 2006

**AMÉLIORATION DE LA DURÉE DE SERVICE D'OUTILS
D'USINAGE DU BOIS PAR TRAITEMENTS DE SURFACE
ET PRÉPARATION DE L'ARÊTE DE COUPE**

Directeur de thèse : Mohamed-Abdou DJOUADI

*Codirecteur(s) de thèse : Corinne NOUVEAU
Robert COLLET*

Jury :

M. Mohammed BELMAHI, Professeur, LPMI, Université de Nancy..... Président
Mme. Sylvie BOURGEOIS, DR-CNRS, LRRS, Université de Dijon Rapporteur
M. Piotr BEER, DR-HAB-INZ, Université de Poznan, Pologne..... Rapporteur
M. Mohamed-Abdou DJOUADI, Professeur, IMN, Nantes Examineur
Mlle. Corinne NOUVEAU, Maître de Conférences, LaBoMaP, ENSAM, Cluny . Examineur
M. Robert COLLET, Maître de Conférences, LaBoMaP, ENSAM, Cluny..... Examineur
M. Stéphane NICOSIA, Ingénieur CTBA, Paris..... Invité
M. Michel RÈMY, DR-CNRS, Président de la SFV, Paris..... Invité

Laboratoire Bourguignon des Matériaux et Procédés
ENSAM, CER de Cluny

Remerciements

Tout d'abord, je remercie Madame Sylvie BOURGEOIS et Monsieur Piotr BEER d'avoir accepté de rapporter ce travail de thèse, ainsi que Messieurs Stéphane NICOSIA, Michel RÉMY et Mohammed BELMAHI de m'avoir fait l'honneur d'être membres du jury.

Je remercie également le CTBA (Centre Technique du Bois et de l'Ameublement) ainsi que la région Bourgogne, pour avoir cofinancé mes travaux de recherche.

Merci à Monsieur Mohamed Abdou DJOUADI, mon directeur de thèse, pour ses encouragements tout au long de ces années, son soutien, sa patience mais surtout pour ses idées très enrichissantes.

Quand à Mademoiselle Corinne NOUVEAU, ma codirectrice de thèse, je la remercie pour son soutien mais aussi pour les nombreuses corrections qu'elle a pu faire durant ces années.

Une attention également pour Monsieur Robert COLLET, mon codirecteur de thèse, pour ses remarques très pertinentes, son franc parlé et ses corrections.

Je remercie pour autant Messieurs, Romain BRENDLEN, Romaric MASSET, Denis BONSEMBIANTE et Denis LAGADRIELLERE, techniciens du CER de l'ENSAM de Cluny pour leur présence et leur aide. L'ensemble du personnel de l'ENSAM de Cluny avec qui j'ai passé d'agréables moments tant sur le plan humain que sur le plan du travail.

Je me dois de remercier aussi toutes les personnes extérieures à mon laboratoire qui ont permis de réaliser ce travail. Je nommerai : Messieurs Jean-Louis LECLERC et Pierre CREMILLIEU du LEOM de l'Ecole Centrale de Lyon, Olivier CALONNE de Framatome du Creusot, Jean-Yves MEVELLEC de l'IMN de Nantes et Joseph GAVOILLE de l'ENS2M de Besançon et bien d'autres.

Enfin, un grand merci à mes frères d'Algérie qui ont partagé avec moi les durs moments de l'éloignement : Dr. Abdelouahad CHALA, Pr. Abdelatif ZERIZER, Dr. Abdel Hakim DAOUIS, Dr. Hamid AKNOUCHE et les futurs docteurs 'incha Allah' Nasreddine TAMACHA et Yacine BENLATRECHE.

Merci à tous !



Dédicace

À mes parents...
(*Baraka allahou fikoum*)

INTRODUCTION GENERALE	1
CHAPITRE I. ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE	
I.1. ENDOMMAGEMENT DES OUTILS DE COUPE DU BOIS	
I.1.1. Introduction	5
I.1.2. Endommagements des outils utilisés en première transformation du bois (bois vert)	6
I.1.2.1. Géométrie des outils	7
I.1.2.2. Outils aciers	8
I.1.2.3. Phénomène de corrosion des outils	9
I.1.3. Problématique des outils utilisés en seconde transformation du bois (dérivés de bois)	9
I.1.4. Conclusion	11
I.2. LES MODIFICATIONS SUPERFICIELLES	
Introduction	12
I.2.1. Les revêtements durs en couches minces	12
I.2.1.1. Méthodes de dépôts	13
I.2.1.2. Les revêtements durs à deux composés « binaires »	13
I.2.1.3. Les revêtements durs à plusieurs composés	15
I.2.1.4. Les revêtements durs multicouches	16
I.2.1.5. Les revêtements durs en super-réseaux	17
I.2.2. Les traitements structurels (traitements thermo-chimiques)	17
I.2.2.1. La nitruration	18
I.2.2.2. La nitruration par implantation ionique	18
I.2.3. Conclusion	19
I.3. APPLICATION DE TRAITEMENTS DE SURFACES A L'USINAGE DU BOIS	
I.3.1. Introduction	20
I.3.2. Travaux réalisés dans le domaine de la coupe du bois	20
I.3.3. Conclusion	22
I.4. MODIFICATIONS DES SURFACES 'CHOIX DES MATERIAUX'	
I.4.1. Introduction	24
I.4.2. Films minces « classiques »	24
I.4.3. Films minces « novateurs »	24
I.4.3.1. CrAlN	24

I.4.3.2. ZrBN	25
I.4.4. Conclusion	28

CHAPITRE II. METHODES EXPERIMENTALES

II.1. ELABORATION ET CARACTERISATION DES FILMS

II.1.1. Procédures d'élaboration des films minces	30
II.1.1.1. Bâti de pulvérisation magnétron R.F.	30
II.1.1.1.1. Configuration initiale du bâti	31
II.1.1.1.2. Configuration après modifications en « dual magnétron »	32
II.1.1.1.3. Conséquences liées aux modifications	32
II.1.1.2. Bâti de pulvérisation triode	34
II.1.1.3. Substrats et protocole de dépôts	34
II.1.1.3.1. Substrats	35
II.1.1.3.2. Nettoyage des substrats	36
II.1.2. Techniques de caractérisations physico-chimiques	37
II.1.2.1. Microscopie électronique à balayage (MEB)	37
II.1.2.2. Spectrométrie à dispersion d'énergie (EDS)	38
II.1.2.3. Diffraction de rayons X (DRX)	40
II.1.2.4. La spectroscopie de photoélectrons X (XPS)	42
II.1.2.5. La spectrométrie de masse d'ions secondaires (SIMS)	43
II.1.2.6. Spectroscopie Infrarouge à Transformée de Fourier (FTIR)	45
II.1.2.7. Gravimétrie	45
II.1.3. Techniques de caractérisations mécaniques	46
II.1.3.1. Contraintes résiduelles des films	46
II.1.3.1.1. Genèse des contraintes résiduelles	46
II.1.3.1.2. Mesure des contraintes résiduelles	47
II.1.3.1.3. Mesure par profilométrie	47
II.1.3.1.4. Mesure par interférométrie	48
II.1.3.2. Adhérence	49
II.1.3.3. Dureté	51
II.1.3.4. Usure	54
II.1.3.5. Analyses superficielles des placages	55

II.2. TESTS D'USINAGE DU BOIS AVEC OUTILS MODIFIES

Introduction	58
Usinage du bois vert (première transformation)	58
II.2.1. Le déroulage	58
II.2.1.1. Nature de la coupe par déroulage	59
II.2.1.2. Géométrie de la coupe par déroulage	61
○ Sans barre de pression	61
○ Avec barre de pression	62
II.2.1.3. Optimisation des paramètres de coupe	63
II.2.2. Usinage avec une microdérouleuse instrumentée	64

II.2.2.1. Géométrie des outils de coupe et matériaux usinés	65
II.2.2.2. Conditions de coupe	66
II.2.2.3. Évaluation de l'usure des outils	66
II.2.3. Déroulage industriel en laboratoire	67
II.2.3.1. Géométrie des outils de coupe et matériau usiné	68
II.2.3.2. Conditions de coupe	69
II.2.3.3. Évaluation de l'usure des outils	69
II.2.4. Déroulage industriel	71
II.2.4.1. Géométrie des outils de coupe et matériau usiné	71
II.2.4.2. Conditions de coupe	71
II.2.4.3. Évaluation de l'usure des outils	72
II.2.5. Tests d'équarrissage (production de plaquettes en bois)	72
II.2.5.1. Géométrie des outils de coupe et matériau usiné	73
II.2.5.2. Conditions de coupe	73
II.2.5.3. Évaluation de l'usure des outils	74
Usinage de bois sec (seconde transformation)	74
II.2.6. Tests de fraisage (défonçage)	74
II.2.6.1. Géométrie de l'outil et matériau usiné	75
II.2.6.2. Conditions de coupe	76
II.2.6.3. Évaluation de l'usure des outils	76

CHAPITRE III. APPLICATION DE REVETEMENTS CLASSIQUES (TiN, CrN, DLC,..) A L'USINAGE DU BOIS

III.1. Introduction	78
III.2. Dépôts de TiN par pulvérisation magnétron R.F	82
III.2.1. Morphologie et stœchiométrie des films	82
III.2.2. Structure cristalline	84
III.2.3. Usure et contraintes internes	86
III.2.4. Tests de microdéroulage	87
III.2.4.1. Microdéroulage d'outils revêtus de TiN	87
III.2.4.2. Comparaison TiN-Cr _x N _y optimaux	88
III.2.5. Conclusions	89
III.3. Résultats obtenus dans le cadre du projet CRAFT	89
III.3.1. Introduction	89
III.3.2. Matériaux des outils	90
III.3.3. Les modifications superficielles	91
III.3.3.1. Nitruration ionique basse température	91
III.3.3.2. Films durs	93
III.3.3.3. Traitements duplex	93
III.3.4. Tests d'usinage du bois	93
III.3.4.1. Microdéroulage de MDF	94
III.3.4.1.1. Outils nitrurés	94
III.3.4.1.2. Outils revêtus CrN et Cr ₂ N	95
III.3.4.1.3. Outils revêtus de DLC et CrN monocouches	97
III.3.4.1.4. Outils traités duplex	98
III.3.4.1.5. Conclusion	100
III.3.4.2. Microdéroulage de hêtre	100

III.3.5. Modifications industrielles des surfaces	102
III.3.5.1. Microdéroutage de MDF	105
III.3.5.2. Microdéroutage de hêtre	105
III.3.6. Tests avec outils traités sur leurs deux faces (avant réaffûtage)	106
III.3.6.1. Déroutage industriel de hêtre en laboratoire	106
III.3.6.2 Déroutage industriel	110
III.3.6.3. Fraisage de douglas	110
III.3.7. Tests avec outils réaffûtés	113
III.3.7.1. Déroutage industriel de hêtre en laboratoire	113
III.3.7.2. Déroutage industriel	116
III.3.7.3. Fraisage de douglas	120
III.3.8. Conclusion	122

CHAPITRE IV. APPLICATION DE REVETEMENTS TERNAIRES (CrAlN, ZrBN) A L'USINAGE DU BOIS

IV.1. DEPOTS DE FILMS DE CrAlN PAR PULVERISATION MAGNETRON

Introduction	124
IV.1.1. Dépôt de CrAlN par pulvérisation magnétron	126
IV.1.1.1. Étude exploratoire	126
IV.1.1.1.1. Analyses chimiques par EDS	126
IV.1.1.1.2. Morphologie des couches	127
IV.1.1.1.3. Analyses structurales 'DRX'	128
IV.1.1.1.4. Conclusion	129
IV.1.2. Propriétés des films CrAlN en fonction des paramètres de dépôts	129
IV.1.2.1. Variation du temps de pré-pulvérisation de la cible	130
IV.1.2.2. Variation des proportions d'azote dans le plasma	131
IV.1.2.3. Variation de la pression de travail	133
IV.1.2.4. Variation de la tension d'auto-polarisation de la cible	134
IV.1.2.5. Variation du temps de dépôt	135
IV.1.2.6. Proportions d'azote/tension de cible	136
IV.1.2.7. Conclusion	137
IV.1.3. Nature des composés formés	138
IV.1.4. Caractérisations mécaniques	141
IV.1.4.1. Contraintes et épaisseur	141
IV.1.4.2. Nanodureté	143
IV.1.4.3. Adhérence	145
IV.1.4.4. Usure (mesure du coefficient de frottement)	147
IV.1.5. Tests d'usinage (fraisage de MDF)	150
IV.1.6. Conclusion	152

IV.2. DEPOTS DE FILMS DE ZrBN PAR PULVERISATION TRIODE

IV.2.1 Introduction	153
---------------------	-----

IV.2.2. Élaboration des films de ZrBN	154
IV.2.3. Structure des films	154
IV.2.4. Vitesse de dépôt et contraintes internes	156
IV.2.3 Conclusion	157

IV.3. MICRODEROULAGE DE HETRE AVEC OUTILS PRE-RODES PAR SABLAGE

Introduction	159
IV.3.1. Première campagne	159
IV.3.1.1. Le sablage	159
IV.3.1.2. Quantification de l'arrondi d'arête après sablage	160
IV.3.1.3. Mesure des efforts de coupe	161
IV.3.1.4. Microdéroutage de hêtre	161
IV.3.1.4.1. Efforts de coupe	161
IV.3.1.4.2. Tests de chocs	164
IV.3.1.4.3. Essais d'usure	165
IV.3.1.5. Conclusion de la première campagne	166
IV.3.2. Deuxième campagne	167
IV.3.2.1. Sablage automatisé	168
IV.3.2.2. Dépôt de CrAlN	168
IV.3.2.3. Microdéroutage de hêtre	168
IV.3.2.3.1. Mesure des efforts de coupe	168
IV.3.2.3.2. Mesure de l'usure	171
IV.3.2.4. Conclusion de la deuxième campagne	172

CONCLUSIONS GENERALES ET PERSPECTIVES	173
--	-----

RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES	178
------------------------------------	-----

ANNEXE	184
---------------	-----

INTRODUCTION GÉNÉRALE

INTRODUCTION GÉNÉRALE

Améliorer la durée de vie des outils de coupe destinés à l'usinage des matériaux, qu'ils soient métalliques ou polymères, reste un enjeu économique important pour l'industrie, d'où les nombreux travaux de recherche dans ce secteur. L'utilisation d'outils présentant d'excellentes propriétés mécaniques de surface, grâce notamment à l'application de revêtements durs en films minces, a montré son efficacité contre l'usure abrasive et corrosive des outils. D'autres modifications « structurelles » ont également été introduites avec succès dans le marché de l'outillage telles que les traitements de nitruration et de cémentation. Ces changements superficiels, qui opèrent sur quelques microns à l'interface outil/matière, ont conduit à améliorer d'une manière significative la durée de service des outils. Cependant, il existe très peu d'exemples d'application dans le domaine de l'usinage du bois.

Compte tenu de la dureté relativement faible du matériau bois, on pourrait concevoir à priori que ces techniques puissent être transposables aux outils de coupe utilisés dans ce secteur. En fait, les difficultés liées à son usinage ont pour causes de nombreux facteurs : de faibles angles de bec et de grandes dimensions d'outils, une matière première souvent très hétérogène ainsi que la présence fréquente à même le bois de corps étrangers de plus grande dureté (clous, cailloux, balles de chasseurs.....), qui conduisent à ébrécher l'arête des outils avec pour conséquence des produits déclassés de moindre qualité (état de surface, dimension).

Ces dernières années, les progrès dans les industries de transformation du bois sont principalement dus à l'utilisation de machines bénéficiant des nouvelles technologies (mécaniques, automatisme, informatique de gestion et de contrôle des procédés). Cependant, des gains potentiels de production existent au niveau de l'amélioration des performances des outils. En effet, ils sont encore à l'origine de pertes économiques conséquentes engendrées par : des arrêts de production liés à des changements fréquents

d'outils, des vibrations de l'outil qui nuisent à la qualité du produit fini et qui endommagent les machines, mais également une augmentation de la consommation d'énergie.

Les principaux outils coupants utilisés dans l'industrie de la première transformation du bois sont les lames de scies (disques circulaires ou rubans) et les couteaux (fraisage et broyage en scierie, déroulage, tranchage). En seconde transformation, on utilise également des fraises (défonçage, profilage). Concernant les scies, des progrès relatifs à l'amélioration de leur durée de service, ont été obtenus par le brasage de pastilles carbures ou le stellitage des dents. Par contre pour les outils de type couteaux, on utilise encore des aciers et à ce niveau des solutions permettant d'améliorer leurs performances doivent être recherchées. C'est pourquoi, nous avons orienté notre travail de thèse plus spécifiquement au cas des outils de type couteaux.

L'emploi d'outils en acier souvent bon marché, utilisé plus spécialement en première transformation du bois, se justifie par l'usage de couteaux de grande taille qui nécessitent les surfaces importantes de coupe à couvrir et qui doivent être réaffûtées. Un bon compromis entre dureté et ductilité est également un critère de sélection. On retrouve également ces outils en seconde transformation du bois, comme dans les opérations de rabotage et corroyage, néanmoins avec des dimensions plus faibles.

Dans ce contexte, l'emploi de matériaux plus durs (aciers rapides et carbures) n'est pas évident. C'est pourquoi des études ont été réalisées en vue d'appliquer des traitements de surface aux couteaux fabriqués avec des aciers ordinaires. L'amélioration des performances de ces outils de coupe représente un enjeu très important car leur usage en transformation du bois vert est de plus en plus fréquent.

Le développement d'un nouveau revêtement pour une application spécifique représente une tâche globale d'ingénierie. Un revêtement ne peut pas être juste appliqué sur un outil de coupe et accroître sa durée de vie et sa résistance à l'abrasion, surtout dans des applications d'usinage d'un matériau hétérogène comme le bois. Ce revêtement s'avérera efficace si son application inclut non seulement une étude préalable du type de revêtement ainsi que des moyens pour l'obtenir mais aussi une optimisation de l'outil de coupe tant au niveau du matériau que de la géométrie. Une approche intégrée en vue de

la maîtrise globale des procédés d'usinage du bois a donc été développée au sein de l'ENSAM de Cluny. Cette approche s'applique dans un premier temps à l'optimisation de l'opération d'enlèvement de matière par l'étude du comportement outil/matière puis dans un deuxième temps, à l'amélioration des performances des outils de coupe. Une des voies possibles pour cette amélioration est le traitement de surface des outils. Dans ce sens, des études complémentaires ont été menées dans le cadre des thèses de P. Beer [6] et de C. Nouveau [59]. Il s'est agi de rechercher l'influence de la modification de surface sur les performances d'outils de déroulage et de défonçage du bois. Le présent travail se situe résolument dans la continuité des précédentes thèses. Il a deux objectifs : le premier est pragmatique, il vise à appliquer industriellement les revêtements optimisés dont nous disposons actuellement (TiN, CrN, DLC,...) et le second est plus prospectif puisqu'il s'agit du développement de nouveaux systèmes que représentent les revêtements ternaires de nitrures de métaux de transition (CrAlN, ZrBN,...) et de leur apport à l'usinage du bois.

Ce mémoire de thèse comprend quatre grands chapitres. Tout d'abord un chapitre bibliographique qui se subdivise en quatre parties. La première est consacrée aux endommagements que subissent les outils de coupe du bois et à leurs origines. La seconde est un état de l'art sur les traitements superficiels les plus étudiés ou utilisés dans l'industrie, afin de rechercher les plus efficaces à appliquer aux couteaux de l'industrie du bois. La troisième partie est une recherche plus spécifique sur les travaux récents relatifs aux traitements superficiels, en vue d'améliorer les performances des outils de coupe du bois. La dernière partie est consacrée aux traitements que nous avons retenus et à leurs justifications.

Le deuxième chapitre expose les techniques expérimentales utilisées et comprend deux parties. Une première présente les techniques d'élaborations, de caractérisations physico-chimiques et mécaniques des films. La seconde présente les moyens expérimentaux d'usinage utilisés d'abord en laboratoire sur machines expérimentales (microdéroulage) et équipements industriels (déroulage et fraisage) puis en industrie (déroulage et fraisage). Elle décrit aussi une méthode originale que nous avons développée pour la mesure du recul d'arête de coupe des couteaux.

Le troisième chapitre décrit nos tentatives d'application semi industrielle et industrielle des revêtements synthétisés au LABOMAP. Dans un premier temps, il nous a paru judicieux de comparer les revêtements qui avaient été optimisés dans le cadre de la thèse de C. Nouveau [59] (Cr_xN_y) au revêtement le plus utilisé industriellement en l'occurrence le TiN. Le mauvais comportement de ce dernier lors des tests de laboratoire, nous a poussé à mener une étude plus systématique visant à expliquer le meilleur comportement des revêtements Cr_xN_y qui se sont avérés de bons candidats pour l'utilisation dans le domaine du bois.

Dans un second temps, nous avons eu l'opportunité de tester les performances de ces revêtements Cr_xN_y et de les comparer non seulement à d'autres revêtements type DLC mais aussi à d'autres traitements superficiels comme la nitruration basse température. Cette étude complète qui va de la synthèse en laboratoire de films minces jusqu'au traitements superficiels par un industriel d'outils de coupe et leur test en scierie en passant bien sûr par des caractérisations physico-chimiques, tribologiques, des tests d'usinage en laboratoire..., n'a pu se faire que dans le cadre d'un projet de recherche européen (CRAFT) associant plusieurs organismes de recherches et d'industriels avec pour objectif l'amélioration de la durée de services des couteaux employés dans l'industrie du bois.

Le dernier chapitre présente une étude exploratoire sur les potentialités de nouveaux revêtements (CrAlN et ZrBN). Le choix d'explorer les propriétés de films de composés ternaires a été décidé suite aux résultats obtenus dans le cadre du projet européen. Nous aborderons donc la synthèse de ces matériaux dans une large gamme de conditions de dépôt, leur caractérisation physico-chimiques et tribologiques et enfin des tests d'usinage en laboratoire grâce à une défonceuse à commande numérique. Par ailleurs, ce chapitre décrit des essais de pré traitement de l'arête des couteaux par sablage, préalablement à leur revêtement. L'objectif étant non seulement d'améliorer la résistance de l'arête coupante (rodage) mais aussi l'adhérence des films.

Enfin, une conclusion générale récapitule les principaux résultats obtenus et propose des perspectives de travaux futurs.

CHAPITRE I. ÉTUDE BIBLIOGRAPHIQUE

I.1. ENDOMMAGEMENT DES OUTILS DE COUPE DU BOIS

I.1.1. Introduction

Lorsque l'on parle d'usinage, bon nombre de personnes pensent systématiquement aux procédés de transformation des matériaux métalliques, plastiques mais presque jamais à l'usinage du bois, pensant abusivement que l'étude de sa coupe est aisée et sans intérêt.

Cette idée fautive est souvent confortée par le fait que d'une part, le bois possède une dureté relativement faible comparée à celle d'autres matériaux et d'autre part, que *ce matériau rustique* n'est actuellement pas utilisé dans les technologies dites 'à la mode' telles que l'aérospatial, le nucléaire ou l'armement militaire.

Or, le secteur de la coupe du bois reste un domaine où les enjeux économiques sont considérables. On réalise actuellement l'importance d'utiliser des matériaux salutaires à l'environnement. De nombreux pays portent une attention toute particulière à la sauvegarde de leurs forêts en les considérant comme une ressource naturelle rare. Si l'on prend l'exemple du Douglas (*Pseudotsuga menziesii*) avec ses 350 000 ha de peuplement et ses 50 millions de m³ sur pied, la France dispose de plus de la moitié de la ressource européenne.

De nos jours, le bois est employé dans des domaines tels que le bâtiment et le génie civil où le béton et l'acier régnaient en maîtres. Au Canada, la construction d'immeubles de plusieurs étages en bois se développe. Au Brésil, le secteur forestier est responsable d'un revenu annuel de 11 milliards de \$, équivalent à 4% du revenu national brut. Ce secteur emploie 600 000 salariés et touche indirectement 3,5 millions de personnes [1].

Par ailleurs, la production mondiale de matériaux dérivés de bois tels que le MDF (Medium Density Fiberboard) ne cesse d'augmenter (figure.I.1.1). En Chine, la consommation de MDF est actuellement la plus importante d'Asie. Comme exemple, le volume produit de MDF en 1995 dans ce même pays était de 702 000 m³. Le Japon est également un pays où l'utilisation des matériaux dérivés de bois est importante. Les consommations de poutres en lamellés collés et panneaux de LVL (Laminated Veneer Lumber) en 1997 étaient respectivement de 1 100 000 et 187 000 m³.

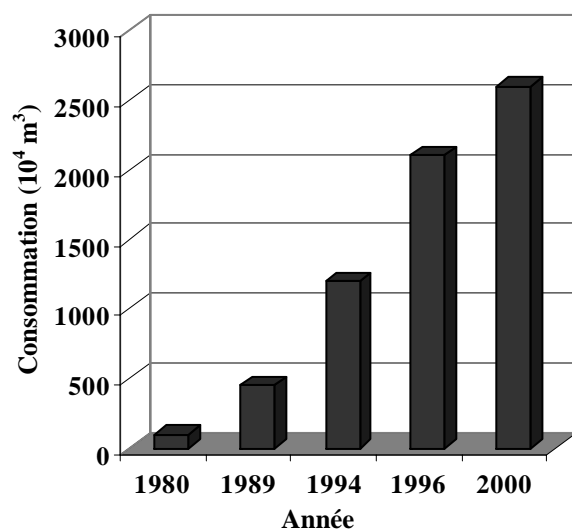


Figure.I.1.1 : Consommation mondiale de MDF [1]

Cependant, il est à souligner que les coûts de production liés à la mise en oeuvre de ces matériaux en bois massif ou dérivés seraient réduits si les outils utilisés dans l'industrie du bois ne subissaient pas des dégradations prématurées lors du procédé d'usinage. Ceci se matérialisant par des pertes économiques conséquentes causées par : des pertes de

production qu'engendrent le changement fréquent d'outils, une élévation des efforts de coupe qui se traduit par l'augmentation de la consommation d'énergie, des vibrations d'outil qui se propagent à l'ensemble de la machine mais surtout, une mauvaise qualité du produit final [2].

De nombreuses interactions se produisent dans la zone de coupe induisant des frottements, des déformations élastiques et plastiques, des réactions chimiques ainsi que de la chaleur générée [3]. L'industrie du bois possède peu de connaissances en ce qui concerne les phénomènes de dégradation des outils. Le nombre important de paramètres entrant en jeu durant l'usinage ainsi que la grande variabilité du matériau bois à usiner rendent difficile la prédiction du comportement des outils [4].

Pour mieux appréhender et comprendre les problèmes auxquels sont soumis les outils de coupe, il faut différencier les deux grands secteurs de la coupe du bois que sont la première et la seconde transformation du bois.

I.1.2. Endommagements des outils utilisés en première transformation du bois (bois vert)

Contrairement aux ébauches métalliques homogénéisées par un traitement thermique adéquat, le bois vert ne présente pas les mêmes propriétés mécaniques sur tout le volume à usiner. En effet, le bois est un matériau hétérogène (figure.I.1.2) [5]. Selon la zone de bois (aubier, duramen, nœud, cernes, etc), la densité et la dureté du matériau à usiner, l'outil n'a pas le même comportement en terme d'usure et de résistance aux chocs.

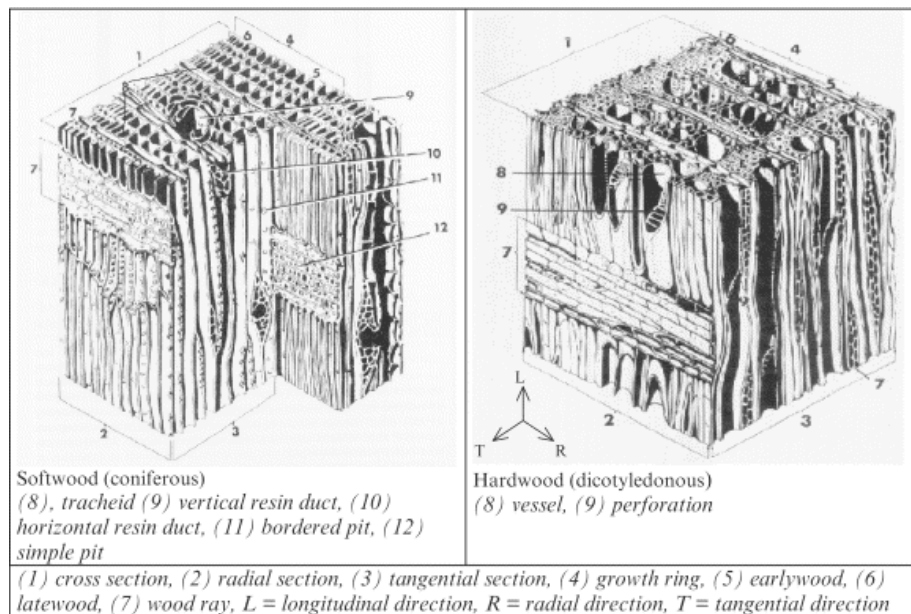


Figure.I.1.2 : Structure cellulaire du bois [5]

De plus, et à l'inverse des matériaux usinés en seconde transformation du bois (généralement des dérivés relativement homogènes), le bois travaillé en première transformation est du bois vert (produit de la forêt).

D'autres facteurs influent également sur le comportement des outils tels que le type d'application (procédé d'usinage), l'essence (résineux ou feuillu), la température (bois en été 'sec' ou bois en hiver 'gelé'), le type d'usinage (continu ou discontinu) et les conditions d'usinage (vitesse de rotation des têtes de fraisage, vitesse d'avance des grumes, etc).

Ainsi, l'endommagement des outils est attribué à plusieurs phénomènes qui, selon le procédé, peuvent se produire en même temps.

I.1.2.1. Géométrie des outils

En plus de l'usure classique des outils par abrasion, des ébréchures de l'arête des outils peuvent être occasionnées par les nœuds ou par des corps étrangers (cailloux, clous, balles,.....) que contiennent fréquemment les bois à usiner. La figure.I.1.3 montre des exemples d'objets trouvés dans une scierie.



Figure.I.1.3 : (a) Objets trouvés dans le bois, (b) Objets métalliques incrustés dans le bois en scierie

Ces cassures de l'arête sont favorisées par le faible angle de bec qu'exige généralement le processus de première transformation du bois. Dans l'industrie du déroulage, l'arête coupante peut avoir une longueur comprise entre 0,5 et 4,1 m et un angle de bec compris entre 19 et 23°, ce qui fait que non seulement elle s'émousse mais il lui arrive assez souvent de s'ébrécher (arête de coupe très fragile).

Durant le déroulage, l'apparition de chaque nouvelle brèche de l'arête du couteau détériore la qualité des placages. La fréquence de remplacement des couteaux se voit ainsi accrue. Il peut intervenir après quelques tours de déroulage (cas extrême) ou après 8 heures de production [6].

Les outils utilisés pour la fabrication de plaquettes de bois (copeaux calibrés destinés à la fabrication de panneaux ou de pâte à papier) par déchiquetage connaissent sensiblement les mêmes problèmes d'endommagements. Certes, l'angle de bec de l'outil dans ce cas précis possède une valeur plus importante (45°) mais une coupe discontinue par chocs répétés conduit à l'émoussement de l'arête (vitesses de coupe importantes des têtes de fraisage de l'ordre de 50 m/s). Les outils utilisés dans ce secteur doivent donc posséder de bonnes caractéristiques de résistance à l'abrasion mais aussi aux chocs.

I.1.2.2. Outils aciers

Bien que l'optimisation des conditions de coupe (vitesse de coupe et d'avance, géométrie de l'outil, état de surface, etc) soit importante pour améliorer la durée de vie des outils [7], la connaissance de leur nature et de leurs propriétés est nécessaire dans la prédiction de leur comportement lors du procédé d'usinage.

Les aciers sont les matériaux les plus répandus en première transformation du bois et choisis selon plusieurs critères en relation avec leurs propriétés intrinsèques (dureté, module d'Young, résistance à la rupture, etc) et en fonction d'un futur emploi bien défini : nature du procédé d'usinage (coupe continue (déroulage) ou discontinue (déchiquetage, broyage, etc)), conditions de coupe, dureté du bois, dimensions des outils, etc. Cependant, les aciéristes et les fabricants d'outils ne sélectionnent pas une nuance d'acier selon des critères scientifiques mais plutôt de façon empirique.

Afin d'essayer de comprendre la raison du choix des aciers et de faire une synthèse des aciers les plus utilisés en industrie de la coupe du bois, les principaux fabricants et fournisseurs (français et étrangers) ont été consultés. Il en découle que la fluctuation des cours des aciers influe énormément sur le choix d'une nuance pour une application donnée. En effet, bien souvent, pour un même procédé d'usinage, l'outilleur change de nuance d'aciers non pas à cause d'une amélioration des performances des outils mais à cause d'une impossibilité d'approvisionnement ou d'un surcoût du prix d'achat de la matière première.

Les dimensions de l'outil sont également un facteur influent. En effet, selon la société SOGELAM le prix de l'acier, donc de la matière première, représente entre 30 à 35 % du coût de production de l'outil (figure.I.1.4).

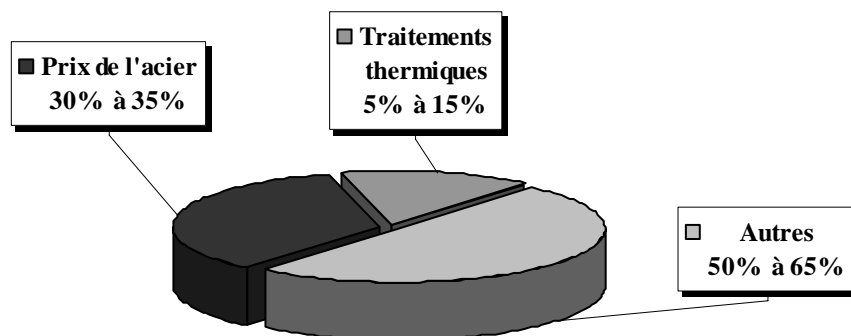


Figure.I.1.4 : Répartition en pourcentage des coûts de production des couteaux de broyage de la société SOGELAM

Aussi, pour des questions de coûts, les fabricants utilisent des nuances d'aciers plus économiques pour réaliser des couteaux de plus grandes dimensions.

Il est évident que cette pratique conduit inévitablement à l'emploi d'outils avec des propriétés médiocres et accentue leur endommagement prématuré.

I.1.2.3. Phénomène de corrosion des outils

Dans la littérature, il est admis que seuls les propriétés mécaniques des essences de bois et les paramètres de coupe ne suffisent pas à expliquer l'usure des outils. Plusieurs auteurs attribuent l'usure à la combinaison d'un effet mécanique (frottement du bois sur l'arête de coupe) et d'une corrosion électrochimique [8]. La corrosion de l'acier en contact avec le bois dépend de la nature du bois (pH des tannins) et de la température de l'arête durant la coupe [9]. En effet, usiner un bois acide tel que le chêne génère une usure d'outil plus importante que l'usinage d'un bois de pH neutre comme le sapin. L'humidité des bois et la structure métallurgique des outils jouent également un rôle très important dans l'usure [4].

Par ailleurs, Kaminski *et al.* [9] affirment que l'endommagement de l'arête par corrosion opère lorsque l'outil est non sollicité (hors service). L'eau acide extraite durant la coupe stagne sur la surface de l'outil, crée un environnement propice à la corrosion et touche non seulement l'outil mais également les composants de la machine en acier se trouvant à proximité de la zone de coupe.

Ainsi, les carbures ont été très largement utilisés ces dernières décennies, à cause de leur haute résistance à l'usure, remplaçant pour l'usinage des dérivés du bois, les aciers à haute teneur en carbone et aciers rapides. Une augmentation significative de la durée de vie des outils a ainsi été observée. Cependant lors de l'usinage du bois vert à haute teneur en humidité, une dégradation rapide de l'arête de coupe se produit. Cette déficience des performances (usure 2 à 3 fois plus importante que lors de l'usinage de matériaux à base de bois) est attribuée à la nature très corrosive des extraits organiques présents dans le bois vert [10,11].

Il est donc nécessaire de créer un masque physique protégeant la lame de l'environnement corrosif externe pendant ou après la coupe pour palier à ce problème.

I.1.3. Problématique des outils utilisés en seconde transformation du bois (dérivés de bois)

Contrairement aux bois usinés en première transformation (bois massif), dans ce secteur on emploie généralement des matériaux à base de bois. L'industrie des matériaux dérivés est relativement jeune (début des années 40) et depuis s'est bien développée dans de nombreux pays.

Les principales raisons de ce succès sont :

- La possibilité d'utiliser des arbres de faibles dimensions et de qualité secondaire mais aussi de valoriser les produits connexes des industries de première transformation (sciures, copeaux, déchets.....) [7].
- L'abondance de résines synthétiques
- L'homogénéité des matériaux ainsi reconstitués
- Un large panel de dimensions
- La compatibilité des produits pour une grande variété d'utilisation (meubles, construction de bâtiments,) ce qui en a fait un matériau avec de nombreux débouchés.

L'utilisation très importante de matériaux dérivés du bois a créé le besoin d'obtenir des outils de hautes performances de coupe, capables de résister à l'usure résultant des hautes cadences de production. De plus, la plus grande abrasivité de ces matériaux limite l'utilisation d'outils en acier rapide et justifie l'emploi d'outils en carbure [12-14].

Grâce à l'émergence après 1927 des outils en carbure de tungstène WC et leur emploi en usinage du bois, cette industrie s'est développée rapidement. L'utilisation de ceux-ci a augmenté de façon significative la productivité des industries qui les emploient. Jusqu'à présent ce type d'outils reste le plus utilisé [1].

Les outils en carbures offrent en effet la solution la plus économique dans plusieurs applications. De plus, la production d'outils aiguisés est aisée et leur affûtage peut être réalisé à l'aide d'une meule diamant classique. D'autre part, le contrôle de la composition et de la microstructure a permis d'obtenir des carbures avec des propriétés mécaniques et chimiques spécifiques. Des carbures plus résilients avec une haute teneur en cobalt sont employés en première transformation du bois tandis que des carbures plus durs avec une faible teneur en liant cobalt et des tailles de grains submicroniques sont utilisés en seconde transformation du bois.

Comme en première transformation, les outils employés connaissent des limitations dues à l'usure de leur arête coupante. Wayan *et al.* [15] notent que l'usure des outils est plus rapide lors de l'usinage de dérivés de bois que lors de l'usinage de bois massif. Ceci est dû essentiellement à la présence de quantités importantes d'impuretés telles que des poussières (particules minérales), de la silice, des colles,..... Par ailleurs, Wayan *et al.* [16] constatent également que l'usure des outils est d'autant plus rapide que la densité du matériau usiné est grande.

En ce qui concerne la modification de la géométrie de l'arête des outils, Kusiak [17] l'attribue à l'effet de la chaleur générée lors du procédé d'usinage. Même si l'angle de bec des outils utilisés en seconde transformation du bois est relativement important, généralement de 55°, l'élévation de la température due au frottement de l'arête des outils contre le bois agit principalement sur le liant cobalt des outils carbures conduisant à la dissolution de ce dernier et au déchaussement des grains de WC. Une interprétation simplifiée laisserait penser que l'usure par abrasion est le facteur unique des phénomènes d'endommagement des outils or, certaines études montrent le contraire. En effet, d'après Stewart [18] des phénomènes d'oxydation/corrosion à haute température interviennent lors de l'usinage de MDF.

En 1979, les premiers outils en PCD (Polycrystalline Diamond) furent commercialisés. En usinage de panneaux de particules et panneaux de fibres agglomérés, la durée de service de ces outils fut 125 fois supérieure à celle des outils carbures conventionnels. Le secteur de la coupe du bois est devenue ainsi le deuxième domaine d'utilisation de ces outils après le secteur automobile où les outils en PCD sont les plus employés [1]. En 1995 l'utilisation d'outils en PCD représentait 29% de la consommation mondiale et a atteint 40% à la fin des années 90. Par contre, il est à noter tout de même que l'inconvénient majeur de ce genre d'outils est leur fragilité et leur coût très élevé ce qui limite leur utilisation dans de nombreuses applications.

I.1.4. Conclusion

Il est évident que les outils d'usinage du bois subissent des dégradations de leur arête coupante, causées par différents phénomènes complexes et qui se produisent dans bien des cas simultanément. Ces endommagements, conduisent à des pertes économiques conséquentes en industrie du bois (pertes de capacité de production, produits déclassés, coût de remplacement des outils).

Dans le but d'augmenter la production, des améliorations ont été apportées aux outils existants. Le changement des nuances d'aciers en première transformation du bois, l'emploi d'outils en PCD en seconde transformation ainsi que l'utilisation de machines techniquement très performantes pour la préparation des outils ont permis d'augmenter la productivité.

Par contre, comme les outils n'ont pas subi de modifications, le secteur de l'usinage du bois connaît toujours les mêmes limitations liées à leur usure prématurée. Une solution pourrait provenir de la modification superficielle des outils par des traitements structurels et des revêtements durs. Bon nombre d'études ont été menées sur ce sujet et les constats sont plus qu'encourageants.

I.2. LES MODIFICATIONS SUPERFICIELLES

Introduction

Nous avons réalisé une recherche bibliographique sur les revêtements durs les plus étudiés et utilisés afin d'envisager quels seraient les plus avantageux pour améliorer la durée de vie des outils de coupe du bois.

I.2.1. Les revêtements durs en couches minces

Durant les dernières décennies, les revêtements durs en couches minces ($< 10\mu\text{m}$) déposés par méthodes CVD (dépôt chimique en phase vapeur) puis un peu plus tard par méthodes PVD (dépôt physique en phase vapeur) n'ont cessé d'être introduits dans de nombreux secteurs industriels tels que l'outillage pour l'usinage des matériaux métalliques et plastiques et dans d'autres secteurs métallurgiques tels que le moulage, le matriçage, l'estampage et le poinçonnage afin de palier aux problèmes d'usure et de dégradation de surface des composants métalliques sollicités.

Si l'on prend l'exemple de l'UGV (Usinage Grande Vitesse), l'augmentation de la vitesse de coupe génère une augmentation de la chaleur dissipée vers l'outil ce qui peut provoquer soit la dissolution du matériau de l'outil soit une usure chimique et par conséquent la rupture de l'outil. L'augmentation de la vitesse d'avance provoque d'importantes contraintes mécaniques qui causent au niveau de l'outil une déformation plastique avec pour conséquence l'apparition d'ébréchures et donc l'endommagement de l'arête de coupe.

Par ailleurs, la faible conductivité thermique des revêtements durs génère une barrière thermique sur la surface de l'outil diminuant le transfert de chaleur au cœur de l'outil et favorisant sa dissipation et son évacuation à la surface de coupe avec le copeau produit [19].

Les composants métalliques tels que les moules, les matrices ou d'autres pièces travaillant en usure peuvent être sujets à des dégradations intensives lors du traitement de matériaux métalliques [20], composites ou plastiques qui libèrent du S, F ou Cl lors de l'opération de formage. Cet endommagement est attribué à de l'usure combinée, corrosive et abrasive. Il réduit considérablement la durée de vie de ces composants et a une incidence directe sur la productivité et la qualité du produit [21]. L'application de revêtements durs en couches minces a prouvé son efficacité contre ces phénomènes [20-23].

En général, les revêtements durs se subdivisent en deux groupes : les revêtements possédant une dureté < 40 GPa et les revêtements super durs avec des duretés > 40 GPa. Comparés à un grand nombre de revêtements, ils ne sont que quelques uns à présenter ces propriétés de « super dureté » : le nitrure de bore cubique (c-BN), le carbone amorphe (DLC), le nitrure de carbone amorphe (a-CN_x) et le diamant polycristallin (PCD). Cependant ces revêtements super durs sont instables thermodynamiquement et connaissent une limitation d'utilisation dans plusieurs applications. Pour l'instant, du fait de la haute affinité que possède le carbone pour le fer, l'application des outils de coupe revêtus diamant est limitée à l'usinage de l'aluminium et de ses alliages et à

l'usinage du bois. L'application des revêtements c-BN trouve des problèmes similaires lors de l'usinage des aciers dus à la dissolution chimique du bore dans le fer [24]. Aussi, ces propriétés de dureté sont en étroite relation avec les conditions d'élaborations. Les méthodes de dépôts en font partie, d'où l'intérêt de les décrire.

I.2.1.1. Méthodes de dépôts

A la fin des années 60, les premiers revêtements CVD étaient appliqués aux outils de coupe de l'industrie du métal. Ces revêtements étaient tous à base de titane [19] mais étant donné que l'élaboration de ces revêtements nécessite l'utilisation de hautes températures (900-1000°C) [19,24], il s'est avéré que les techniques de dépôts PVD ne travaillant qu'à des températures <400°C ont été préférées, en particulier pour l'application de revêtements réfractaires sur aciers. Employant de faibles températures lors du dépôt, les PVD permettent d'éviter la dégradation des propriétés mécaniques de surface et minimisent les problèmes dus à des contraintes thermiques d'expansion entre le substrat et le dépôt [25].

Les premiers revêtements PVD ont été introduits au milieu des années quatre-vingt. Depuis, des progrès ont été amenés à ces méthodes et ont permis l'obtention de nouveaux revêtements avec des propriétés spécifiques jusque-là jamais atteintes par les méthodes CVD conventionnelles [19].

Il a ainsi été prouvé depuis de nombreuses années, que l'application de revêtements durs en couche mince par différentes méthodes de dépôts PVD sur les outils d'usinage, améliore nettement les performances de ceux-ci [26].

Les avantages des couches minces élaborées par ces méthodes allient une haute résistance à l'usure, une bonne ténacité, une bonne stabilité chimique et thermique ainsi qu'un faible coefficient de frottement [26,27].

Pour toutes les raisons évoquées ci-dessus et dans un souci de préserver les propriétés superficielles des outils, nous avons utilisé dans nos travaux principalement des films minces élaborés par méthodes PVD afin d'éviter toute altération potentielle de la surface des échantillons revêtus. Les méthodes de dépôts PVD utilisées lors de ce travail de thèse seront décrites dans les chapitres II.1.1.1 et II.1.1.2 de ce mémoire.

I.2.1.2. Les revêtements durs à deux composés « binaires »

Les nitrures des métaux de transition (tels que TiN, CrN, HfN, ZrN, NbN,...) forment une gamme très étendue de matériaux possédant des propriétés physiques intéressantes, grâce auxquelles ils sont très utilisés dans de nombreuses applications industrielles. Ces revêtements durs présentent une haute dureté mécanique combinée à une bonne stabilité thermique et chimique. L'optimisation de ces revêtements est aisée. En effet, on peut ajuster des propriétés comme le paramètre de maille, la dureté, l'élasticité, le coefficient d'expansion thermique ou le comportement en corrosion pour les optimiser. TiN (nitrure de titane) et CrN (nitrure de chrome) font partie des revêtements les plus employés [28].

Le nitrure de titane TiN est le plus ancien des revêtements PVD [20]. Il a fait l'objet de nombreuses études depuis le début des années 80. Ses propriétés particulières ont conduit à son application aussi bien comme couche anti-usure sur les outils de coupe

[20,21] que comme substitut de l'or dans la joaillerie. Il a été utilisé aussi dans la technologie des circuits intégrés comme barrière de diffusion [25]. En raison de son efficacité dans différentes applications industrielles, TiN reste à ce jour le revêtement le plus utilisé. Il représente 90 % du marché des revêtements [28].

Lors d'une étude comparative menée par Rodríguez *et al.* [28] il s'avère que le TiN déposé par méthode PVD (évaporation par arc) possède la valeur de dureté la plus élevée comparée au CrN et ZrN déposés par la même méthode. De par sa haute dureté, TiN est un bon candidat à l'augmentation de la résistance à l'usure des outils de coupe, et des composants sollicités en usure. Cet un revêtement également très performant dans les milieux corrosifs [21,29]. Une étude menée par Sung *et al.* [30] montre que l'application d'une couche de TiN 'Balinit A' d'une épaisseur de 4 μm sur la paroi d'un tube *zircaloy-4* utilisé comme barre de combustible dans les centrales nucléaires coréennes permet de diminuer l'usure de ce dernier d'un facteur allant de 1.2 à 3 fois comparé à un tube non revêtu. Xu *et al.* [31] ont montré auparavant que TiN était plus efficace pour une même application que MoS_2 .

En contrepartie, l'utilisation du nitrure de chrome CrN est très répandue dans de nombreuses applications industrielles où il est nécessaire d'avoir un revêtement qui possède une bonne protection contre l'usure adhésive et corrosive. Généralement ce matériau est employé pour revêtir les moules pour l'injection des plastiques et les matrices pour le formage des métaux [30,32]. De récentes études indiquent que le CrN possède une haute résistance à l'oxydation, un faible coefficient de frottement et une haute ténacité [33]. Bien que ce revêtement présente une dureté inférieure à la majorité des revêtements durs, Rodríguez *et al.* [28] ont montré que le CrN comparé à TiCN, TiN, ZrN ou AlTiN possède la vitesse d'usure la plus faible lors de tests effectués par Calowear avec une bille en acier (100Cr6). Par ailleurs, ces dernières années CrN attire de plus en plus l'attention des chercheurs pour son application contre l'usure et la corrosion des outils de coupe. On trouve aujourd'hui sur le marché des outils revêtus CrN [32].

Quand à TiC, il montre des propriétés similaires au TiN [29]. Le BN a prouvé sa capacité à augmenter la durée de vie de certains composants exposés à des environnements corrosifs et érosifs utilisés en industrie des polymères [21].

Le nitrure d'aluminium AlN a été développé vers la fin des années 1960. Il a été obtenu par méthode CVD. Ce revêtement possède une bonne stabilité thermique et chimique, une grande résistivité électrique et un grand gap optique (6 eV). Les couches minces d'AlN sont des candidats pour des applications plus larges, comme la passivation des circuits électroniques ou la résistance à la corrosion. Inoue *et al.* [34] suggèrent qu'une couche de nitrure d'aluminium possédant un gradient de composition (passant de Al à AlN) peut avoir une plus grande conductivité thermique comparée à une monocouche d'Al ou d'AlN pur et est sujette à de moindres contraintes thermiques [24].

Un autre dépôt dur, ZrN est utilisé comme revêtement pour la coupe des matériaux non ferreux tels que les alliages d'aluminium et nickel [28]. Enfin, le nitrure de bore cubique c-BN, cité précédemment, est un revêtement super dur. Une récente étude menée par Keunecke *et al.* [35] montre que la valeur de dureté de ce revêtement mesurée par nanoindentation est de 65 GPa et que la vitesse d'usure abrasive est clairement inférieure à la vitesse d'usure du TiN.

I.2.1.3. Les revêtements durs à plusieurs composés

Sur la base des composés binaires tels que TiN et TiC, plusieurs stratégies ont été adoptées pour améliorer et adapter les revêtements durs à des problèmes tribologiques spécifiques. Une des approches adoptée est la synthèse de revêtements multicomposés en ajoutant des éléments métalliques ou non aux composés binaires [27].

Les effets dominants dans les systèmes à plusieurs composants sont principalement la formation d'une structure multiphasées permettant une meilleure stabilité thermique et mécanique, la précipitation de phases durcissantes et la formation d'une couche externe (généralement protectrice contre l'oxydation) qui résulte d'une réaction secondaire.

Ainsi l'augmentation du nombre de composants dans le revêtement permet l'obtention d'une microstructure plus fine, une taille de grains plus faible conduisant à une plus grande résilience et élasticité mais aussi à l'absence d'une interface discrète, à de faibles contraintes internes et à une grande résistance à la corrosion [24].

Les premiers revêtements multicomposés qui ont montré de bonnes propriétés sont TiCN et TiAlN généralement utilisés en UGV [27-29]. TiCN est surtout approprié pour réduire l'usure abrasive des arêtes de coupe des outils [28]. TiAlN présente une dureté supérieure à celle de TiN et ceci améliore considérablement la résistance à l'usure abrasive. Sa résistance à l'oxydation est aussi supérieure grâce au fait qu'à haute température, TiN s'oxyde (formation de TiO_2 qui fragilise le revêtement) alors que dans la matrice de TiAlN se forme de l'alumine Al_2O_3 qui joue le rôle de barrière thermique et de diffusion [36]. Ce revêtement possède une température d'oxydation supérieure (200 °C de plus que TiN et CrN) [28]. Dans le processus de perçage, les forets revêtus TiAlN permettent d'améliorer la durée de vie de 3 à 4 fois plus que les forets revêtus TiN. Ces avantages sont dus aux excellentes propriétés thermophysiques, tribologiques et mécaniques que possède ce revêtement. En raison de ces faits, des outils revêtus peuvent être utilisés pour différentes opérations telles que l'UGV comme cité précédemment ou l'usinage avec ou sans lubrification [37].

Il a également été montré que l'addition d'une faible quantité de Cr et Y procure une amélioration de la résistance à l'usure spécialement à haute température de TiAlN [9]. En effet, Yamamoto *et al.* [38] ont observé que la température d'oxydation de (Ti,Cr,Al)N est de 1000°C tandis que la température d'oxydation du TiAlN est de 850°C. Une comparaison des deux revêtements sur outils carbures a été effectuée en fraisage grande vitesse d'acier moulé (AISI H13) et il en a résulté que le (Ti,Cr,Al)N permet une usure plus faible de l'outil après 70 m d'usinage comparé au TiAlN après 50 m (seuil de fin de vie de l'outil).

Merl *et al.* [39] ont étudié la corrosion électrochimique du carbonitride de chrome Cr-(C,N) et de CrN appliqués sur acier et ont montré que Cr-(C,N) permet d'améliorer la résistance à la corrosion de 2 à 6 fois alors que CrN permet une amélioration de 2 fois.

De plus, la résistance à l'oxydation de CrTiN est meilleure que celle des monocouches TiN et CrN [36]. Une étude comparative entre CrTiN, un super-réseau TiN/NbN et un super-réseau de carbone composite appliqués sur des poinçons en SKH51 et testés en estampage, montre que le CrTiN augmente significativement la durée de vie des poinçons non revêtus (3 à 4 fois) et qu'il se comporte dans cette application beaucoup

mieux que les autres revêtements. Ceci est sans doute dû à sa haute dureté, une bonne adhérence et son faible coefficient de frottement [23]. Des mesures de nanoindentation montrent que le CrWN et le CrNbN possèdent des valeurs de dureté respectivement de 27 et 24,5 GPa [33]. Lors d'une autre étude CrVN semble montrer le plus faible coefficient de frottement et le plus faible volume d'usure comparé à CrN et CrAlN [34].

I.2.1.4. Les revêtements durs multicouches

Bien que les revêtements durs monocouches trouvent une étendue d'application dans de nombreux secteurs technologiques, il reste encore plusieurs domaines où les propriétés de ces couches restent insuffisantes [40]. Une solution pour surmonter ces insuffisances est l'utilisation de revêtements multicouches qui combinent les propriétés attractives de chaque couche et, en même temps, présentent de nouvelles propriétés.

En effet, l'augmentation du nombre d'interfaces empêchent la migration des dislocations et donc conduit à l'augmentation de la dureté. On peut prendre comme exemple l'application d'une couche interfaciale qui améliore l'adhérence ou l'application d'une couche externe d'un matériau inerte résistant à l'usure pour réduire la corrosion des outils de coupe. L'introduction d'un grand nombre d'interfaces parallèles au substrat peut guider les fissures ou servir de barrière à la propagation de dislocations augmentant ainsi la ténacité et la dureté du revêtement [41].

En ce qui concerne les applications anti-corrosion, des tests ont montré que dans une solution saline (NaCl 9%) et acide (HCl 3,4%) une sous-couche métallique de Ti, dans le cas du revêtement de TiN-TiAlN, et une sous couche de Cr, dans le cas du CrN, augmentent la résistance à la corrosion [21]. Lors d'une autre étude, il a été montré que la résistance à l'oxydation des multicouches TiN/CrN est largement supérieure à celle du TiN et CrN [41]. La résistance à l'usure de la multicouche Ti/TiN est également supérieure à celle de la monocouche TiN ou Ti pur, pour une même épaisseur [42].

Schulz *et al.* [20] ont montré que l'application d'une couche de TiN avec une couche intermédiaire de Ti, d'une épaisseur totale de 2,4 μm , obtenue sur un outil de formage de glissière en acier à faible teneur en carbone (à partir de feuillés d'acier et d'aluminium) par pulvérisation magnétron R.F permet de réduire l'usure de ce dernier et d'augmenter la force normale de contact.

De plus, Harris *et al.* [43] ont montré que l'application d'une couche de TiN (3 μm) et d'une bicouche de TiAlN (0,8 μm) / TiN (1,2 μm), sur la surface d'un foret en acier rapide à forte teneur en cobalt, permet d'augmenter sa durée de vie de respectivement 1,4 et 2,6 fois, lors de l'usinage à sec de fonte grise.

La multicouche CrAlN + C/C (trois couches : CrAlN, CrAlN + carbone graphite déposé dans une atmosphère réactive (N_2), puis une couche de graphite C) présente une dureté de 29 GPa, un module d'Young de 415 GPa et un faible coefficient de frottement (de 0,4 après 300 m de frottement lors du test du pion-disque). Ce revêtement est un très bon candidat pour les applications de perçage et d'usinage [37].

Une étude menée par Grimanelis *et al.* [44] a montré qu'un revêtement duplex, composé d'une couche de CrTiBCN, et d'une couche supérieure C/CrTiB, appliqué sur des têtes

de fraises possède un meilleur rendement que TiN monocouche lors de tests sous des conditions réelles d'usinage.

Les propriétés intrinsèques de quelques multicouches au terme d'une étude menée par Ding *et al.* [45] sont résumées dans le tableau.2.1. Tous ces revêtements possèdent une dureté supérieure à la dureté du TiN (21GPa).

Multicouches	Dureté (GPa)	Module d'Young (GPa)
TiN/TiCN/TiC	26	355.4
Al ₂ O ₃ /TiC/TiCN/TiC	27.8	263.9
TiN/TiCN/TiC/TiCN/TiC	21.3	292.9
TiN/TiCN/TiC/TiCN/TiC/TiCN/TiC	25.4	354.2

Tableau.I.2.1. Propriétés intrinsèques de quelques revêtements multicouches étudiés par Ding *et al.* [45]

I.2.1.5. Les revêtements durs en super-réseaux

Récemment, une attention particulière a été prêtée aux multicouches (métaux ou nitrures) avec une période de quelques nanomètres. Ces multicouches sont connues sous l'appellation de super-réseaux ou hétéro-structures.

Plusieurs études ont été menées sur cette nouvelle génération de multicouches : métal/métal (Cu/Fe, Al/Cu, Al/Ag, Cu/Ni) et céramiques (Ti/TiN, TiN/NbN, TiC/TiB₂, TiC/Mo) et montrent que leur dureté varie et peut atteindre 70 GPa. Il a été défini que les propriétés mécaniques de ces super-réseaux dépendent fortement de la période de modulation λ [35]. En effet, en augmentant le nombre de couches, donc la période λ , on augmente la résistance à l'usure [42]. Pour une période de 7 nm, les tests de nanoindentation sur un super-réseau WC-CrAlN montrent que la valeur de la dureté du film est de 40 GPa [24].

Le coefficient de frottement d'un super réseau TiN/CrN en contact avec du carbure de tungstène est de l'ordre de 0,75-0,95, donc plus faible que celui de TiN commercial (1,0-1,20) et présente une résistance à l'usure plus importante. Avec une dureté maximale de 35,4 GPa, il a été montré que l'usure diminue de 9 % par rapport au TiN [46].

En plus de leur haute dureté, les super réseaux peuvent procurer une haute résistance à l'oxydation (TiN/CrN [47]), une amélioration de la ténacité (TiN/NbN [48]), un faible coefficient de frottement (TiAlN/VN [49]) et une haute stabilité thermique (TiN/NbN [50] ou TiN/AlN [51]). Ces revêtements sont également connus pour leur résistance à l'usure. En effet, les poinçons d'estampage revêtus d'un super réseau CrN/NbN [23] montrent une résistance à l'usure faible et des performances en terme de durée de vie augmentées.

I.2.2. Les traitements structuraux (traitements thermo-chimiques)

Ce type de traitements est largement utilisé pour améliorer les propriétés mécaniques des matériaux par diffusion dans leur masse d'éléments sur de faibles profondeurs (<100 μm).

Des atomes étrangers, formant des solutions solides le plus souvent interstitielles, distordent les réseaux cristallins et augmentent la dureté superficielle en créant des contraintes résiduelles de compression, ce qui améliore la résistance à la corrosion et à l'oxydation.

On distingue :

- la diffusion de métalloïdes, carbone, azote, soufre, bore par voie liquide (bains de sels) ou gazeuse et plus récemment, par bombardement ionique.
- la diffusion de métaux, aluminium et chrome notamment, qui améliore la résistance à l'oxydation à haute température.

I.2.2.1. La nitruration

La nitruration a été découverte en 1923 par un technicien de la firme Krupp qui, après avoir chauffé un acier dans une atmosphère d'ammoniac, observa une dureté superficielle anormalement élevée [52].

C'est un traitement thermo-chimique de diffusion consistant à enrichir superficiellement l'acier en azote. L'azote diffuse dans l'acier et forme, avec les éléments d'alliage, des nitrures très fins qui produisent un durcissement structural. La dureté de base des aciers rapides, généralement de l'ordre de 800 à 900 HV, s'accroît alors superficiellement pour atteindre des valeurs supérieures à 1200 HV. Les propriétés des couches nitrurées dépendent dans une large mesure de leur épaisseur et pour conserver une ténacité convenable aux outils en aciers rapides, il ne faut pas que la profondeur durcie excède 50 μm .

I.2.2.2. La nitruration par implantation ionique

La nitruration par implantation ionique fait partie des principaux procédés de nitruration appliqués aux outils en aciers [53]. Ce procédé consiste à former autour des pièces à traiter un plasma contenant des ions d'azote réactifs qui grâce à des tensions de quelques kV à quelques centaines de kV, viennent bombarder la surface de la pièce à traiter [54]. Ce bombardement se traduit par un double effet :

- chauffage des pièces par dissipation de l'énergie cinétique des ions en énergie calorifique,
- implantation d'ions dans l'acier, fournissant l'azote nécessaire à la formation de nitrures métalliques.

En pénétrant dans le matériau, l'ion incident va perdre son énergie cinétique dans des collisions électroniques et nucléaires induisant des phénomènes de freinage. Le freinage nucléaire a pour effet de mettre en mouvement les atomes du substrat, entraînant des collisions en chaînes qui désorganisent localement la structure cristalline du solide (figure.I.2.1)

La répartition finale des ions étant le résultat d'un processus aléatoire, elle est bien représentée par la courbe de Gauss, caractérisée par la position R_p de son maximum et de sa largeur à mi-hauteur $2\Delta R_p$ (figure.I.2.1). Ces deux paramètres suffisent à caractériser, en première approximation, la pénétration d'un ion dans une cible.

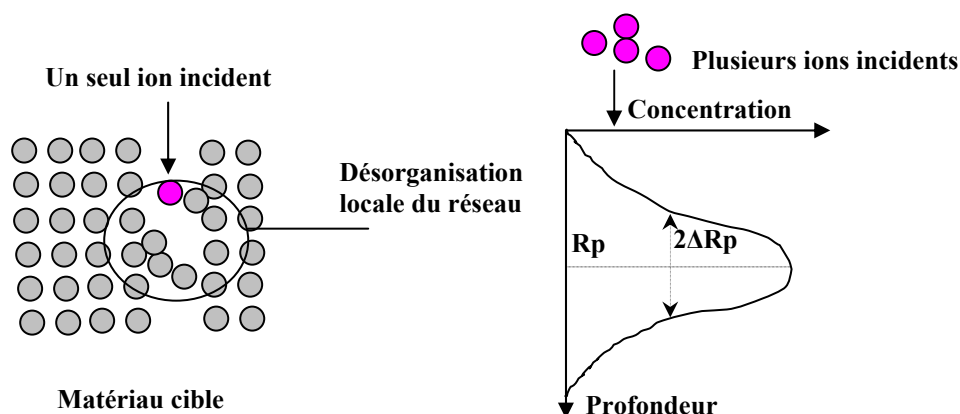


Figure.I.2.1 : Principe de l'implantation ionique [54]

Les avantages de la nitruration par implantation ionique résident dans la possibilité de traiter des outils de très grandes dimensions et de conserver l'état de surface initiale des outils, même les plus fines (poli spéculaire par exemple). Par ailleurs, il est possible, par le procédé de nitruration ionique, d'éviter, en contrôlant le procédé, la formation de la couche de combinaison (ou couche blanche) très fragile en surface.

Ceci étant, l'implantation s'accompagne d'un phénomène d'érosion ou pulvérisation de la surface si l'ion incident possède une énergie supérieure à celle de l'énergie de liaison des atomes du solide.

La nitruration ionique, tout comme les revêtements durs, confère aux outils et composants traités un meilleur comportement. En augmentant la dureté superficielle elle diminue la vitesse d'usure des surfaces traitées [55-58]. Cependant, cette technique de nitruration est unidirectionnelle et se prête mal aux exigences de la production industrielle sur des surfaces complexes. La forme simple des outils utilisés n'a donc pas été un obstacle à leur traitement. De plus, le coût de mise en œuvre d'une implantation ionique se répercute directement sur le coût des pièces produites, ce qui a limité l'application de cette technique à des industries à forte valeur ajoutée (nucléaire, microélectronique,.....).

I.2.3. Conclusion

Il est évident que modifier la nature de la surface des outils d'usinage ou des composants métalliques par l'application de revêtements durs en couches minces ou bien par des traitements thermochimiques améliore la durée de vie de ceux-ci. Ceci étant, face à ce grand panel de matériaux et procédés ainsi que les tests mécaniques employés, dire quel va être le traitement le plus efficace à appliquer aux outils de coupe du bois n'est pas évident et nécessite de s'intéresser aux travaux de recherche effectués dans ce domaine.

I.3. APPLICATION DE TRAITEMENTS DE SURFACES À L'USINAGE DU BOIS

I.3.1. Introduction

Comme nous l'avons vu précédemment, l'application de traitements de surface aux outils d'usinage des matériaux métalliques et plastiques a connu un succès fulgurant ces dernières années en permettant d'augmenter considérablement leur durée de vie.

De ce fait, l'idée d'appliquer cette même technologie aux outils de coupe du bois afin de remédier aux problèmes de leur usure prématurée était évidente. Après quelques années de recherche, les laboratoires travaillant sur ce thème ont admis qu'il n'était pas aussi aisé d'appliquer ce genre de traitements de surface à l'usinage du bois. Le problème majeur qui se manifeste le plus souvent est la délamination du revêtement à cause d'une faible adhérence.

Néanmoins, les résultats obtenus jusqu'à présent à l'issue d'un bon nombre d'études réalisées dans leur majorité sur des appareillages de laboratoire sont assez prometteurs. Ainsi, par l'application de revêtements durs il a été constaté une augmentation de la résistance à l'usure des outils, mais aussi une diminution des efforts de coupe, du niveau des nuisances sonores, de la consommation d'énergie et une augmentation de la qualité des produits finis.

I.3.2. Travaux réalisés dans le domaine de la coupe du bois

Cette étude bibliographique est un complément d'informations sur les investigations effectuées dans le domaine des traitements de surfaces d'outils destinés à la coupe du bois et de ses dérivés. Elle a été effectuée également afin de décider quelles seraient les modifications de surface à étudier dans ce présent travail.

Des recherches bibliographiques sur ce même thème ont été effectuées dans le cadre du travail de thèse de P. Beer [6] et C. Nouveau [59]. Dans ce qui suivra, sont résumés les articles parus dans des revues scientifiques ou dans des actes de conférences en relation avec les travaux de recherche sur les revêtements durs en couches minces applicables à l'usinage du bois et de ses dérivés.

En ce qui concerne l'application de CrN en usinage du bois, lors d'une étude menée par Djouadi *et al.* [60], on a noté que revêtir des plaquettes carbure d'une couche de CrN cubique sur la face de dépouille permettait d'usiner (en défonçage) 2,5 fois plus de panneaux dérivés de bois de type OSB (Oriented Strand Board) qu'avec un outil conventionnel. Un meilleur comportement a été observé avec les carbures revêtus d'une couche de CrN sur les deux faces qui a permis une réduction de l'usure de l'arête par un facteur de 8 après 8000 m d'usinage.

Par ailleurs, dans le but d'éviter l'opération de ponçage qui précède l'application de couches de finition (peinture, vernis, ...) des meubles et des menuiseries, Itaya *et al.* [61] ont testé, en défonçage de hêtre et de chêne japonais, des outils carbures revêtus de CrN uniquement sur leur face de dépouille afin d'évaluer l'état de surface du produit.

Les observations micrographiques ont montré que la surface présentait moins de grains pelucheux et moins de distorsion des tissus comparativement à la surface du bois usinée avec les outils conventionnels. La rugosité de surface du produit usiné avec les outils revêtus était ainsi plus faible que la valeur mesurée sur la surface du bois usinée avec les outils conventionnels. La consommation d'énergie au cours de l'usinage avec les outils revêtus est restée constante jusqu'à 100 m d'usinage, tandis qu'elle n'a pas cessé d'augmenter avec les outils non revêtus.

Il a aussi été montré que l'application de CrC, TiC et TiCN obtenus par méthode CVD et TiN, TiCN et CrN par méthode PVD sur des outils en carbure de tungstène réduisait considérablement l'usure des outils mesurée sur la face de dépouille et ceci en rainurage de panneaux de fibres dures et de panneaux de particules [62]. De plus les dépôts réalisés par PVD étaient plus adhérents que les dépôts réalisés par CVD.

La recherche dans le domaine de l'usinage du bois a aussi connu l'application de multicouches et super-réseaux comme en usinage des métaux et alliages métalliques. Santos *et al.* [63] ont ainsi montré que revêtir des plaquettes carbures de super-réseaux NbN/CrN, lors du défonçage de MDF, a permis d'augmenter leur résistance à l'usure.

Récemment, Sheikh-Ahmad *et al.* [64] ont revêtu de TiN, Ti(N,CN) ou TiAlN₂, réalisés par méthode PVD, des plaquettes carbures. Les tests d'usinage réalisés sur des panneaux de particules ont montré une nette amélioration de la résistance à l'usure de ces outils. Il a également été noté que l'outil revêtu de TiN/TiCN/TiN d'une épaisseur de 5,5 µm présentait une meilleure adhérence observée par une moindre délamination du revêtement sur l'outil.

De plus, des outils carbures ont été revêtus de monocouches de TiN, CrN, TiCN et de multicouches TiN/AlN par PVD [65]. Les multicouches TiN/AlN ont montré une meilleure résistance à l'usure quelle que soit la vitesse de coupe.

Pinheiro *et al.* [7] ont constaté, après avoir testé une gamme de revêtements ternaires en défonçage d'OSB, que CrWN permet d'obtenir la plus faible valeur d'usure et que l'ajout d'inter-couches de cuivre au revêtement TiWN améliore l'adhérence de l'ensemble et par là même augmente la résistance à l'usure de l'outil.

Par ailleurs, DLC a fait l'objet de nombreuses études afin de l'utiliser comme couche anti-usure. Toutefois, la majorité des travaux effectués font état du mauvais comportement de ce revêtement en usinage du bois et de ces dérivés [66-67] causé principalement par une faible adhérence sur les substrats. Sa synthèse, généralement à haute température, diminue fortement la ténacité de l'arête de coupe et induit une augmentation des contraintes internes qui se créent à cause de différents coefficients d'expansions thermiques entre le dépôt et la majorité des substrats [64]. Néanmoins, grâce à sa dureté élevée et à l'absence de liant entre les cristaux de diamant, comme c'est le cas pour les outils carbures, il reste tout de même un revêtement très prometteur pour l'usinage du bois. Plusieurs investigations ont été effectuées dans le but de diminuer sa rugosité et d'améliorer son adhérence. Furukawa *et al.* [68] ont en effet testé des outils revêtus de DLC, d'une épaisseur optimale de 20 µm puis polis par meulage sur leurs deux faces (face d'attaque et de dépouille). Des essais en fraisage de 16 matériaux (13 essences de bois de différentes provenances et climats et 3 dérivés de bois) ont été réalisés dans le but d'observer l'effet du polissage du revêtement sur le

comportement mécanique de ces outils. Au terme de la campagne d'essais, il a été constaté que, pour chaque matériau usiné, la consommation d'énergie induite par l'usinage avec les outils revêtus puis polis était plus faible que celle obtenue avec les outils directement testés après revêtement. Les valeurs obtenues de l'énergie consommée par les outils non polis étaient proches de celles obtenues avec l'outil non revêtu. Ceci a été attribué au fait que les outils revêtus puis polis présentaient un excellent état de surface (rugosité faible) amoindrissant le coefficient de frottement de l'outil sur le bois mais également un faible arrondi d'arête.

De plus, Sheikh-Ahmad *et al.* [12], ont constaté que le traitement préalable de l'arête de coupe des plaquettes en carbure de tungstène par pierrage permettait d'augmenter l'adhérence des couches de DLC et de diminuer ainsi l'usure de l'outil. Ils ont observé qu'après 1525 m d'usinage, les outils pierrés et revêtus d'une couche de DLC de 10 et 15 μm ne présentaient pratiquement pas d'élargissement de l'arête de coupe, (caractéristique de l'usure) alors que l'outil non pierré et non revêtu présentait une valeur d'élargissement de l'arête beaucoup plus grande que la valeur mesurée avant usinage (30 fois supérieure). Il a été noté également que l'outil non pierré mais revêtu présentait un comportement médiocre (fin de vie après 305 m d'usinage).

Dans cette même optique, Morita *et al.* [69] ont voulu observer l'influence des prétraitements de surfaces de plaquettes carbures sur le comportement de DLC en fraisage (défonçage) de MDF et de bois massifs. Pour ce faire, ils ont utilisé deux solutions chimiques et mécano-chimiques: Murakami/ H_2O_2 - H_2SO_4 et Sand-blasting/ HCl - HNO_3 . Les premières observations réalisées au MEB ont montré que l'application d'un prétraitement au Murakami/ H_2O_2 - H_2SO_4 ne conduisait pas à la modification de la géométrie de l'arête de l'outil et permettait ainsi de préserver son acuité. Après dépôt, les outils prétraités avec du Murakami/ H_2O_2 - H_2SO_4 présentaient de faibles valeurs d'arrondi et de rugosité d'arête comparativement aux outils prétraités avec du Sand-blasting/ HCl - HNO_3 . Ces modifications ont eu une conséquence sur le comportement des plaquettes en terme d'usure. En effet, les résultats récoltés après fraisage de MDF et des bois massifs montrent que la combinaison entre un traitement préalable au Murakami/ H_2O_2 - H_2SO_4 et un dépôt d'une couche de DLC de 5, 10, 15 ou 20 μm permettait de diminuer (en fonction de l'épaisseur du dépôt) l'usure des outils et ceci quelle que soit l'essence usinée.

Récemment, un nouveau type de traitement de surface, dit traitement cryogénique, semble améliorer la résistance à l'usure de plaquettes carbures et diminuer les efforts de coupe [70]. La mesure des efforts et les observations réalisées sur les arêtes de coupe montrent que ce traitement réalisé à -33°C réduit considérablement l'usure des outils traités. Ceci fut expliqué par le fait qu'il agit sur le liant cobalt et conduit au maintien des grains de carbures durant l'usinage.

I.3.3. Conclusion

A ce jour, les résultats des expérimentations réalisées en laboratoire avec les outils modifiés en surfaces sont loin d'être concordants. Dans certaines études, des améliorations des performances des outils sont notées tandis que dans d'autres c'est le comportement des outils conventionnels qui l'emporte. Ces performances médiocres causées par la délamination des revêtements sont souvent attribuées aux faibles angles

de bec des couteaux utilisés dans la première transformation du bois et aux vitesses de coupe très importantes.

On note également qu'il y a eu très peu d'études réalisées sur des machines industrielles où le comportement des outils à des sollicitations plus importantes sera différent. En déroulage par exemple, les efforts de flexion en fin d'opération, qui s'exercent sur les outils de grandes tailles, sont plus importants et induisent une plus grande sensibilité aux ébréchures. Ainsi, il est intéressant de tester le comportement mécanique en service d'outils modifiés par des traitements jusque-là jamais utilisés, et notamment en industrie, pour valider leur emploi.

I.4. MODIFICATIONS DES SURFACES 'CHOIX DES MATÉRIAUX'

I.4.1. Introduction

Dans cette partie du chapitre I, nous allons faire un état de l'art sur des revêtements dits classiques (TiN, CrN, Cr₂N et DLC) et la nitruration ionique basse température. Nous avons également voulu effectuer une étude bibliographique sur des revêtements nouveaux (CrAlN et ZrBN).

I.4.2. Films minces « classiques »

Comme présentés dans la partie 2 de ce chapitre, TiN et CrN sont très connus et très utilisés, mais en usinage du bois et tout comme d'autres revêtements, ils ne sont que peu étudiés.

Concernant TiN, deux études font le constat d'un comportement mitigé. CrN a été étudié de façon intensive lors du travail de thèse de Nouveau [59]. Il est tout de même à noter que les tests mécaniques employés ont été réalisés sur des équipements de laboratoire (durée des essais limités et conditions favorables). Effectuer des usinages en industrie, constitue ainsi un excellent point de repère quant au comportement des films minces les plus usuels en coupe du bois.

Appartenant à la famille des films dits « classiques », DLC a fait l'objet de nombreuses études sur son emploi éventuel dans le travail du bois. Son extrême dureté, sa haute conductivité thermique et son faible coefficient de frottement font de ce revêtement un très bon candidat comme revêtement pour outils de coupe. Des dépôts CVD basse pression permettent sa synthèse pour des applications en usinage. De nombreuses études font état de son bon comportement lors de l'usinage d'alliages d'aluminium [71]. Cependant et jusqu'à présent son emploi sous forme de revêtement mince n'a pas encore été réalisé en usinage du bois [64]. La limite majeure à son utilisation en tant que tel est sa faible adhérence sur substrat. Or un traitement dit duplex combinant un traitement thermochimique de nitruration pourrait améliorer l'accrochage de films DLC.

I.4.3. Films minces « novateurs »

I.4.3.1. CrAlN

L'ajout d'éléments métalliques aux revêtements binaires permet d'optimiser les propriétés et d'obtenir des films minces présentant de bonnes caractéristiques physicochimiques et mécaniques. CrAlN est un revêtement commercialisé depuis 2004 par la firme BALZERS. L'ajout d'aluminium à CrN permet d'augmenter la dureté, la résistance à la corrosion et la température d'utilisation. Des tests de dureté Knoop montrent que CrAlN est plus dur que CrN [72].

Lors du formage de l'aluminium semi-solide, des mécanismes complexes d'usure dus essentiellement au phénomène d'accrochage de l'aluminium sur la paroi des moules ont lieu. En utilisant la méthode de mesure de l'angle de contact, il s'avère que le CrAlN est

un revêtement qui améliore la résistance à l'usure des moules. Une comparaison avec CrN montre que CrAlN est plus efficace pour cette application [73]. Ainsi, en seconde transformation du bois où la température de l'arête de coupe peut être très élevée, l'étude du comportement d'un revêtement ayant de bonnes caractéristiques thermiques se justifie.

I.4.3.2. ZrBN

Un autre revêtement nous a semblé intéressant à étudier : ZrBN. Avant de citer les avantages que peut procurer l'addition du zirconium au nitrure de bore cubique c-BN pour la synthèse de films durs de ZrBN en vue d'améliorer ses propriétés physico-chimiques et mécaniques, plus particulièrement l'adhérence, il est important de faire un bref rappel sur le nitrure de bore.

Le nitrure de bore BN est un composé binaire. Il est formé par les premiers éléments des colonnes IIIA et VA du tableau de Mendeleïev qui encadrent le carbone : le bore et l'azote. C'est par conséquent le premier et le plus léger des composés III-V. Synthétisé pour la première fois en 1957 sous forme massive [74], sous haute pression et haute température, ce matériau est considéré comme jeune.

La phase cubique du BN, c-BN, présente quant à elle des propriétés intrinsèques exceptionnelles telle qu'une haute dureté, la plaçant en deuxième position après le diamant. Le c-BN est également très stable thermiquement. En effet, il résiste jusqu'à 1400 °C dans l'air sans oxydation ni transformation en nitrure de bore hexagonal [75].

Bien qu'ayant de fortes similitudes avec le diamant (structure cristalline et propriétés semblables), il lui est préféré pour l'usinage des alliages hautes températures et des alliages ferreux. Il est stable en présence du fer jusqu'à des températures avoisinant 1325 °C, contrairement au diamant [76].

Par ailleurs, le c-BN possède une bonne résistivité et est un bon conducteur de chaleur avec un coefficient de conduction thermique de $-47.10^{-3} \text{ W.cm}^{-1}.\text{C}^{\circ-1}$ à 27°C, tandis qu'à la même température celui du cuivre est de $-14.10^{-3} \text{ W.cm}^{-1}.\text{C}^{\circ-1}$.

Actuellement, il existe des outils de coupe en c-BN massif, très fréquemment utilisés dans le secteur de l'usinage grande vitesse des matériaux métalliques, cependant leur inconvénient reste leur haute fragilité et leur coût très élevé.

Il est évident que les qualités que lui confèrent ses propriétés exceptionnelles citées ci-dessus font « potentiellement » du c-BN un très bon candidat pour des applications industrielles en couches minces sur des outils de coupe ou comme revêtements anti-usure. Mais l'obstacle majeur à son application en tant que tel reste principalement la mauvaise adhérence des films produits sur la majeure partie des substrats utilisés dans l'industrie de l'usinage (métallique ou bois), mais aussi leur faible taux de cristallinité et leurs hautes contraintes internes. Plusieurs études menées ces dernières années [77-79] révèlent qu'au-delà de 200 nm d'épaisseur, les films produits se délaminent prématurément après dépôt.

Depuis sa première synthèse en couche mince par Inagawa *et al.* [80] en 1987, de nombreux chercheurs se sont penchés sur les causes de sa mauvaise adhérence et les voies potentielles à emprunter pour y remédier. Ainsi, il a été émis que cette mauvaise

adhérence est attribuée à la présence de contraintes résiduelles résultant du bombardement ionique continu accompagnant la nucléation, la germination et la croissance des films de c-BN. Une autre raison, qui est la plus retenue, est la formation d'une couche de nitrure de bore d'hybridation sp^2 intermédiaire entre le substrat et le film riche en c-BN et que l'on notera sp^2 -BN. Cette interface se forme durant les premières étapes de la croissance de la couche empêchant la consolidation de l'ensemble. Il est à signaler également, qu'un taux excessif en bore dans la couche favorise la réactivité avec l'humidité de l'air ambiant [81-83].

A partir de ces travaux, des progrès ont été récemment atteints dans la réalisation de films épais de c-BN, grâce principalement au chauffage des substrats à de hautes températures ($\geq 1000^\circ\text{C}$) conduisant à la relaxation des contraintes résiduelles internes dans les films produits. Cependant, ces conditions de températures élevées ne sont pas compatibles avec la majorité des substrats et rendent les équipements de dépôts chers et complexes [77,78,84].

Parallèlement à cela, de légers progrès ont été également réalisés dans la réduction de la formation de la couche sp^2 -BN augmentant par là même l'adhérence du film sur le substrat, mais cependant sans pouvoir éviter sa formation. Lors d'une étude menée par Pugsley *et al.* [10] il a été observé qu'au sein d'un film riche en c-BN, de 20 μm d'épaisseur, réalisé par la technique de jet plasma DC à une température comprise entre 1000-1100 $^\circ\text{C}$, une couche sp^2 -BN de 150 nm reste observable. Yamamoto *et al.* [85] ont prédéposé une couche intermédiaire de carbure de bore BC entre la surface du substrat et le film de c-BN dans le but d'atténuer cette manifestation, mais une couche sp^2 -BN a encore été une fois observée.

Dans cette même optique, Freudenstein *et al.* [86] ont constaté que le dépôt préalable d'une couche intermédiaire de h-BN polarisée graduellement permet d'améliorer l'adhérence de la couche riche en c-BN sur le substrat.

Récemment, un grand nombre d'études laisse présager que la solution à cette faible adhérence peut être trouvée dans le système Zr-B-N. En effet, le Zr possède une grande affinité chimique pour le BN. En se combinant, ils forment des composés d'excellentes propriétés physico-chimiques comme citées dans la littérature et explicitées par les équations (I.4.1), (I.4.2) et (I.4.3) [87-89]. La présence de ces composés au sein de la couche diminuerait l'effet de la couche sp^2 -BN.



Les valeurs des énergies libres de Gibbs des réactions citées ci-dessus sont portées dans le tableau.4.1.

Température [$^\circ\text{C}$]	ΔG [kJ/mol]		
	Réaction 1	Réaction 2	Réaction 3
20	-111.66	131.87	-180.50
2127	-98.31	-181	-153

Tableau.I.4.1. Énergie de Gibbs des réactions (I.4.1), (I.4.2) et (I.4.3) [87-89]

Parmi ces produits, ZrB_2 pour ne citer que lui, est un composé réfractaire thermodynamiquement stable, dur et excellent conducteur électrique avec une température de fusion très élevée. Ces excellentes propriétés sont probablement dues à sa structure cristalline dominée par la liaison covalente qui lie les deux atomes de bore de la molécule. Bien que ZrB_2 ne possède pas une dureté plus importante que celle du TiB_2 et HfB_2 il n'en demeure pas moins plus résistant à la corrosion [90].

Des tests de corrosion ont été réalisés sur des échantillons d'acier revêtus de ZrB_2 et de $ZrBN$ dans une solution artificielle sucrée à 37 °C [91]. Aucune perte de brillance schématisée par la constante de brillance L^* après 168 h d'immersion n'a été observée. Les résultats au terme des campagnes d'essais d'usure réalisées au pion-disque sur ces mêmes échantillons ont révélé une très bonne résistance de ZrB_2 à l'usure par abrasion.

De nos jours ZrB_2 est appliqué dans deux domaines : comme revêtement résistant à l'usure sur les outils de coupe [92] et comme absorbeur photo thermal [93,94].

Pour étudier la nature des interactions qui peuvent se produire dans le système Zr-B-N, Benko *et al.* [95] ont utilisé un algorithme appelé VCS (*Virtual Carrier Sense*). Le but de leur étude était de vérifier la fiabilité des résultats obtenus grâce à ce programme par l'expérimentation. Le calcul a été réalisé dans une gamme de pressions comprises entre $1.3.10^{-3}$ et 10^7 Pa, de températures entre 27-2100°C et pour des rapports de ratio molaires de BN/Zr de 1/1 et 2/1. A l'issue de leurs calculs, il a été constaté, que les composés qui peuvent être formés sont : BN (s), ZrB_2 (s) et ZrN (s). Afin de s'assurer des résultats obtenus grâce à ce programme, ils procédèrent à l'expérimentation. Pour ce faire, deux mélanges correspondant à des ratios molaires de 1/1 et 2/1 à partir de poudre de BN (ABN-300, De Beers, taille de grains : 3-5 μ m) et de Zr (HC Starck, taille de grains : 3-5 μ m) ont été réalisés mécaniquement dans de l'éthylène. Par la suite, ils ont compacté les mélanges obtenus sous une pression de 2.10^2 Pa sous forme de pastilles qu'ils ont chauffées entre 1300 et 1600°C et sous différentes pressions pendant 1 heure. Par le biais de la diffraction des rayons X, il a été montré que les trois composés formés étaient bien ceux prévus par la simulation.

Par ailleurs, Wong *et al.* [96] ont étudié un dépôt multicouche (couche de Zr + couche de sp^2 -BN + couche riche en c-BN) élaboré dans une enceinte équipée de 2 canons à ions de type Kaufman (3 cm). Ils ont démontré, par le biais de profils de concentration réalisés par XPS (spectroscopie de photoélectrons X) et des observations par MET (microscopie électronique à transmission), qu'un recuit de cette couche opéré à une température de 900 °C pendant 1 heure transformait complètement la couche intermédiaire d'hybridation sp^2 en une couche formée par des composés de zirconium : Zr pur, nitrure, borure et oxyde de zirconium.

Prieto *et al.* [97] ont constaté que le bombardement ionique d'ions Ar^+ de faible énergie (20-100 eV) d'une multicouche Zr/BN conduisait au mélange total de ces deux couches formant ainsi une couche unique composée de produits ternaires du système Zr-B-N. Cette couche a d'ailleurs exhibé une grande résistance à l'usure. Il fut noté également que le bombardement avec des ions N^+ ne modifiait pas la structure initiale de la multicouche.

Ces dernières années, il est devenu évident que bombarder un film avec des ions durant le dépôt affecte sa microstructure, sa microchimie et ses propriétés physiques [98,99].

Plus récemment, il a été montré que poursuivre le dépôt de multicouches de type M/BN (M=Ti, Zr, Hf,...) par des recuits à des températures moyennes permet l'élaboration de films durs composés majoritairement de boro-nitride de métal [100,101]. Il fut constaté que l'ajout d'une couche intermédiaire de Zr améliore l'adhérence du film et la couche externe de BN stabilise l'ensemble contre l'oxydation.

Concernant le comportement mécanique de ZrBN en usinage, Holzschuh *et al.* [102] ont réalisé des tests de fraisage sur un acier de nuance 40CrMnMo7 de $R_e = 1000 \text{ N/mm}^2$ sans lubrification avec des plaquettes en carbure grade K40 revêtues de ZrBN de 5 à 6.5 μm , TiBN et ZrN. Les conditions d'usinage pour cette campagne d'essais étaient les suivantes : vitesse de coupe de 150 m/min, avance par dent de 0.2 mm, largeur radiale de coupe de 100 mm et profondeur de passe de 3 mm. Durant cette campagne, la largeur du flanc d'usure, les craquelures thermales et le taux de délamination ont été mesurés à des intervalles réguliers à l'aide d'un microscope optique. Sous ces conditions d'usinage, il fut observé que la largeur du flanc d'usure de l'outil revêtu de ZrBN était presque identique à celle de l'outil de TiBN et était moins importante que celle de l'outil revêtu de ZrN.

En usinage du bois, Chala *et al.* [103] ont effectué des tests de microdéroulage sur du hêtre massif. Il en a résulté qu'après 2500 m d'usinage, l'outil revêtu d'une couche de ZrBN de 1 μm a permis de réduire le recul d'arête de moitié.

En traitant l'outil au préalable par nitruration ionique à basse température dans un plasma de 80% de N_2 et 20% de CH_4 , l'auteur a pu usiner 6,5 fois plus de bois qu'un outil témoin pour une même valeur d'usure.

I.4.4. Conclusion

Suite aux résultats de cette recherche bibliographique, étudier le comportement d'outils modifiés par des films connus tels que TiN, CrN et DLC ou bien des traitements de nitruration ionique en usinage de bois industriel se justifie. En effet, la grande majorité des études menées dans le domaine de la coupe du bois a été réalisée en laboratoire où les conditions expérimentales sont fondamentalement différentes de celles utilisées en industrie où les couteaux (de grande tailles) ne sont pas soumis aux mêmes sollicitations : cinétique de coupe, grandes installations (machines de déroulage et tête de fraisage), distance de coupe et temps d'emploi des couteaux, bois très hétérogène, corrosion, chocs.....

Nous nous sommes par la suite intéressés au développement de nouveaux revêtements ternaires (CrAlN et ZrBN) dans le but de les appliquer aux outils de coupe du bois.

CHAPITRE II. MÉTHODES EXPÉRIMENTALES

CHAPITRE II. MÉTHODES EXPÉRIMENTALES

Introduction

Ce chapitre est dédié aux moyens expérimentaux utilisés lors de ce travail de thèse. Il se subdivise en deux grandes parties : l'une sera consacrée à la présentation des procédés de dépôts PVD utilisés, ainsi que les techniques de caractérisations physico-chimiques et mécaniques des films élaborés. Ces différentes méthodes ont été employées dans le but d'obtenir des couches présentant les meilleures propriétés mécaniques possibles. Après optimisation des films, ceux-ci ont été appliqués sur outils de coupe afin de vérifier leur aptitude 'ou non' à améliorer leur durée de vie.

Lors de la seconde partie, nous ferons une revue des différentes méthodes d'usure et d'usinage du bois que nous avons employées. Pour la première transformation du bois, nous avons réalisé sur des outils non modifiés dans un premier temps et modifiés dans un second : des tests d'usure de microdéroutage, du déroulage industriel en laboratoire et enfin du déroulage en industrie. Par ailleurs, dans des conditions de coupe beaucoup plus rudes, des outils traités ont été employés en production de plaquettes de bois par têtes canter directement en scierie. En ce qui concerne la seconde transformation du bois, des essais de fraisage (défonçage) de MDF avec plaquettes carbures revêtues ont été réalisés en laboratoire sur une fraiseuse 3 axes industrielle.

II.1. ÉLABORATION ET CARACTÉRISATION DES FILMS

II.1.1. Procédures d'élaboration des films minces

Pour les besoins de notre étude nous avons utilisé deux bâtis de pulvérisation cathodique. Un bâti de pulvérisation magnétron constitué d'une seule cible (configuration initiale) pour l'élaboration de couches de TiN et CrN. Après modifications, ce bâti a été transformé en dual magnétron (constitué de deux cibles cofocales) afin de réaliser des couches de CrAlN. L'élaboration de couches de ZrBN a quand à elle été faite par pulvérisation triode.

II.1.1.1. Bâti de pulvérisation magnétron R.F.

Ce support de dépôts de type « NORDIKO 3500 » peut être subdivisé en trois parties : un système de pompage, une enceinte de dépôts et une armoire électrique (figure.II.1.1.).

a- Le système de pompage

Constitué de deux pompes '1', il permet d'atteindre un vide résiduel de l'ordre de 10^{-5} Pa. Après mise en place des substrats à revêtir, une pompe à palettes assure un vide de l'ordre de 1 Pa. Un système automatisé permet à une électrovanne placée sur le conduit de pompage de passer le relais à une pompe cryogénique qui assure l'obtention du vide secondaire. Due à l'absence d'un sas d'introduction des échantillons, un pompage de 24 h est nécessaire pour atteindre un vide résiduel satisfaisant ($1-2 \times 10^{-4}$ Pa) ce qui nous a limités à un dépôt/jour.

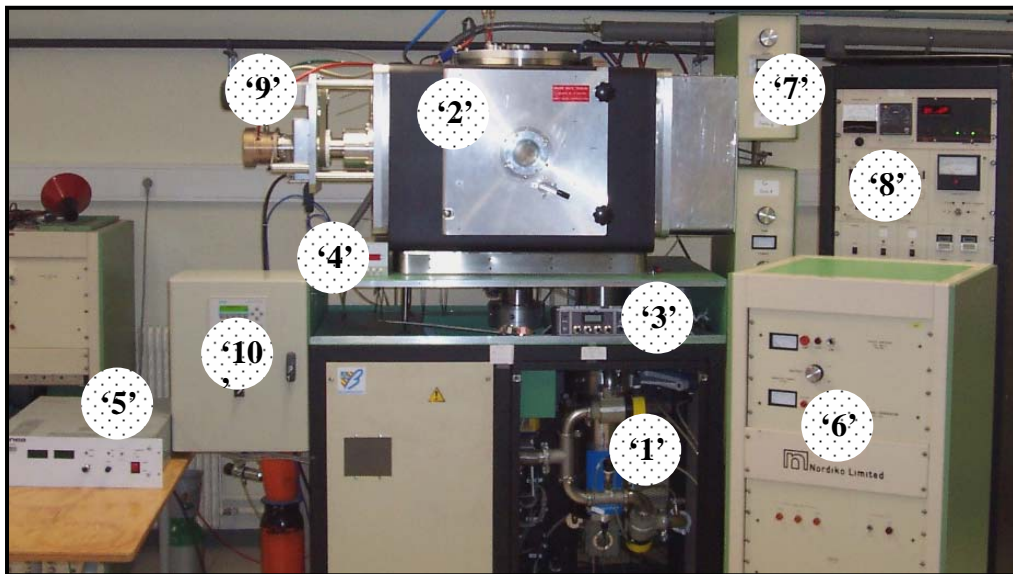
b- L'enceinte de dépôts

C'est un cube en acier inox dont les parois sont refroidies par une circulation d'eau sur lesquelles viennent se condenser les gaz à évacuer. Le vide dans l'enceinte est estimé grâce à un ensemble de jauges de Pirani et Penning. Des débitmètres massiques '3' permettent de réguler le flux (100 sccm max) d'introduction des gaz. Avant élaboration des films, de l'argon pur est introduit pour nettoyer les substrats et la cible par décapage ionique tandis que de l'azote est admis par la suite pour réaliser les dépôts de nitrure. Le contrôle des pressions partielles et des pressions de travail se fait à l'aide d'une jauge capacitive Baratron '4'. Un porte-substrats (PS) sur lequel sont placés les échantillons, est relié à une alimentation DC '5' afin d'assurer leur polarisation lors de leur nettoyage ou du dépôt. La cible constituée du matériau à pulvériser est reliée à un générateur R.F (13,56 MHz) de puissance variable de 0 à 1250 W '6'. Un aimant permanent est placé au dos de la cible afin d'augmenter la trajectoire des électrons au voisinage de celle-ci pour maintenir une décharge plasma stable (effet magnétron). Grâce à des circuits d'accord '7' (adaptateurs de l'impédance du générateur à celle du plasma) placés entre la cible et le générateur, la puissance réfléchie a été maintenue en-dessous de 10% de la puissance incidente. La création d'un plasma autour de la cible magnétron suite à l'application de la puissance RF induit une tension d'auto-polarisation. La mesure de cette dernière s'est avérée plus pertinente que la mesure de la puissance RF, elle

constitue un paramètre clé pour le contrôle et la reproductibilité des dépôts. Un cache en inox adjacent à la cible permet d'une part de l'isoler durant le nettoyage et d'autre part de bien contrôler le temps de dépôt en ouvrant le cache qu'une fois que le régime permanent sur la cible est atteint. Un hublot situé au centre de la porte de l'enceinte permet une observation du plasma ce qui rend possible sa caractérisation optique par spectroscopie d'émission.

c- Armoire électrique de contrôle '8'

Cet automate est l'interface qui permet l'amorçage ou l'arrêt du pompage, l'introduction des gaz, la régénération périodique de la pompe cryogénique, la lecture de la pression dans l'enceinte et dans la gorge de la pompe secondaire ainsi que la température de cette dernière.



'1' système de pompage, '2' enceinte de dépôt, '3' débitmètres massiques, '4' jauge Baratron, '5' alimentation DC, '6' générateur RF 13,56 MHz, '7' adaptateur d'impédance, '8' cadran de contrôle, '9' moteur de rotation du porte-substrats (PS), '10' automate

Figure.II.1.1 : Bâti de pulvérisation magnétron

II.1.1.1.1. Configuration initiale du bâti

Dans sa configuration de départ, l'enceinte de dépôt était constituée principalement d'un porte-substrats en cuivre (PS) fixe '11', de forme circulaire (\varnothing 200 mm). Il était placé sur un axe horizontal à 80 mm d'une cathode magnétron '12' (\varnothing 100 mm) comme le montre la figure.II.1.2.a.

Dans cette configuration deux cibles de Titane puis de Chrome de pureté respective 99,97 et 99,98% ont été utilisées pour réaliser les films de TiN et CrN.

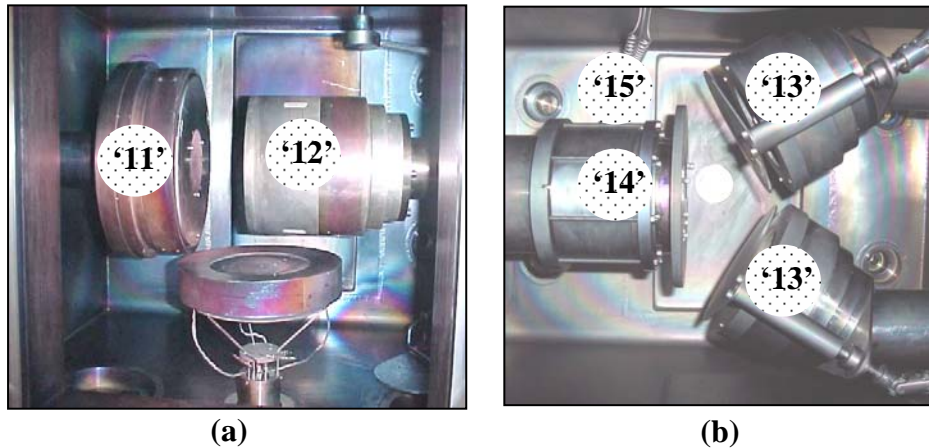


Figure.II.1.2 : Intérieur de l'enceinte de dépôts : (a) avant modifications, (b) après modifications

II.1.1.1.2. Configuration après modifications en « dual magnétron »

Les modifications survenues sur le bâti de pulvérisation magnétron consistaient essentiellement à :

- Remplacer la cathode verticale '12' par deux cathodes cofocales indépendantes '13' (générateurs et caches)
- Mettre en place un moteur permettant la rotation du PS '14' avec une vitesse de 0 à 30 tr/min
- Installer une microbalance à quartz '15' afin d'évaluer la vitesse de dépôt.

Un automate programmable 'Siemens SIMATIC C7-621' '10' gère la rotation du moteur et l'ouverture des caches selon des séquences choisies. La machine modifiée comporte deux cathodes convergentes vers un PS vertical et rotatif. La figure.II.1.2.b montre l'intérieur de la nouvelle enceinte. Deux générateurs R.F '6' couplés à deux adaptateurs d'impédance '7' permettent l'alimentation des deux cathodes indépendamment l'une de l'autre.

Pour réaliser nos dépôts, nous avons utilisé une cible frittée CrAl avec une teneur de 55% de chrome et 45% d'aluminium (massique).

II.1.1.1.3. Conséquences liées aux modifications

Les modifications effectuées sur le bâti magnétron étaient importantes, elles ont induit quelques problèmes de fonctionnement qu'il nous a fallu résoudre.

a- La décharge plasma

Afin d'obtenir une décharge plasma nous avons accordé les adaptateurs d'impédance et contrôlé les masses électriques et les isolations des différentes pièces de la cathode. Après de nombreux essais infructueux, le taux de puissance réfléchi se maintenait à 100%, nous avons constaté que le problème provenait du carter de cathode. En effet, ce dernier avait été remonté avec des entretoises trop longues. Une distance trop importante entre ce carter et la cible induisait la formation d'un plasma entre ces deux pièces. Un usinage du carter a permis de supprimer les entretoises et de ramener le carter à une

position correcte. Nous avons également modifié la seconde cathode. Ces modifications ont permis d'obtenir un plasma avec un taux de puissance réfléchi très faible.

b- Puissance réfléchi et extinction de la décharge

Une augmentation de la puissance réfléchi en cours de dépôt a été observée. Ce phénomène est dû essentiellement à l'usure de la cible et à l'encrassement des cathodes. En effet, du fait de leur position, les cathodes sont sujettes à l'encrassement. Leur proximité favorise la pollution de l'une par l'autre notamment pendant les phases de nettoyage de la cible. De plus l'inclinaison de la cathode « basse » et la position de son cache favorisent la chute de fragments de dépôts (délaminage des dépôts sur les caches), entre la cible et le carter de cathode. Ceci crée des courts-circuits entre la cible polarisée et le carter à la masse. Le plasma s'interrompt alors sans qu'il soit possible de le réamorcer. Pour éviter que ce phénomène ne se manifeste souvent, nous procédons au nettoyage systématique de la cible à chaque remise à l'air.

c- Vide résiduel (10^{-2} Pa)

Après la modification du bâti, il nous était impossible de retrouver les performances en vide du système d'où une forte probabilité de l'existence d'une fuite au niveau de l'enceinte ou du joint tournant du PS. Afin de détecter cette fuite nous avons utilisé une méthode de ressuage. Elle consiste à répandre de l'alcool (pression de vapeur saturante élevée) sur certaines zones du bâti et à l'infiltrer dans les défauts débouchants en s'aidant d'un jet d'air comprimé. Une introduction de vapeur d'alcool se traduit par la remontée de la pression contrôlée par la jauge Penning. Cette méthode qui paraît à première vue rudimentaire est relativement efficace surtout dans le cas de grosses fuites. Néanmoins, dans notre cas, nous n'avons pas réussi à détecter notre fuite. Nous avons par la suite utilisé une méthode de détection plus sophistiquée qui a donné de meilleurs résultats (§ II.1.2.2).

d- Défocalisation du plasma et vitesse de dépôt

L'observation visuelle du plasma illustrée par la figure.II.1.3 indiquait que ce dernier ne se focalisait pas au centre du PS. De plus, nous avons noté que lors des dépôts de TiN réalisés à vitesse de rotation nulle, la partie du PS la plus proche de la cible était recouverte d'un film de couleur dorée, l'autre moitié d'un film plus sombre d'où une importante inhomogénéité de l'épaisseur des films déposés.

Afin de comprendre les raisons de non focalisation du plasma, la question de l'influence d'une cathode sur l'autre s'est posée. Chaque cathode est équipée d'aimants permanents induisant tout autour un champ magnétique. Ces champs dont l'intensité dépend de la taille des aimants permanents peuvent interagir entre eux.

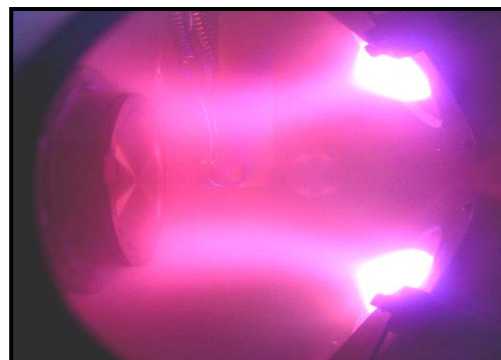


Figure.II.1.3 : Plasmas déviés

Pour vérifier cela, nous avons enlevé l'aimant d'une cathode et nous avons créé une décharge plasma. Il s'est avéré que les aimants de la nouvelle configuration induisaient une défocalisation du plasma. Ainsi, nous avons remplacé les aimants par des bandes magnétiques que nous avons ajustées progressivement jusqu'à avoir un effet magnétron acceptable qui n'a pas affecté le plasma.

Par la suite, nous avons mesuré les vitesses de dépôt ainsi que l'homogénéité de l'épaisseur des dépôts sur le PS. Pour ce faire, une bande de silicium (150 mm de long) passant par l'axe du PS a été fixée à l'aide de pinces disposées tous les 20 mm. Des dépôts d'AlN ont été réalisés. La variation de couleur de ce revêtement en fonction de son épaisseur a été utilisée pour mettre en évidence les zones de plus importante vitesse de dépôt. Après mesure des épaisseurs des couches obtenues, nous avons constaté que les vitesses de dépôt étaient faibles (la vitesse moyenne de dépôt au centre du PS est de 330 nm/h) et ceci quelles que soient les conditions de dépôt. Afin de remédier à ce problème, une couronne en aluminium (100 mm de long) a été rajoutée pour rapprocher le PS des cathodes. La distance étant devenue la même que lors de la configuration avant modifications (80 mm), nous avons pu obtenir pour certaines conditions de dépôts, des vitesses de l'ordre de 1 $\mu\text{m}/\text{h}$ pour CrAlN de plus et afin d'éviter l'hétérogénéité potentielle des couches minces, nous avons positionné les échantillons à revêtir au centre du PS sur un diamètre de 60 mm.

II.1.1.2. Bâti de pulvérisation triode

Le bâti de pulvérisation triode que nous avons utilisé (figure.II.1.4) est un ancien bâti de pulvérisation Thomson CSF prévu pour le dépôt de couches métalliques [75]. Ce bâti se présente sous forme d'une enceinte de dépôts parallélépipédique en acier inoxydable '1' à l'intérieur de laquelle on trouve un filament de tungstène '2' qui émet les électrons nécessaires à l'amorce du plasma lorsque ce dernier est alimenté par un fort courant.

Placée en vis-à-vis, une anode '3' polarisée positivement capture les électrons émis. Le champ magnétique créé par un système de bobines escamotables '4' a pour effet de ralentir l'attraction des électrons par l'anode et d'augmenter sous effet magnétron la distance moyenne parcourue par les électrons permettant ainsi un perpétuel renouvellement des espèces énergétiques.

Le matériau à pulvériser '5' est un disque de 4'' (Ø 10,16 cm) monté sur un support qui peut contenir jusqu'à 6 cibles de 2''. Pour l'élaboration des couches de ZrBN une cible frittée de ZrB_2 de 3'' de diamètre a été utilisée. Deux caches en inox '6' permettent d'isoler individuellement la cible et le PS lors des phases de nettoyage *in situ*. Ces caches sont en position ouverte pendant le dépôt.

Même si le système ne comporte pas de chauffage du substrat, la température que peuvent atteindre les substrats a été évaluée à 300 °C. À cet effet, une circulation d'eau permet de refroidir le PS, le filament de tungstène, la cible et les parois de la chambre.

L'utilisation d'un générateur R.F de 13,56 MHz '7' relié au PS par l'intermédiaire d'un adaptateur d'impédance '8' nous a permis de réaliser des dépôts en « bias sputtering » nécessaire à la formation de la phase cubique du BN dans les films de ZrBN.

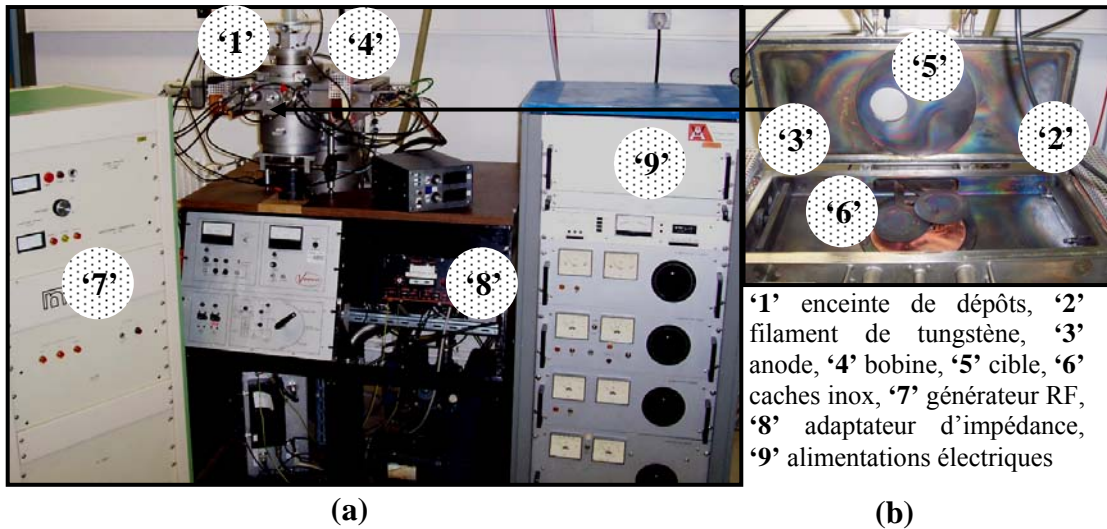


Figure.II.1.4 : (a) Vue d'ensemble du bâti, (b) Intérieur de l'enceinte de dépôts

Le groupe de pompage est constitué d'une pompe à palette de type Welch Model 1397 qui permet l'obtention du vide primaire et assure l'évacuation des vapeurs de gaz au niveau du refoulement de la pompe secondaire qui est une pompe à diffusion. L'utilisation d'une pompe secondaire avec une vitesse de pompage de l'ordre de 2000l/s [104] permet d'obtenir un vide poussé après un temps relativement court. La mesure des pressions dans l'enceinte est réalisable à l'aide de deux jauges : Pirani et Bayard-Alpert. Des débitmètres massiques placés en amont des lignes de gaz permettent l'introduction et le contrôle du flux gazeux introduit dans l'enceinte. Comme dans le cas du bâti magnétron, nous avons réalisé nos films dans un mélange d'argon et d'azote avec différentes proportions.

Une armoire électrique ‘9’ rassemble toutes les alimentations nécessaires au maintien et au contrôle de la décharge. Elle comprend les alimentations en courant continu du filament de tungstène (15-25 A) et des bobines (0-3 A) ainsi que les alimentations en tension de la cible (0-2000 V), et de l'anode (100-250 V).

L'inconvénient majeur d'un tel dispositif réside dans le changement fréquent du filament chaud lorsque l'on travaille avec des gaz réactifs. Néanmoins, il permet d'obtenir d'importantes vitesses de dépôts et de travailler à de faibles pressions.

II.1.1.3. Substrats et protocole de dépôts

II.1.1.3.1. Substrats

Les dépôts ont été appliqués sur un grand panel de substrats selon nos besoins. Néanmoins, des substrats de silicium <100> polis deux faces ont été systématiquement utilisés afin de disposer de surfaces propres et de s'affranchir de l'effet de la rugosité de surface. Des échantillons de $10 \times 10 \text{ mm}^2$ ont été découpés à partir de wafers monocristallins (épaisseur de $380 \mu\text{m} \pm 20 \mu\text{m}$). La découpe par clivage a été réalisée minutieusement à l'aide d'une pointe diamant de façon à ce que l'on ne crée pas de substrats précontraints avant dépôt.

Des supports carrés d'aciers (90CMV8) ont également été préparés. Des dimensions de $10 \times 10 \times 1 \text{ mm}^3$ ont été utilisées pour des analyses telles que l'EDS, la DRX, l'XPS et le scratch-test, alors que des échantillons plus volumineux ($20 \times 20 \times 4 \text{ mm}^3$) ont été réalisés pour des tests tribologiques. Avant les dépôts, un polissage au papier abrasif (SiC, Ø 800) a permis de leur conférer une rugosité de surface proche de celle des outils de coupe du bois. Pour les tests par nano-indentation nous avons utilisé des substrats de verre et de silicium.

Après optimisation des conditions de dépôt, des outils de coupe du bois ont été revêtus : des plaquettes carbures pour les tests de défonçage de MDF et des couteaux en acier pour les tests de microdéroulage de hêtre et de MDF.

II.1.1.3.2. Nettoyage des substrats

a- Nettoyage *ex situ*

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 quelle soit 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.

Les échantillons sont nettoyés selon la séquence suivante [105]

- ▶ Trichloréthylène (à 99,5%) pendant 5 minutes dans un bac à ultrasons,
- ▶ Acétone pure (99,5%) pendant 5 minutes dans un bac à ultrasons,
- ▶ Ethanol absolu (99,5%) pendant 5 minutes dans un bac à ultrasons.

A la fin de chaque étape, les substrats sont rincés à l'eau déionisée et stockés dans des piluliers contenant de l'éthanol absolu jusqu'à leur utilisation.

b- Nettoyage *in situ*

Pour quantifier l'épaisseur de couche enlevée lors du décapage ionique *in situ* des substrats de silicium en pulvérisation triode, nous avons procédé à des mesures de perte de masse par pesée des échantillons avant et après nettoyage. Ce dernier s'est effectué sous flux d'ions argon (Ar^+) pendant 5 min et sous une tension d'auto-polarisation (Tap) égale à -280V. Un exemple de mesure est donné dans le tableau.II.1.1.

	Échantillon 1		Échantillon 2	
	Avant nettoyage	Après nettoyage	Avant nettoyage	Après nettoyage
Pesée 1 (mg)	68.3442	68.3386	45.1315	45.1225
Pesée 2 (mg)	68.3477	68.3410	45.1326	45.1217
Moyenne (mg)	68.3459	68.3398	45.1320	45.1221
Δm (μg)	6.1		9.9	

Tableau.II.1.1 : Mesure de perte de masse sur deux échantillons de silicium avant et après dépôt

Étant donné la masse volumique du Si : $\rho = 2.33 \text{ g/cm}^3$, le calcul s'est déroulé comme suit :

$$\rho = \frac{\delta m}{\delta v} = 2.33 \Rightarrow \delta v = \frac{\delta m}{2.33} \Rightarrow \delta v = 2.61803 \text{ cm}^3$$

Si l'on suppose que le poids des impuretés présentes en surface avant dépôt est négligeable devant le poids de la couche érodée et que les échantillons utilisés ont une forme bien carrée ($10 \times 10 \text{ mm}^2$), on a alors :

$$1 \times 1 \times \text{épaisseur} = 2.61803 \text{ cm}^3 \Rightarrow \text{épaisseur (enlevée)} = 2.61803 \cdot 10^{-8} \text{ m} = 26.1803 \text{ nm}$$

Sachant que la valeur de la couche d'oxyde natif est dans notre cas d'une dizaine de nanomètres, une valeur de 30 nm est relativement élevée de plus elle est susceptible d'introduire une erreur non négligeable sur nos mesures d'épaisseur. Le temps de nettoyage a donc été abaissé à 3 mn pour la même tension appliquée. Le même raisonnement a été adopté en pulvérisation magnétron où la durée de nettoyage a aussi été fixée à 3 mn.

II.1.2. Techniques de caractérisations physico-chimiques

II.1.2.1. Microscopie électronique à balayage (MEB)

Le principe de fonctionnement du MEB est basé sur l'interaction rayonnement/matière [106]. En effet, quand un faisceau d'électrons incident interagit avec la surface de l'objet à analyser divers phénomènes se produisent : diffusion et diffraction d'électrons, émission d'électrons secondaires, d'électrons rétrodiffusés, d'électrons Auger, de photons X, ... Si on associe à chaque type d'émission le détecteur correspondant, une grande diversité d'informations sur l'échantillon peut-être obtenue. L'optique électronique et la courte longueur d'onde du faisceau permettent l'obtention des images avec une grande résolution (ordre de grandeur 4 nm) et une bonne profondeur de champ.

Fonctionnement d'un MEB

La production du faisceau d'électrons se fait dans un canon à électrons par effet thermoélectronique à partir d'un filament de tungstène porté à une température de l'ordre de 3000 °C. Les électrons produits sont accélérés grâce à une tension appliquée entre le canon à électrons et l'objet à analyser. Les tensions d'accélération appliquées se situent entre 0 et 30 kV. Des bobines électromagnétiques et des diaphragmes assurent le guidage, la focalisation et le balayage du faisceau jusqu'à la surface de l'échantillon.

Les électrons secondaires et rétrodiffusés sont récoltés chacun par leur détecteur respectif. Le signal est modulé par une chaîne électronique et synchronisé avec le balayage d'un tube cathodique.

L'opération se déroule sous un vide se situant entre 10^{-4} et 10^{-5} Pa constamment maintenu dans la colonne et la chambre d'analyse afin d'éviter tous risques de contamination de l'enceinte, d'oxydation de la source ou de l'échantillon et pour éviter les collisions qui peuvent se produire entre électrons et particules de l'air (phénomène de freinage). Les échantillons ne nécessitent pas de préparation spécifique mais le dépôt

de film conducteur d'or ou de carbone s'impose lorsque l'on veut observer des échantillons isolants. La préparation des échantillons se réduit à un nettoyage à l'éthanol éventuellement dans un bain d'ultrasons. Dans le cas de matériaux diélectriques, la recherche d'une imagerie de grande qualité se fera après évaporation d'une couche d'or ou de carbone. Par ailleurs, le fonctionnement en mode 'vide partiel' permet d'obtenir une très bonne qualité d'image sans application d'aucun revêtement spécifique et autorise ainsi l'analyse des surfaces.

Le MEB « Jeol 5900 LV » du LaBoMaP du CER de Cluny nous a permis de réaliser des observations de surface sur les couches produites ainsi que des mesures d'épaisseur. Ces observations ont aussi été utilisées comme une première caractérisation de l'état de contraintes internes des films. Une illustration de la surface d'un film de ZrBN très contraint est portée sur la figure.II.1.5.a. Sa surface présente des éclatements sous forme de 'cloques'.

Avant dépôt, des observations sur les arêtes des plaquettes carbures ont été systématiquement réalisées, afin de s'affranchir d'une erreur d'interprétation des résultats que peut engendrer l'emploi de plaquettes préalablement endommagées. Lors de l'acquisition de ces images, il s'est avéré que très souvent, ces dernières présentent régulièrement des ébréchures (figure.II.1.5.b). La fragilité de l'arête, conférée par l'arrachage aisé des grains de carbures lors de l'affûtage ou du transport, a conduit à éliminer une grande partie de ces outils pour les essais d'usinage. Une attention très particulière a été portée quant à l'état initial de l'arête des outils.

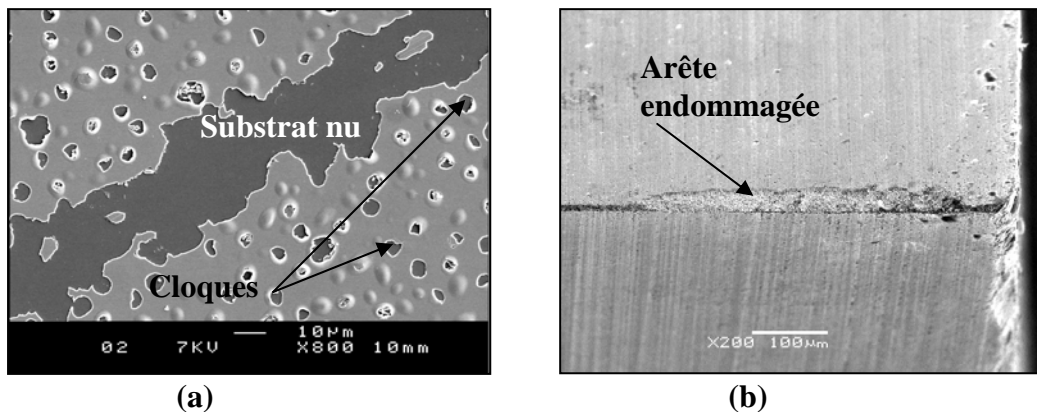


Figure.II.1.5. Images MEB : (a) Surface d'une couche de ZrBN, (b) Arête de coupe endommagée d'une plaquette carbure avant dépôt

En ce qui concerne l'observation de la morphologie des films réalisée sur des tranches obtenues après clivage d'échantillons « *cross-section* », elle a été effectuée à l'Institut des Matériaux Jean Rouxel de Nantes (IMN) grâce au MEB « Jeol 6500 » muni d'une source à effet de champ. Cette dernière autorise une densité de signal plus importante qu'un filament en tungstène et une meilleure résolution à fort grandissement.

II.1.2.2. Spectrométrie à dispersion d'énergie (EDS)

Couplé au MEB, le détecteur EDS permet de faire des analyses chimiques de surface, qualitatives et quantitatives avec une pénétration d'environ 1 µm (poire d'interaction) variant selon l'énergie du faisceau d'électrons incident et la densité du matériau.

Le détecteur se présente sous forme d'un monocristal de silicium compensé partiellement au lithium. Son positionnement adéquat (dans notre cas, en croisant la surface de l'échantillon à une distance de 10 mm de la sortie de colonne) permet de récolter un maximum de photons X caractéristiques, émis lors du changement de niveau d'énergie des électrons (désexcitation).

Chaque raie d'émission est caractéristique de l'élément excité, un logiciel permet de traiter le spectre obtenu et de déterminer les proportions massiques et atomiques. Ainsi avec cette analyse, la stoechiométrie des films a pu être obtenue. La résolution du système est de 129 eV pour une tension de 20 kV appliquée sur un échantillon de manganèse. Nos travaux ont été réalisés avec une tension de 5 kV afin de localiser le volume d'interaction sur l'épaisseur du dépôt (ordre de grandeur : 300 nm dans une couche de nitrure de chrome), cette résolution était ainsi encore meilleure et a permis de travailler sur les raies de basse énergie. Une analyse par EDS a été systématiquement réalisée après chaque dépôt. La figure.II.1.6 présente deux spectres EDS issus de l'analyse d'échantillons de ZrBN et de CrAlN. Compte tenu des profils obtenus, nous avons constaté une présence importante d'oxygène dans les films produits. Les résultats des analyses quantitatives ont confirmé ces résultats en donnant respectivement 28 et 10% atomiques d'O₂.

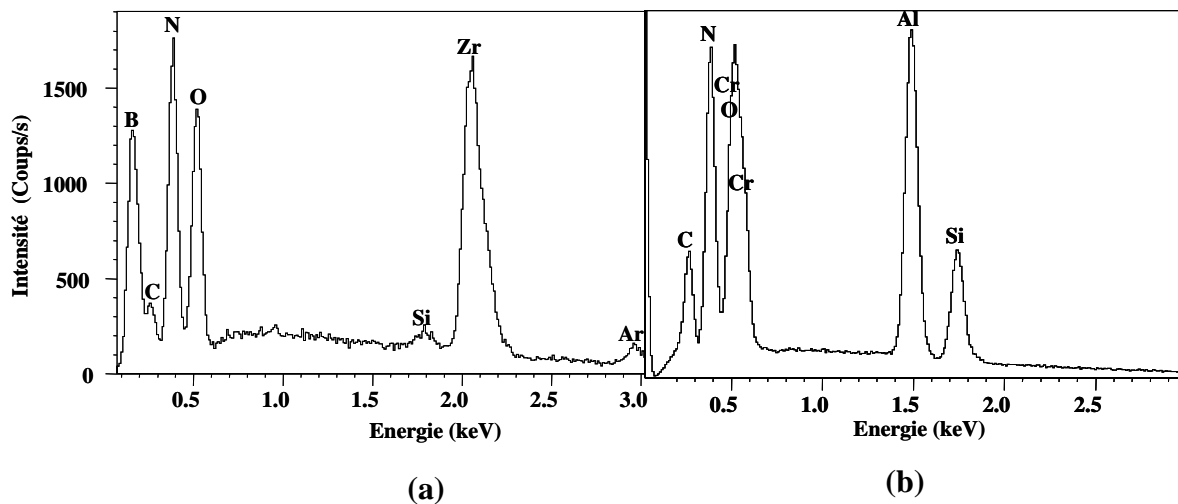


Figure.II.1.6 : Spectres EDS : (a) Dépôt de ZrBN, (b) Dépôt de CrAlN

Les taux d'oxygène mesurés par EDS sont très importants et empêchent toute étude sérieuse sur des nitrures car à ces taux nous sommes plutôt en présence d'oxynitrures. Nous avons donc décidé d'identifier la nature et l'emplacement des fuites existantes. Pour ce faire, nous avons procédé à l'inspection des bâtis à l'aide d'un détecteur de fuite « ASM 10 ». Cet appareillage comprend deux ensembles :

- Un ensemble appelé « bloc analyseur » (figure.II.1.7.a) qui contient le cœur de l'appareil (la cellule d'analyse) avec un groupe de pompage composé d'une pompe à palette et d'une pompe à diffusion. C'est une cellule d'analyse par spectrométrie de masse, qui est réglée sur la masse de l'hélium ($m/e = 4$) ou une autre « masse légère », masse 2 ou 3

Où :

m/e = masse du spectromètre de la particule / nombre d'électrons perdus à l'ionisation.

- Un ensemble appelé « Coffret électronique » (figure.II.1.7.b) sur lequel se trouve un galvanomètre de lecture de fuite.



(a)

(b)

Figure.II.1.7 : Détecteur de fuites ASM 10 : (a) Bloc analyseur, (b) Coffret électronique

Le bloc analyseur est connecté au bâti et on met l'ensemble sous vide. Après mise sous tension du coffret électronique qui est quant à lui relié au groupe de pompage, on procède à la détection. A l'aide d'une soufflette on pulvérise de l'hélium sur l'emplacement potentiel des fuites (joints toriques, jointures métalliques, cordons de soudures,...). Un signal sonore retenti si la température du filament d'une jauge Pirani baisse, signifiant une entrée intempestive d'hélium et donc une augmentation de la pression de gaz.

Grâce à ce dispositif, un grand nombre de fuites a été localisé. Nous avons procédé par la suite au nettoyage des joints toriques de la porte et de son hublot ainsi que des gorges d'encastrement de ces derniers. Le serrage de tous les plans de joints du bâti a également été effectué. Ainsi, nous avons pu améliorer la vitesse de pompage et le vide résiduel (10^{-5} Pa).

II.1.2.3. Diffraction de rayons X (DRX)

La diffraction de rayons X permet une étude cristallographique des couches minces sur toute leur épaisseur. Outre l'identification de la structure cristalline des phases formées dans le film, les diffractogrammes obtenus renseignent sur l'orientation des grains, leur taille, leurs défauts ainsi que leur état de contraintes.

Principe

Lorsqu'un faisceau de rayons X rigoureusement monochromatique (une seule longueur d'onde λ) interagit avec un solide, il n'y a diffraction que si les atomes de ce solide sont ordonnés (cristal). Une partie du faisceau incident est diffractée par les atomes sous forme d'un rayonnement X de même longueur d'onde. Si les rayonnements diffusés sont

en phase, l'intensité du rayonnement X réémise sera observable et formera un faisceau diffracté (figure.II.1.8).

La condition nécessaire pour cette interférence constructive est donnée par la loi de Bragg :

$$d_{hkl} = \frac{n\lambda}{2 \cdot \sin \theta} \quad (\text{II.1.1})$$

Où :

- ▶ d_{hkl} : distance entre deux plans réticulaires d'indice de Miller h,k,l consécutifs.
- ▶ θ : angle que forment les rayons X incidents ou diffractés avec le plan réticulaire.
- ▶ n : nombre entier appelé ordre de la réflexion.
- ▶ λ : longueur d'onde du faisceau de rayons X incident.

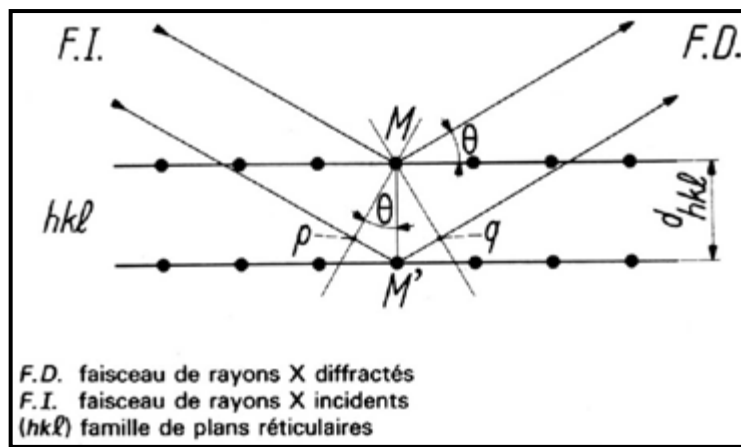


Figure.II.1.8 : Condition de Bragg, principe de la diffraction de rayons X

Pour les besoins de la présente étude, nous avons utilisé deux configurations d'analyse : la configuration Bragg-Brentano et la configuration Seeman-Bohlin.

• Configuration Bragg-Brentano

En configuration Bragg-Brentano, appelée aussi θ - 2θ , l'angle d'incidence θ séparant le faisceau incident de rayons X et la surface de l'échantillon est égal 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. Cette configuration permet de calculer le paramètre de maille a_{\perp} dans la direction de croissance de la couche. Les rapports d'intensité des pics mesurés peuvent être comparés à ceux obtenus lors d'analyses de poudres de référence afin d'identifier d'éventuelles directions de croissance préférentielles. Dans cette configuration nous avons utilisé un diffractomètre « SIEMENS type D 500/501 » avec une anticathode de cobalt (CoK_{α} , 1,78Å). Conformément au fichier JCPDS, l'étendue de l'analyse était comprise entre 10° et 140° .

• Configuration Seeman-Bohlin

En raison de la profondeur de pénétration des rayons X, la configuration Bragg-Brentano (θ - 2θ) n'est théoriquement pas adaptée à l'analyse des couches minces dont

seul un signal faible provient. La configuration Seeman-Bohlin appelée aussi 'diffraction en incidence rasante' est ainsi fréquemment utilisée. Cette méthode consiste à fixer l'angle d'incidence entre 0 et 10° et donc maintenir une profondeur de pénétration constante. Le principal inconvénient de cette méthode réside dans le fait que les plans diffractants sont orientés de manières différentes par rapport à la surface. Cela signifie qu'en cas de déformation des grains et donc du réseau cristallin, le paramètre de maille est différent d'un pic à l'autre, bien que tous soient issus de la même phase cristalline.

II.1.2.4. La spectroscopie de photoélectrons X (XPS)

Afin d'identifier les composés chimiques formés lors de l'élaboration des films, une analyse complémentaire à la diffraction de rayons X a été utilisée : la Spectrométrie de Photoélectrons X appelée XPS ou ESCA (Electron Spectroscopy for Chemical Analysis). C'est une technique qui permet d'obtenir la composition chimique d'une surface d'un matériau sur une profondeur de 10 nm. Ainsi, nous pouvons connaître si la surface est oxydée, par exemple, mais aussi la nature et la quantité des éléments chimiques qu'elle contient ainsi que leur état moléculaire initial. Avec cette méthode, tous les éléments peuvent être détectés sauf l'hydrogène et l'hélium.

L'intérêt de la technique réside dans la variation des énergies de liaison des électrons. Depuis deux décennies, cette méthode s'est imposée comme un des outils principaux en analyse de surface, en raison notamment de ses deux atouts majeurs :

- ✖ l'analyse quantitative,
- ✖ l'information sur la nature chimique des éléments.

Principe

Le principe de cette analyse est basé sur la théorie des interactions rayonnement/matière. L'énergie relativement élevée du rayonnement X incident provoque l'émission d'un électron appartenant à une couche intérieure de l'atome. Les sources X les plus fréquemment utilisées sont le magnésium MgK_{α} et l'aluminium AlK_{α} qui émettent respectivement à 1253.6 et 1486.6 eV.

Après émission, il reste des atomes ayant une vacance sur l'orbitale d'origine du photoélectron. La désexcitation de cet état ionique peut s'accompagner de l'émission radiative (fluorescence) ou d'une transition Auger (figure.II.1.9).

Lors de l'absorption d'un photon d'énergie $h\nu$, le principe de la conservation de l'énergie permet d'écrire alors le bilan énergétique suivant :

$$h\nu = E_{\text{cinétique}} + E_{\text{liaison}} + \Phi_{\text{travail de sortie}} \quad (\text{II.1.2})$$

Où :

$h\nu$: Énergie incidente du faisceau de rayon X.

$E_{\text{cinétique}}$: Énergie cinétique de l'électron à la sortie de l'échantillon.

E_{liaison} : Énergie de liaison de l'électron dans l'atome.

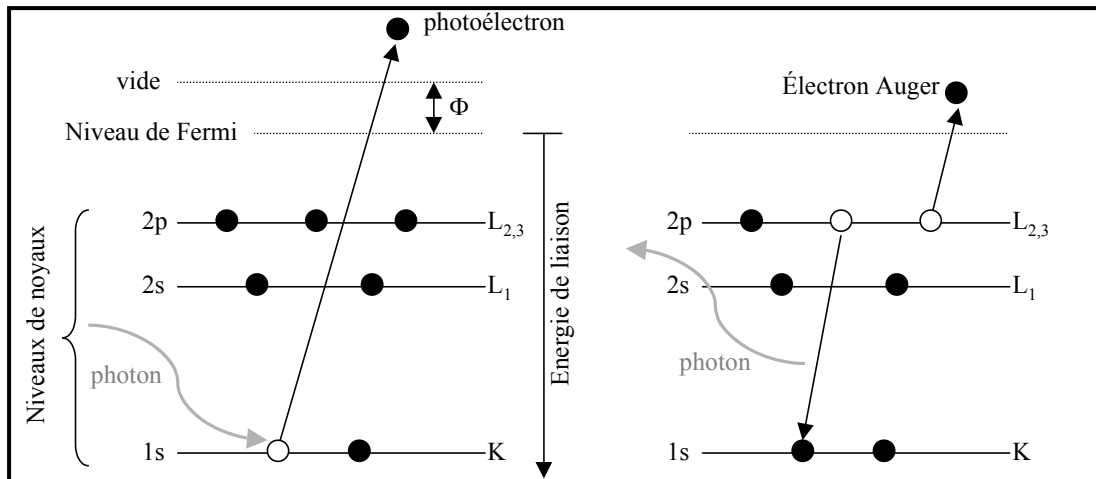


Figure.II.1.9 : Processus d'émission XPS

En général, l'énergie de travail de sortie ' $\Phi_{\text{travail de sortie}}$ ' ou bien encore *fonction d'extraction du spectromètre* est considérée comme négligeable. Elle correspond à la différence d'énergie entre le niveau de Fermi du multiplicateur d'électrons et le niveau de vide.

Pour déterminer l'énergie de liaison de l'électron éjecté, la connaissance de son énergie cinétique est nécessaire. Dans la chambre d'analyse maintenue sous vide, un système de lentille agit par attraction sur l'électron et le dirige vers un analyseur hémisphérique. Cet analyseur, grâce au calcul de la trajectoire de l'électron soumis à un champ électrique, permet de récolter la valeur de l'énergie cinétique.

Après obtention d'un spectre 'XPS', le calcul de l'aire sous un pic permet d'obtenir la proportion de l'élément en question. Ce calcul est établi en divisant l'aire mesurée par un coefficient correcteur selon l'équation (II.1.3). Ce coefficient prend en compte la section efficace de photo ionisation, le libre parcours moyen inélastique pour un électron et la fonction de transfert (donnée propre à l'appareillage).

$$\text{Aire corrigée} = \frac{\text{Aire mesurée}}{\text{Coefficient correcteur}} \quad (\text{II.1.3})$$

Les analyses se sont déroulées au L.R.R.S. (Laboratoire de Recherche sur la Réactivité des Solides) de l'Université de Bourgogne à Dijon à l'aide d'un spectromètre « Riber SIA 100 » avec la raie K_{α} de l'aluminium comme source de rayons X. La pression dans la chambre d'analyse était de $1,5 \cdot 10^{-9}$ torr tandis qu'elle était de $2 \cdot 10^{-8}$ torr lors du décapage à l'argon. Le décapage de la surface des échantillons a été réalisé dans certains cas afin d'éliminer la couche de pollution superficielle.

II.1.2.5. La spectrométrie de masse d'ions secondaires (SIMS)

L'analyse par SIMS "Secondary Ion Mass Spectrometry" permet de déterminer l'évolution des profils atomiques d'un échantillon solide présentant une surface plane. Cette technique permet d'obtenir des profils en concentration des éléments suivis en fonction de la profondeur qui peut s'étendre de quelques nanomètres à plusieurs dizaines de microns.

La principale caractéristique de cette technique est son extrême sensibilité. Dans certains cas, on arrive à détecter 1 atome d'impureté pour plusieurs milliards d'atomes de la matrice, soit des concentrations voisines de $10^{13} \text{ at}\cdot\text{cm}^{-3}$. La résolution en profondeur des profils de concentration peut atteindre environ 1 nm. Dans notre cas, cette technique a été principalement utilisée pour observer le profil des éléments en fonction de la profondeur d'érosion.

Principe

Le matériau à analyser est bombardé par un faisceau d'ions accéléré et focalisé. Ce faisceau et les ions qui le composent sont dits "primaires". Dans des conditions typiques, la taille de la sonde du faisceau primaire est de quelques microns. L'énergie d'impact des ions primaires est comprise entre 0,5 et 15 keV selon les conditions adoptées. Les ions Ar^+ , Cs^+ et O_2^+ sont les ions primaires les plus fréquemment utilisés.

L'impact des ions sur l'échantillon provoque l'éjection des atomes présents en surface. De ce fait, le faisceau primaire creuse progressivement un cratère à la surface de l'échantillon. En pratique, un balayage est appliqué au faisceau primaire de manière à homogénéiser le bombardement et à former un cratère carré à fond plat. Le cratère couvre une surface pouvant aller de 10×10 à $500 \times 500 \mu\text{m}^2$.

Ces ions primaires, par les collisions avec les atomes de l'échantillon, perdent une partie plus ou moins importante de leur énergie en pénétrant dans celui-ci (cascade de collisions).

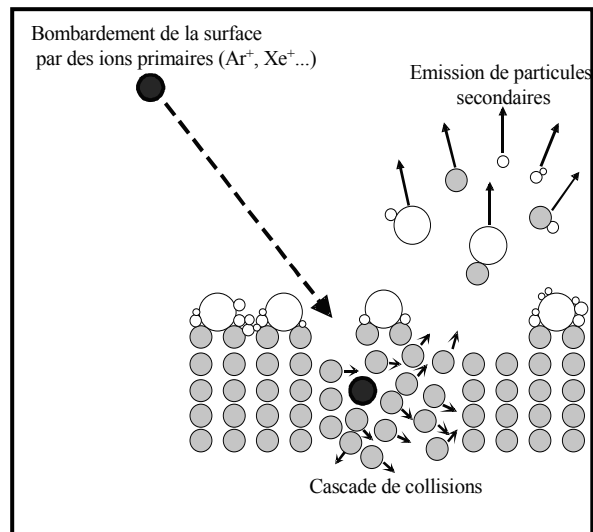


Figure.II.1.10 : Principe de l'analyse par SIMS

Une fraction des atomes éjectés est ionisée et forme les ions dits "secondaires" (figure.II.1.10) : ce sont ces derniers qui sont exploités pour déterminer les concentrations des éléments présents dans l'échantillon.

Les conditions d'analyses étaient comme suit :

- tension d'accélération des ions Ar^+ : 10keV
- courant d'accélération : 40nA
- angle du faisceau incident : 45°
- surface analysée : $95 \times 135 \mu\text{m}^2$

II.1.2.6. Spectroscopie Infrarouge à Transformée de Fourier (FTIR)

La Spectroscopie Infrarouge à Transformée de Fourier (FTIR) est une analyse non destructive, sensible, facile à mettre en œuvre et très couramment utilisée pour identifier la nature des liaisons chimiques des molécules présentes dans nos films.

Principe

Si une molécule est illuminée par des radiations dans l'infrarouge elle peut absorber certaines d'entre elles à des longueurs d'onde qui correspondent aux fréquences de vibration des groupements chimiques la constituant. Ces fréquences apparaissent dans la gamme 200 à 400 cm^{-1} . Ainsi la mesure de l'intensité de lumière absorbée à chaque longueur d'onde λ conduit à un spectre caractéristique de la couche étudiée.

Le spectre obtenu représente $I/I_0 = f(\tau)$ où :

- I = intensité absorbée,
- I_0 = intensité initiale,
- τ = nombre d'onde ($1/\lambda$) exprimé en cm^{-1} .

Il existe deux modes d'absorption : TO et LO. Le mode d'absorption TO (mode optique transverse) est visible en transmission et réflexion tandis que le mode d'absorption LO (mode optique longitudinal) est uniquement visible en réflexion.

Nous avons effectué les caractérisations IR avec un spectroscope Biorad FTS-6000. La majorité des spectres a été obtenue en transmission et en incidence normale. Les analyses ont été réalisées uniquement sur des films déposés sur substrats de silicium.

Le spectre d'absorption IR des échantillons analysés comporte à la fois des informations sur le film et sur son substrat, c'est pourquoi le spectre IR des films est obtenu après soustraction du spectre IR d'absorption du substrat sans dépôt (background). Ce calcul est automatiquement réalisé par le programme de contrôle et de calcul du spectroscope.

II.1.2.7. Gravimétrie

Une microbalance a été utilisée pour la mesure de la perte de masse après décapage ionique afin d'estimer l'épaisseur érodée. Une pesée avant et après nettoyage a été effectuée à l'aide d'une microbalance « SARTORIUS » (figure.II.1.11) installée sur un marbre anti-vibration dans une salle régulée en température. La précision de la mesure est de 0,1 μg .



Figure.II.1.11 : Microbalance SARTORIUS

II.1.3. Techniques de caractérisations mécaniques

II.1.3.1. Contraintes résiduelles des films

II.1.3.1.1. Genèse des contraintes résiduelles

D'une manière générale, la présence de contraintes internes dans les films minces peut être à l'origine de la rupture de l'ensemble film/substrat selon plusieurs mécanismes. Dans le cas de contraintes en tension, des fissures naissent le plus souvent dans l'épaisseur et se propagent à l'interface, voire dans le substrat. Si au contraire, les contraintes sont en compression, l'endommagement est sous forme de décollement de la couche et ceci pour adopter une morphologie qui minimise l'énergie élastique emmagasinée lors de la croissance du film. On parle alors de délaminage ou flambage [107]. Ces phénomènes sont un obstacle à une bonne adhérence des films.

Les contraintes « internes ou résiduelles » dans un film ont principalement deux origines : les contraintes thermiques et les contraintes de croissance. Certains auteurs [108] ajoutent une troisième contrainte due au changement de phase. Étant donné que les contraintes de croissance et de changement de phase sont de même nature et sont étroitement liées à la morphologie du film, l'association des deux contraintes est identifiée par la contrainte intrinsèque du film produit.

La contrainte résiduelle (ou interne) d'un film mince s'exprime alors par l'équation (II.1.4) :

$$(\sigma_{Rés}) = (\sigma_{Th}) + (\sigma_{Int}) \quad \text{(II.1.4)}$$

La contrainte thermique σ_{Th} créée lors du refroidissement du film et du substrat est engendrée par la différence entre les coefficients d'expansion thermiques des deux corps. [109] définissent cette contrainte comme étant liée à la différence entre les coefficients de dilatation thermique $\Delta\alpha$ du film et de son substrat, à la différence de température ΔT , au coefficient de poisson ν_f et au module d'Young E_f du film par la relation (II.1.5) :

$$(\sigma_{Th}) = \frac{E_f}{(1-\nu_f)} \Delta\alpha \Delta T \quad \text{(II.1.5)}$$

Dans le cas de notre étude, cette grandeur a été considérée comme négligeable car les températures qu'atteignent les substrats lors du dépôt par pulvérisation triode et magnétron ont été évaluées respectivement à 300 et 200°C. A ces températures et en considérant les coefficients de dilatation thermiques du silicium et de nos nitrures, la contrainte thermique engendrée est de l'ordre de 0,1-0,2 GPa ce qui correspond aux erreurs de mesure. Par contre, lors d'autres procédés la différence de température peut excéder 1000 °C induisant des contraintes de l'ordre du GPa [110].

En ce qui concerne la contrainte intrinsèque, elle peut être produite à partir de plusieurs sources : soit par la présence d'une contamination en surface du substrat précédant ou pendant le dépôt, soit par la technique d'élaboration du film qui joue également un rôle important dans la genèse de cette contrainte. Par ailleurs, dans de nombreux systèmes, la

contrainte intrinsèque, due à la croissance du film, provient des défauts créés durant l'élaboration. L'exemple le plus connu est la contrainte d'épitaxie.

Dans notre travail, seule la valeur de la contrainte résiduelle calculée après mesure expérimentale a été étudiée.

II.1.3.1.2. Mesure des contraintes résiduelles

La mesure de la contrainte résiduelle dans les films élaborés est basée sur le principe émis par Stoney [111]. Si l'on considère que la contrainte est isotrope dans le plan du substrat, que le film ainsi produit est une portion de sphère de rayon R , que la composante σ_z du tenseur de contrainte vaut zéro et que l'épaisseur du film est négligeable devant l'épaisseur du substrat alors la contrainte s'exprime par la formule (II.1.6) :

$$\sigma_{Rés} = \pm \frac{E_s}{6(1-\nu_s)} \times \frac{e_s^2}{e_f} \left(\frac{1}{R} - \frac{1}{R_0} \right) \quad (\text{II.1.6})$$

Où :

- E_s : Module d'Young du substrat.
- ν_s : Coefficient de Poisson du substrat.
- e_s : Epaisseur du substrat.
- e_f : Epaisseur du film.
- R_0 : Rayon de courbure avant dépôt.
- R : Rayon de courbure après dépôt.

Dans le cas où la courbure de la couche produite est de forme concave, elle traduit alors une contrainte en tension. Par convention internationale, on lui attribuera un signe positif. Dans le cas opposé (forme convexe), elle traduit une contrainte en compression, la valeur sera négative (figure.II.1.12).

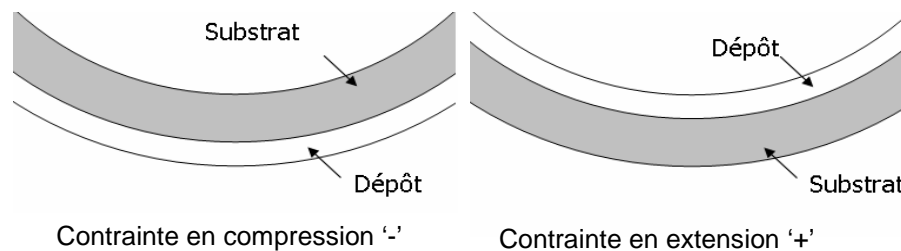


Figure.II.1.12 : Déformation de l'ensemble film/substrats en fonction du type de contrainte

Dans le cadre de nos recherches, la courbure des films a été mesurée par profilométrie et par interférométrie (méthode des anneaux de Newton).

II.1.3.1.3. Mesure par profilométrie

Les manipulations se sont déroulées à l'aide d'un profilomètre 2D « DEKTAK 3030 » du LEOM de l'École Centrale de Lyon. Cet appareil a été utilisé pour mesurer l'épaisseur des couches produites mais surtout le rayon de courbure des substrats revêtus.

L'appareil est placé sur un marbre anti-vibrations. Afin de localiser le point de contact entre la pointe diamant et la surface, l'échantillon est mis sur un plateau rotatif sous un spot de lumière et l'objectif d'une caméra CCD reliée à un tube cathodique.

Après contact, le palpage se déroule sur une distance de quelques millimètres grâce au déplacement rectiligne de la pointe. Le logiciel associé au profilomètre produit un profil qui sera exploité par la suite (figure.II.1.13).

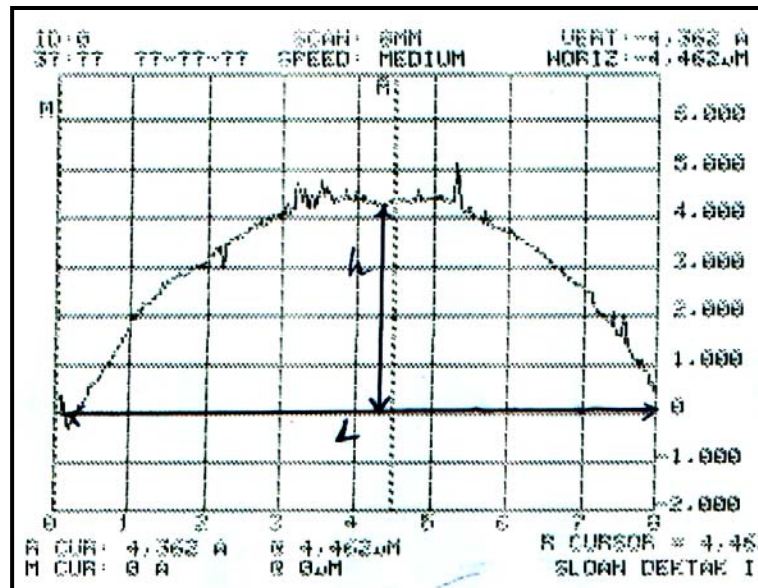


Figure.II.1.13 : Profil de courbure obtenu par profilomètre

Le rayon de courbure R est relié à la flèche h et à la corde L (figure.II.1.14) par la relation trigonométrique suivante (II.1.7) :

$$R^2 = (R-h)^2 + \left(\frac{L}{2}\right)^2 \quad (\text{II.1.7})$$

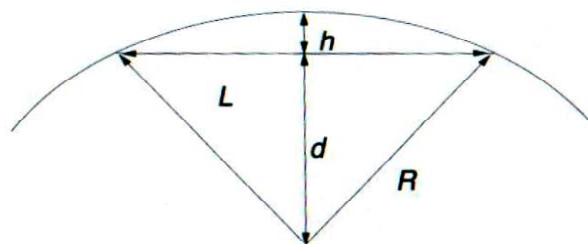


Figure.II.1.14 : Principe de mesure du rayon de courbure par profilométrie

Afin de minimiser les erreurs de mesure, quatre scan ont été réalisés sur chacune des médianes et diagonales donnant lieu à quatre rayons de courbure donc quatre contraintes dont on a calculé la valeur moyenne.

II.1.3.1.4. Mesure par interférométrie [112]

Cette méthode de mesure du rayon de courbure est connue sous plusieurs appellations : méthode des anneaux de Newton en hommage à celui qui en donna les premières bases,

des franges d'égal épaisseur ou bien d'interférométrie optique (interférences lumineuses).

La méthode consiste à éclairer un échantillon déposé sur une lame en verre à faces parallèles sur le côté revêtu à l'aide d'une lampe à vapeur de sodium ($\lambda = 589,3 \text{ nm}$) sous incidence normale. Un réseau de franges circulaires centré au point de contact naît alors entre la calotte sphérique formée par la surface de l'échantillon et la lame (figure.II.1.15). Une frange sombre est observable à chaque fois que la distance entre la lame et la couche vérifie la relation (II.1.8) :

$$h = m \frac{\lambda}{2} \quad (\text{II.1.8})$$

Où h , R et le diamètre de l'anneau sont reliés par la formule (II.1.9) :

$$h = R - \sqrt{\left(R^2 - \frac{d_m^2}{4}\right)} \quad (\text{II.1.9})$$

Les franges sont observées à l'aide d'un appareil photo numérique à haute résolution et les photos sont ensuite transférées et traitées à l'aide d'un logiciel de traitement d'images « Analysis ». Les anneaux dans la majorité des cas avaient une forme elliptique, une moyenne des quatre rayons mesurés a été calculée. Pour minimiser les erreurs de mesure, on a tracé la courbe de régression linéaire et le rayon de courbure du film produit s'exprime alors par la relation (II.1.10) :

$$R = \frac{1}{4\lambda} \frac{\Delta d_m^2}{\Delta m} \quad (\text{II.1.10})$$

Où m est l'indice de l'anneau.

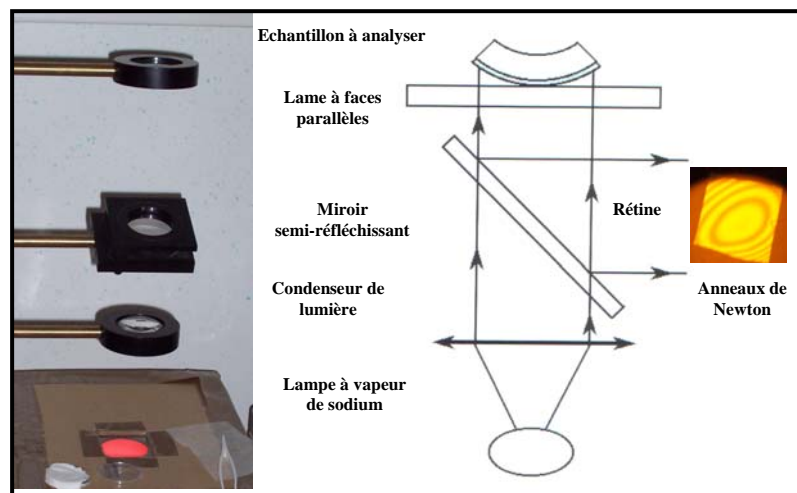


Figure.II.1.15 : Dispositif de mesure des rayons de courbure par la méthode des anneaux de Newton

II.1.3.2. Adhérence

Après dépôt et selon leur structure et leurs propriétés mécaniques intrinsèques, les films obtenus n'auront pas le même accrochage mécanique sur les substrats, c'est là

qu'intervient la notion d'adhérence du film. Cette notion est plus que capitale si l'on veut statuer sur le comportement en coupe du bois de l'outil revêtu. Si l'adhérence du film élaboré est faible, il est évident que le revêtement ne jouera aucun rôle de protection, ainsi on retombe dans le cas de l'usinage avec un outil conventionnel.

Afin d'obtenir cette information, nous avons réalisé des tests de rayage monopasse à charge croissante, plus connu sous l'appellation '*Scratch-test*'. Cette méthode très largement utilisée consiste à faire glisser, à vitesse constante, un indenteur en diamant chargé avec une force normale et croissante F_N sur la surface du revêtement à caractériser. Une force tangentielle F_T est mesurée durant l'essai et un capteur acoustique enregistre l'intensité du signal sonore émis par l'échantillon. A partir d'un graphique (figure.II.1.16) sur lequel sont reportées l'évolution de la force tangentielle et l'intensité acoustique en fonction de la force normale, la pente de la droite (dans un cas idéal) donne la valeur du coefficient de frottement.

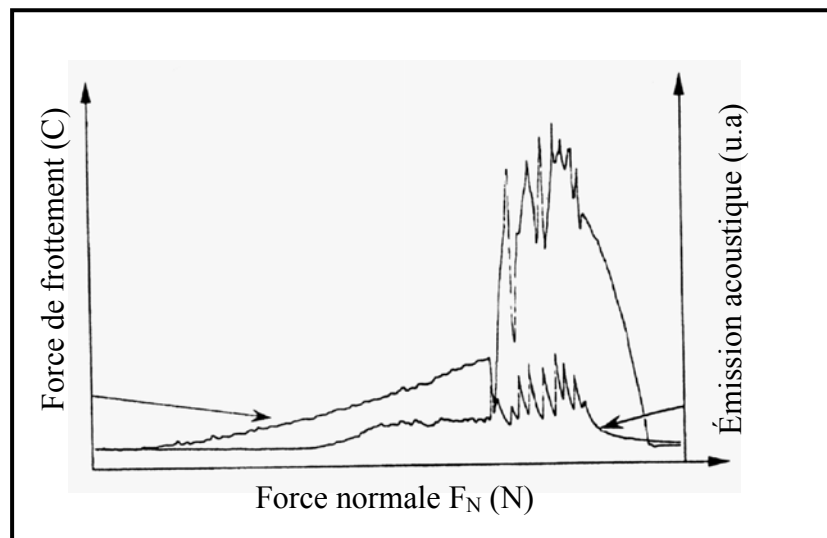


Figure.II.1.16 : Spectre d'arrachage d'un film par Scratch-test

La rupture correspond à l'arrachage de la couche et correspond à une valeur limite de la force normale. Cette valeur notée L_{C2} dépend de plusieurs facteurs tels que : les propriétés du substrat, les propriétés du film, le coefficient de frottement, l'état de surface et l'environnement, la vitesse de montée en charge et de déplacement de l'indenteur, le rayon et l'usure de l'indenteur ainsi que les facteurs instrumentaux. Une illustration d'un endommagement de la couche correspondant à cette valeur L_{C2} est montrée sur la figure.II.1.17.

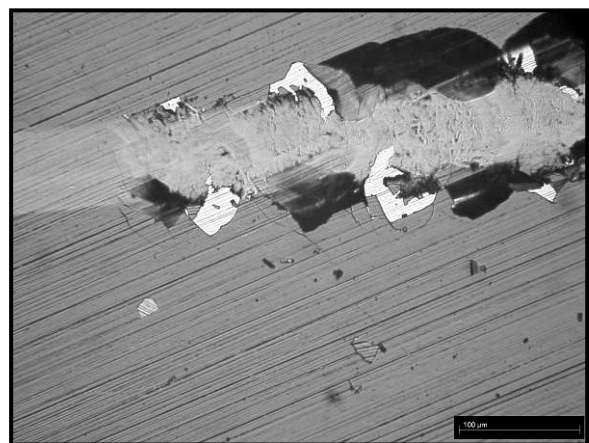


Figure.II.1.17 : Micrographie de l'endommagement d'un film

Les scratch-tests ont été réalisés avec un microtesteur commercial MST-CSEMEX[®] (CSEM, Neuchâtel, Suisse) équipé d'un microscope optique. Il est également muni d'un système de détection d'émission acoustique ainsi que d'un capteur de force tangentielle

d'une sensibilité de l'ordre de 10 mN. Durant le chargement normal, l'échantillon a été déplacé horizontalement avec une vitesse constante (dx/dt) jusqu'à l'apparition de l'endommagement du film. L'indenteur est une pointe diamant Rockwell avec un angle au sommet du cône de 120° et d'un rayon $R=0,2$ mm. Durant le test, la charge normale appliquée fut linéairement augmentée de 0 à 30 N avec une vitesse constante de chargement (dF_N/dt). Les vitesses de rayage ainsi que celles du chargement ont été respectivement de 2 mm^{-1} et 10 N.min^{-1} .

II.1.3.3. Dureté

La dureté est définie comme étant la résistance à la pénétration locale du matériau considéré. Elle dépend non seulement des caractéristiques de ce matériau, mais aussi de la nature et de la forme du pénétrateur et du mode de pénétration. La dureté permet d'apprécier, dans une certaine mesure, la résistance mécanique, la résistance à l'abrasion, la difficulté d'usinage,....

D'une façon synthétique, la dureté H d'un matériau est définie comme sa résistance à la déformation plastique créée par un indenteur et elle s'exprime par la formule suivante :

$$H = \frac{P_{\max}}{A} \quad (\text{II.1.11})$$

Où :

- P_{\max} : force maximale appliquée par l'indenteur,
- A : surface calculée à partir de la mesure de la déformation résiduelle après pénétration.

Usuellement et selon la forme de l'indenteur, on répertorie trois différents types d'essais : essai Rockwell 'R', Brinell 'B' et Vickers 'HV'. Chaque géométrie des indenteurs induit une différente déformation plastique du matériau et de ce fait, les résultats de ces diverses méthodes peuvent difficilement être comparés. Il est donc important de noter que la dureté n'est pas une propriété intrinsèque du matériau mais sa résistance à un test mécanique normalisé. Bien souvent, ces trois méthodes sont réalisées sur des matériaux massifs.

Microdureté

La mesure de la microdureté, à la différence de la mesure de dureté, intéresse un domaine très réduit de la matière (quelques microns) et sous de faibles charges. Elle permet donc d'obtenir des informations intéressantes en ce qui concerne en particulier :

- les petits échantillons (aiguilles, fils, rubans minces),
- les couches superficielles (couches cémentées, nitrurées, dépôts électrolytiques),
- les matières dures et fragiles (carbures, verres) susceptibles de se fissurer, sauf sous très faible charge,
- les divers constituants des alliages : on peut apprécier la variation de dureté dans les grains d'une solution solide non homogène, en fonction de la diffusion des éléments ou de celle des différentes phases précipitées.

Nanoindentation

Cette troisième catégorie de mesure de dureté est la plus appropriée et la plus utilisée pour l'étude des couches minces. Au vu de la faible épaisseur des films, si l'effort de pénétration est trop important, l'influence du substrat sur la mesure sera non négligeable. Ainsi, la profondeur d'indentation ne doit pas dépasser 10% de l'épaisseur de la couche. Les charges de pénétration s'échelonnent généralement entre 10^{-6} et 10^{-3} N, on parle ainsi de nanodureté ou bien encore de nanoindentation.

L'indentation est une méthode assez ancienne de mesure des propriétés mécaniques des matériaux. De façon synthétique, il s'agit d'appliquer sur la surface du matériau un cycle charge/décharge (figure.II.1.18) localisé et d'observer sa réponse, à la fois plastique et élastique.

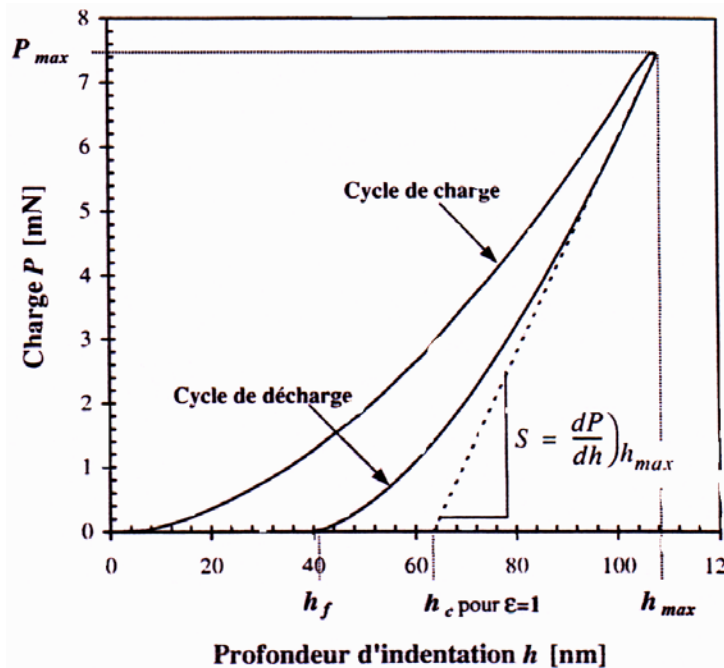


Figure.II.1.18 : Courbe charge/décharge

La transposition de cet essai à l'échelle nanométrique, la nanoindentation, permet, grâce à une méthode développée par Oliver *et al.* [113] la mesure à l'échelle locale du module élastique réduit et de la dureté d'un matériau.

Après un cycle charge/décharge, la déformation plastique résiduelle a une profondeur h_f . La pente à la tangente de la courbe de décharge représente la raideur S du matériau. Le module élastique réduit s'exprime alors par l'équation (II.1.12) :

$$E_r = \frac{S \cdot \sqrt{\pi}}{2 \cdot \sqrt{A}} \quad (\text{II.1.12})$$

De plus, E_r est fonction des modules d'Young et des coefficients de Poisson E et ν de l'échantillon et E_i et ν_i de l'indenteur selon (II.1.13) :

$$\frac{1}{E_r} = \frac{1-\nu^2}{E} + \frac{1-\nu_i^2}{E_i} \quad (\text{II.1.13})$$

La surface de contact projetée A est déterminée à partir de la profondeur h_c et de la géométrie de l'indenteur. h_c est la profondeur réelle de pénétration de l'indenteur à charge maximale et est exprimée comme $h_c = h_{\max} - h_s$, où h_s est la contribution de la déformation élastique (figure.II.1.19). h_s varie en fonction de la géométrie de l'indenteur et peut être exprimée par :

$$h_s = \varepsilon \cdot \frac{P_{\max}}{S} \quad (\text{II.1.14})$$

Où ε est une constante géométrique de l'indenteur et vaut 1 dans le cas d'un indenteur cylindrique et 0,72 dans le cas d'un indenteur conique.

Toutes les autres géométries prennent des valeurs comprises entre 0,72 et 1. La dureté se calcule à partir de la profondeur de contact h_c déterminée à l'aide de la raideur S .

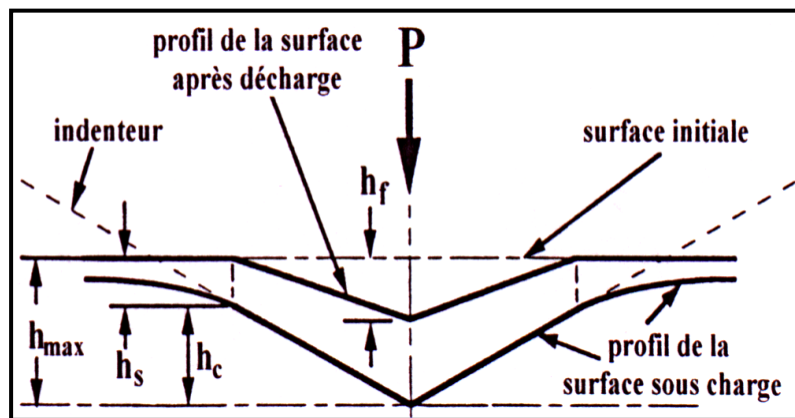


Figure.II.1.19 : Section d'une indentation [113]

Le matériel utilisé pour réaliser nos tests est un NHT de CSM instruments avec un Indenteur Berkovich (pyramide à base triangulaire). Pour réaliser les indentations nous avons utilisé le mode Sinus. Dans le mode sinus on ne fait pas une indentation simple. L'indenteur pénètre dans la matière en suivant une progression sinusoïdale. Ce mode permet de sonder la couche jusqu'au substrat (ou jusqu'à ce que son influence se fasse sentir). Nous obtenons alors la dureté et le module d'Young des couches en fonction de la profondeur d'indentation. Une moyenne est prise sur 10 indentations effectuées sur chaque échantillon. Les conditions d'analyses utilisées sont :

- ✘ Charge maximale : 10 mN
- ✘ Vitesse de charge : 5 mN/min
- ✘ Vitesse de décharge : 5 mN/min
- ✘ Fréquence du sinus : 1 Hz
- ✘ Amplitude du sinus : 1 mN

II.1.3.4. Usure

Après avoir présenté les propriétés de dureté et d'adhérence des films, il nous semble important d'aborder un troisième critère qu'est la résistance à l'usure.

Étant donné que les couches dures de nitrures trouvent principalement des applications dans les domaines tribologiques, la dureté et l'adhérence sont deux paramètres que l'on ne peut pas négliger mais qui restent insuffisants pour statuer sur le comportement en service des pièces revêtues. Cette hypothèse est d'autant plus vraie si on rajoute à cela le fait que le choix de la couche protectrice doit être effectué en fonction des conditions d'utilisation de la pièce revêtue (charge, vitesse de frottement, lubrification, nature de la contre pièce, présence de débris d'usure dans le contact, environnement chimique,...).

La dureté et l'adhésion ne sont donc pas des paramètres suffisants. La résistance à l'usure permet d'apporter une information complémentaire sur les propriétés mécaniques des couches. Dans de nombreux domaines, c'est la résistance élevée à l'usure des revêtements durs à basse ou à haute température qui est le plus souvent recherchée. L'usure est une conséquence du frottement. D'une manière générale, le frottement apparaît lorsqu'on déplace deux corps en contact l'un par rapport à l'autre comme c'est le cas en usinage. Alors, l'usure est définie comme la perte progressive de matière de la surface d'un corps par suite du mouvement relatif d'un autre corps en contact.

L'usure n'est donc pas une propriété des matériaux mais une conséquence du frottement. Elle caractérise tout phénomène de frottement : perte de cote, de forme et de poids par émission de débris.

Notons que l'usure des matériaux en frottement est très variable. En conséquence, il n'existe ni bon ni mauvais matériau de frottement mais des couples de matériaux qui, pour des conditions données, forment des troisièmes corps compatibles ou non avec les caractéristiques de frottement et d'usure souhaitées [114].

Au cours du phénomène d'usure, il y a passage du contact à deux corps au contact à trois corps. En effet, les débris provenant de l'usure se trouve piégés dans l'espace confiné formant ainsi une couche pulvérulente appelée « troisième corps ».

Dans notre cas, bien que la formation du troisième corps ait été prise en considération lors du traitement des résultats, elle reste négligeable en usinage de bois vert. L'évacuation rapide des débris formés est assurée par l'eau présente dans le bois lors de l'usinage.

L'usure est un phénomène complexe, généré par de nombreux processus physiques, chimiques et mécaniques. En général, on distingue deux modes fondamentaux : l'usure adhésive et l'usure abrasive.

- L'usure adhésive se traduit par le transfert de matière d'une pièce frottant sur la surface du solide antagoniste.
 - L'usure abrasive quand à elle est produite par l'action de corps étrangers, durs et pulvérulents, présents entre deux surfaces en mouvement relatif ou encastrés dans l'une des deux surfaces.
-

Il ressort donc que le comportement tribologique n'est pas une propriété intrinsèque des matériaux mais qu'il dépend des caractéristiques mécaniques et structurales des deux matériaux en frottement et des conditions de sollicitation.

Les essais ont été menés sur un tribomètre dans la configuration pion plan. Le frotteur est une bille en alumine (Al_2O_3) de diamètre 5mm. Le plan est animé d'un mouvement rotatif alternatif. Cette configuration entraîne une expulsion des débris d'usure en dehors de la zone de frottement. La vitesse de rotation est de 4 mm/s. La charge appliquée au contact est de 20N.

II.1.3.5. Analyses superficielles des placages

Parmi les nombreux critères de classement des placages produits par le procédé de déroulage, l'état de surface reste le plus important. Afin de voir l'effet qu'a induit la modification de surface des lames utilisées lors des essais industriels, des analyses de surface ont été réalisées.

La mesure des états de surface est utilisée depuis des dizaines d'années. Le principe de base est le déplacement d'une pointe de palpation le long de la surface selon une ligne droite. On obtient une mesure de l'amplitude Z en fonction de la position X , c'est-à-dire une mesure bidimensionnelle. Aujourd'hui avec de nouveaux systèmes, il est possible de choisir de palper en 2D ou 3D.

Les principaux défauts de surface peuvent être classés en 6 ordres (figure.II.1.20) :

1^{er} ordre : écarts de forme et de position (géométrie des surfaces (rectitude, circularité, conicité.....)).

2^{ème} ordre : les écarts du 2^{ème} ordre caractérisent de façon générale les ondulations du profil. On qualifie les irrégularités géométriques telles que la distance entre deux pics de ces irrégularités soit comprise entre 0,5 et 2,5 mm.

3^{ème} ordre : ils correspondent aux défauts de rugosité tels que la distance entre deux pics de ces irrégularités soit comprise entre 0 et 0,5 mm.

4^{ème} ordre : les défauts qui se traduisent par la présence d'arrachements, marque d'outil, fentes, piqûres (apériodique). Distance entre deux sommets d'irrégularités inférieures à 20 μm .

5^{ème} et 6^{ème} ordre : ces derniers défauts dépendent de la structure (structure et réseau cristallin sur les matériaux métalliques), le contrôle de cet état physico-chimique ne relève pas de la métrologie. Dans le cas du bois, la texture et les hétérogénéités du matériau sont dans les 3^{ème} et 4^{ème} ordres.

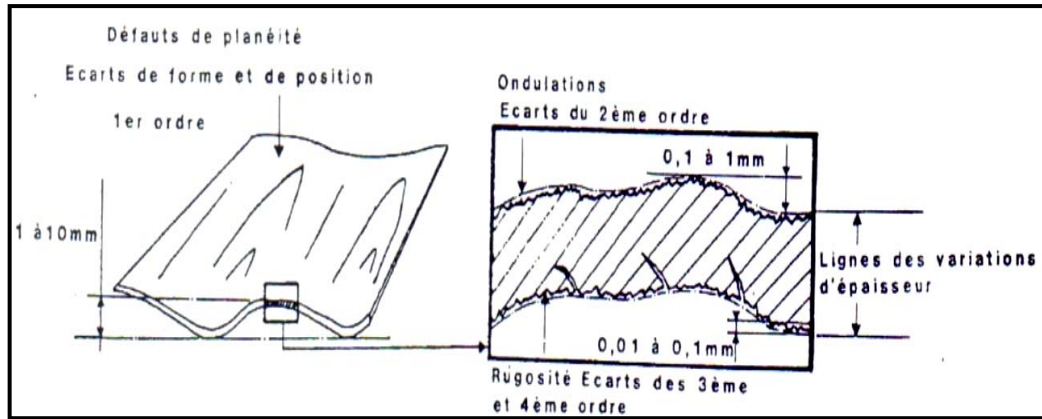


Figure.II.1.20. Définition des écarts caractéristiques d'un état de surface du bois
'Exemple d'une feuille de placage'.

Perthomètre Concet (Mahr)

Perthomètre Concept (figure.II.1.21) représente la nouvelle génération des appareils de mesure des états de surface de la société Mahr GmbH. La station de mesure est constituée d'une unité d'avance, de capteurs laser et mécaniques pilotés par un logiciel d'acquisition et d'analyses des données ainsi qu'un écran et une imprimante pour l'édition des résultats. Perthomètre Concept explore la surface avec un capteur laser, enregistre les écarts du profil de la surface, calcule les paramètres et les profils.



Figure.II.1.21. Perthomètre Concet (Mahr)

En effet, Perthomètre est un palpeur avec mesure de déplacements et enregistrement numérique. Le profil est enregistré numériquement et, s'il est filtré, il l'est par un filtre à phase correcte, les paramètres sont calculés numériquement et le profil est enregistré par un système graphique excluant toute déformation. D'autre part, il permet de mesurer l'état de surface en 2D ou 3D. En 3D, il faut choisir le système de mesure topographique.

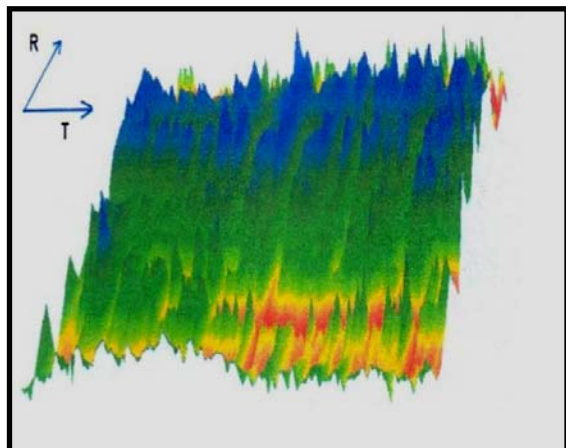


Figure.II.1.22. Topographie d'une surface de bois

Dans une mesure topographique (figure.II.1.22), la surface à examiner est saisie de manière tridimensionnelle, la différence d'une mesure de rugosité conventionnelle, ce n'est pas simplement un profil qui est acquis, mais un ensemble de profils parallèles dont la représentation graphique confère un effet spatial à la surface à analyser.

Dans certains cas, la mesure 3D se révèle indispensable si :

- Les surfaces sont anisotropes,
- Un motif à observer est peu fréquent sur la surface,
- La surface est nouvelle,
- Les propriétés physiques de la surface sont liées à des paramètres 3D (comme la mesure du volume d'un creux pour prévoir la quantité d'huile que le creux pourra retenir),
- La mesure de la distance entre deux points doit être faite.

Nous avons utilisé un capteur laser (LS10) puisqu'il est approprié à la mesure sans contact des états de surface de pièces planes ou courbes en matière sensible (bois).

II.2. TESTS D'USINAGE DU BOIS AVEC OUTILS MODIFIES

Introduction

Les tests d'usure et d'usinage d'outils revêtus réalisés durant notre étude appartiennent aux deux grands secteurs de la coupe du bois : la première et la seconde transformation.

Des tests d'usinage ont été réalisés dans un premier temps en laboratoire puis en industrie. En ce qui concerne la coupe du bois vert (première transformation), le principal de nos essais a été réalisé par déroulage. Aussi, ce procédé sera décrit à travers une synthèse d'études antérieures réalisées dans ce secteur. Les conditions de coupe optimales ont été déduites de ces recherches.

Des essais d'équarrissage (fraisage de bois vert) ont été également réalisés en conditions industrielles, en scierie afin d'évaluer la résistance des outils modifiés dans des conditions réelles beaucoup plus sévères.

Enfin, pour l'usinage en seconde transformation nous avons réalisé du défonçage (fraisage de bois sec) sur une machine industrielle disponible en laboratoire.

Usinage du bois vert (1^{ère} transformation)

II.2.1. Le déroulage

A l'inverse de la majorité des procédés d'usinage où l'on cherche à éliminer le plus rapidement possible de la matière en copeaux ou en sciures afin d'obtenir une pièce finie, le déroulage est un processus de première transformation du bois sans enlèvement de copeaux.

Détachés du billon (tronçon de tronc d'arbre) en feuilles de différentes épaisseurs mais généralement constantes selon les besoins de l'utilisateur, les placages constituent le produit final qui retient toute l'attention de l'opérateur. Ils sont utilisés comme éléments de base pour la réalisation d'une multitude de produits et matériaux (panneaux de contreplaqués, emballages légers, matériaux lamellés, ...).

Le procédé de déroulage (figure.II.2.1) consiste à développer une grume -de forme naturellement cylindrique- autour d'un axe passant par son noyau et dans le sens des fibres en coupon continu.

L'outil appelé 'couteau' fait toute la longueur du billon et décrit un mouvement d'avance perpendiculaire à l'axe longitudinal. Bien souvent en industrie, l'outil en plus de son mouvement d'avance, est également animé d'un mouvement de rotation de faible amplitude autour d'un axe passant par son arête de coupe afin de maintenir des conditions de coupe (angle de dépouille et d'attaque) optimales.

Ainsi, l'ensemble doit répondre à deux paramètres devant être constants durant toute la durée de l'opération:

- pas de la spirale = e (épaisseur du placage déroulé)
- rotation = 360° (un tour complet du billon)

Pour être géométriquement précis, la spirale exige une parfaite synchronisation entre ces deux paramètres, pas et rotation [115].

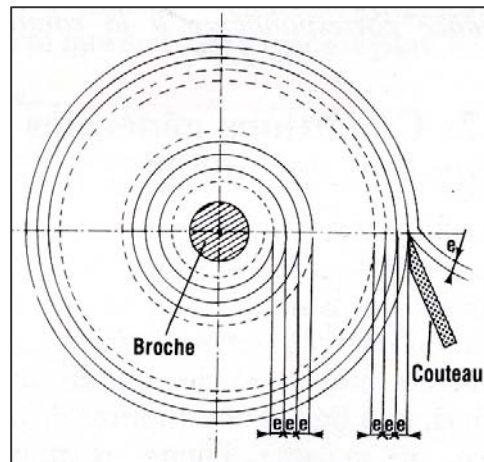


Figure.II.2.1. Principe du déroulage [115]

Par ailleurs et comme toute opération d'usinage, il présente des avantages et des inconvénients qui peuvent être résumés comme suit:

Avantages

- ✘ passage très aisé du bois brut (bois rond) au produit fini (placage),
- ✘ fabrication de feuilles de bois jusqu'à 5 mm d'épaisseur en grande dimension,
- ✘ bon rendement de matière (pas de copeaux ni de sciures),
- ✘ exploitation d'arbres de faibles diamètre ou de bois d'éclaircie.

Inconvénients

- ✘ épaisseur de feuilles limitées à 5 mm,
- ✘ utilisation d'installation lourdes et coûteuses à l'achat (mais durable),
- ✘ nécessité pour certaines essences de bois de traitements hygrothermiques (étuvage).

II.2.1.1. Nature de la coupe par déroulage

Du fait du caractère anisotrope (orthotrope) du bois que lui confère sa structure, il faut éviter de parler de l'usinage du bois de façon générale. Pour comprendre la nature de la coupe quelle qu'elle soit, il est primordial de connaître la position de l'outil ainsi que sa direction d'avance relative (outil/bois) dans le repère orthogonal du bois (R 'radial', T 'transversal', L 'longitudinal').

En tenant compte de cette position et dans le cas d'une arête de coupe unique, la coupe sera ainsi parfaitement décrite [116]. Pour définir les modes de coupe possibles dans le bois, Mac Kenzie [117] a émit une règle faisant intervenir trois angles (figure.II.2.2).

- ▶ premier angle : angle formé par la fibre et l'arête
- ▶ deuxième angle : angle formé par la direction de coupe et la fibre
- ▶ troisième angle : angle formé par la direction de coupe et l'arête

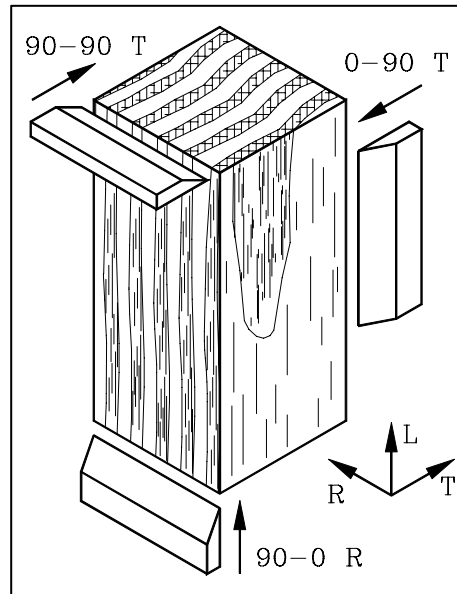


Figure.II.2.2 : Modes fondamentaux de coupe du bois

Si la valeur du troisième angle est différente de 90° , on se trouve dans le cas d'une coupe oblique. Cela conduit à trois modes de coupe orthogonale du bois que sont :

- ▶ le mode A (90/90) : plan de coupe et arête perpendiculaires à la fibre « sectionnement transversal »
- ▶ le mode B (90/0) : plan de coupe parallèle et arête perpendiculaire à la fibre (cas du rabotage)
- ▶ le mode C (0/90) : plan de coupe et arête parallèles à la fibre (cas du déroulage).

Ainsi, le déroulage est défini comme une opération de coupe purement transversale appartenant au mode C.

C'est le mode qui exige les plus faibles efforts de coupe : pour un même bois et dans les mêmes conditions d'usinage, l'effort de coupe dans ce mode sera respectivement deux à cinq fois moins important qu'en mode 90/0 ou qu'en mode 90/90 [118]. C'est pourquoi la coupe dans ce mode s'effectue avec un outil de faible angle de bec, compris généralement entre 19° et 23° [119,120], sans risque d'endommagement de l'arête.

Il est à noter qu'en déroulage réel, la présence de branches noyées dans la tige principale se traduit localement par une portion de coupe en mode A (90/90) [116].

II.2.1.2. Géométrie de la coupe par déroulage

o Sans barre de pression

La coupe par déroulage comme tous les procédés d'usinage est définie par trois angles caractéristiques localisés dans un plan perpendiculaire à la direction d'avance de l'outil que sont : l'angle de dépouille, l'angle de bec de l'outil et l'angle d'attaque. Par convention, la somme de ces trois grandeurs est égale à 90° (figure.II.2.3).

Il est alors logique que la variation de l'angle de dépouille conduit inévitablement au changement de l'angle d'attaque, l'angle de bec de l'outil étant fixe.

L'angle de dépouille est défini comme l'angle compris entre le plan vertical et la face de dépouille, et l'angle d'attaque par l'angle que fait le plan horizontal avec le dos de l'outil.

Thibault [116] définit l'effort exercé par l'outil sur le bois \vec{F}_c comme la somme de trois composantes que sont la résultante des efforts de la face de dépouille sur la surface du bois fraîchement usinée \vec{F}_d , la résultante des efforts de la face d'attaque sur le copeau détaché \vec{F}_a et la résultante des forces surfaciques qu'exerce l'arrondi d'arête sur le bois devant l'outil \vec{P} .

Cette dernière peut être considérée comme négligeable si l'outil a subi un affûtage adéquat de façon à obtenir un rayon d'arrondi d'arête de l'ordre du micron.

Si l'on suppose que les deux faces de l'outil ont subi un affûtage identique et que la structure du bois fraîchement usinée de part et d'autre des faces de l'outil est de même nature, on peut considérer que les forces exercées sur chacune des faces sont décalées de la normale d'un angle Φ appelé angle de frottement (figure.II.2.4).

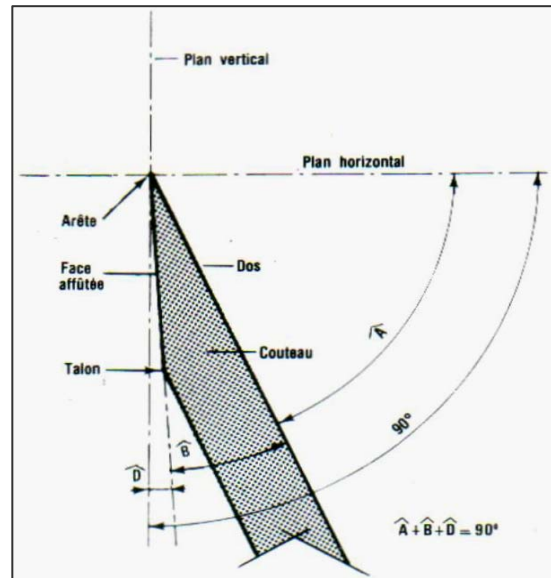


Figure.II.2.3 : Angles du déroulage

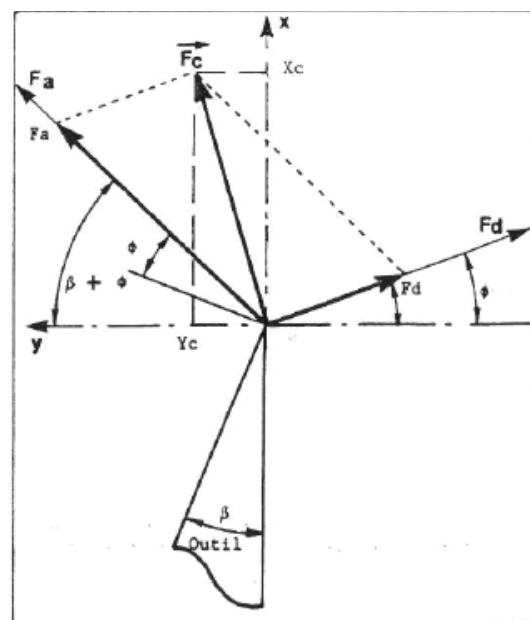


Figure.II.2.4 : Efforts de coupe sans barre de pression

Le calcul de \vec{F}_a (II.2.1) et \vec{F}_d (II.2.2) est réalisé par la mesure directe des composantes de l'effort de coupe \vec{X}_c et \vec{Y}_c de l'effort \vec{F}_c .

Par construction analytique nous aurons donc :

$$\vec{F}_a = \frac{Xc \cos \alpha + Yc \sin \alpha}{\sin(\beta + 2\phi)} \quad (\text{II.2.1})$$

$$\vec{F}_d = \frac{Xc \cos(\phi + \beta) - Yc \sin(\phi + \beta)}{\sin(\beta + 2\phi)} \quad (\text{II.2.2})$$

o Avec barre de pression

Quelques années après l'apparition des premières machines de déroulage, un perfectionnement leur a été apporté par l'addition d'un nouvel élément mécanique qu'est la barre de pression. Cette introduction avait pour principal but l'amélioration de la qualité des placages produits [121]. Placée à l'avant de l'outil, elles sont de deux types : angulaires ou à rouleaux. Dans une zone adjacente à l'arête de coupe de l'outil, la barre de pression crée un champ de contraintes. Un réglage optimal en géométrie ou en pression conduit à produire un placage de meilleure qualité de surface [122,123].

Avec son introduction, la géométrie du déroulage se voit quelque peu changée. En effet, la barre de pression fait intervenir une quatrième valeur angulaire. En ce qui concerne les barres de pressions angulaires, elles sont caractérisées par l'angle d'entrée (e) compris entre 0 et 20°, l'angle de bec de la barre (b) compris entre 74 et 78° et éventuellement un angle de sortie (s) compris entre 30 et 90° [119].

Avec un angle d'entrée de 15° et un angle de bec compris entre 74 et 78°, elles donnent lieu à un produit de bonne qualité, continu, d'épaisseur constante et de faible rugosité dans la majorité des essais en déroulage [124,125].

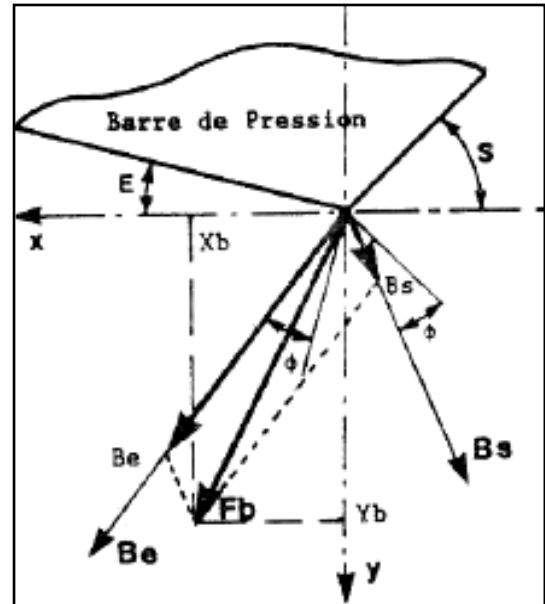


Figure.II.2.5 : Efforts de coupe avec barre de pression

Ainsi de nouveaux efforts de coupe viennent s'ajouter à ceux produits par l'outil (figure.II.2.5). Dans ce cas, le rayon de courbure d'une barre angulaire étant non négligeable, il est possible d'avoir une bonne estimation des résultantes \vec{B}_e (II.2.3) et \vec{B}_s (II.2.4) des efforts exercés par le bois, respectivement sur la face d'entrée et la face de sortie de la barre [116].

$$\vec{B}_e = \frac{\cos(S - \phi)}{\sin(E + S)} Xb + \frac{\sin(S - \phi)}{\sin(E + S)} Yb \quad (\text{II.2.3})$$

$$\vec{B}_s = -\frac{\cos(E + \phi)}{\sin(E + S)} Xb + \frac{\sin(E + \phi)}{\sin(E + S)} Yb \quad (\text{II.2.4})$$

II.2.1.3. Optimisation des paramètres de coupe

Ce procédé peut paraître simple lorsque l'on observe des cadences industrielles, mais en réalité les paramètres qui interviennent en cours de déroulage sont assez complexes et étroitement liés entre eux. En effet, il n'est pas possible de modifier un paramètre sans que d'autres grandeurs ne soient changées. De plus, durant la période de rodage (premiers mètres de déroulage), une succession de refus de coupe (talonnage et de plongée d'outil) intervient et induit des variations d'épaisseur des placages. Il a été noté que pour certaines essences de bois hétérogènes et pour des réglages d'outil exagérément mauvais, le régime stationnaire n'est jamais atteint [118].

Or, il est important pour **notre étude, qui porte essentiellement sur l'effet des modifications de surfaces des outils sur leur comportement vis-à-vis de l'usure et de leur résistance aux chocs**, de se placer dans les meilleures conditions de coupe afin de s'affranchir des problèmes que peuvent causer des réglages inadéquats. Pour ce faire, nous avons voulu mettre en évidence, par le biais d'études antérieures, l'effet de certains paramètres de coupe sur le comportement de l'outil en cours de déroulage.

Le choix de l'angle de dépouille est plus que capital pour obtenir de bons résultats. En effet, d'après [118], un angle de dépouille faible ou bien même négatif, engendre d'importants frottements bois/outil sur la face de dépouille conduisant à des épaisseurs de placages aléatoires. Si au contraire, l'angle est trop grand, ceci engendre des vibrations de la machine et d'importants risques de dégradation de l'outil par retournement de l'arête.

Avec un réglage fixe de l'outil, la diminution du rayon de déroulage s'apparente subjectivement à une diminution de l'angle de dépouille risquant de faire basculer le déroulage en régime de plongée d'outil en fin d'usinage. Ainsi, et sous prétexte d'assurer une stabilité au couteau en cours de déroulage, de nombreux auteurs et surtout industriels préconisent et pratiquent une variation de l'angle de dépouille asservie à celle du rayon de déroulage.

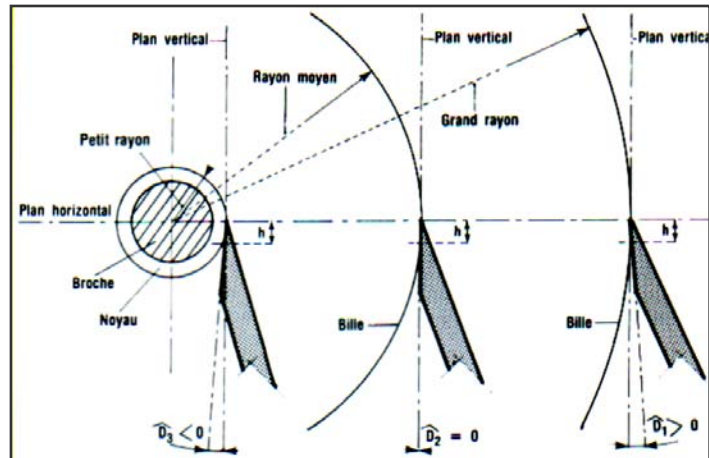


Figure.II.2.6 :Variation de l'angle de dépouille en cours de déroulage

Fondronnier *et al*, [115] conseillent de maintenir un contact face de dépouille/bois de hauteur h constante (figure.II.2.6).

Par ailleurs, Palka *et al* [126], préconisent, sur du Douglas déroulé en 6 mm d'épaisseur, d'augmenter la dépouille de 0 à 30° de la périphérie à mi-parcours ensuite de passer à des valeurs négatives en fin de déroulage.

Mais la question qui s'est posée à plusieurs reprises est : **y a-t-il réellement obligation de faire varier l'angle de dépouille ?**

Des études plus récentes ont remis en cause ces affirmations. En effet, Movassagui *et al.*[127] ont observé sur deux espèces de châtaigniers que les évolutions des efforts et de la qualité des placages sont quasiment indépendantes du rayon de déroulage et c'est avant tout la structure du bois de cœur vers l'extérieur qui conditionne les résultats. Ils en ont donc conclu que c'est davantage la variation anatomique du bois qui prime et qui empêche une éventuelle influence du rayon de déroulage.

D'un autre côté, Marchal [118] note que l'évolution des efforts \vec{F}_a et \vec{F}_d avec le rayon de déroulage sur treize disques de chênes méditerranéens déroulés entièrement avec une dépouille fixe, indique une relative stabilité de l'outil. De plus, Thibault [116] remarque qu'aucune étude systématique ne démontre l'intérêt de la variation de dépouille en cours de déroulage.

En ce qui concerne la vitesse de déroulage, Lutz [128] et Koch [129] affirment que la profondeur de fissuration des placages augmente avec la vitesse de coupe. Lutz [128] observe l'apparition d'arrachement et de décollement au niveau des cernes avec l'accélération du déroulage. Mothe [130] montre sur du châtaignier que l'effort \vec{F}_d augmente presque linéairement avec le logarithme de la vitesse. Par ailleurs, l'augmentation de \vec{F}_a avec la vitesse a été observée sur du Douglas [131] lorsque l'épaisseur des placages est supérieure à $6/10^{\text{ème}}$ mm. En-dessous de cette valeur, cet effort semble indépendant de la vitesse.

Ainsi et pour les raisons évoquées précédemment, nous avons fixé l'angle de dépouille et la vitesse de coupe. Ces réglages seront présentés dans les paragraphes qui traitent des essais de déroulage réalisés. Ces valeurs sont en adéquation avec les valeurs utilisées dans l'industrie.

Ces mêmes valeurs avaient été utilisées lors d'une étude menée sur le déroulage avec des outils modifiés en surface. Beer [6] avait ainsi observé une relative stabilité de l'outil au cours du processus de déroulage.

II.2.2. Usinage avec une microdérouleuse instrumentée

Afin d'évaluer l'amélioration du comportement des outils par la modification de leur surface en contact avec le bois et avant de réaliser des tests en industrie avec des outils optimaux, nous avons effectué des tests d'usure en laboratoire.

A cet effet, une microdérouleuse instrumentée a été utilisée (figure.II.2.7). Cet appareillage a été construit durant le travail de mémoire CNAM de Butaud [120] et la thèse de Decès-Petit [119] en s'inspirant en partie des travaux réalisés par Thibault [116,132].

En utilisant des couteaux et billons de faibles dimensions, ce dispositif reproduit fidèlement le processus de déroulage. Le choix d'étudier le déroulage sur des rondelles de petites largeurs s'explique principalement par la possibilité d'analyser de manière élémentaire les phénomènes qui apparaissent sur les outils industriels, mais aussi à cause

de l'opportunité de préparer un plus grand nombre d'échantillons prélevés dans la même grume. Ainsi nous pouvons limiter l'effet de la variabilité des caractéristiques mécaniques du bois.

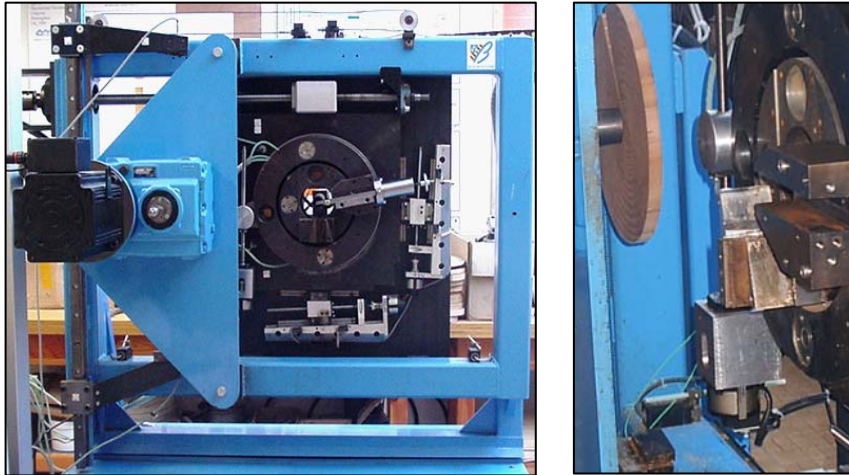


Figure.II.2.7: Microdériveuse de l'ENSAM de Cluny

Cette machine permet de mesurer les efforts de coupe tangentiel \bar{X}_c et radial \bar{Y}_c et donc d'en déduire par calcul l'effort de coupe \bar{F}_c (équations (II.2.1) et (II.2.2)). On a également la possibilité de mesurer le coefficient de frottement outil/matière et les déplacements du plan de coupe. En effet, en cours de déroulage, un patin de frottement en acier (revêtu ou non) vient s'appuyer de manière élastique avec une force normale F_N contre la rondelle de bois. Grâce à un capteur piézoélectrique positionné en-dessous du patin, on mesure la force de frottement F_T . Le patin de frottement s'appuyant contre le bois $\frac{1}{4}$ de tour après que sa surface ait été rafraîchie par l'usinage, la surface du bois conserve donc les mêmes caractéristiques que celles de la surface de contact de la lame. L'erreur totale de mesure a été évaluée en-dessous de 2%.

Les traitements testés grâce à ce dispositif sont : les revêtements durs TiN, CrN, DLC, la nitruration ionique et les traitements duplex (monocouche de CrN + nitruration ionique).

II.2.2.1. Géométrie des outils de coupe et matériaux usinés

Les outils que nous avons utilisés sont du type 'monobloc'. La géométrie est représentée sur la figure.II.2.8. Avant dépôt, tous les outils ont été polis au papier abrasif (SiC Φ 800) afin de leur conférer une rugosité de surface proche de celle des couteaux de déroulage industriel après affûtage. Dans la majorité des cas, le revêtement a été appliqué sur les deux faces de l'outil (face d'attaque et face de dépouille) avec une épaisseur de 1 à 3 μm . Des tests ont été également menés avec des outils revêtus sur une face, généralement la plus sollicitée lors de la coupe (face en contact avec le copeau, « face d'attaque »).

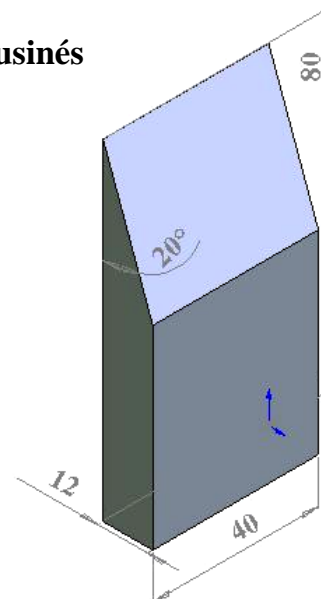


Figure.II.2.8 : Géométrie d'un outil de microdériveuse

Il faut signaler que l'outil est positionné inversement sur notre machine d'expérimentation. En effet, en déroulage traditionnel la face en contact du copeau est bien la face plane alors que dans le cas de la microdérouleuse, cette dernière est en contact avec la rondelle pour des raisons d'encombrement de la machine.

En ce qui concerne le matériau usiné, une grande partie de nos essais a été réalisée sur du hêtre « *Fagus sylvatica* ».

Notre choix d'utiliser du hêtre est principalement basé sur le fait que c'est une essence avec une structure homogène et très déroulée en Europe. Son utilisation constitue ainsi une excellente référence en ce qui concerne la contribution des traitements de surface dans cette technologie. Des rondelles homogènes, sans nœuds de 20 mm d'épaisseur et de 400 à 500 mm de diamètre ont été utilisées pour cet effet. Ces rondelles ont été maintenues immergées dans une eau à température ambiante. L'eau fut changée régulièrement afin d'éviter la dégradation des bois par effets chimiques.

Le MDF a été également utilisé. C'est un dérivé du bois (bois fragmenté et reconstitué en panneaux), non déroulable mais très utilisé en seconde transformation. Selon les essences et la provenance des bois, le MDF peut être plus ou moins abrasif (présence de minéraux tels que la silice). Il est à noter qu'il est souvent plus abrasif que le bois massif.

La figure.II.2.9 montre des rondelles de MDF utilisées. Leur épaisseur ainsi que leur diamètre étaient respectivement de 6 mm et de 400 à 500 mm.



Figure.II.2.9 : Rondelles de MDF

II.2.2.2. Conditions de coupe

Les conditions de coupe utilisées pour les deux matériaux usinés sont résumées dans le Tableau.II.2.1. Pour le MDF, ces conditions ont été choisies de façon à conférer à l'ensemble outil/bois une relative stabilité.

	Vitesse linéaire (m/s)	Epaisseur de copeau (1/10 ^{ème} mm)	Angle de dépouille (°)
Hêtre	1	3-10	1
MDF	0,5	6	3

Tableau.II.2.1 : Conditions de coupe

II.2.2.3. Évaluation de l'usure des outils

Le recul de l'arête, autrement dit la modification de la géométrie de l'arête de coupe a été choisi comme critère de l'usure de l'outil (figure.II.2.10).

Grâce à la faible taille des outils, l'observation sur la face de dépouille (face plane) a été réalisée à l'aide d'un microscope optique. La démarche consiste à prendre une valeur moyenne à partir de 50 points de mesure pris tous les 350 μm , le point zéro de la mesure est pris sur la partie de l'arête de coupe de l'outil non soumise à l'usinage.

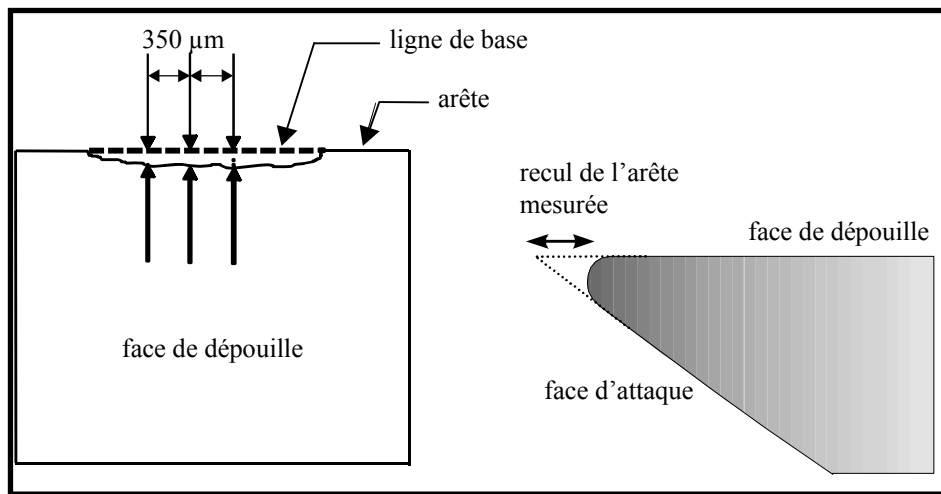


Figure.II.2.10 : Mesure du recul de l'arête d'un couteau de déroulage

L'observation est réalisée sur un microscope optique OLYMPUS Vanox-AH2. La mesure de l'usure de la lame s'effectue par ordinateur grâce à un logiciel d'acquisition avec une précision de 0,5 μm et pour un grandissement de 590 fois, ce qui donne une erreur de mesure de l'ordre du micron.

II.2.3. Déroulage industriel en laboratoire

Nous avons eu l'opportunité de réaliser des tests de déroulage sur la machine industrielle de notre laboratoire. Ainsi, nous avons effectué des essais de déroulage avec des couteaux modifiés par les traitements de surface optimisés (**CrN, nitruration ionique et traitement duplex**) lors des tests de microdéroulage. Nous n'avons pas utilisé de couteaux revêtus DLC car nous n'avons pas trouvé d'entreprise capable de revêtir des outils de grandes dimensions.

Cette campagne d'essais a été rigoureusement conforme à la méthodologie utilisée en industrie. La dérouleuse instrumentée à commande numérique utilisée « SEM-Automation S500 » est montrée sur la figure.II.2.11.

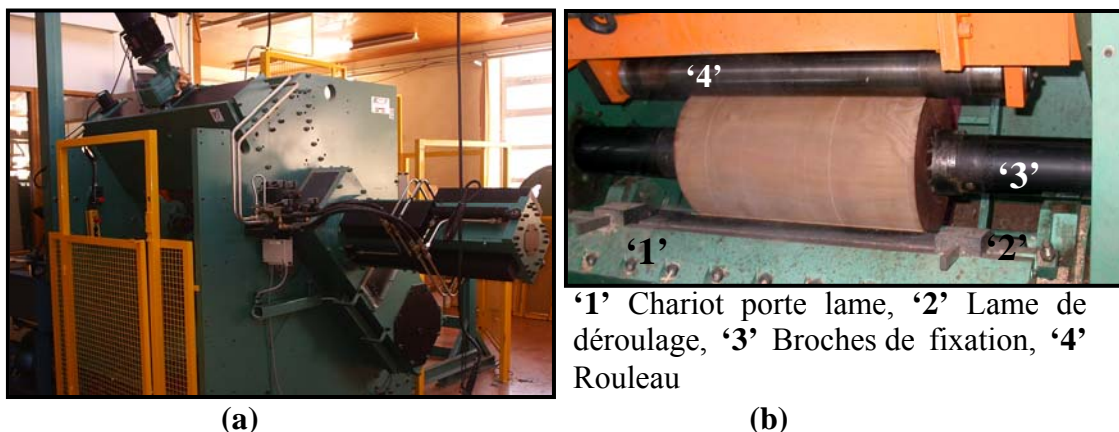


Figure.II.2.11 : (a) dérouleuse 'SEM-Automation S500', (b) vue de la partie active de la dérouleuse

Elle se compose essentiellement :

- d'un chariot porte-lame '1' : de structure en acier usiné, il supporte la lame de déroulage '2'. Sa course maximale est de 225 mm, permettant le déroulage de billons jusqu'à 450 mm de diamètre.
- d'une lame de déroulage '2' : d'une longueur maximale de 950 mm, son maintien dans son plan de coupe est assuré par des vis à réglage manuel.
- de broches de fixation et d'entraînement des billons '3' de type télescopique d'un diamètre respectif de 110 et 70 mm.
- d'un moteur d'entraînement des broches à courant continu : développant une puissance de 77 kW, il permet une vitesse de rotation des broches de 45 à 450 tr/min.
- d'un support de la barre de pression solidaire des deux flasques latérales du porte-lame. La barre de pression est une lame affûtée angulairement, réglable manuellement dans le support par des vis de serrage et de poussée.
- d'un rouleau '4' qui permet de limiter le flambement du billon de faible diamètre en fin de déroulage. Ce rouleau est fixé et positionné à 36° par rapport à l'axe vertical des broches.

Après mise en place du billon à dérouler, il est animé d'un mouvement de rotation grâce aux broches d'entraînement. Le chariot porte-lame avance vers le billon pour permettre l'amorçage de l'opération. Le ruban de placage produit est ensuite dirigé vers un enrouleur placé à l'arrière de la machine pour sa récolte.

Régulièrement, un échantillon de placage est prélevé pour le contrôle de son état de surface.

II.2.3.1. Géométrie des outils de coupe et matériau usiné

La géométrie des lames utilisées sur cette dérouleuse est montrée sur la figure.II.2.12. Ces couteaux ont été traités sur leurs deux faces après avoir été affûtés à l'aide d'une machine spécifique.

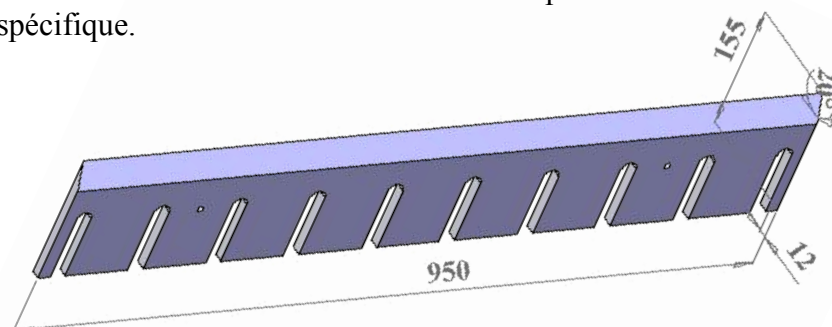


Figure.II.2.12 : Outil de déroulage

Pour nos essais, des billons de hêtre d'un diamètre de 450 mm et d'une longueur de 800 mm ont été déroulés. Avant leur usinage, nous avons procédé à leur écorçage puis un traitement hygrothermique (étuvage) leur a été appliqué (figure.II.2.13).

L'opération d'étuvage, en générale, peut être réalisée par immersion complète des billons dans une eau portée à haute température ou bien par une « cuisson » dans des cuves à vapeur. Au cours du processus, le fluide jouant le rôle de transporteur de chaleur facilite le transfert de chaleur du bain vers le noyau du billon.

Cette opération entraîne la plastification et le ramollissement des bois d'où:

- La diminution des efforts de coupe et donc de l'usure de l'outil,
- L'atténuation des défauts du bois : nœuds, fluidification de la résine, fibre torse, hétérogénéité,
- L'amélioration de la qualité des placages.

L'étuvage des billons usinés en laboratoire fut réalisé par leur immersion dans une eau portée à 70°C pendant un temps compris entre 24 et 35 h dans une cuve d'un volume de 4500 l.

L'homogénéité de la température d'étuvage au sein des billons, à cœur et en surface, a été contrôlée à l'aide d'un thermomètre digital. La méthode consiste à percer un trou au milieu du billon en partant de la surface de la génératrice vers le cœur puis de mesurer la température à différentes profondeurs. Un tel traitement a permis d'obtenir une bonne répartition de la chaleur.



Figure.II.2.13 : Étuvage des billons de hêtre

II.2.3.2. Conditions de coupe

Les conditions de coupe que nous avons retenues sont celles fréquemment utilisées par une PME (BDA, Bois Déroulés de l'Auxois) qui fabrique des placages de hêtre (également les mêmes utilisés en microdéroulage). Les paramètres retenus ont permis de dérouler nos billons dans des conditions très stables et de nous affranchir d'effets parasites qui peuvent fausser les mesures d'usure. Les conditions de coupe sont résumées dans le tableau.II.2.2.

	Vitesse linéaire (m/s)	Epaisseur de copeau (1/10 ^{ème} mm)	Angle de dépouille (°)
Hêtre	1	10	1

Tableau.II.2.2 : Conditions de déroulage industriel en laboratoire

II.2.3.3. Évaluation de l'usure des outils

De part la grande taille des outils utilisés ainsi qu'un poids dépassant 14 kg ($\rho(\text{acier})=7,87\text{g/cm}^3$), la mesure de l'usure avec la méthode de quantification dans le cas des outils de microdéroulage n'a pas pu être utilisée. Ainsi, une nouvelle méthode de

quantification du recul de l'arête a été développée. Elle consiste à usiner des points de référence à même le couteau qui serviront par la suite de repères à la mesure du recul d'arête (figure.II.2.14).

L'usinage des points de références a été réalisé selon la méthode suivante : usinage de trois groupes de points au milieu de l'outil. La distance entre deux groupes voisins est de 100 mm. Chaque groupe contient 50 points de référence. La distance entre deux points voisins est de 2 mm et entre le sommet du point et l'arête tranchante est de 1 mm.

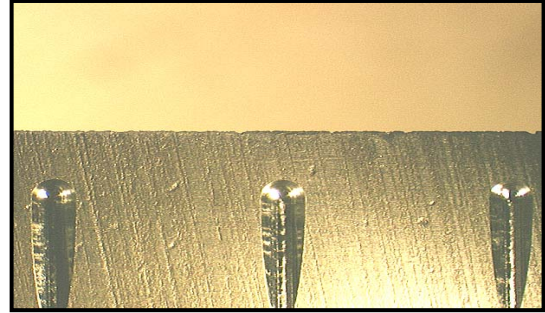


Figure.II.2.14 : Points de référence usinés

Ainsi, l'usure de l'outil fut définie comme la différence entre la cote prise sur un point avant usinage et la cote prise sur ce même point après une distance de déroulage selon la formule suivante :

$$Usure (Dm) = \sum_1^{150} \left(\frac{Xn}{n} \right)_{0m} - \sum_1^{150} \left(\frac{Yn}{n} \right)_{Dm} \quad (\text{II.2.5})$$

Où:

- D_m : distance d'usinage
- X_n : cote prise sur un point n avant usinage
- Y_n : cote prise sur un point n après usinage

Les observations de l'aspect de l'arête de coupe ainsi que les mesures du recul d'arête ont été réalisées à l'aide d'une binoculaire équipée d'une caméra CCD reliée à un ordinateur. Le relevé des cotes fut possible grâce au logiciel « Leica Lida Lite ». La précision de mesure pour un grandissement de 10 fois était inférieure à $5 \mu\text{m}$. Une illustration de la mesure est présentée sur la figure.II.2.15.

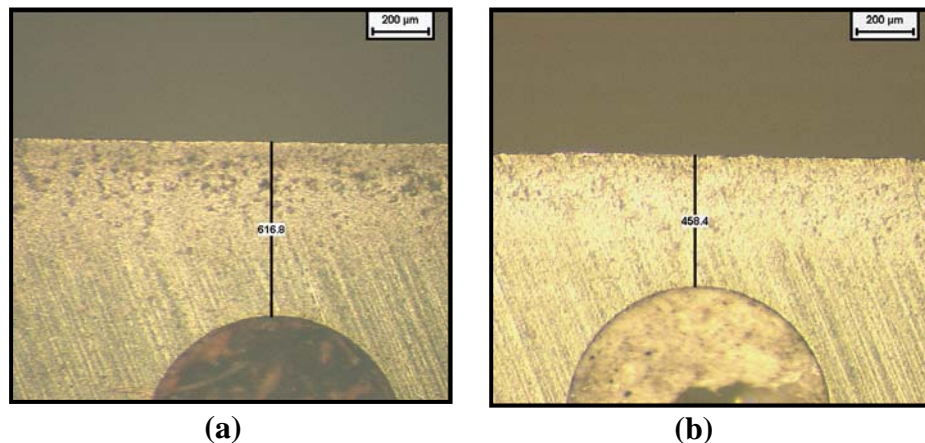


Figure.II.2.15. Cote prise : (a) Avant usinage, (b) Après 5000 m de déroulage

L'accomplissement de ces observations a nécessité la réalisation d'un support d'outils (figure.II.2.16). Des cales en bois d'un angle de bec identique à celui des outils (20°) ont été utilisées afin d'avoir la face observée sur un plan horizontal.

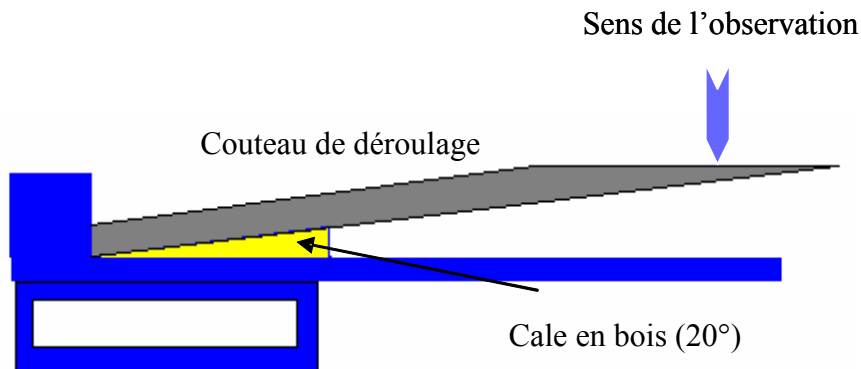


Figure.II.2.16 : Montage de soutien de la lame de déroulage pour observation de son usure

II.2.4. Déroulage industriel

Après avoir réalisé des tests de déroulage industriels en laboratoire, nous avons fait des essais directement en entreprise. Ceux-ci ont été effectués dans une PME (BDA) équipée d'une dérouleuse « RAUTE WOOD » (figure.II.2.17.a). Les essais se sont déroulés sur une semaine avec deux copeaux de référence (non revêtus) et deux copeaux revêtus industriellement d'une monocouche de CrN.

II.2.4.1. Géométrie des outils de coupe et matériau usiné

La forme des outils utilisés ne diffère pas de ceux illustrés sur la figure.II.2.12. Néanmoins, leurs dimensions sont plus importantes ($1700 \times 197 \times 16 \text{ mm}^3$, 20°). Des billons de hêtre ont été déroulés après avoir été étuvés dans des cuves à vapeur (figure.II.2.17.b) à 70°C , puis découpés et écorcés. En plus du hêtre, il est fréquent que cette entreprise déroule d'autres bois tels que : le chêne, le frêne, l'érable et le peuplier.



Figure.II.2.17 : (a) Dérouleuse 'RAUTE WOOD', (b) Cuve d'étuvage des grumes

II.2.4.2. Conditions de coupe

En déroulage, les conditions de coupe changent selon l'épaisseur des placages souhaités. Durant la semaine d'essais, elles sont restées inchangées. Le tableau.II.2.3 résume les conditions utilisées.

Vitesse linéaire (m/s)		Épaisseur de copeau (1/10 ^{ème} mm)	Angle de dépouille (°)
Mise au rond (m/s)	Déroutage		
4	1,5	Variable entre (8/ et 12/)	de 1,18 à -0,3°

Tableau.II.2.3 : Conditions de coupe de déroulage industriel

Par rapport au déroulage réalisé en laboratoire, deux paramètres diffèrent. Le premier étant la variation de l'angle de dépouille asservie au rayon de déroulage. En effet, lors du processus industriel on passe d'une dépouille de 1,18 à -0,3°. La deuxième variante est la mise au rond très rapide des billons. Le régime de coupe est freiné par la suite pour atteindre une vitesse linéaire de coupe constante jusqu'à l'obtention du noyau résiduel.

II.2.4.3. Évaluation de l'usure des outils

Dans le secteur du déroulage, ce n'est pas tant l'usure des copeaux qui gêne la production mais c'est plus l'apparition de petites ébréchures sur l'arête de coupe occasionnée par les nœuds (que l'on appelle dans le jargon du déroulage « dents »). Ces ébréchures de faibles tailles (entre 1/10^{ème} et 10/10^{ème} mm pour les plus grosses), détériorent la qualité de surface des placages par rayage et provoquent leur déclassement.

A chaque fois que ce phénomène apparaît, l'opérateur est obligé de stopper la production et d'intervenir sur la lame pour faire disparaître la dent par réaffûtage. Ainsi, nous avons relevé le nombre de fois que l'opérateur est intervenu sur un copeau non revêtu puis pareillement pour un copeau modifié en surface. Le temps de l'intervention de l'opérateur a également été relevé.

II.2.5. Tests d'équarrissage (production de plaquettes en bois)

Toujours dans le domaine de la première transformation du bois, nous avons réalisé des tests d'usinage dans des conditions beaucoup plus sévères que le déroulage.

Le fraisage de bois vert avec têtes de canter a été effectué dans une scierie avec des copeaux modifiés. Cette opération consiste à convertir des grumes directement en plateaux ou en équarris, sans produire de sciure (figure.II.2.18 et II.2.19), les résidus étant directement transformés en copeaux (plaquettes) de dimensions bien calibrées. Ces sous-produits sont utilisés généralement dans la fabrication de panneaux en bois et dans l'industrie papetière.

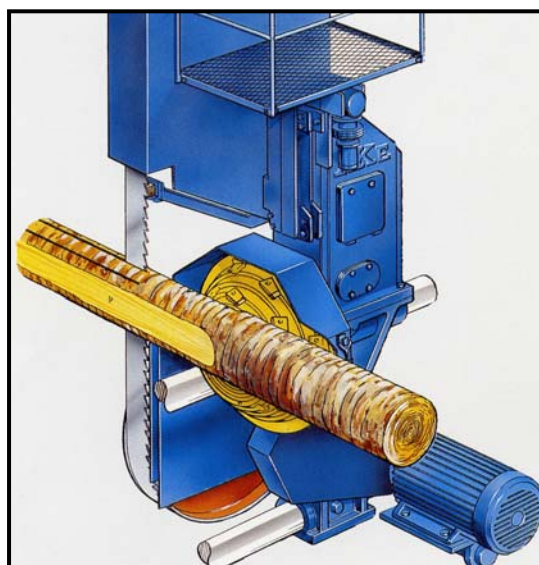


Figure.II.2.18 : Tête de fraisage (Canter)

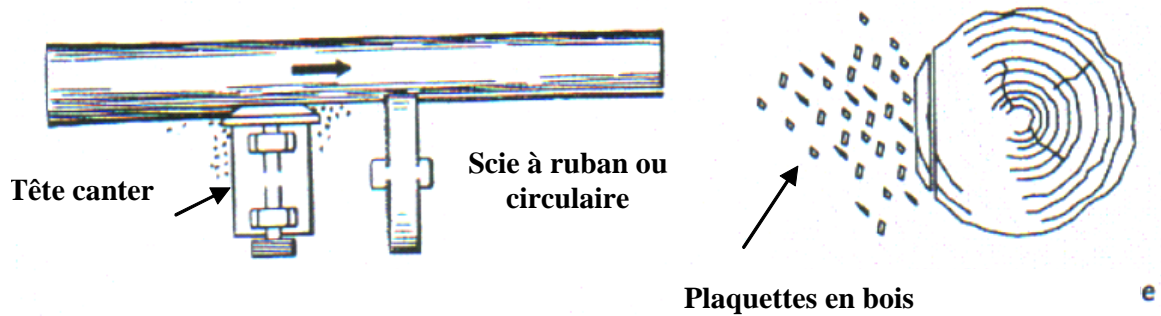


Figure.II.2.19 : Principe de la coupe par tête canter

Les traitements de surfaces que nous avons utilisés sont : **CrN, DLC, la nitruration ionique et des traitements duplex.**

II.2.5.1. Géométrie des outils de coupe et matériau usiné

La géométrie des outils est représentée sur la figure.II.2.20. Les essais de fraisage ont été effectués sur du Douglas.

C'est un bois résineux à croissance rapide importé d'Amérique du Nord, dont le potentiel de récolte sera très important dans les années à venir en France.

En effet, avec ses 350 000 ha de peuplement et ses 50 millions de m³ sur pied, la France dispose de plus de la moitié de la ressource européenne de Douglas, et la Bourgogne à elle seule détient le ¼ de la ressource nationale. La valorisation de cette essence représente une réelle future source économique.

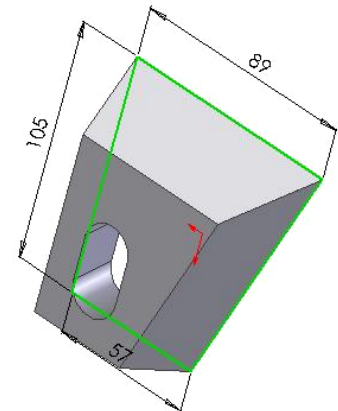


Figure.II.2.20 : Géométrie d'outil de Canter

De plus, ce bois est particulièrement bien adapté à la construction (marché le plus important pour le bois) car il dispose de bonnes performances mécaniques et d'une durabilité naturelle élevée.

II.2.5.2. Conditions de coupe

Lors de nos essais, les conditions de coupe de la production en scierie ont été conservées. Pour réaliser nos tests, nous avons utilisé trois groupes d'outils. Chaque groupe était composé de deux outils modifiés avec un traitement différent et un outil non traité afin de soumettre les trois outils aux mêmes conditions de coupe et d'éliminer l'effet de l'hétérogénéité du bois. Selon le diamètre du billon à usiner (dans le cas des faibles rayons), les copeaux positionnés sur les rayons externes peuvent ne pas être sollicités durant l'usinage.



Figure.II.2.21: Positionnement des outils testés sur la tête du Canter

Pour cette raison nous avons positionné les outils sur le premier rayon de la tête (figure.II.2.21) où les outils sont les plus sollicités.

II.2.5.3. Évaluation de l'usure des outils

En plus de la méthode de mesure du recul d'arête des outils basée sur l'emploi des points de référence, nous avons également utilisé une autre méthode. Cette méthode fait intervenir un comparateur.

Le principe de cette méthode est simple. On fait glisser la pointe du comparateur (précision de 10 μm) sur l'arête de coupe dans le sens perpendiculaire à cette dernière. La valeur de l'usure est définie comme la différence entre la cote prise entre la base de l'outil et son arête, et la cote prise sur le même point après un temps d'utilisation (figure.II.2.22).

Il est à noter que cette méthode, très simple à mettre en œuvre, a donné des résultats comparatifs et fiables mais surtout a été très facilement transposable chez l'industriel.

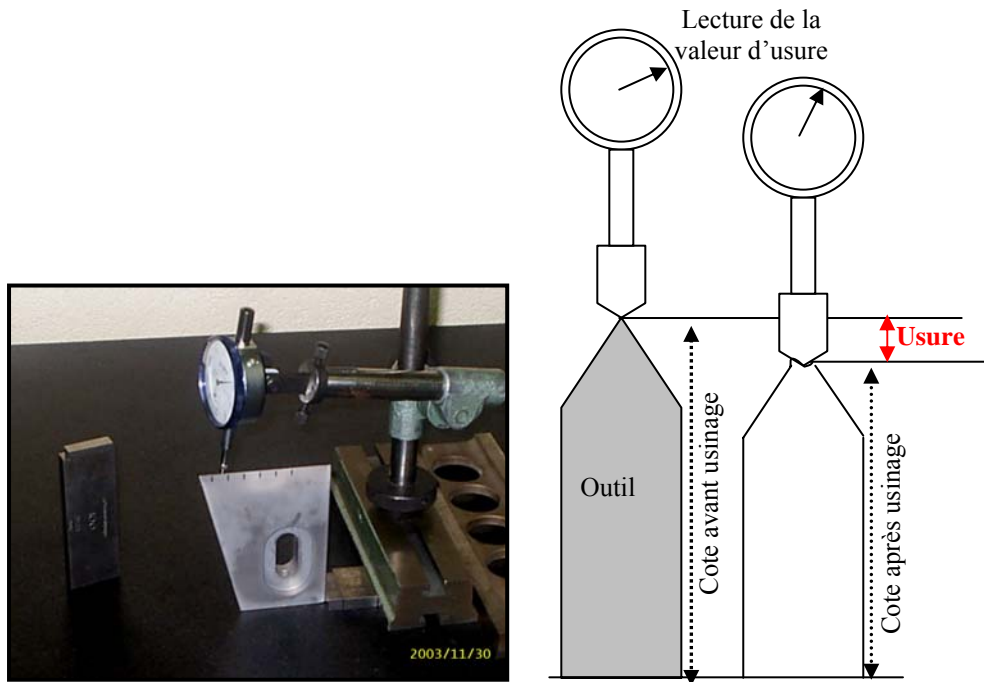


Figure.II.2.22 : Principe de la méthode de mesure du recul d'arête avec un comparateur

Usinage de bois sec (seconde transformation)

II.2.6. Tests de fraisage (défonçage)

Afin de constater l'apport de la modification de surface des outils de coupe en seconde transformation du bois, nous avons réalisé des tests de défonçage de MDF.

La machine que nous avons utilisée est une défonceuse à commande numérique RECORD1 fabriquée par SCM S.p.A., une société Italienne (figure.II.2.23).

C'est une machine 3 axes équipée d'un système de commande numérique classique de type NUM1020. L'axe Z portant la broche est réalisé par un système de potence. La table et le bâti de la machine sont en aluminium.



Figure.II.2.23 : Défonceuse 3 axes à commande numérique

Les capacités maximales de la machine sont :

- ✓ une vitesse d'avance de 40 m/mn,
- ✓ une vitesse de rotation de la broche de 18 000 tr/min.
- ✓ déplacement en X : 2135 mm
- ✓ déplacement en Y : 985 mm
- ✓ déplacement en Z : 250 mm

La puissance maximale de la broche est de 7,5 kW.

II.2.6.1. Géométrie de l'outil et matériau usiné

L'outil (figure.II.2.24.a) est une fraise deux dents formée de deux plaquettes carbures de 50 mm et de deux araseurs permettant la finition de la surface. Les plaquettes (figure.II.2.24.b) sont en carbure de tungstène fritté industriels (LEITZ Corp.) avec un angle d'arête de 55°.

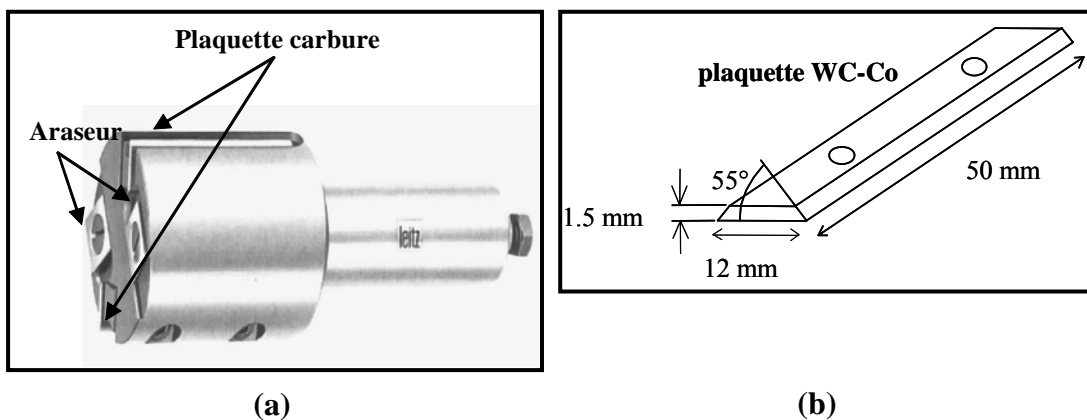


Figure.II.2.24 : (a) outil de fraisage (défonceuse), (b) géométrie des plaquettes carbures

Avant d'être chargées dans la chambre de pulvérisation magnétron, les plaquettes carbures sont nettoyées dans un bain à ultrasons sous éthanol. Le revêtement utilisé pour réaliser cette partie de l'étude est CrAlN. Différents films ont été appliqués sur les deux faces des outils.

Le matériau usiné est du MDF. Les usinages ont uniquement été faits en mode 90/0 (pas d'usinage en bout) et, du fait d'un engagement axial de 5.5 mm, nous avons pu effectuer trois passes en hauteur par panneau de MDF, laissant une chute de 2.5 mm d'épaisseur en fin d'usinage. Ainsi, l'usinage d'un panneau représente une longueur de coupe de 57x3 m.

II.2.6.2. Conditions de coupe

Les paramètres de coupes ont été fixés de manière à obtenir une usure rapide. Les capacités de la machine sont limitées à une vitesse de rotation de 18 000 tr/min et une vitesse d'avance de 40 m/min. Afin de déterminer à quelle vitesse de rotation et d'avance nous allons travailler, nous avons appliqué la formule de Schlessinger [133] (II.2.6), sachant que nous voulions obtenir une épaisseur de copeau moyenne de l'ordre de 0,2 mm.

$$e_m = \frac{V_f}{N.z} \sqrt{\frac{a_e}{D}} \quad (\text{II.2.6})$$

Avec e_m l'épaisseur moyenne du copeau, V_f la vitesse d'avance, N la vitesse de rotation, z le nombre de dents, a_e l'engagement radial et D le diamètre de l'outil.

D'après cette relation nous avons donc choisi la vitesse de rotation maximale de 18000 tr/min et une vitesse d'avance de 30 m/min.

La hauteur de coupe est de 5,5 mm, ce qui permet d'obtenir une partie usée suffisante sans utiliser trop de bois. De même, l'engagement radial n'étant pas le facteur influant le plus l'usure des plaquettes, nous avons choisi une valeur de 2 mm (figure.II.2.25) afin de réaliser des tests d'usinage relativement rapides tout en consommant un minimum de bois.

Un programme d'usinage permettant de réaliser le maximum de longueur d'usinage en un temps minimum a été réalisé.

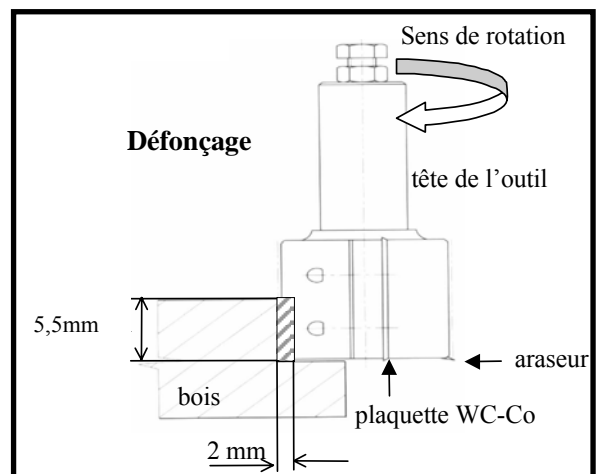


Figure.II.2.25 : Principe du défonçage

II.2.6.3. Évaluation de l'usure des outils

L'appareil offrant les meilleures possibilités d'observation de notre outil s'est avéré être un microscope optique OLYMPUS Vanox-T AH-2. L'avantage de cet appareil réside surtout dans sa grande profondeur de champ qui nous a permis d'observer les plaquettes

carbure montées sur leur porte-outil, lui-même monté sur un mandrin. Il est en effet important de pouvoir mesurer l'usure des plaquettes sans avoir à les démonter du porte-outil, sans quoi des dispersions au niveau des résultats auraient pu survenir, l'équilibrage des plaquettes n'étant pas reproductible à 100%. On a donc observé l'arête de la plaquette toujours montée sur l'outil parallèlement à sa face d'attaque et l'on mesure ce que l'on peut appeler « le plat » de l'arête qui s'accroît avec l'usure (figure.II.2.26).

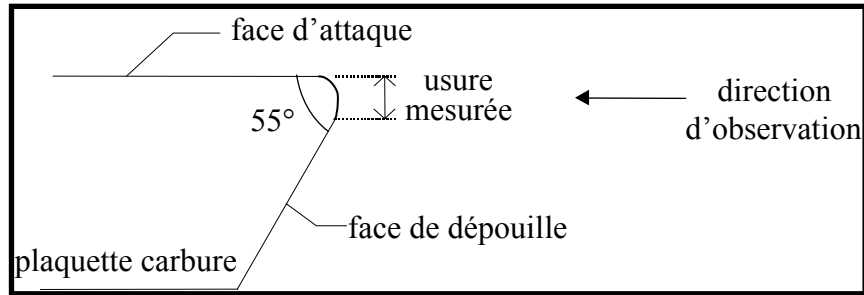


Figure.II.2.26 : Observation de l'usure des plaquettes carbures au microscope optique

Le microscope optique est équipé d'une caméra CCD Sony reliée à un ordinateur. Une carte d'acquisition permet le traitement d'images à l'aide du logiciel ANALYSIS grâce à des mesures directement effectuées sur les photos prises. Les mesures (environ une cinquantaine) sont réalisées au grossissement maximal (x100) et sur toute la longueur de la partie usée. La résolution de la caméra ainsi que celle de l'écran de l'ordinateur nous permettent d'avoir une précision de 2 μm au plus fort grossissement.

CHAPITRE III.
APPLICATION DE REVETEMENTS
CLASSIQUES (TiN, CrN, DLC,.)
A L'USINAGE DU BOIS

CHAPITRE III. APPLICATION DE REVETEMENTS CLASSIQUES (TiN, CrN, DLC,.) A L'USINAGE DU BOIS

III.1. Introduction

Ce travail de thèse trouve sa source dans une étude antérieure, dont le but était de comparer le comportement mécanique d'outils modifiés en surface (revêtements durs et traitements thermo-chimiques) en usinage du bois ; plus exactement en examinant la manière avec laquelle agissent ces modifications sur l'usure des outils [6,134]. Pour la réalisation de cette étude, les auteurs ont utilisé des films durs classiques en couches minces : TiN, (Ti,Zr)N, Cr, Cr_xN_y et W-C :H (carbone amorphe hydrogéné : DLC) mais également la nitruration par implantation ionique à basse température.

En ce qui concerne les aciers des outils, la première nuance 60SMD8 (57-59HRC) utilisée, est un acier allié fréquemment employé en France pour la fabrication de couteaux de dérouleuse. Dans la seconde partie de l'étude, TiN industriel et Cr_xN_y optimal ont été appliqués sur des outils en acier rapide : Z90WCDV2 (64-66 HRC, nuance d'acier fréquemment utilisée en Pologne pour la fabrication de couteaux d'usinage du bois). Les revêtements ont été déposés sur les deux faces des outils : face d'attaque et face de dépouille afin de vérifier l'influence des faces de couteaux à revêtir.

Les tests de microdéroulage (§II.2.2) ont été menés sur du hêtre homogène sans nœud afin d'étudier uniquement le recul des arêtes de coupe. Les paramètres de coupe ont été maintenus constants durant les tests d'usinage (vitesse de coupe : 1 m/s, angle de dépouille : 1° , épaisseur de copeau : 0,3 mm).

Les traitements de surface prennent une part importante dans le processus du recul d'arête des couteaux (figure.III.1). Nitrurer l'outil retarde son usure. En effet, après 2000 m de déroulage, le recul d'arête a été réduit de moitié (50%). Le résultat le plus probant est obtenu par le revêtement Cr_xN_y avec lequel le recul d'arête de l'outil a été diminué de 63%. Au-delà de cette distance (2000 m), les courbes décrites par l'outil témoin et l'outil revêtu de CrN sont presque parallèles, ce qui nous pousse à dire que cette amélioration du recul d'arête (70 μ m) peut être constante jusqu'à des distances de déroulage plus importantes, augmentant par là même la durée de service de l'outil revêtu. Pour vérifier cela, il faudrait dérouler d'importantes quantités de bois et en laboratoire ce n'est souvent pas possible (contraintes d'appareillages, de moyens et de temps). Néanmoins, ces résultats dégagent des tendances et pour une meilleure fiabilité des résultats il est impératif de multiplier les essais en industrie.

Par ailleurs et afin d'expliquer ces comportements, des observations micrographiques sur la face de dépouille des outils ont été réalisées. Il en ressort que les revêtements qui n'ont pas amélioré la résistance à l'usure se délaminèrent ou craquelèrent après seulement quelques dizaines de mètres de coupe (phase de rodage de l'outil). Grâce à une bonne adhérence, seul Cr_xN_y a pu protéger l'arête de coupe (et ce jusqu'à 4000 m).

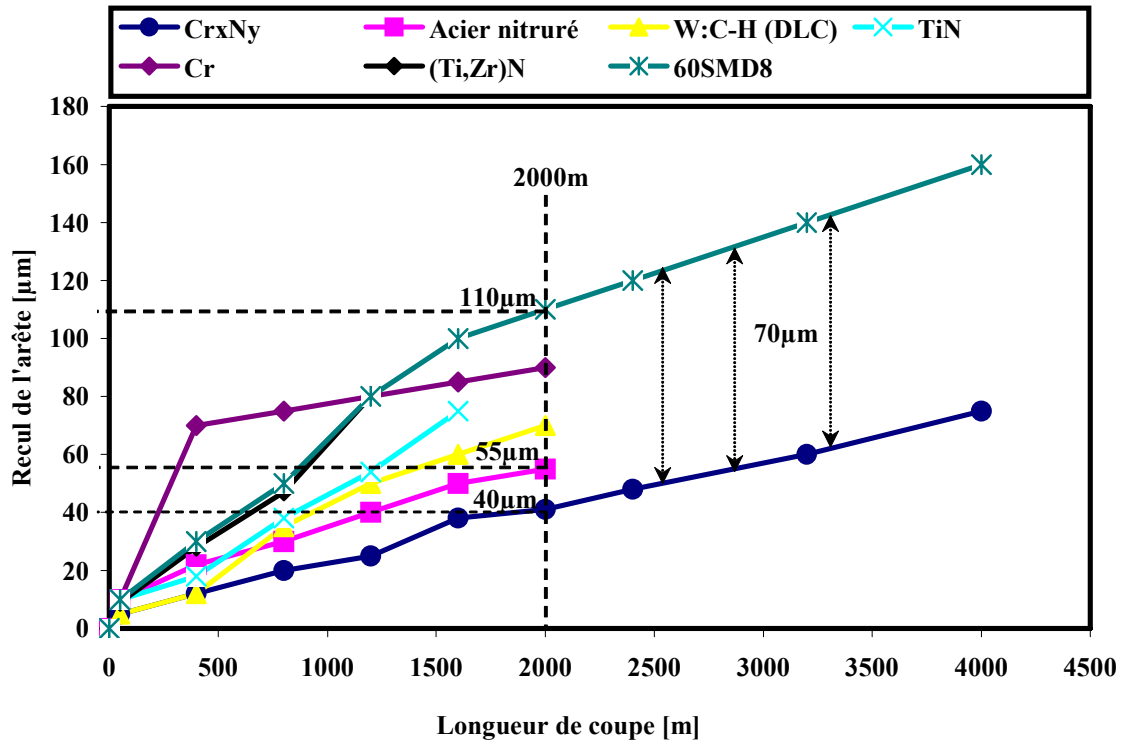


Figure.III.1 : Recul d'arête des outils en fonction de la longueur de coupe

Dans le but de mieux comprendre le comportement obtenu avec Cr_xN_y, des mesures d'efforts de coupe et des coefficients de frottement ont été réalisés. Concernant les efforts de coupe (figure.III.2), l'allure des courbes est similaire, qu'il s'agisse de l'outil conventionnel ou de l'outil revêtu. L'effort \bar{X}_c augmente et \bar{Y}_c 'diminue' avec l'usure des outils mais la dynamique reste tout de même différente.

De plus, après 4000 m de déroulage, les valeurs des composantes \bar{X}_c et \bar{Y}_c de l'effort de coupe rapportées à la longueur de l'arête des outils étaient respectivement égales à 52 et -38N/cm pour l'outil non revêtu alors que pour l'outil revêtu Cr_xN_y elles étaient de 38 et -2N/cm (figure.III.2).

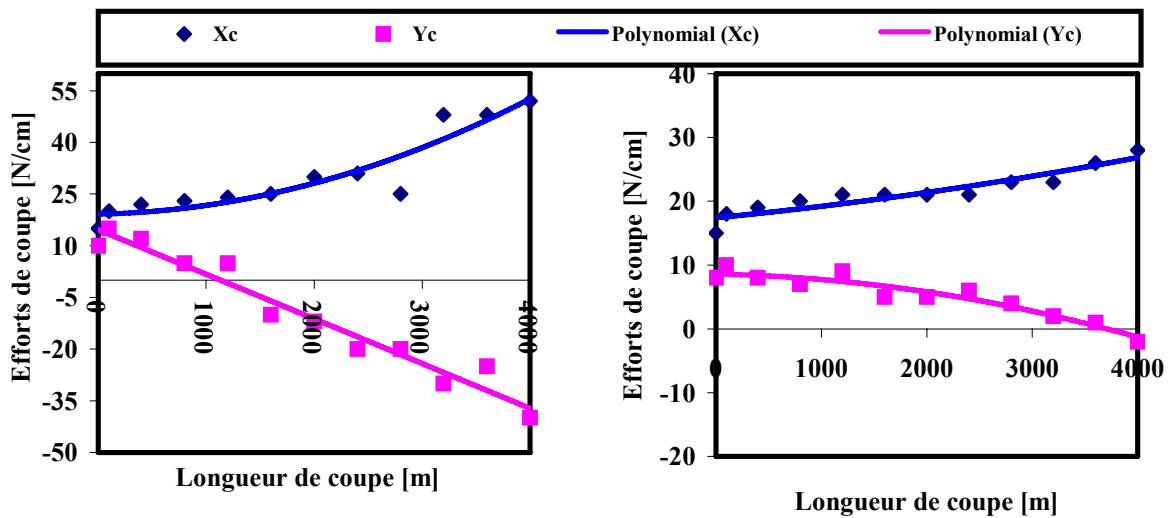


Figure.III.2 : Efforts de coupe en fonction de la longueur de coupe :
 (a) couteau non revêtu, (b) couteau revêtu sur les deux faces

L'augmentation de \bar{X}_C parallèlement à l'éroussement de l'arête de coupe indique une élévation de la consommation d'énergie du moteur qui est la plus importante dans le cas de l'outil non revêtu [6,134]. La mesure de l'effort \bar{Y}_C indique quant à elle soit une aptitude à la coupe (valeurs positives) soit un refus de coupe (valeurs négatives). Dans le cas où le signe de cette grandeur physique est négatif, le bois tend ainsi à repousser l'arête de la zone de coupe, les vibrations augmentent et la variation de l'épaisseur des placages devient importante. Le début du refus de coupe pour l'outil non revêtu a été atteint après 1100 m d'usinage alors que pour l'outil revêtu Cr_xN_y , il n'a été atteint qu'après 3800 m.

La mesure des coefficients de frottement entre le bois et les surfaces modifiées des outils a été effectuée (figure.III.3) sur la microdériveuse en même temps que les tests d'usinage. L'effort normal appliqué sur le patin de frottement (§II.2.2) était de 25 daN.

Sur la figure.III.3, nous constatons que les valeurs des coefficients de frottement mesurées sont relativement faibles. L'eau contenue dans le bois vert joue le rôle de lubrifiant diminuant ainsi les efforts s'exerçant entre le bois et la surface. La valeur la plus importante a été mesurée pour le revêtement (Ti,Zr)N ($\mu=0,37$) et la plus faible pour Cr_xN_y ($\mu=0,27$). Les résultats obtenus indiquent que le bon comportement de l'outil revêtu d'une couche de Cr_xN_y est dû d'une part, au faible coefficient de frottement qui a conduit à amoindrir les efforts de coupe exercés sur l'arête de coupe et d'autre part à l'accrochage du film sur l'outil qui a permis la protection de l'arête tranchante du couteau.

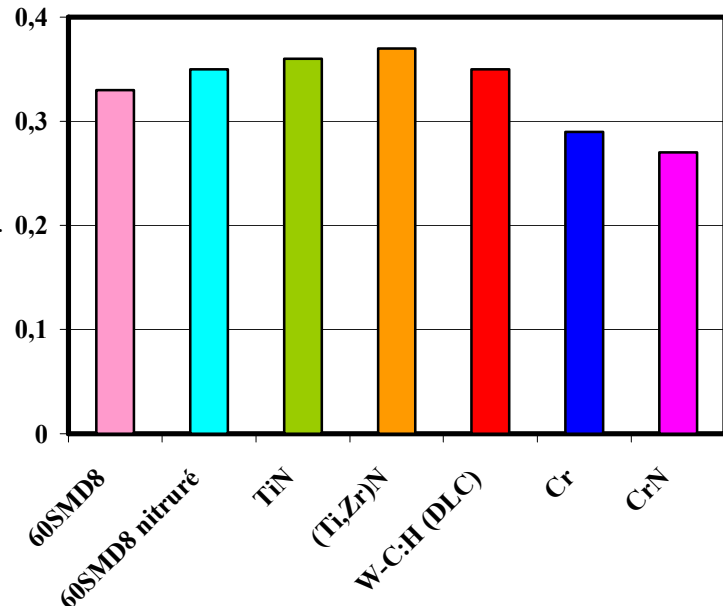


Figure.III.3 : Coefficients de frottement μ des surfaces modifiées

La deuxième partie de cette étude a consisté à vérifier le comportement de couteaux en acier rapide revêtus de TiN déposés industriellement en microdériveuse de hêtre. L'utilisation d'acier allié nécessite une température de dépôt de TiN inférieure à 300°C pour éviter les risques de détérioration des propriétés structurales des outils. Afin de tester TiN industriel en dérivation de hêtre, les auteurs ont utilisé l'acier rapide Z90WCDV2.

TiN a été déposé industriellement (évaporation par arc) sur les deux faces de l'outil (face d'attaque et de dépouille) avec une épaisseur de 2,8 μm . Du Cr_xN_y de 1,6 μm d'épaisseur a été déposé en laboratoire par pulvérisation triode uniquement sur la face d'attaque de l'outil. En effet, les résultats obtenus à l'issue des travaux de thèse de

Nouveau [59], montrent qu'appliquer Cr_xN_y sur les deux faces des outils n'est pas nécessaire et que revêtir seulement la face d'attaque (face en contact du copeau) permet à l'outil d'avoir les mêmes performances.

L'usure des outils en fonction de la longueur de coupe a été mesurée (figure.III.4). L'allure des courbes obtenues pour le couteau en acier rapide et celui revêtu de TiN est similaire. Ceci peut s'expliquer par la faible adhérence du film sur l'outil. Durant l'opération de déroulage, le revêtement s'est rapidement décollé (après 400 m) et n'a plus protégé l'arête de coupe. L'outil revêtu de Cr_xN_y a montré un meilleur comportement. En fin de test (4000 m) de coupe, la réduction du recul d'arête était 15 μm plus faible que celle de l'outil conventionnel.

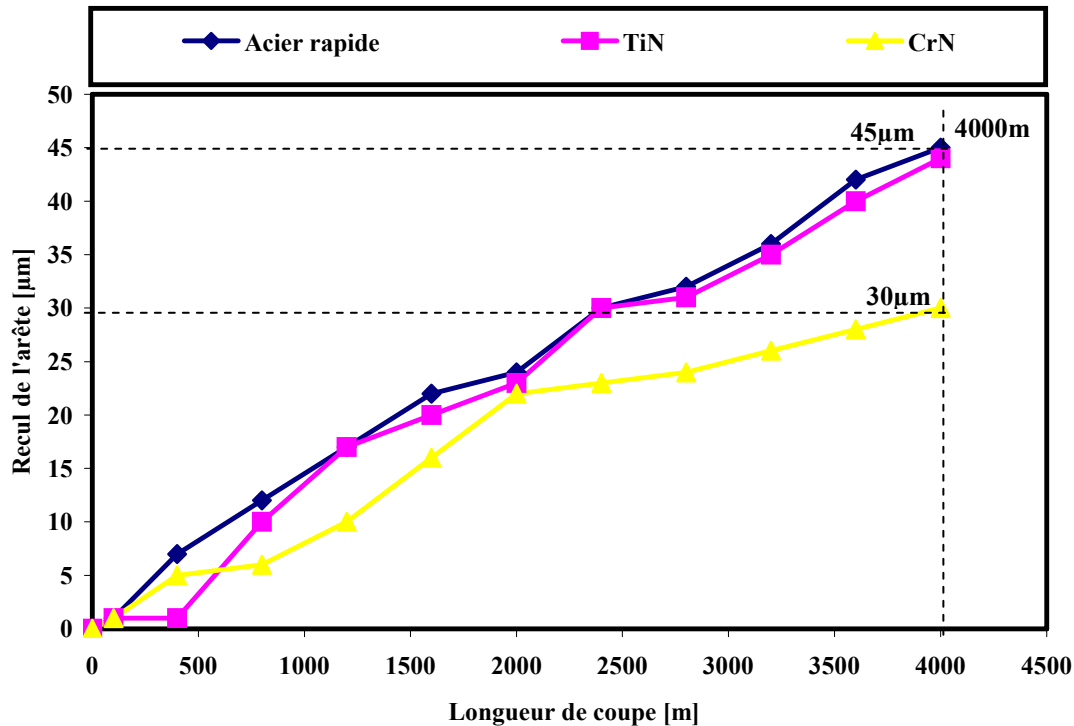


Figure.III.4 : Microdéroulage de hêtre avec des outils en acier rapide revêtus ou non

Conclusion

De cette étude, on peut conclure que la modification de la surface des outils améliore la tenue en coupe de ces derniers qu'il s'agisse d'un substrat en acier allié ou d'un substrat en acier rapide. Ceci étant, ces améliorations ne sont pas du même ordre. Nous avons pu voir que CrN possède des propriétés mécaniques lui conférant un meilleur comportement en usinage du bois vert. Une bonne adhérence du film permet la protection de l'arête de l'outil et un faible coefficient de frottement une diminution des efforts de coupe. D'un autre côté, TiN a montré un mauvais comportement en usinage. De ce fait, une question reste en suspens : comment se fait-il que TiN, le revêtement le plus ancien et le plus utilisé en usinage de façon générale montre un comportement médiocre et ne permette pas d'améliorer la résistance à l'abrasion, spécialement dans le cas de l'outil en acier rapide ?

En effet, TiN a été déposé industriellement, et donc aurait dû posséder de bonnes caractéristiques mécaniques. Mais ceci ne s'est pas confirmé. Ainsi, nous nous sommes fixés comme objectif de faire une étude similaire mais cette fois avec TiN synthétisé en laboratoire et de comparer son comportement avec CrN en déroulage.

III.2. Dépôts de TiN par pulvérisation magnétron R.F

Sachant que la dureté et les propriétés de protection contre l'usure de TiN sont directement affectées par les paramètres du procédé de dépôt [19], nous avons effectué des dépôts sous différentes conditions. Dans un premier temps, nous avons fait varier la tension appliquée à la cible, le temps de dépôt et la pression de travail afin de montrer l'influence de ces paramètres expérimentaux sur la structure et la vitesse de dépôts [135,136]. À l'issue de ces études préliminaires, nous avons retenu une pression de travail et une tension d'auto-polarisation de cible pour la suite de l'étude (tableau.III.1). Par la suite, nous avons fait varier la fraction volumique d'azote dans le plasma.

Quatre revêtements de TiN correspondant à différentes pressions partielles d'azote ont été retenus (tableau.III.1) et appliqués sur des substrats de silicium (Si (100)) et d'acier (90CMV8) pour être caractérisés. Les temps de dépôts ont été fixés afin d'obtenir une épaisseur de couche égale à 1,5 μm .

Films	Tension de cible (-V)	Pression de travail (μbar)	Proportion d'azote dans le plasma (%)	Temps de dépôt (mn)
(1)	500	8	5	35
(2)			10	42
(3)			20	47
(4)			50	84

Tableau.III.1 : Conditions d'élaborations des films de TiN

Pour clore cette étude, des dépôts ont été réalisés sur des couteaux et testés en microdéroulage de MDF.

III.2.1. Morphologie et stœchiométrie des films

Pour les quatre revêtements observés par microscopie optique, la surface montre un aspect régulier sans anomalie apparente (figure.III.5.a), à l'exception de quelques taches noires que l'on aperçoit et qui s'avèrent être des trous dus à l'enlèvement de morceaux de revêtement (figure.III.5.b). Un écaillage de la couche (délamination) a été également observé de façon très aléatoire sur certains dépôts effectués sur substrats en silicium (figure.III.5.c). Dans ce cas ce dépôt a été refait.

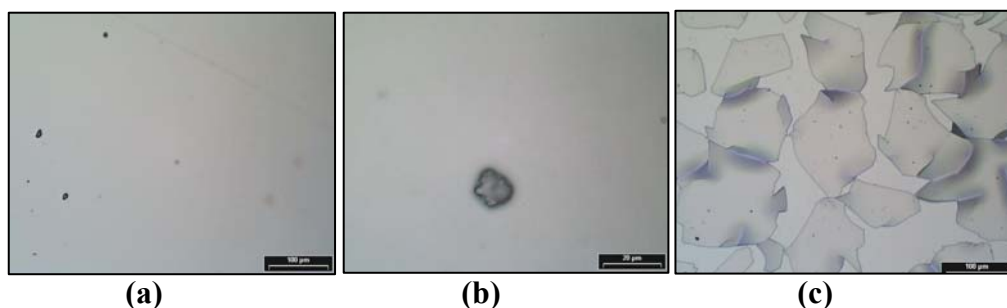


Figure.III.5 : (a) Surface d'un dépôt de TiN à 5 % de N_2 sur silicium, (b) Trou dû à l'enlèvement d'un morceau de revêtement, (c) Phénomène d'écaillage d'une couche de TiN à 50 % de N_2 déposée sur silicium.

Les observations effectuées au MEB montrent que les films obtenus sont homogènes sur toute la surface qui recouvre les substrats (figure.III.6.a) et présentent une structure

colonnaire (figure.III.6.b). D'après la littérature, les revêtements PVD se caractérisent en général par une microstructure colonnaire [137].

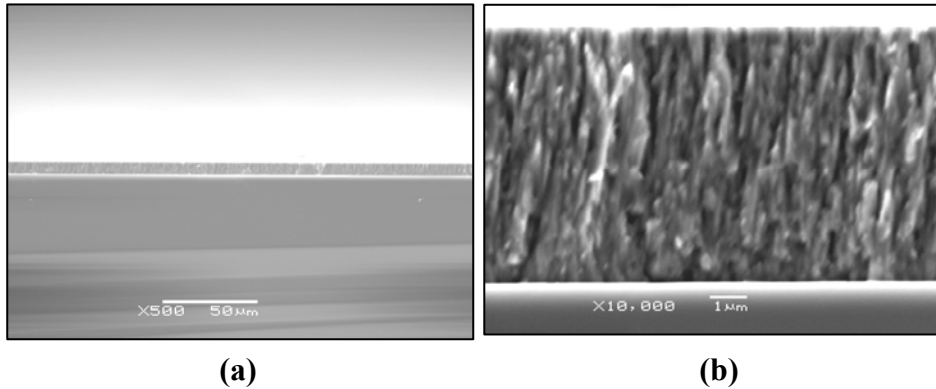


Figure.III.6 : (a) Observation en coupe transverse d'une couche de TiN obtenue à 5 % de N_2 ($7.4 \mu m$), (b) Structure colonnaire de la couche obtenue

Des analyses EDS ont été réalisées sur les premières couches élaborées. Les spectres obtenus (figure.III.7) ne révèlent pas la présence d'oxygène, ni celle d'autres éléments chimiques tels que le carbone, ce qui indique que l'enceinte de dépôt ne contenait pas d'impuretés susceptibles de polluer les couches élaborées.

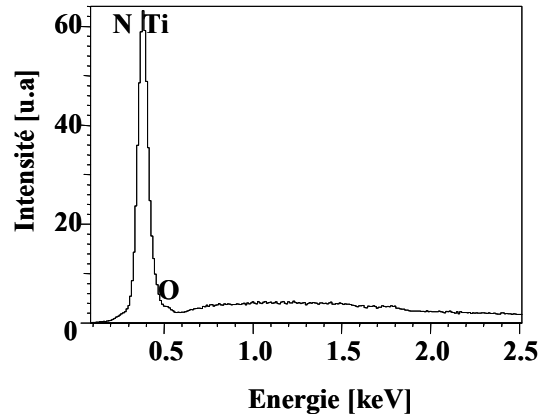


Figure.III.7 : Spectre EDS d'une couche de TiN obtenue à 5 % de N_2

Toutefois, à cause de la superposition des pics caractéristiques du titane ($L_{\alpha_1\alpha_2}$ à $0,4522 keV$) et de l'azote (K_{α} à $0,3924 keV$), l'analyse quantitative n'a pas pu être réalisée. Malgré l'utilisation très large de ce matériau, son analyse reste problématique. La plupart des méthodes d'analyse de surface classiques telles que l'EDS ou la WDS ne permettent pas la quantification exacte du ratio N/Ti [25].

Ainsi, en raison des problèmes inhérents à évaluer la composition précise en utilisant ces techniques, Manory [25] s'est référé à une approximation de la composition en se basant sur la couleur du revêtement produit comme l'ont proposé auparavant Chevalier *et al.* [138] (figure.III.8).

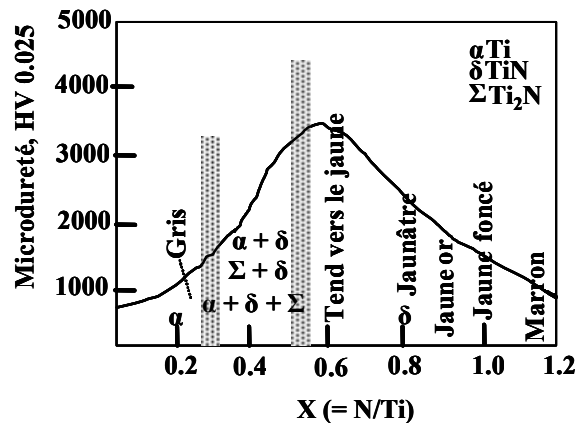


Figure.III.8 : Microdureté, couleur et phases des films de TiN_x en fonction du ratio N/Ti [138]

Dans notre cas, au vu de la similarité des couleurs obtenues, se prononcer sur la stœchiométrie exacte des couches est en somme quelque peu hasardeux. Ce que nous pouvons constater avec certitude est que 5 et 50 % de proportion d'azote dans le plasma ne conduisent pas à obtenir des couches stœchiométriques (figure.III.9).

En effet, la couleur grise du dépôt à 5% et la couleur marron de celui à 50%, selon Chevalier [138], indiquent que le premier est sous-stœchiométrique alors qu'au contraire le second est quant à lui sur-stœchiométrique en azote.

Tout en gardant des réserves, TiN cubique peut être obtenu dans une fourchette de proportion d'azote comprise entre 10 et 30%.

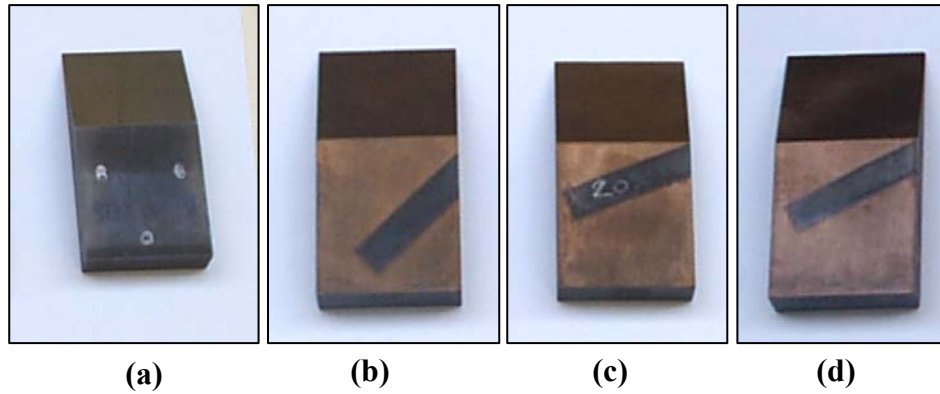


Figure.III.9 Couleur des couches de TiN déposées sur couteaux de microdéroutage à : (a) 5%, (b) 10%, (c) 20% et (d) 50% d'azote

III.2.2. Structure cristalline

La figure.III.10 montre les diffractogrammes obtenus pour un échantillon de silicium (100) non revêtu et des couches de TiN obtenues à différents pourcentages de N₂. Nous observons que l'orientation cristalline (311) est prédominante aux faibles teneurs en azote tandis que l'orientation (200) prédomine à 50% de N₂ dans le mélange gazeux.

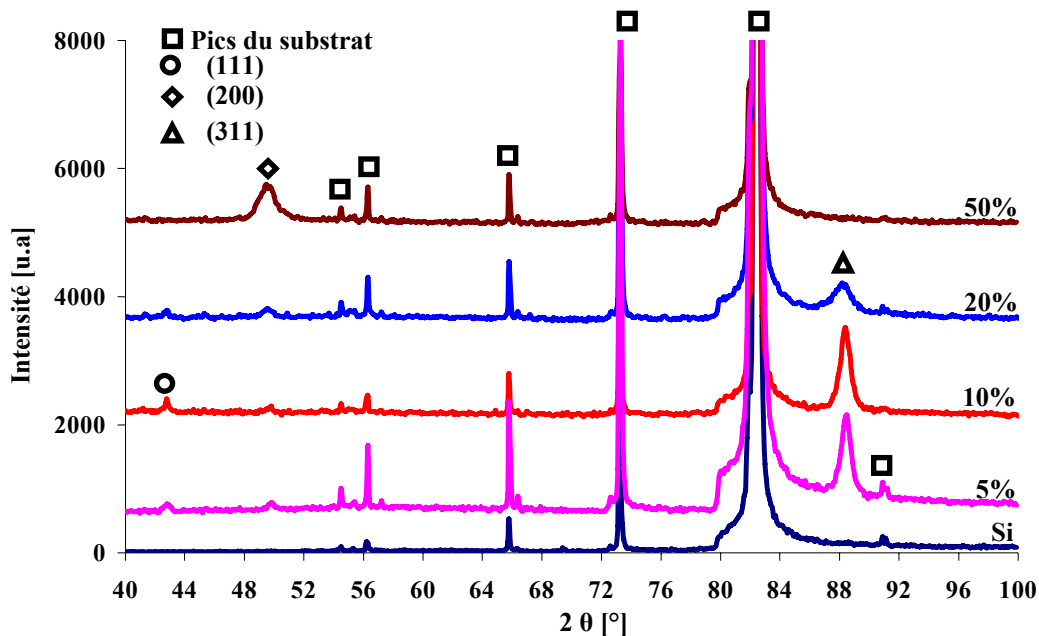


Figure.III.10 : Diffractogrammes des couches de TiN obtenues sur silicium

Nous remarquons aussi la disparition de l'orientation (111) à 50 % de N₂. La largeur à mi-hauteur du pic TiN (200) à 50 % de N₂ nous indique que les couches possèdent un

faible taux de cristallisation alors que celles obtenues pour des faibles pourcentages d'azote semblent mieux cristallisées. L'orientation des films suivant l'augmentation de la teneur en azote dans le mélange gazeux passe donc de l'orientation cristalline (311) à (200). On peut donc conclure que sur silicium, augmenter le taux d'azote dans le plasma tend à densifier les couches (puisque ce sont les plans les plus denses (200) qui prédominent à 50% de N_2) donc à accroître les contraintes des couches, ce qui explique la délamination de la couche de TiN obtenue à 50% de N_2 (Fig.III.5.c).

La figure.III.11 représente les diffractogrammes de substrats d'acier revêtus de couches de TiN obtenues à différents pourcentages d'azote. Nous remarquons que pour un pourcentage d'azote dans le plasma inférieur à 50 % les couches présentent les orientations cristallines (111), (200) et (311). A 50 % de N_2 on note l'apparition du pic (220) et la quasi disparition des orientations (111), (200) et (311). On notera aussi que jusqu'à 20 % de N_2 les orientations cristallines (111) et (311) prédominent. La finesse des pics d'orientation (111), prédominants à 5 et 10 % de N_2 , est un indicateur sur le bon taux de cristallisation de cette phase au sein des films obtenus.

Contrairement aux dépôts obtenus sur Si, augmenter le taux d'azote rend les couches amorphes ou développent des couches avec des grains trop petits pour être détectés par DRX. Par ailleurs, la prédominance des plans les moins denses (111) ou même (311) laisse supposer que les contraintes résiduelles des couches de TiN sont moindres sur acier que sur Si. Les dépôts sur couteaux de microdéroutage ont été réalisés en même temps que ces échantillons d'acier, on peut donc supposer que les phases en présence sur couteaux soient de même nature.

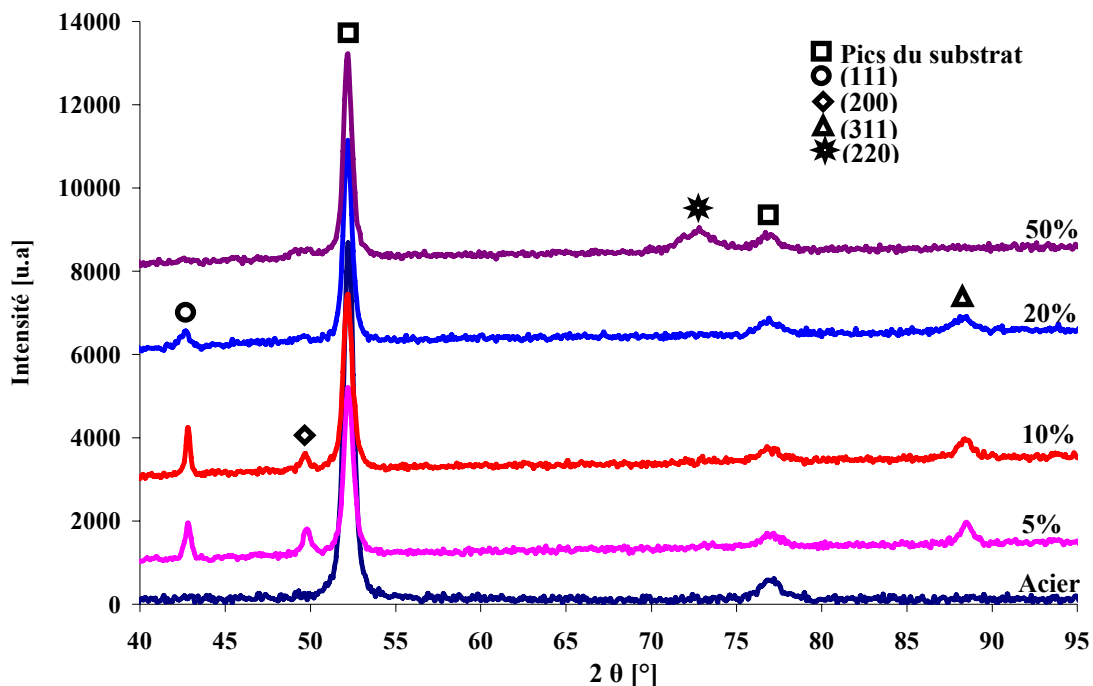


Figure.III.11 : Diffractogrammes de couches de TiN obtenues sur acier

III.2.3. Usure et contraintes internes

Des tests d'usure ont été réalisés par Calotest[®]. Les résultats sont résumés sur la figure.III.12.

L'usure est fonction du substrat utilisé. En effet, dans la majorité des cas le volume d'usure de la couche de TiN déposée sur substrat en acier est inférieur au volume d'usure obtenu sur silicium. Cela peut s'expliquer par la différence de structure cristalline obtenue sur l'un et l'autre des substrats (figure.III.10. et figure.III.11) et par l'influence du matériau de base, acier ou Si (rugosité).

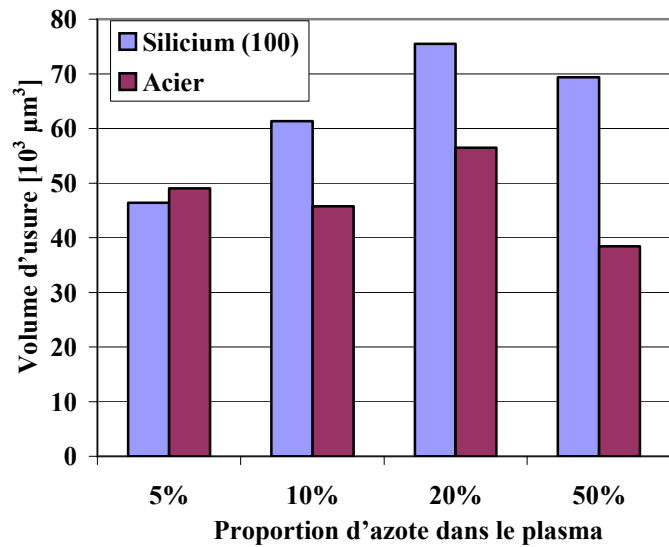


Figure.III.12 : Volumes d'usure mesurés sur les films de TiN déposés sur Si et acier

Une plus grande dispersion est obtenue à partir de 10 % de N₂. Sur silicium les couches obtenues à faibles taux de N₂ (5-10 %) sont plus résistantes que celles obtenues à partir de 20 % de N₂. Les couches présentant l'orientation cristalline (111) et (311), donc les plans les moins denses et les moins contraints (pour 5 et 10 % de N₂), sont plus résistantes à l'abrasion que celles présentant l'orientation (200) (20% et surtout 50% de N₂) ce qui peut s'expliquer par une meilleure ductilité de celles-ci.

Sur acier, les couches ont un comportement similaire sauf à 20 % de N₂ où le volume d'usure est maximal. Au vu des résultats nous notons également que le volume d'usure des couches diminue pour 50 % de N₂. Les couches sont donc plus résistantes à l'usure par abrasion lorsque les couches sont amorphes ou présentent des grains fins.

Les contraintes internes des films sont résumées sur la figure.III.13. Nous observons que les couches ont des contraintes en compression à l'exception de celles obtenues à 20% de N₂.

On vérifie bien ici que les couches les plus contraintes (1,5-2 GPa) sont celles présentant l'orientation cristalline la plus dense contenant les plans (200) et obtenues pour 50% de N₂. Les autres couches présentent des contraintes relativement faibles (0-0,5 GPa).

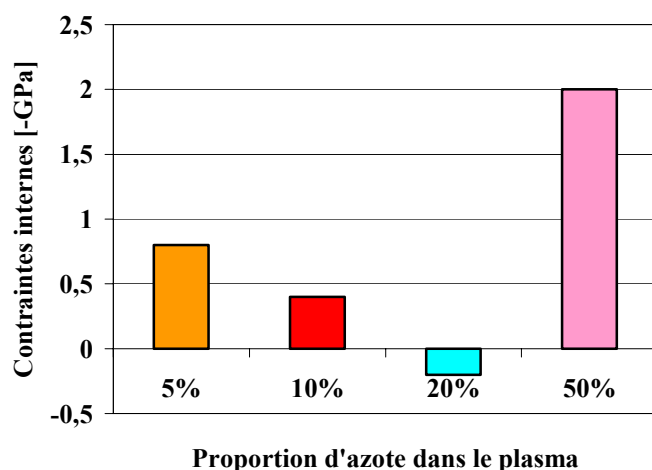


Figure.III.13 : Contraintes internes des films de TiN sur silicium

III.2.4. Tests de microdéroutage

III.2.4.1. Microdéroutage d'outils revêtus de TiN

Les conditions de microdéroutage et les dimensions des rondelles de MDF utilisées sont résumées dans le tableau.III.2.

Vitesse linéaire de déroulage (m/s)	Épaisseur du plaquage (mm)	Angle de dépouille du couteau (°)	Rondelles de MDF	
			Diamètre (mm)	Épaisseur (mm)
0,5	0.3	3	320	6

Tableau.III.2 Conditions de déroulage et dimensions des rondelles utilisées

La figure.III.14 représente l'usure des outils de coupe en fonction de la longueur usinée. D'après ce graphique nous constatons que le couteau non revêtu (témoin) présente la valeur d'usure la plus élevée après 1400 m de déroulage. Le couteau revêtu d'une couche de TiN obtenue à 50% de N₂ dans le plasma possède une valeur d'usure sensiblement inférieure à celle du couteau témoin mais un comportement similaire. Même si le revêtement de cet outil a présenté une bonne résistance à l'usure durant les tests par Calotest[®], il ne semble pas avoir les mêmes capacités à résister à l'usure une fois déposé sur outil de coupe. Ce comportement est peut être dû au faible taux de cristallisation de la couche observé en DRX et surtout à sa faible adhérence. Par ailleurs, les couteaux revêtus à 5, 10 et 20 % d'azote dans le plasma possèdent un comportement très proche. Il existe ainsi un niveau de pression partielle d'azote dans le plasma à partir duquel les performances du revêtement deviennent médiocres suite à un changement de structure (contraintes, dureté, adhérence).

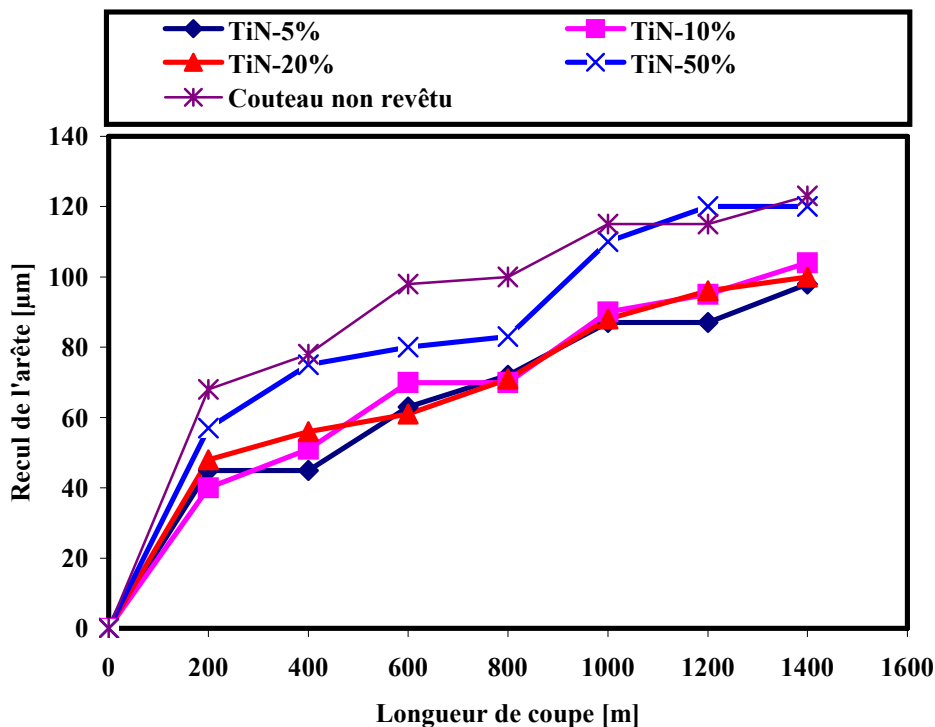


Figure.III.14 Usure en fonction de la distance de microdéroutage des couteaux non traités et traités TiN

Les tests concernant les couches obtenues à 5, 10 et 20 % de N₂ ont été vérifiés une seconde fois. Les résultats concordent parfaitement et confirment les précédents. Grâce à de faibles contraintes internes, autrement dit une bonne adhérence sur substrats mais aussi un bon niveau de cristallisation des couches, ces revêtements permettent d'usiner plus qu'avec des outils conventionnels. Cependant, il faut considérer que ce test réalisé sur seulement 1400 m de microdéroutage d'un matériau qui n'est pas du bois massif, ne dégage qu'une tendance.

III.2.4.2. Comparaison TiN-Cr_xN_y optimaux

Les tests avec les outils revêtus de couches de CrN « optimales » [59] ont été réalisés dans les mêmes conditions de coupe que lors de la précédente campagne de microdéroutage (avec les outils revêtus TiN).

Sur la figure.III.15 sont reportées les mesures d'usure des outils en fonction de la longueur de microdéroutage. Nous notons que CrN appliqué sur la face d'attaque de l'outil montre une résistance à l'usure élevée en comparaison avec l'outil témoin et aux autres outils revêtus. De plus, appliquer ce film sur la face d'attaque est plus efficace durant la coupe que sur la face de dépouille. Cela confirme les résultats obtenus par Nouveau [59] lors d'essais de microdéroutage de hêtre.

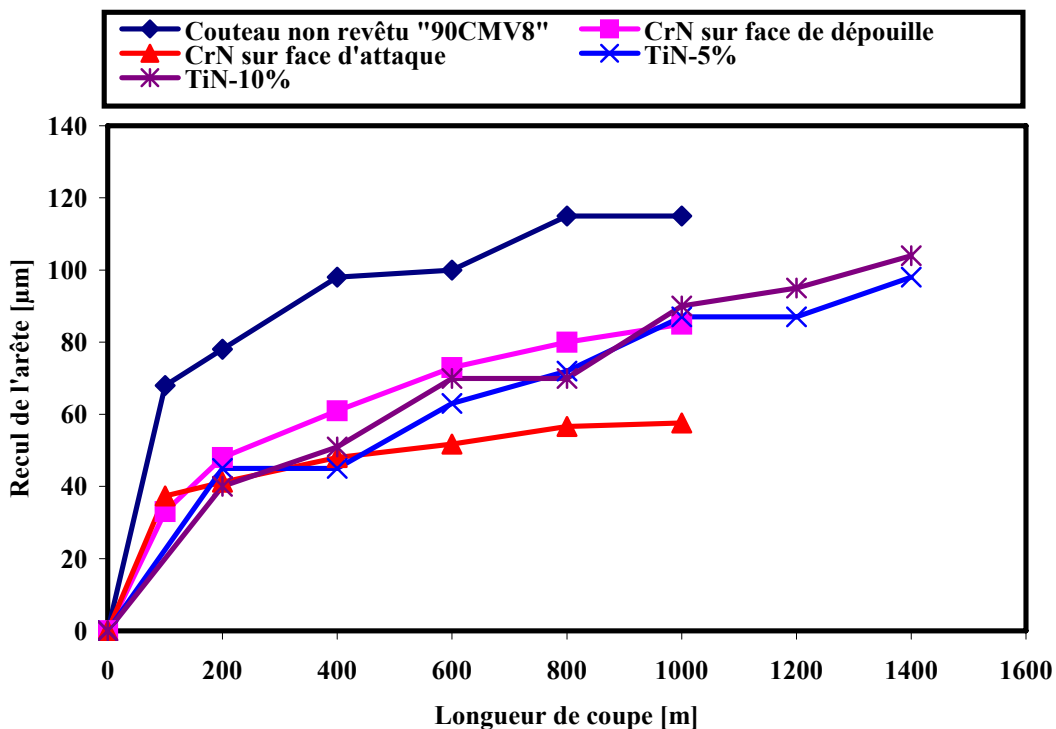


Figure.III.15 Microdéroutage avec outils revêtus TiN et CrN

Par ailleurs, les couches de TiN « optimales » retenues pour cette campagne d'essais (5 et 10% de N₂ dans le mélange gazeux) ont un comportement similaire à l'outil dont la face de dépouille est revêtue d'une couche de CrN et améliorent tout de même la tenue en service de l'outil sur 1000 m. Il est à retenir que TiN optimal permet d'augmenter la résistance à l'émoussement de l'arête par abrasion mais son comportement reste moins prometteur que la couche de CrN. Ces résultats sont en phase avec ceux obtenus par Beer [6].

III.2.5. Conclusions

Cette étude a permis de tester le comportement d'outils de microdéroutage revêtus de couche de TiN et de vérifier la tendance qui s'est dégagée au terme des travaux menés par Beer [6]. Revêtir des outils d'usinage du bois avec une couche de TiN améliore très peu leur résistance à l'usure. Certes, les essais ont été conduits sur une faible longueur de coupe mais les résultats obtenus laissent présager du mauvais comportement de ces films pour une distance de coupe plus importante. Lors d'une autre étude [139], TiN a montré un comportement médiocre dans un environnement humide, c'est peut-être là que réside l'explication. C'est pourquoi nous avons réalisé des essais sur MDF (matériau sec). Les résultats obtenus montrent une légère amélioration des propriétés de protection de TiN.

Enfin, nous avons voulu comparer des outils revêtus de CrN, matériau moins dur que TiN. Après 1000 m d'usinage, la tendance semble se confirmer et les couches de CrN sont plus performantes et améliorent le recul d'arête des outils en comparaison avec TiN. Le bon comportement qu'a montré ce revêtement a motivé la poursuite d'investigations, dans le cadre d'un projet de recherche européen (CRAFT), afin de réaliser des essais d'usinage en milieu industriel. Les essais réalisés ainsi que les résultats obtenus sont présentés dans le paragraphe III.3.

III. 3. Résultats obtenus dans le cadre du projet CRAFT

III.3.1. Introduction

Dans le cadre d'un projet européen de recherche, des tests industriels de transformation du bois vert ont été menés. Ce projet intitulé « Innovative and Efficient Knives Surfaces Modification in First Transformation of Wood (chipper, canter and peeling machine) » soit KNIWOOD avait pour partenaires : des PME d'usinage du bois, des fabricants d'outils, un industriel des dépôts ainsi que des laboratoires et équipes de recherches spécialistes des traitements de surfaces et/ou de l'usinage du bois.

L'objectif principal de ce projet est d'améliorer les performances (résistance à l'usure et aux chocs) des couteaux pour l'usinage du bois par l'application d'une nouvelle génération de modifications de surfaces.

À partir des besoins exprimés par les entreprises partenaires de transformation du bois, une synthèse des problématiques qu'elles rencontrent a été établie et a permis aux laboratoires de recherche, de définir un panel de matériaux et traitements de surfaces à tester sur les outils de coupe. Ces traitements sont l'application : de revêtements durs (DLC, CrN et Cr₂N 'cubique et hexagonale'), de nitruration ionique basse température et de traitements duplex qui combinent la nitruration préalable des substrats puis l'application de films durs en couche mince à base de chrome (mono ou multicouche). Systématiquement après chaque campagne de modification des surfaces, des caractérisations physico-chimiques et mécaniques ont été réalisées, dans le but de déterminer les traitements optimaux à appliquer sur les outils de coupe.

Nous avons débuté les essais d'usinage du bois par des tests d'usure rapide en réalisant du microdéroutage de MDF (§ II.2.2). Ensuite, des tests de microdéroutage, ont été

effectués pour constater l'effet des modifications de surfaces en usinage avec du hêtre (l'une des principales essences déroulées en industrie).

Disposant d'une dérouleuse industrielle dans notre laboratoire, nous avons déroulé des billons de hêtre avec des copeaux de 950 mm de long (§ II.2.3.1). Les copeaux testés ont été modifiés, avec les revêtements et traitements qui se sont montrés les plus performants lors des essais de microdéroulage. Des essais en industrie de déroulage et de production de plaquettes (fraisage de bois vert) ont ensuite été réalisés pour finaliser le projet. Tous les essais ont été faits dans un premier temps avec l'application des modifications de surface sur les deux faces des copeaux (face d'attaque et de dépouille). Dans un second temps, nous les avons effectués après réaffûtage (traitements uniquement sur une face).

Il faut noter que compte-tenu du caractère confidentiel de ce projet, certaines informations, en particulier celles liées aux travaux de nos partenaires, ne peuvent être précisées dans ce mémoire de thèse.

III.3.2. Matériaux des outils

Pour répondre aux interrogations quant au rôle joué par le matériau de base (dureté et structure métallurgique) des copeaux, nous avons utilisé un acier allié 90CMV8 (nuance d'acier fréquemment utilisée en France pour la fabrication d'outils de coupe du bois), un acier rapide HSS18 (nuance d'acier fréquemment utilisée en Pologne pour la fabrication d'outils de coupe du bois) et un acier fritté S390. Les nuances données sont propres à chaque fabricant (Tableau.III.3).

Éléments chimiques (% at)	Acier allié '90CMV8'	Acier rapide 'HSS18'	Acier fritté 'S390'
C	0,5	0,7-0,78	1,6
Si	1	0,4	-
Mn	0,5	0,4	-
P	-	0,03	-
Si	-	0,03	-
Cr	8	4,5	4,8
Mo	1,5	-	2
W	-	18	10,5
V	0,5	1,2	5
Co	-	-	8
Trempe (C°)	1020-1050	1230	
Revenu (C°)	520-580	530	-
Dureté (HRC)	55-56	62	-

Tableau.III.3 : Appellation et composition chimique des aciers utilisés

III.3.3. Les modifications superficielles

Durant ce projet, différents traitements de surfaces ont été testés.

III.3.3.1. Nitruration ionique basse température

En plus des films durs en couches minces, nous avons également étudié le comportement mécanique d'outils dont la surface a été durcie par des traitements de nitruration ionique basse température. Ces traitements ont été réalisés par l'un de nos partenaires polonais PW-WIM (Politechnika Warszawska-Wydział Inżynierii Materialowej). D'après les données fournies par ce laboratoire, seule la température d'élaboration variait, les autres paramètres d'obtention sont confidentiels.

Dans le Tableau.III.4 sont résumées l'appellation donnée par ce laboratoire pour chaque traitement, la température d'élaboration ainsi que la dureté Vickers maximale mesurée sur la surface modifiée. Nous remarquons que pour une même température de nitruration, la dureté change selon le substrat utilisé. Nous notons également que la dureté du substrat ainsi que sa structure métallurgique influent énormément sur la dureté finale après traitement.

Appellation du traitement de nitruration basse température	Température de nitruration (°C)	Dureté Vickers (HV _{0,1})
Nitruration type H	500	1500, 'HSS 18'
Nitruration type L	300	1300, 'HSS 18'
Nitruration type D	300	1600, '90CMV8'
Nitruration type T	500	1400, '90CMV8'
Nitruration type U	350	1800, '90CMV8'

Tableau.III.4 : Types de traitements de nitruration réalisés par PW-WIM

Dans un premier temps, les nitrurations H et L ont été réalisées sur l'acier rapide HSS18. La nitruration de type H présente une couche de diffusion d'une épaisseur inférieure ou égale à 200 μm , constituée principalement de Fe_4N tandis que la nitruration de type L présente une couche de diffusion inférieure ou égale à 40 μm (Figure.III.16).

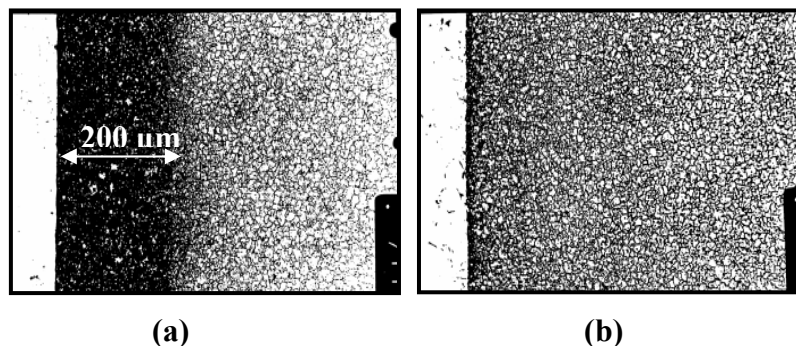


Figure.III.16 : Couche de nitruration (a) type H, (b) type L

Le profil de dureté Vickers en fonction de la distance d'indentation mesurée à partir de la surface modifiée a été calculé (Figure.III.17.a). La nitruration de type H présente une

valeur de dureté nettement supérieure (environ 1550 HV) à celle du substrat (1000 HV) et de la nitruration de type L (environ 1300 HV).

D'après la micrographie de la figure.III.17.b, nous remarquons que ce genre de traitement fragilise l'arête de coupe des outils en acier rapide, avant même la réalisation de tests d'usinage.

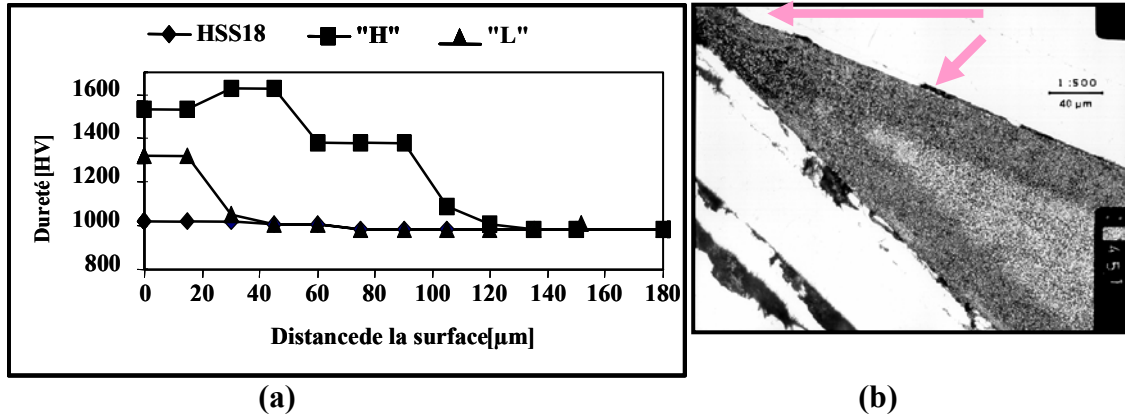


Figure.III.17 : (a) Profil de dureté des nitrurations de type H et L, (b) Arête fragilisée d'un outil en acier rapide HSS18 nitruré H

Ce même constat a été retenu pour les outils en acier allié (90CMV8) (Figure.III.18).

Suite à ces problèmes de fragilisation de l'arête de coupe, trois autres types de nitruration ont été réalisés sur acier allié '90CMV8' (type T, D et U).

La dureté de ces différents traitements a été mesurée (Figure.III.19). Nous notons que la nitruration de type U confère à l'acier allié la valeur de dureté la plus importante (environ 1900 HV).

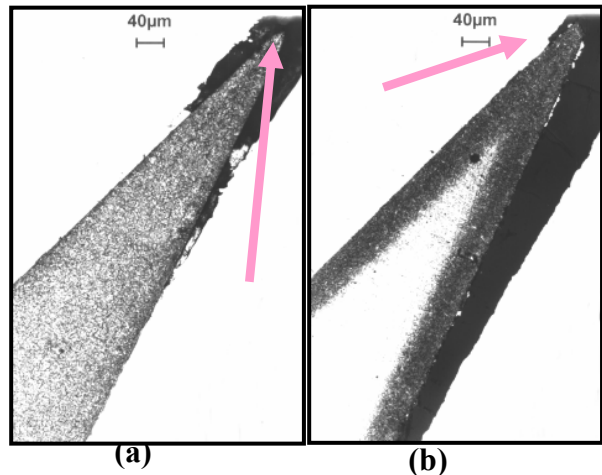


Figure.III.18 : Arêtes fragilisées d'outils de coupe en 90CMV8 nitrurés : a)- type H, b)- type L

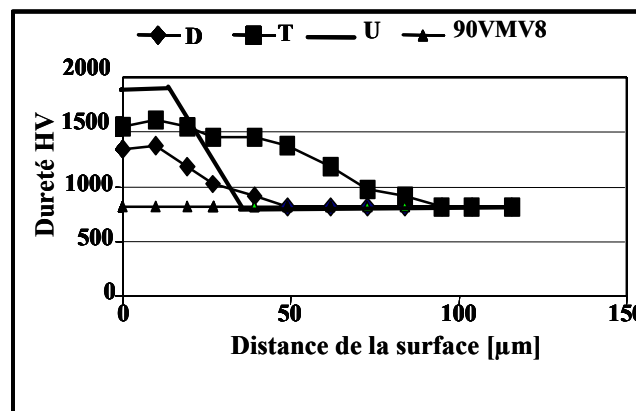


Figure.III.19 : Profil de dureté des nitrurations type D, T et U

III.3.3.2. Films durs

Les films de DLC testés durant le projet ont été élaborés dans des conditions optimales par un laboratoire suisse (CSEM, Centre Suisse d'Électronique et de Microélectronique). Selon la méthode d'élaboration, trois films DLC ont été synthétisés (Tableau.III.5) et ont été appliqués sur substrats en couche simple ou en association avec un traitement de nitruration dans le but d'augmenter l'adhérence des films.

Films DLC	Méthodes d'élaboration
DLC 1	Dépôt chimique en phase vapeur activé par plasma – radio fréquence
DLC 2	Pulvérisation cathodique par arc évaporation
DLC 3	Pulvérisation magnétron assistée par plasma

Tableau.III.5 : Films de DLC synthétisés par CSEM

Une étude approfondie des propriétés des films minces de CrN et Cr₂N a été menée lors du travail de thèse de Nouveau [59]. Cette étude a permis de définir les conditions optimales d'obtention des phases cubique CrN et hexagonale Cr₂N. Aussi, des couches de CrN et Cr₂N ont été appliquées sur substrats acier en monocouches, multicouches (CrN+ Cr₂N) ou en traitements duplex (nitruration ionique+Cr_xN_y).

III.3.3.3. Traitements duplex

Nous avons testés le comportement d'outils durcis superficiellement par nitruration ionique basse température suivi d'un dépôt de films minces (CrN, Cr₂N ou DLC) afin de voir l'apport du pré-traitement sur la tenue en usinage des outils (adhérence des films).

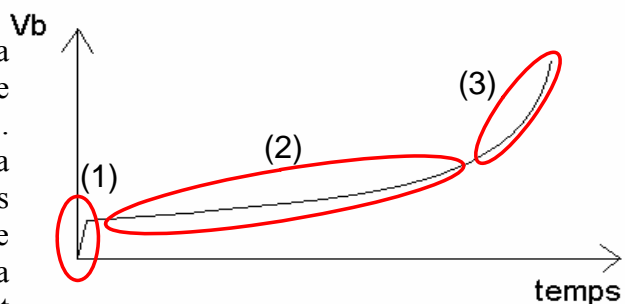
III.3.4. Tests d'usinage du bois

Pour réaliser cette étude, nous avons utilisé différents traitements de surface et un grand nombre d'équipements d'usinage du bois. Pour une meilleure lecture de ce manuscrit, un synopsis sous forme de tableau est joint en annexe.

Usure des outils

La figure.III.20 est l'illustration de la vitesse d'usure V_b d'outils d'usinage des métaux en fonction du temps. Nous y distinguons trois zones. La zone 1 correspond aux premiers instants de l'usinage, traduisant une usure très rapide de l'outil. Pour la mettre en évidence, une cassure est ajoutée pour relier l'origine aux premières mesures.

La zone 2 correspond au régime où la vitesse de l'usure est moins importante. La zone 3 représente le début de la dégradation de l'outil et sa fin de vie.



Courbe du deuxième ordre qui ne passe pas par l'origine. Une cassure est ajoutée pour en tenir compte.

Figure.III.20 : Courbe type d'une usure d'un outil d'usinage des métaux

En ce qui concerne les courbes d'usure des outils de coupe du bois, elles ont la même allure mais le début de dégradation des outils (zone 3) est atteint beaucoup plus loin qu'en usinage des métaux. En effet, une courbe d'usure telle que celle montrée sur la figure.III.20 est atteinte en quelques minutes contre plusieurs jours en usinage du bois (selon les conditions de coupe).

Les tests réalisés en laboratoire ont donc comme but premier de constater l'apport des modifications de surface des couteaux, spécialement dans la zone 1 (rodage de l'outil) et la zone 2. Les traitements les plus efficaces seront testés par la suite en industrie.

III.3.4.1. Microdéroutage de MDF

Dans le but d'étudier le comportement mécanique en usinage des outils modifiés, des tests d'usure par microdéroutage de MDF ont été réalisés. La reproductibilité des essais a été vérifiée en testant deux outils identiques (modifiés ou non).

III.3.4.1.1. Outils nitrurés

La figure.III.21 montre une comparaison des performances entre les outils en acier allié, rapide et nitrurés (type T, D et U) en microdéroutage de MDF. Nous constatons que pour une même valeur du recul d'arête ($82\ \mu\text{m}$), avec l'outil en acier allié nous avons usiné 400 m alors qu'avec l'outil en acier rapide nous avons usiné 1000 m de MDF. Ainsi, remplacer l'outil en acier allié par un outil en acier rapide a diminué la valeur du recul d'arête de fin de test de $58\ \mu\text{m}$. De plus ces courbes semblent diverger, ce qui laisserait présager que cette différence sera plus marquée après une distance d'usinage plus importante.

Par ailleurs, nitrurer l'outil en acier allié par des nitrurations de type T ou D permet de diminuer l'usure de l'arête de $90\ \mu\text{m}$. Aussi, nitrurer un outil de la même nuance (acier allié '90CMV8') par un traitement de nitruration de type U réduit le recul de l'arête de coupe du couteau de $112\ \mu\text{m}$.

À partir des résultats obtenus, nous observons que les modifications de surface des outils agissent principalement durant la phase de rodage de ces derniers (zone 1). En effet, plus la pente des courbes d'usure est faible en début de procédé et plus l'outil montre une bonne résistance à l'usure. Le comportement de l'outil aux tout premiers instants d'usinage conditionne donc sa résistance à l'usure.

Néanmoins, il est important de signaler que ces gains ne sont pas directement représentatifs de la durée de service des outils. En effet, pour avoir des éléments de réponse sur les comportements prévisibles en déroulage des outils modifiés, il est impératif de mener des campagnes d'usinage avec une essence de bois déroulable jusqu'à la fin de vie des outils. C'est-à-dire sur des distances beaucoup plus importantes (jusqu'à 20 000 m) ce qui est difficile à réaliser en laboratoire.

Cependant, les résultats comparatifs obtenus donnent des éléments de réponse quant aux traitements les plus efficaces à retenir pour la suite des expérimentations (nitruration de type U). Le bon comportement qu'ont montré les outils nitrurés, plus spécialement l'outil durci par la nitruration de type U peut s'expliquer par l'augmentation de la dureté

superficielle des outils, ce qui a conduit à une augmentation de la résistance à l'usure de ces derniers (diminution du recul d'arête).

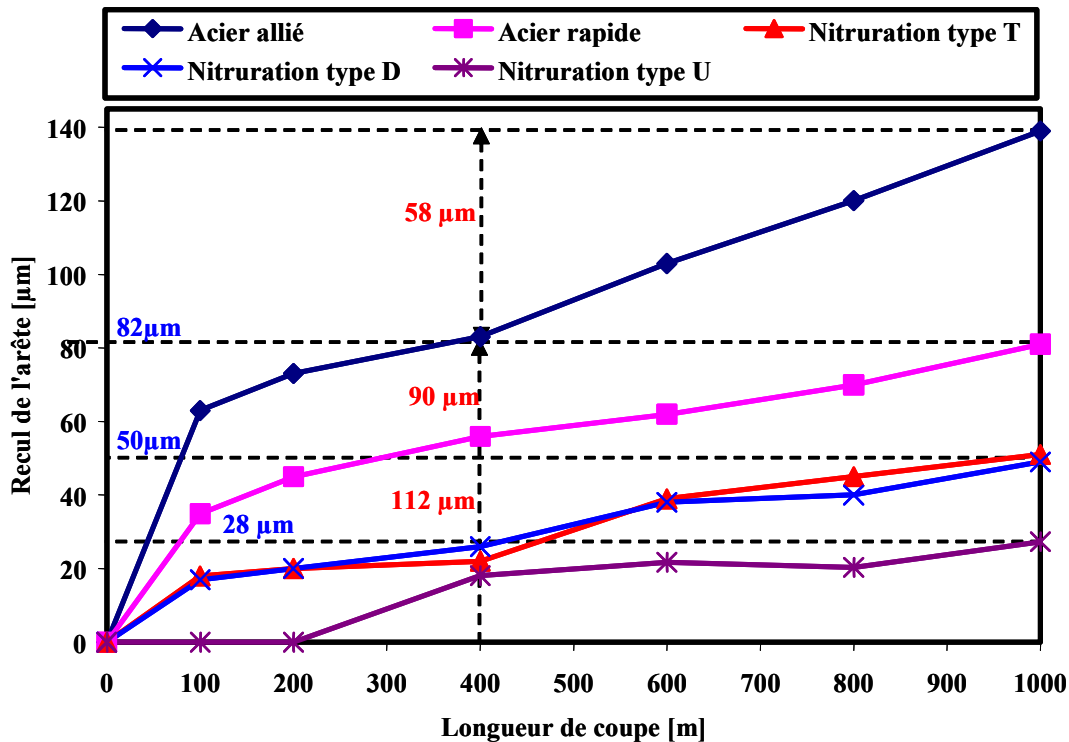


Figure.III.21 : Recul de l'arête en fonction de la longueur de coupe d'outils nitrurés et d'un outil de référence

III.3.4.1.2. Outils revêtus CrN et Cr₂N

La figure.III.22 présente les résultats obtenus à l'issue de la campagne de microdéroutage avec les outils revêtus de monocouches de CrN (face d'attaque et/ou face de dépouille) et multicouches CrN/Cr₂N.

Aussi, et afin d'observer l'effet du positionnement des revêtements, la monocouche de CrN ainsi que la multicouche CrN+Cr₂N n'ont été appliquées que sur la face de dépouille des outils. Nous observons donc que, même si leurs performances sont quelques peu similaires, le couteau revêtu de CrN sur sa face de dépouille a un meilleur comportement, spécialement durant son rodage. Il permet de réduire le recul d'arête de 55 μm. En effet, après 1000 m d'usinage, l'outil revêtu de CrN présente un recul d'arête de coupe de 82 μm tandis que cette valeur est atteinte par l'outil non revêtu après seulement 416 m d'usinage.

Cette différence peut être expliquée par l'évolution des efforts de coupe X_c et Y_c (figure.III.23). A partir de ce graphique nous observons que l'outil revêtu de CrN possède une faible valeur de l'effort de coupe X_c comparée à celle de l'outil revêtu de la multicouche qui quant à elle augmente avec la distance de bois usinée.

De plus, l'effort Y_c de l'outil revêtu CrN possède des valeurs avoisinant zéro et semble rester constant alors que dans le cas de l'outil revêtu de la multicouche, la composante de l'effort de coupe Y_c présente des valeurs plus importantes et augmente de -4,5 à -7N/cm (effort rapporté à la longueur de l'arête de coupe) durant l'usinage.

Ces résultats (usure et efforts), confirment que CrN en monocouche appliqué sur un outil de coupe en microdéroutage lui confère une meilleure résistance à l'abrasion.

En vue d'optimiser le dépôt de la monocouche de CrN, un outil revêtu sur ses deux faces (faces d'attaque et de dépouille) et un outil revêtu seulement sur sa face d'attaque ont également été testés (figure.III.22).

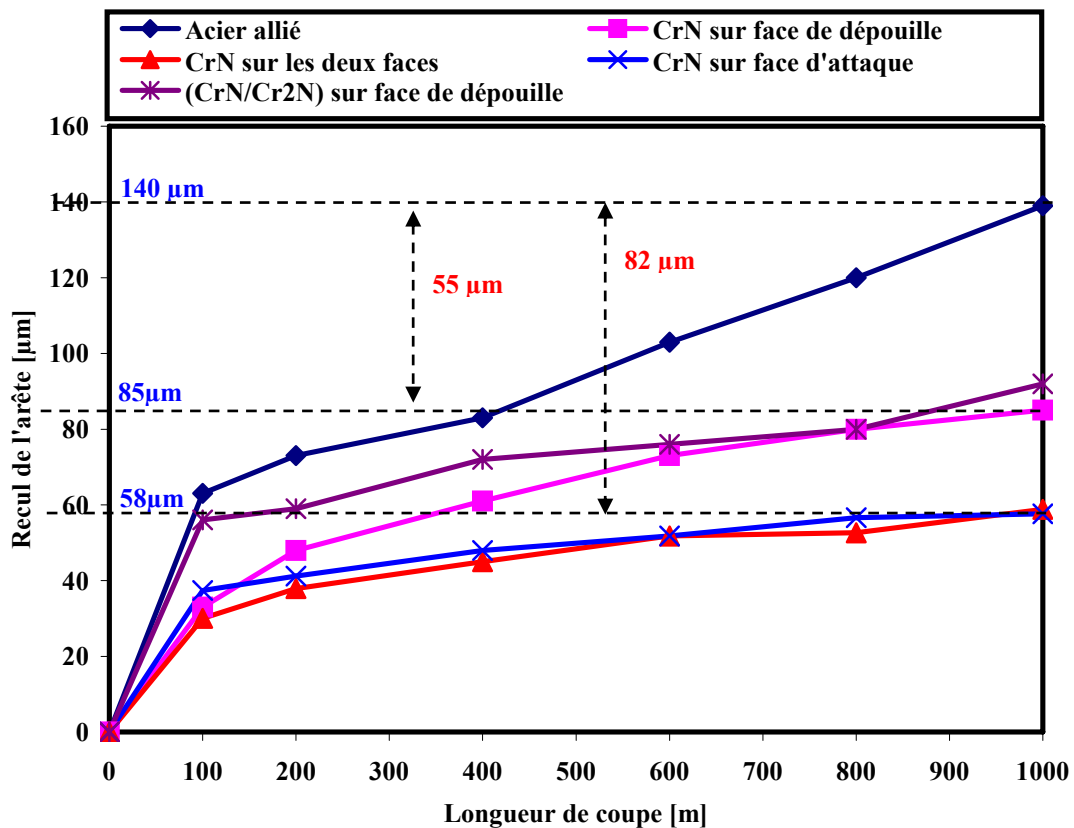


Figure.III.22: Recul de l'arête en fonction de la longueur de coupe des outils revêtus CrN, Cr₂N et de l'outil de référence

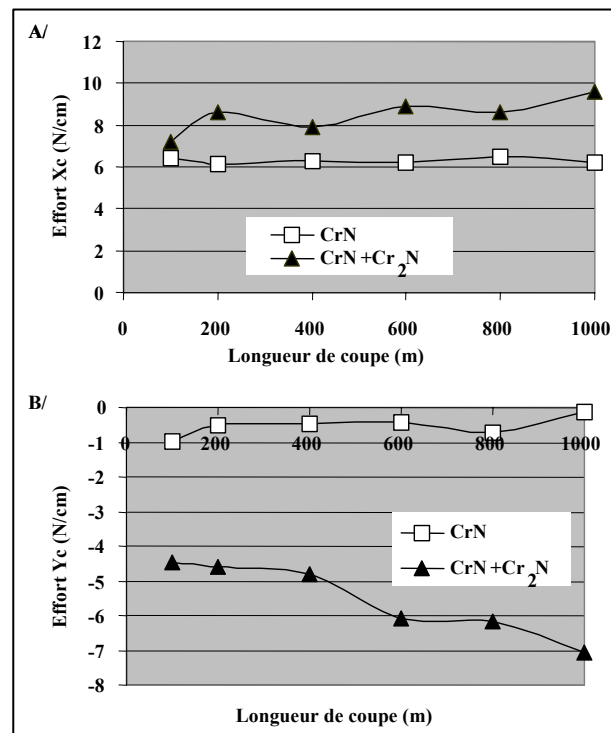


Figure.III.23: Évolution des efforts de coupe en fonction de la longueur de coupe: A/- Xc, B/- Yc

Nous notons que pour une même valeur de recul d'arête ($58 \mu\text{m}$), ces deux outils présentent un comportement proche et permettent de diminuer le recul d'arête de $82 \mu\text{m}$ en comparaison avec l'outil témoin. Il n'est donc pas nécessaire de revêtir les deux faces de l'outil. Par ailleurs, nous notons que l'application du dépôt sur la face d'attaque (face en contact avec le copeau donc la plus sollicitée pendant la coupe et pour une dépouille optimale) est plus efficace que son application sur la face de dépouille. Ce résultat confirme celui noté dans le §III.1 [59] et a pour avantage de permettre un réaffûtage des outils. En effet, en industrie du déroulage le réaffûtage des outils s'effectue sur la face de dépouille (face biseautée de l'outil), appliquer le revêtement sur la face d'attaque ne gênera donc pas cette opération et permettra donc une utilisation multiple de l'outil revêtu.

III.3.4.1.3. Outils revêtus de DLC et CrN monocouches

Nous avons effectué des tests de microdéroulage de MDF pour observer le comportement d'outils revêtus par les films durs : CrN (monocouche sur la face d'attaque) et DLC1 et DLC2. Sur la figure.III.24 sont résumés les résultats obtenus. L'outil revêtu de DLC2 présente un bon comportement durant l'étape de rodage. Après 1000 m de coupe, les deux types de DLC (DLC1 et DLC2) présentent le même taux d'amélioration. En effet, pour une même valeur de recul d'arête ($73 \mu\text{m}$), ces deux outils permettent de diminuer le recul de l'arête de coupe de $67 \mu\text{m}$, en comparaison avec l'outil de référence.

Par ailleurs, si l'on compare les revêtements, nous remarquons que la couche de CrN appliquée sur la face d'attaque permet de diminuer l'usure de $82 \mu\text{m}$ par rapport à l'outil témoin. Même si en début de microdéroulage, ce n'est pas ce couteau qui possède la plus faible pente, en fin de test, il est plus performant que les autres couteaux testés.

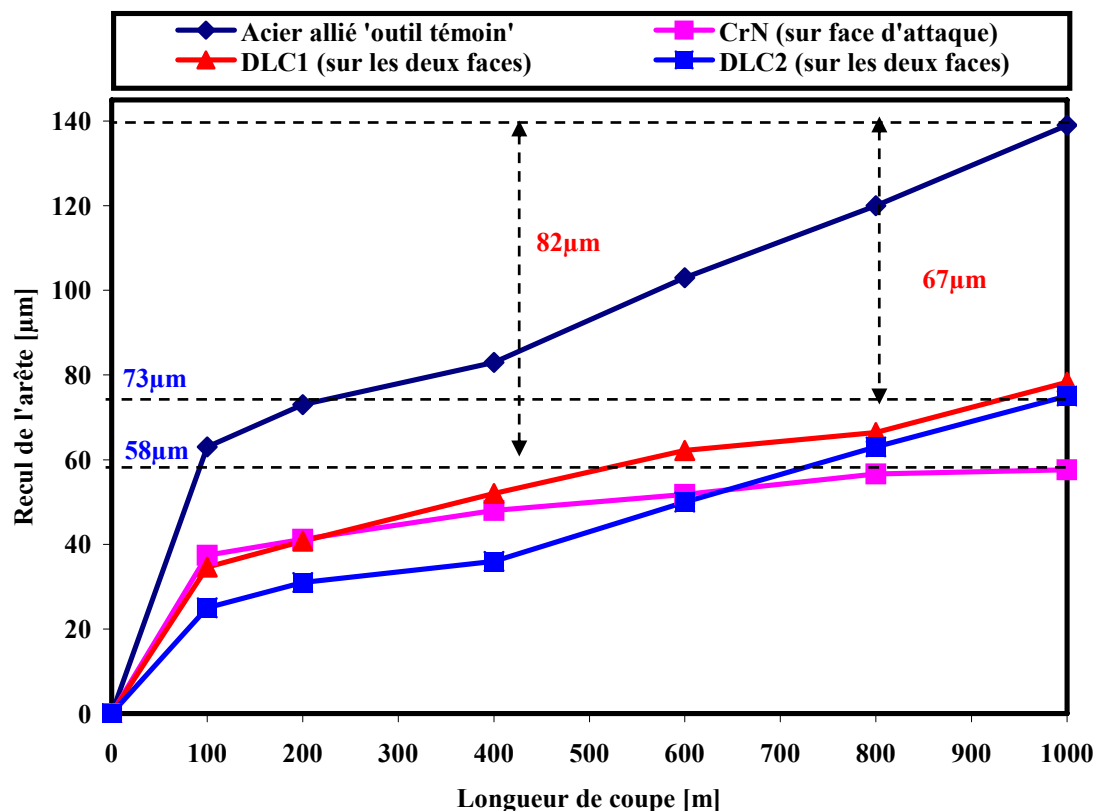


Figure.III.24 : Recul de l'arête de coupe en fonction de la longueur de coupe des outils : témoin, revêtus DLC et CrN monocouches

Cette différence de performance entre CrN et DLC peut être expliquée par la meilleure adhérence que présente la couche de CrN sur substrat en comparaison à l'adhérence des couches de DLC (figure.III.25). Après 1000 m d'usinage, la couche de CrN est toujours présente sur l'arête de coupe et la protège bien tout en présentant une apparence homogène sur la face d'attaque de l'outil. La couche de DLC1 est réduite sur la face de dépouille et ne protège plus l'arête de coupe de l'outil. Or, les revêtements DLC1 et DLC2 ont des épaisseurs respectivement de 4-6 μm et 1 μm tandis que la couche de CrN possède une épaisseur de 2 μm . Il faut rappeler qu'il existe une épaisseur optimale des revêtements sur outils [140,141]. Dans le cas de CrN, l'épaisseur optimale est de l'ordre de 2 à 3 μm [59].

Il est également admis qu'une importante épaisseur du film peut favoriser la création de contraintes internes donc une faible adhérence sur substrats. Par contre, une faible épaisseur de film peut conduire à son inefficacité contre l'usure. Ainsi, en plus de la mauvaise adhérence de DLC sur la majorité des substrats (constat bibliographique), sa moindre performance pourrait également être expliquée par son épaisseur non optimisée.

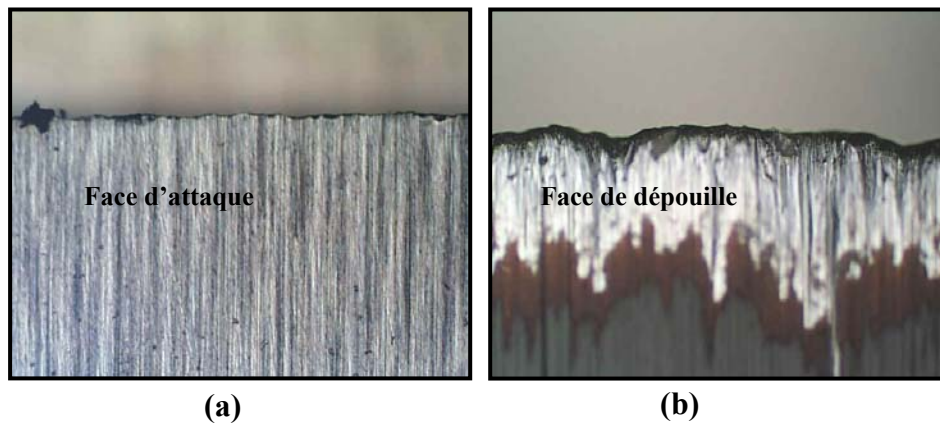


Figure.III.25 : Images optiques d'outils revêtus de : (a) CrN, (b) DLC après 1000m de microdéroutage

III.3.4.1.4. Outils traités duplex

En continuité de nos travaux, nous avons également étudié l'influence que peut induire un durcissement de la surface d'outil par traitement thermochimique (nituration ionique) précédant le dépôt de films de CrN et CrN/Cr₂N sur le comportement en microdéroutage de MDF. Dans ce cas, la notion de modification de l'adhérence des couches sur leurs substrats prend toute son importance.

A partir du graphique porté sur la figure.III.26, nous constatons qu'il n'y a pas de différence notable entre les outils nitrurés et leurs correspondants duplex (nituration suivie d'un dépôt).

Avec la nituration de type T et D, le recul d'arête des outils en fin d'usinage a été réduit de 70 μm . Le même seuil d'amélioration a été noté pour les outils duplex (nituration type T ou D + CrN ou CrN/Cr₂N). Des performances légèrement meilleures sont obtenues grâce aux outils nitrurés U et leurs duplex (nituration type U + CrN- usure réduite de 110 μm) mais restent toute de même proches de celles obtenues avec la simple nituration des outils.

Le fait que les traitements duplex ne soient pas plus efficaces que la simple nitruration des outils peut être expliqué par les valeurs de dureté des couches nitrurées qui sont proches de celles obtenues pour les couches de CrN et Cr₂N. Ainsi, en usinage de MDF (ne présentant pas la structure du bois massif), c'est la dureté de surface de l'outil qui prime sur le comportement des outils. En effet, CrN et Cr₂N présentent des duretés Vickers respectivement de 1900 et 2100 HV [59] et les nitrurations de type U, T et D présentent des duretés Vickers respectives de 1900, 1600 et 1400 HV.

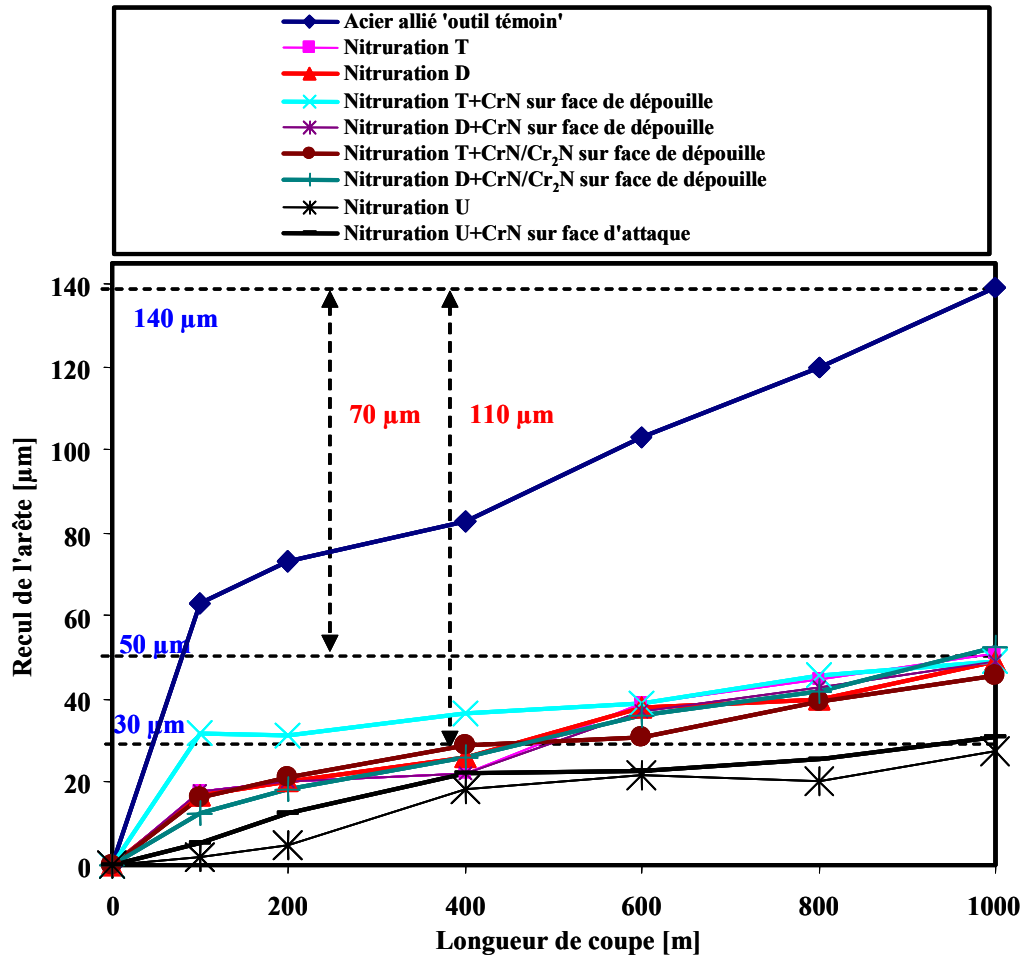


Figure.III.26 : Recul de l'arête de coupe en fonction de la longueur d'usinage de l'outil de référence et d'outils nitrurés et traités duplex

Une autre explication peut également être ajoutée et réside dans la mauvaise adhérence des couches de CrN sur les surfaces nitrurées, spécialement les surfaces nitrurées T. Cette hypothèse est confirmée par les micrographies de la figure.III.27. En effet, on constate que pour les deux types de revêtement utilisés, CrN ou CrN/Cr₂N la couche se délamine en mettant à nu le substrat. Néanmoins, la dureté de surface de l'acier nitruré a permis de garder les mêmes performances de coupe en terme de résistance à l'usure.

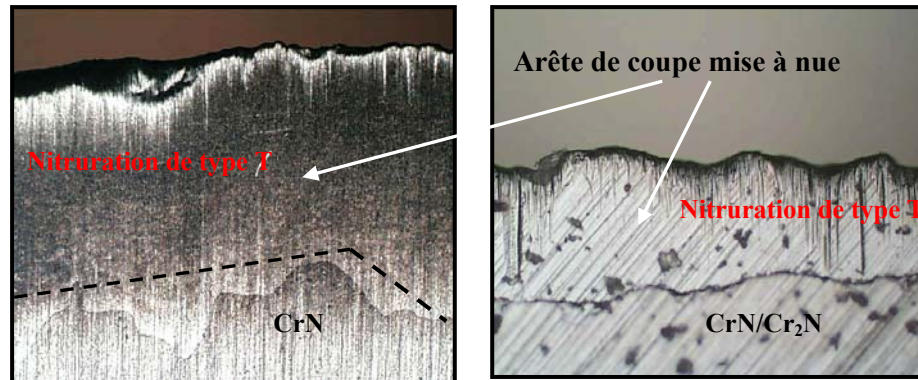


Figure.III.27 : Micrographies d'outils traités duplex : (a) nitruration type T+CrN, (b) nitruration type T+CrN/Cr₂N

III.3.4.1.5. Conclusion

Les conclusions suivantes résument les résultats obtenus au terme de la campagne de tests d'usure d'outils modifiés en microdéroutage de MDF :

- Il est plus efficace de nitrurer l'acier allié que de le remplacer par un acier rapide de plus haute dureté et ténacité et surtout plus onéreux.
- Par ailleurs, nous avons noté et confirmé les résultats obtenus lors du travail de thèse de Nouveau [59]. En effet, la face des outils à revêtir en priorité pour avoir un comportement d'outil le plus optimal possible est la face d'attaque du couteau car c'est celle qui est en contact avec le copeau et donc la plus sollicitée pendant la coupe.
- CrN cubique et DLC2 semblent les revêtements les plus prometteurs pour une application sur outils de coupe industriels. De plus CrN cubique a montré un comportement meilleur que DLC2 durant ces tests d'usure (usinage de MDF).
- Le meilleur comportement des outils nitrurés est attribué à l'outil dont la surface a été durcie par une nitruration de type U (la plus faible valeur de recul de l'arête de coupe).

Conclure sur le comportement d'outils modifiés uniquement à partir de tests d'usure réalisés par microdéroutage de MDF n'est pas suffisant. Pour cette raison nous avons réalisé des tests de microdéroutage de hêtre avec les traitements de surface optimaux retenus (ie: DLC2, CrN et nitruration type « U »).

III.3.4.2. Microdéroutage de hêtre

Sur la figure.III.28 est présenté le recul d'arête des outils en fonction de la longueur totale d'usinage. Nitrurer le substrat avant d'appliquer le dépôt, qu'il s'agisse de couches de CrN ou de DLC, permet de réduire le recul d'arête des couteaux de 47 μm en comparaison avec l'outil témoin. En effet, les deux outils traités duplex, en plus de leur comportement quasi similaire, présentent sensiblement la même valeur du recul d'arête après 3000 m de coupe (75 μm) alors que l'outil témoin possède une valeur d'usure de 122 μm . Nous notons également que la nitruration de la surface précédant le dépôt améliore légèrement le comportement des outils mais ce dernier reste proche de ceux simplement nitrurés. Nous gardons ainsi l'explication qui voudrait que si le revêtement se délamine, mettant à nu le substrat nitruré, l'outil gardera un

comportement semblable. Par ailleurs, l'explication à cette amélioration réside peut-être dans les différentes microstructures que présentent les deux surfaces (nitrurées ou non). Nous pensons que les sites de germination/croissance des surfaces nitrurées conduisent à une amélioration de la cohésion entre le film et son substrat. Ceci est valable pour les films de CrN et non pour ceux de DLC qui ont un comportement contraire. En effet, l'outil simplement revêtu de DLC montre un recul d'arête le plus faible (même par rapport à celui de l'outil préalablement nitruré). Après 2900 m de microdéroutage, cet outil possède un recul de l'arête de coupe égal à 38 μm (valeur d'usure atteinte par l'outil non modifié après seulement 415 m d'usinage). Si l'on traduit les valeurs enregistrées en terme de taux de réduction d'usure, nous constatons que l'on baisse le recul d'arête de 84 μm . Au vu de ces résultats, il semblerait que DLC2 adhère mieux au substrat lors de l'usinage de hêtre que lors de l'usinage de MDF. Ceci était quelque peu prévisible car usiner du hêtre (bois massif et humide) est fondamentalement différent de l'usinage de MDF. Sa coupe génère moins d'usure et moins d'efforts de coupe dans des conditions d'usinage similaires, l'eau extraite jouant le rôle de lubrifiant.

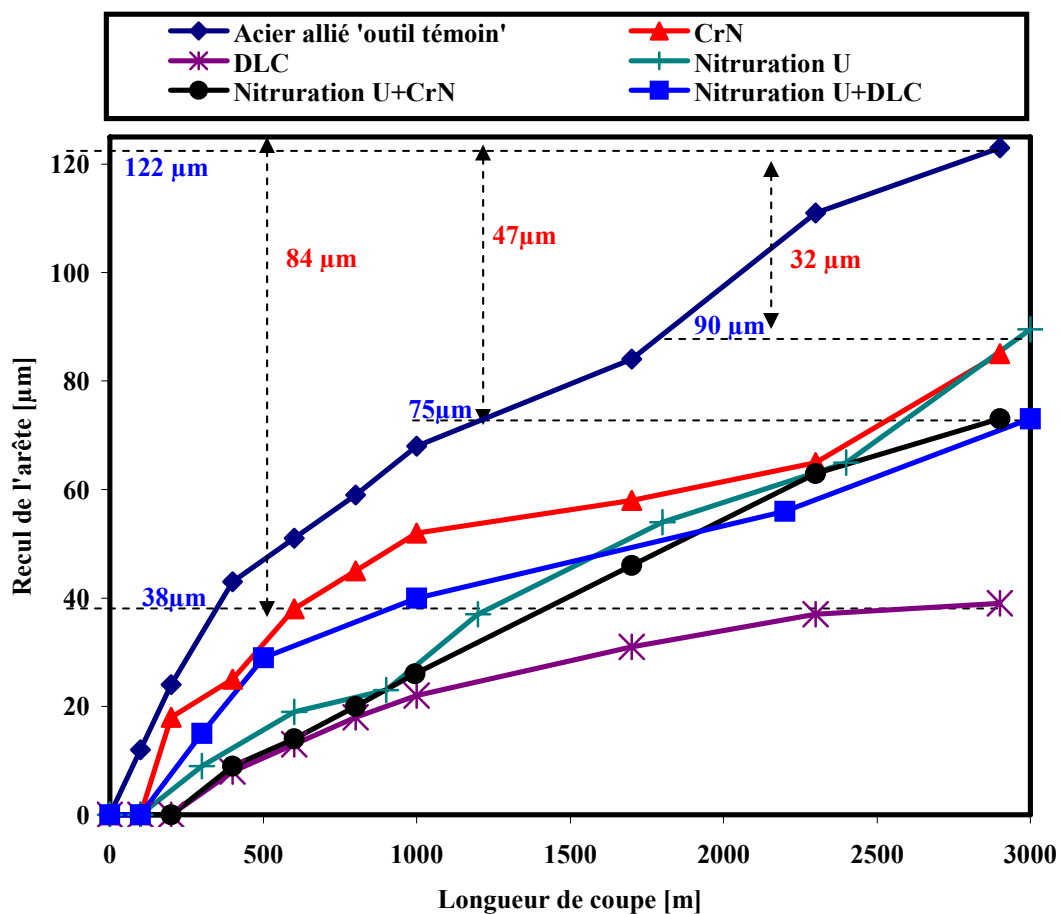


Figure.III.28 : Recul de l'arête des outils modifiés en fonction de la longueur de coupe en microdéroutage de hêtre

Conclusions

Nous avons réalisé des tests d'abrasion par microdéroutage d'une essence de bois déroulable en industrie afin d'approcher au mieux les conditions réelles de coupe. De cette campagne nous avons noté que le revêtement DLC2 a permis de diminuer le recul en comparaison avec un outil témoin. Le faible coefficient de frottement que possède ce matériau mais aussi sa haute dureté peuvent expliquer un tel comportement.

Nous notons également que les outils dont les surfaces ont été traitées duplex se comportent légèrement mieux que les outils simplement revêtus. Ces résultats sont en adéquation avec ceux obtenus à l'issue du travail de thèse de Nouveau [59].

III.3.5. Modifications industrielles des surfaces

Après avoir identifié les traitements de surface optimaux à appliquer sur les outils de coupe industriels (nituration type U, CrN en monocouche, DLC2 et des traitements duplex (nituration type U+CrN ou DLC2)), nous avons transmis à nos partenaires industriels les conditions expérimentales de dépôts à réaliser pour revêtir des échantillons d'acier dans un premier temps. En effet, nous avons alors effectué des caractérisations sur ces échantillons pour vérifier leurs propriétés physico-chimiques (par EDS, observations optiques, DRX).

Ces caractérisations ont été menées sur des couches de CrN déposées industriellement que l'on appellera CrN-GENTA en référence à GENTA-PLATIT, l'entreprise italienne de traitements de surfaces chargée des modifications des outils industriels. Par ailleurs, nous soulignons que ces caractérisations ont également été menées dans le but de comparer la nature et la composition de couches de CrN industriel avec les couches de CrN élaborées et optimisées en laboratoire lors du travail de thèse de Nouveau [59] et ceci afin d'expliquer le comportement des outils modifiés.

Des couches de CrN de 2 μm ont donc été réalisées par GENTA-PLATIT sur la surface de 4 échantillons d'acier par évaporation par arc : deux sur de l'acier allié 90CMV8, une sur un acier rapide HSS18 et une sur un acier fritté S390.

Dans le tableau.III.6 sont résumés les pourcentages atomiques (at.%) de la composition des films élaborés. La figure.III.29 représente le spectre EDS de l'échantillon en acier allié revêtu de CrN-GENTA.

Substrat/film	N (at %)	Cr (at %)	N/Cr
90CMV8/CrN1	41	59	0.7
90CMV8/CrN2	42	58	0.72
HSS/CrN	42	58	0.72
S390/CrN	39.5	60.5	0.65

Tableau.III.6 : Analyse quantitative de la composition des films de CrN obtenus par GENTA

Les couches présentent un ratio N/Cr compris entre 0,65 et 0,72. Elles sont donc sous-stœchiométriques en azote en comparaison avec celles de CrN cubique obtenues par pulvérisation magnétron en laboratoire (où le ratio N/Cr=1). Cependant, il est à noter que nous n'avons pas détecté d'oxygène dans les films analysés. Les observations micrographiques (figure.III.30) révèlent que la surface des films de CrN-GENTA présente sensiblement la même morphologie que la surface des films de CrN élaborés en laboratoire.

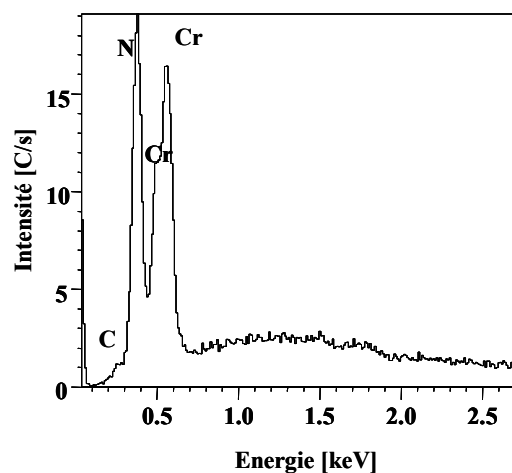


Figure.III.29 : Spectre EDS d'un film de CrN élaboré par GENTA sur acier allié

Il est tout de même à noter que la surface des films industriels est moins rugueuse et contient des amas solides clairsemés que l'analyse superficielle a identifiés comme des îlots de chrome pur.

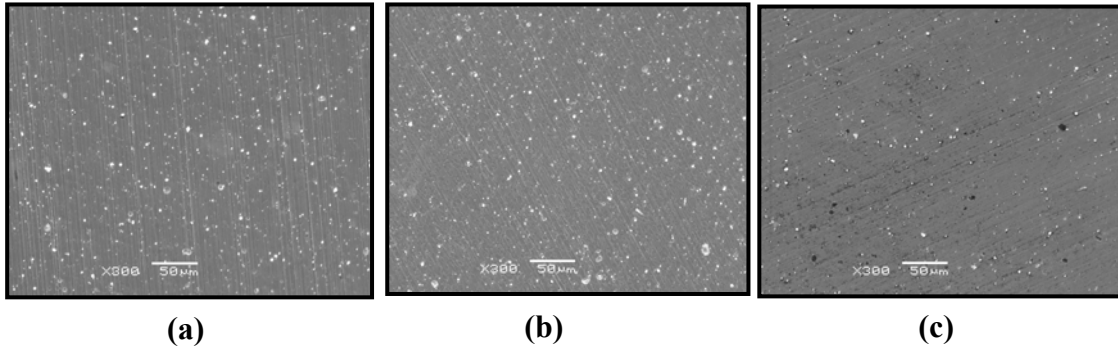


Figure.III.30 : Morphologie de surface des couches de CrN élaborées sur : (a) 90CMV8, (b) HSS18, (c) S390

Afin d'identifier la nature des phases cristallines que contiennent les couches de CrN élaborées industriellement ainsi que celles obtenues en laboratoire, nous les avons soumises à des analyses par DRX et nous avons comparé les diffractogrammes obtenus (figure.III.31).

Les films CrN-GENTA présentent des pics de diffraction qui correspondent à Cr_2N . En effet, nous notons la présence de Cr_2N d'orientation (111) et (110) alors que le diffractogramme de CrN-labo ne présente que les pics de la phase cubique CrN (111), (200), (220) et (311). Par ailleurs, le pic observé vers 43° sur le diffractogramme de CrN-GENTA peut provenir d'un mélange Cr_2N (110) et CrN (111). La largeur à mi-hauteur relativement élevée observée sur les diffractogrammes des couches CrN-GENTA indique que ces films peuvent être constitués d'un mélange des deux phases CrN et Cr_2N . Cette idée est confortée par la présence sur les diffractogrammes de ces couches d'un pic de faible amplitude à 51° correspondant à CrN (200). De plus, les couches obtenues sont sur-stœchiométriques en chrome (60% at.), cf.tableau.III.6, ce qui peut favoriser la formation de Cr_2N .

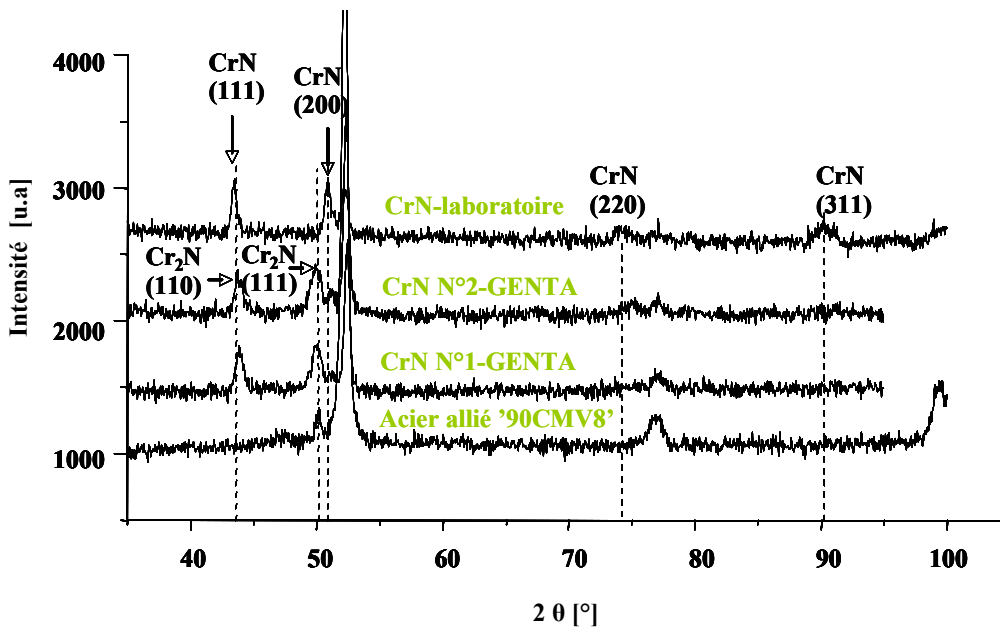


Figure.III.31 : Diffractogrammes des couches de CrN-GENTA et CrN-Labo sur acier allié '90CMV8'

Ce constat a été conforté lors de l'analyse par DRX effectuée sur les couches de CrN-GENTA élaborées sur acier rapide et acier fritté.

À partir des diffractogrammes portés sur les figures III.32 et III.33 nous pouvons voir que les films de CrN-GENTA présentent les pics d'orientations (110) et (111) de Cr_2N , mais également un pic de CrN d'orientation (200).

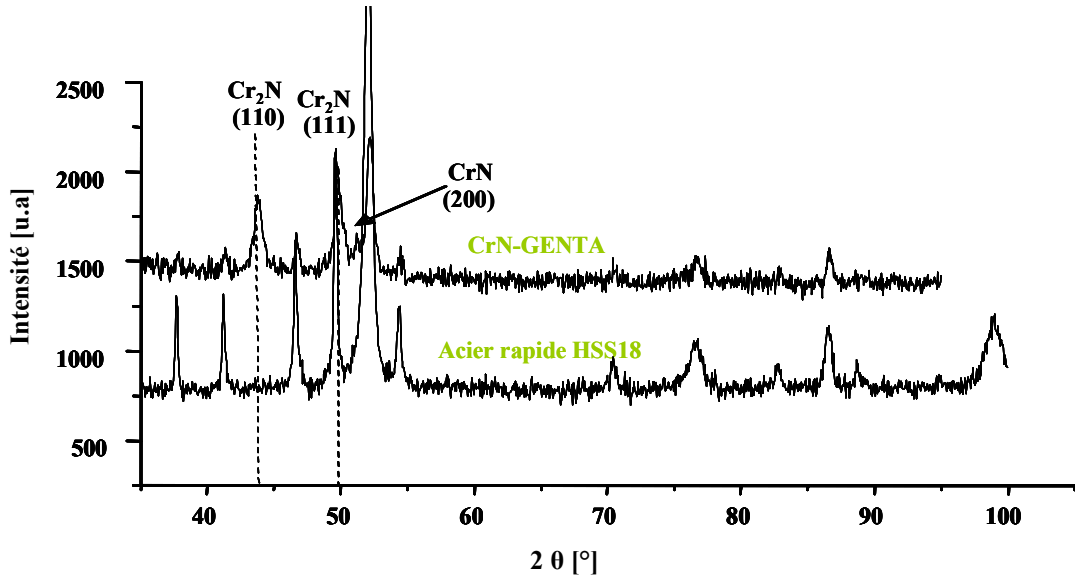


Figure.III.32 : Diffractogramme d'une couche de CrN-GENTA élaborée sur acier rapide

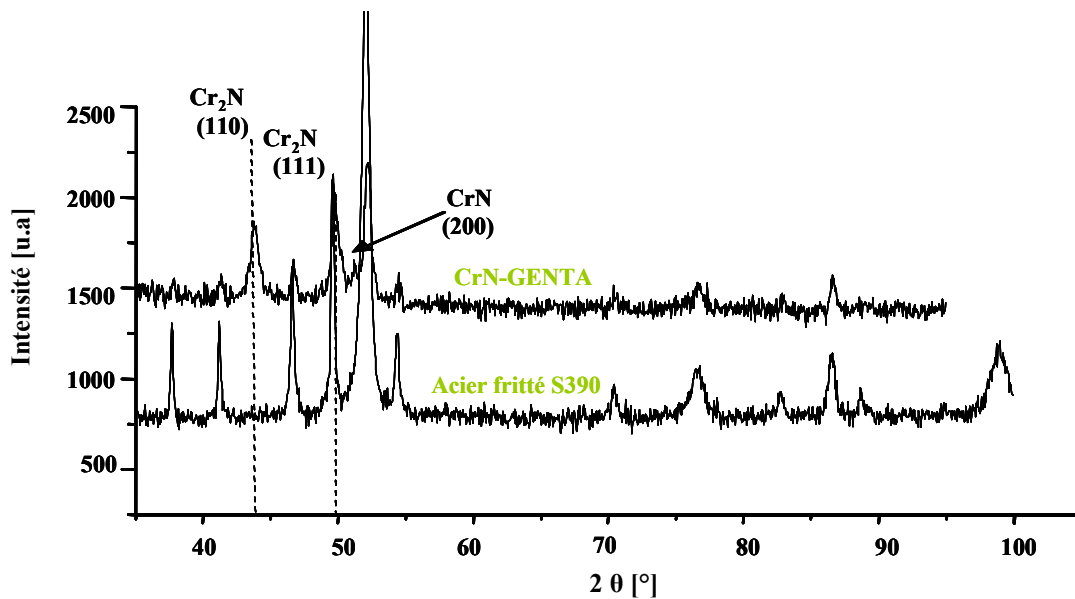


Figure.III.33 : Diffractogramme d'une couche de CrN-GENTA élaborée sur acier fritté

Même si la structure des films est différente, les couches de CrN élaborées industriellement sont bien cristallisées (pics fins) et composées d'un mélange de deux phases (CrN et Cr_2N). Explorer le comportement d'outils revêtus de ces couches en microdéroulage sera informatif.

III.3.5.1. Microdéroutage de MDF

En vue de comparer les couches de CrN-GENTA avec celles élaborées en laboratoire, nous avons réalisé des tests de microdéroutage de MDF puis de hêtre. Deux outils de microdéroutage revêtus de CrN-GENTA sur leurs deux faces ont été testés dans les mêmes conditions d'usine que lors des précédentes campagnes. Les reculs d'arête en fonction de la longueur de coupe sont portés sur la figure.III.34.

Les outils revêtus de CrN-GENTA montrent un comportement très similaire, ce qui prouve la reproductibilité et la fiabilité du procédé industriel de dépôt. De plus ces deux outils permettent de réduire l'usure de l'outil témoin de 98 μm .

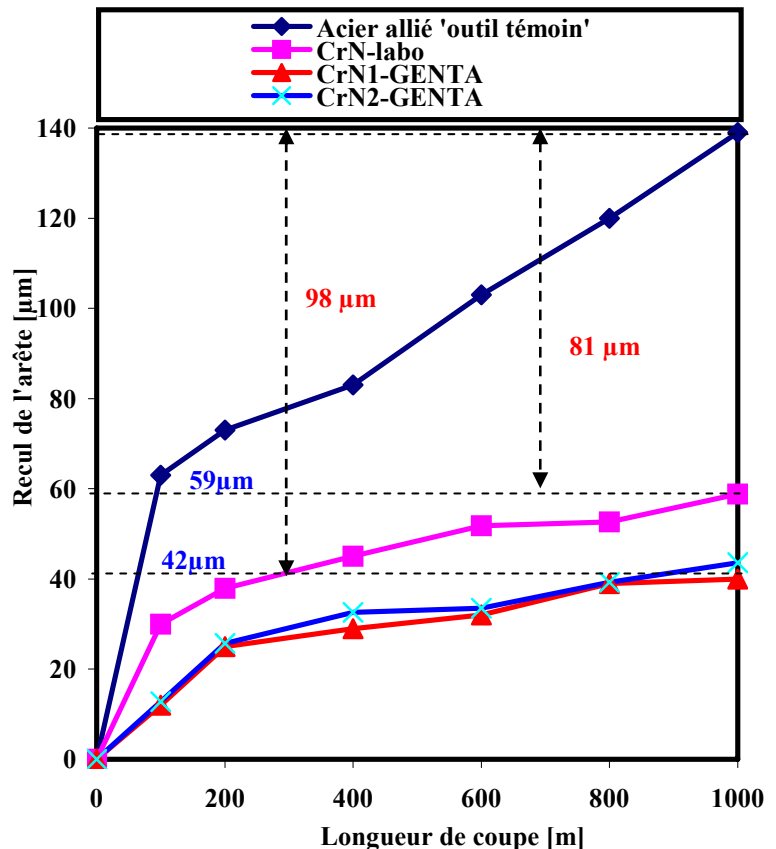


Figure.III.34 : Recul d'arête des outils revêtus de CrN en fonction de la longueur de coupe lors du microdéroutage de MDF

Les outils revêtus CrN-GENTA montrent une résistance au recul d'arête plus élevée que celle de l'outil revêtu de CrN-labo. Ainsi, ce nouveau matériau composé d'un mélange CrN+Cr₂N offre aux outils de microdéroutage un meilleur comportement en terme d'usure (sur 1000 m).

III.3.5.2. Microdéroutage de hêtre

La figure.III.35 résume les reculs d'arêtes des outils revêtus de CrN-GENTA et d'un outil revêtu CrN-labo en fonction de la longueur de microdéroutage et ceci en usinage de hêtre.

Les films industriels se comportent de façon semblable que lors de l'usinage de MDF. En effet, les deux outils traités par GENTA ont un comportement proche, donc toujours une bonne reproductibilité du procédé de dépôt et permettent de réduire l'usure de l'outil témoin de 72 μm . Ces outils se comportent toujours mieux que l'outil dont la surface a été revêtue de CrN-labo qui quant à lui a permis de diminuer le recul d'arête de l'outil témoin de 38 μm .

Ce comportement des films CrN-GENTA peut être expliqué d'une part par leur composition qui est un mélange de CrN et Cr₂N, la phase hexagonale étant plus dure que la phase cubique.

D'autre part, la surface initiale des films obtenus par GENTA était lisse et présentait une rugosité de surface faible. Ainsi, moins de frottement donc moins d'efforts lors de la coupe se produisaient entre l'outil et le bois lors de l'usinage.

Nous constatons donc que les outils revêtus industriellement résistent mieux à l'usure par abrasion que les outils revêtus en laboratoire. Une bonne cristallisation des couches et un excellent état de surface ont conduit à un bon comportement mécanique.

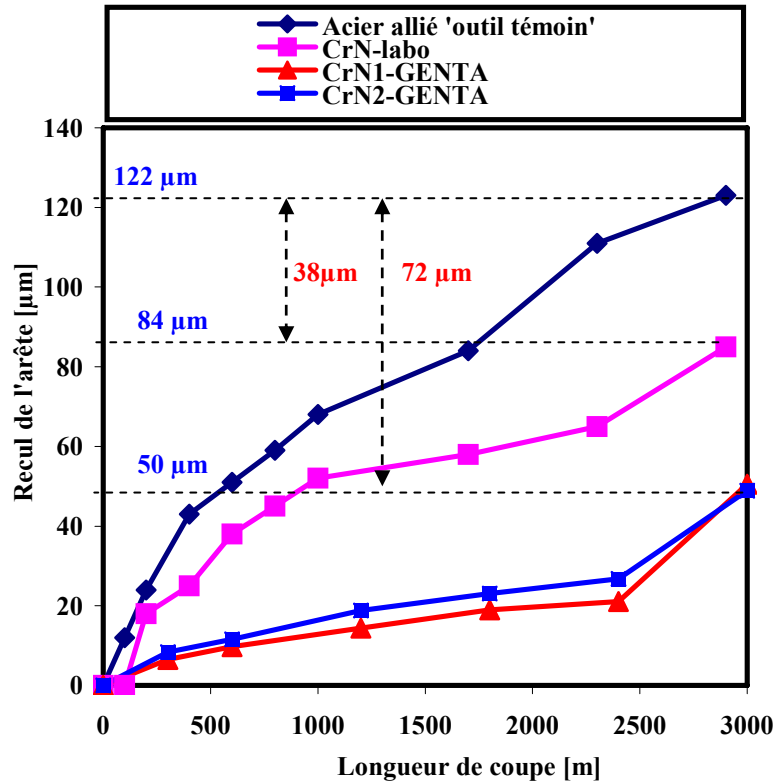


Figure.III.35 : Recul d'arête des outils revêtus de CrN en fonction de la longueur de coupe lors du microdéroutage de hêtre

Conclusions

Lors de cette partie de notre travail, nous avons caractérisé des dépôts de CrN réalisés industriellement. Nous les avons ensuite appliqués sur des outils de microdéroutage après avoir vérifié leurs propriétés mécaniques et physico-chimiques. Des tests d'usinage de MDF avec des outils revêtus de CrN-GENTA ont ainsi été menés et une comparaison avec des outils revêtus en laboratoire a été faite. Des résultats obtenus, il s'avère que les films produits industriellement permettent aux outils conventionnels d'améliorer de façon significative leur résistance à l'usure par abrasion. Un même constat a été fait lors de l'usinage de hêtre avec des outils revêtus de CrN industriellement. Dans les deux cas, les dépôts industriels ont été plus performants que les dépôts obtenus en laboratoire.

III.3.6. Tests avec outils traités sur leurs deux faces (avant réaffûtage)

III.3.6.1. Déroutage industriel de hêtre en laboratoire

Comme nous l'avons cité précédemment, nous avons à notre disposition au LaBoMaP de Cluny une dérouleuse industrielle instrumentée. L'utilisation d'un tel dispositif nous a permis d'obtenir une bonne référence quant au comportement en usinage des outils industriels de taille moyenne (Figure.III.36).



Figure.III.36 : Couteau de dérouleuse 'Sem-automation S500'

Pour effectuer cette campagne d'essais, nous avons employé six couteaux : deux couteaux conventionnels, deux couteaux traités CrN-duplex et deux couteaux revêtus de CrN industriellement. Ce doublement du nombre de couteaux a été réalisé pour assurer la répétitivité des tests. Il faut signaler que nous n'avons pas pu tester des couteaux revêtus de couches de DLC2, bien que ce revêtement ait montré qu'il avait les meilleures performances lors des tests par microdéroutage, car les dimensions des outils étaient trop grandes.

Sur la figure.III.37 est montré le déroulement type des essais de déroulage réalisés au laboratoire. L'opération débute par l'étuvage des billons de hêtre fournis par notre partenaire industriel (BDA), s'ensuivait alors la mise en place des billons sur la dérouleuse puis l'opération de déroulage proprement dite.

Sur la figure.III.38 sont montrées des micrographies optiques de l'enchaînement d'une mesure du recul d'arête des couteaux utilisés en fonction de la longueur totale de déroulage, grâce aux points de référence préalablement usinés. A partir de ces images nous pouvons suivre la diminution progressive de la cote prise entre le point de référence et l'arête de coupe des couteaux. Ainsi, grâce à cette méthode nous avons pu mesurer et quantifier l'usure des outils testés.

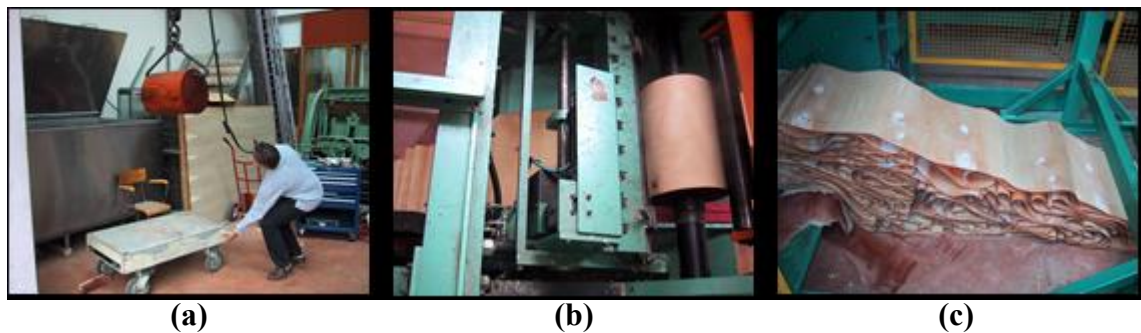


Figure.III.37 : Opération de déroulage : (a) sortie du billon de l'étuve avant sa mise en place sur la dérouleuse, (b) déroulage, (c) placages

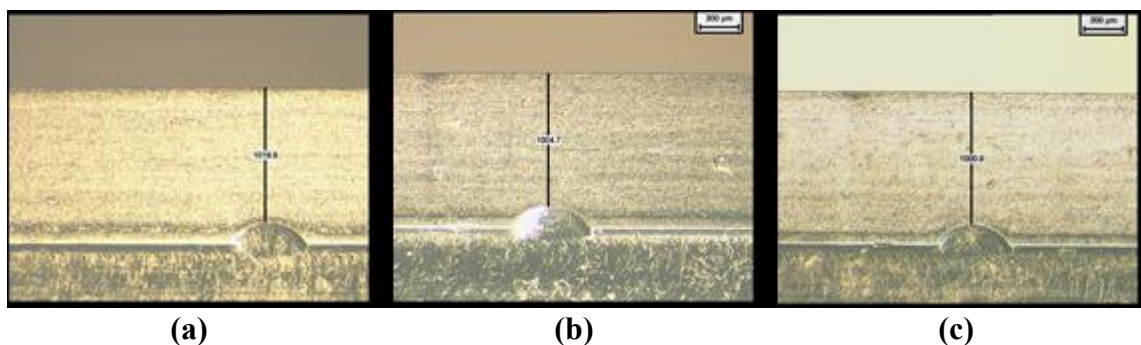


Figure.III.38 : Enchaînement d'une mesure du recul de l'arête des couteaux après : (a) 2900m, (b) 3900m, (c) 5060m de déroulage de hêtre

La figure.III.39 représente une comparaison des reculs d'arête des couteaux de déroulage testés. Pour réaliser cette campagne d'essais, un nombre important de billons de hêtre a été utilisé. Un volume très important de placages a ainsi été produit. Au début des essais, nous avons utilisé un couteau différent pour effectuer la mise au rond des billons et leur déroulage afin de ne pas détériorer trop vite l'arête de coupe. En effet, durant l'opération de mise au rond, l'outil est soumis à de nombreux chocs dus à la

forme irrégulière du bois brut mais aussi à la présence de corps étrangers (cailloux) à sa périphérie. Sachant en réalité qu'en industrie la mise au rond des billons qui précède la coupe proprement dite est réalisée avec le même outil, nous avons également reporté des courbes du recul d'arête avec et sans mise au rond des billons.

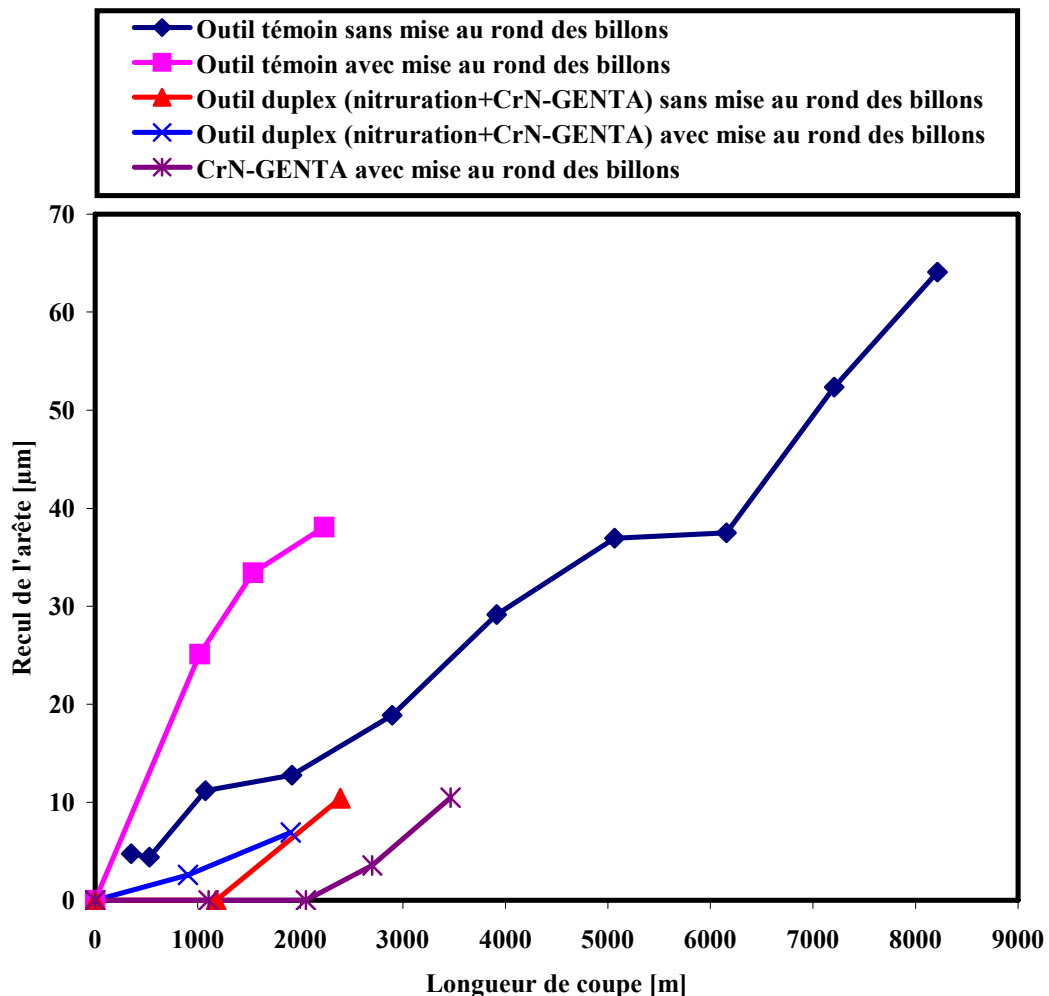


Figure.III.39 : Recul de l'arête d'outils modifiés en fonction de la longueur de déroulage

Ceci étant, nous avons pu constater l'effet de la mise au rond sur le comportement en usure des outils de déroulage. Nous observons que la mise au rond des billons avec le même couteau, dans le cas de l'outil conventionnel, conduit à augmenter le recul d'arête de façon significative. Nous pensons que ce n'est pas tant les chocs répétés qui précèdent l'obtention de la forme cylindrique parfaite du billon qui conduisent à cette usure mais plutôt à cause des résidus d'écorce d'arbre (contenant de la silice et autres matériaux très abrasifs) qui restent collés à la surface du billon après une opération d'écorçage non optimale. Nos suppositions ont été confirmées lors de l'observation de l'allure de la courbe de l'outil conventionnel sans mise au rond des billons.

En effet, après 2200 m de déroulage, le couteau qui a subi une mise au rond présente une valeur d'usure de 38 μm tandis que le deuxième couteau témoin présente une valeur d'usure de seulement 15 μm . Pour les couteaux traités CrN-duplex, le même phénomène a été observé. Le couteau de déroulage qui a montré la plus haute résistance à l'usure est celui dont la surface a été revêtue de CrN-GENTA et ayant subi la mise au rond des billons et leur déroulage. La mise au rond réalisée avec ce couteau ne semble pas avoir d'effet sur le recul de son arête. En effet, si l'on compare la valeur d'usure de cet outil

avec la valeur d'usure de l'outil conventionnel sans mise au rond après 3500 m de déroulage, nous obtenons 10 μm pour le premier et 25 μm pour le second. Par ailleurs si l'on compare les valeurs d'usure entre l'outil conventionnel et l'outil revêtu CrN, tous deux avec mise au rond des billons après 2200 m de déroulage, nous obtenons 38 μm pour le premier et 3 μm pour le second, donc une usure beaucoup moins importante. Les bonnes performances que montre le revêtement dur CrN peuvent être expliquées par son faible coefficient de frottement (tableau.III.7) mesuré à l'aide de la méthode du pion-disque.

Substrat	Coefficient de frottement μ
Acier allié 'témoin'	0,76
CrN-GENTA1 sur acier allié	0,39
CrN-GENTA2 sur acier allié	0,45

Tableau.III.7 : Coefficients de frottement des aciers alliés revêtus ou non

A partir de ce tableau, il est évident que les substrats revêtus de couches de CrN présentent un faible coefficient de frottement (compris entre 0,4 et 0,46). Ce coefficient est divisé par deux en comparaison avec les coefficients mesurés sur les substrats en acier allié non revêtus. Ceci permet une meilleure évacuation du copeau sur la face d'attaque des outils conduisant à de plus faibles efforts de coupe durant le processus de déroulage et ainsi, permettant les bonnes performances des couteaux revêtus. Par ailleurs, une autre donnée non négligeable s'impose à nous lors de tests de cette nature. Toute l'attention de l'opérateur de déroulage est portée sur la qualité de surface du placage produit. Si une cassure apparaît sur l'arête de coupe, cela se traduit immédiatement par l'apparition de stries sur le placage. Ainsi, nous avons observé l'aspect de l'arête de coupe des couteaux utilisés ainsi que l'état de surface des placages produits.

Sur la figure III.40 sont montrés les types d'endommagements des arêtes de coupe des outils lors de l'usinage de nœuds. Nous remarquons que l'outil traité CrN-duplex présente un endommagement de type fragile. Des cassures vives et franches apparaissent sur l'arête de coupe du couteau. Cet effet est beaucoup plus marqué sur le couteau qui a subi la mise au rond des billons (figure.III.40.a). L'augmentation de la dureté superficielle de l'arête de coupe a conduit à sa fragilisation. Par ailleurs, le couteau témoin montre quant à lui un endommagement de type ductile (figure.III.40.b) résultant de l'écrasement et de la torsion de l'arête de coupe de l'outil. Cette constatation confirme la précédente (fragilisation de l'arête de coupe par nitruration).

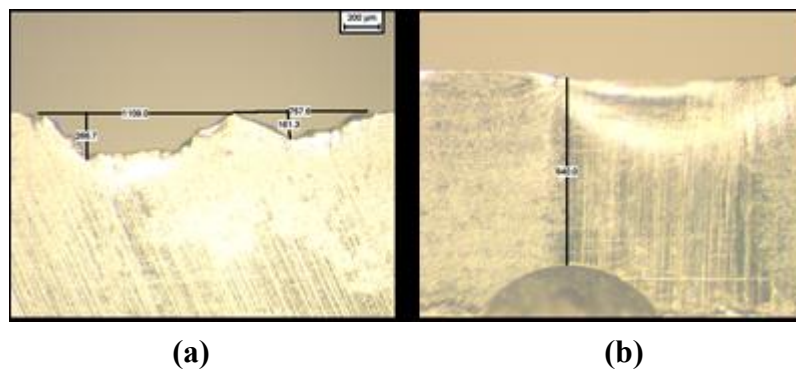


Figure.7.40 : Types d'endommagement de l'arête de coupe : (a) fragile pour le couteau traité CrN-duplex, (b) ductile pour l'outil conventionnel

L'observation de la surface des placages produits a été effectuée pour apprécier l'incidence des cassures sur la surface des placages (figure.III.41). Les placages produits par le couteau traité duplex présentent le plus grand nombre de stries et ceux-ci apparaissent prématurément après les premiers cent mètres de déroulage (400 m). Le traitement duplex améliore la résistance à l'usure des outils mais en contre partie augmente trop la fragilité des arêtes de coupe et détériore par là même la qualité des produits finis. Les placages produits par le couteau conventionnel présentent sensiblement le même nombre de stries mais après 1000 m de déroulage. Par contre, ceux produits par le couteau revêtu de CrN montrent peu de stries de placage après 2600 m de déroulage.

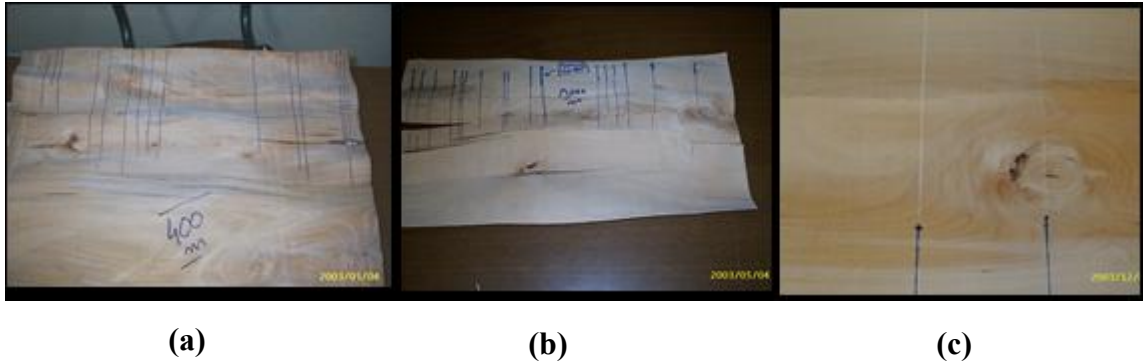


Figure.III.41 : Stries sur placages produits par : (a) l'outil traité duplex après 400 m de déroulage, (b) l'outil témoin après 1000 m de déroulage, (c) l'outil CrN après 2600 m de déroulage

III.3.6.2. Déroulage industriel

Les tests avec les lames revêtues sur les deux faces n'ont pas pu avoir lieu car ces outils ont montré un refus de coupe immédiat à l'instant où l'on a voulu débiter l'usinage. Après mesure de l'angle de bec des outils, il s'est avéré que ce refus de coupe était dû à un angle de bec trop élevé. En effet la mesure a donné une valeur proche de 23° . Dans un souci de préserver les conditions de coupe de cette entreprise, nous n'avons pas voulu modifier l'angle de dépouille de la lame. Ainsi nous avons procédé immédiatement à l'affûtage des deux lames et nous avons réalisé les essais avec des lames revêtues uniquement sur la face d'attaque.

III.3.6.3. Fraisage de douglas

Pour réaliser les tests de production de plaquettes en scierie, nous avons employé plusieurs outils traités différemment : 9 couteaux de référence, 9 couteaux nitrurés, 9 couteaux revêtus CrN et 9 couteaux revêtus DLC. Nous n'avons pas testé d'outils traités duplex car nous avons constaté lors des tests de microdéroulage de MDF que le comportement des outils nitrurés et traités duplex était similaire.

Pour réaliser des tests comparatifs en s'affranchissant de la forte hétérogénéité des bois, nous avons positionné sur le rayon interne de la tête Canter, deux outils traités différemment et un outil témoin non traité afin que ces derniers usinent le même lot de bois (figure.III.42).



Figure.III.42 : Tête Canter avec ses différents rayons : 1, 2 et 3

Mode de remplacement des outils

L'entreprise où nous avons réalisé nos essais procède en temps normal au remplacement des outils toutes les deux semaines, jugeant que cette période correspond à la fin de service des outils et qu'un réaffûtage s'impose. Cependant, chaque semaine, les opérateurs intervertissent les positions des outils en changeant ceux du rayon interne avec ceux du rayon externe de la tête Canter pour prolonger la durée de service des outils. Ces changements/remplacements sont effectués en temps masqué (entre 12h00 et 13h30). Après réaffûtage, les outils sont à nouveau positionnés sur la tête des Canter pour une nouvelle période de production.

Relevés des reculs d'arête des outils

Afin de ne pas gêner la production de l'entreprise, nous avons positionné les outils testés pendant les temps morts et nous avons relevé les valeurs des reculs d'arête après chaque semaine de service. Par ailleurs, nous avons poussé la durée de l'emploi des outils modifiés au-delà de deux semaines afin de constater si les traitements utilisés améliorent ou non leur résistance à l'usure.

Conformité des produits et sciages

La première approche que nous avons adoptée a été de constater si la nouvelle dureté de surface des outils avait une influence sur la qualité des plaquettes produites et sur l'état de surface des pièces de bois équarries (forme de la grume après passage de la tête de fraisage). Ainsi, après les premières heures d'usinage, nous avons prélevé une quantité de plaquettes (figure.III.43.a) que nous avons comparées à celles produites par un jeu de couteaux non modifié. Nous avons ainsi constaté, avec les opérateurs, que les plaquettes produites étaient tout à fait conformes aux exigences de production et que le taux de fines (plaquettes non conformes) n'était pas plus important. Les mêmes constatations ont été retenues quant à l'état de surface des équarries (figure.III.43.b).



Figure.III.43 : (a) Plaquettes en bois produites avec les outils modifiés, (b) Surface d'une pièce équarrie

Comportement des outils modifiés

Pour quantifier le comportement en service des outils, nous avons adopté deux approches : l'une basée sur la quantification de l'usure des outils par la mesure du recul des arêtes de coupe et l'autre sur la présence d'ébréchures. La mesure du recul d'arête

avec la méthode au comparateur a été utilisée sur site comme première estimation de l'usure des outils. Étant donné que la méthode de mesure avec les points de référence décrite antérieurement est plus fiable, nous l'avons utilisée comme deuxième estimation. Sur la figure.III.44 sont portés les relevés des reculs d'arête des copeaux enregistrés après chaque semaine d'emploi. Après la première semaine d'utilisation nous remarquons que les relevés effectués sur les outils nitrurés et revêtus CrN sont proches de l'ordre de l'erreur de mesure. Ces deux outils présentent des reculs d'arête respectivement de 95 et 99 μm , valeurs plus faibles de 50 μm par rapport à la valeur obtenue par l'outil de référence (151 μm). Ainsi, après une semaine d'utilisation nous avons déjà noté une amélioration de la résistance à l'usure des outils grâce aux traitements de surface. Par ailleurs, nous avons noté que les outils revêtus de couches de DLC n'améliorent pas la résistance au recul d'arête et ont un comportement similaire à celui des outils de référence. Pour cette raison, nous n'avons pas prolongé les essais avec les copeaux revêtus de couches de DLC sur les deux faces. Par contre, ils seront repris pour les essais après réaffûtage, cf § III.5.7.3.

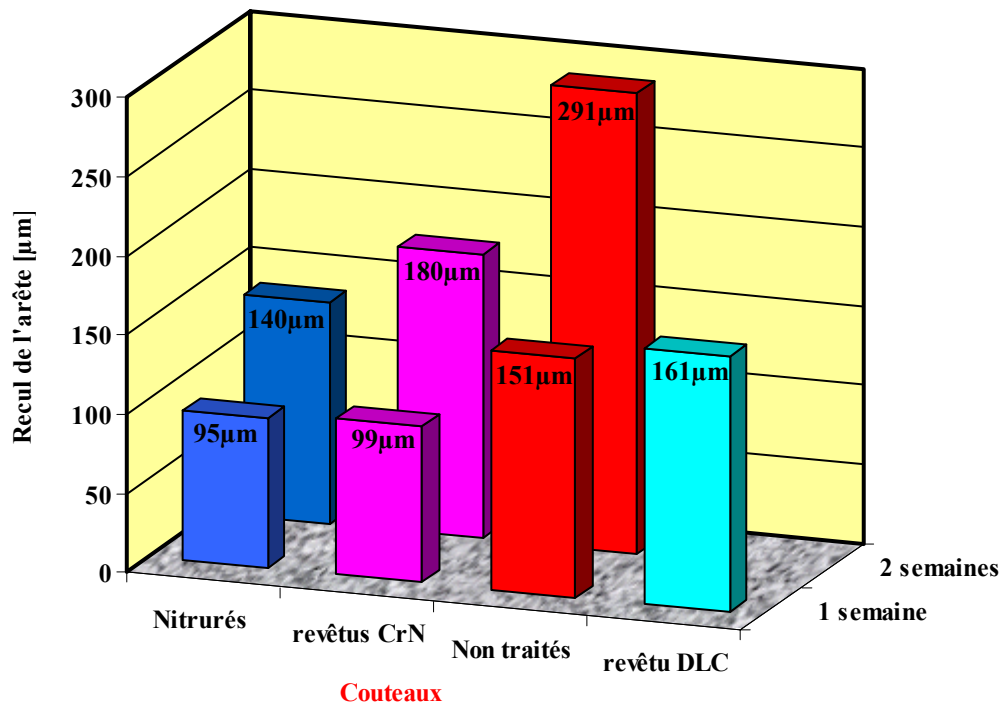


Figure.III.44 : Reculs d'arête des outils utilisés en scierie traités ou non

L'observation micrographique effectuée sur la face de dépouille de ces copeaux révèle que leur comportement est dû au délaminage presque total du revêtement sur l'arête de coupe mettant cette dernière à nu (figure.III.45). Pour cette raison ce traitement a été écarté de la série des tests au bout d'une semaine d'utilisation. Après deux semaines d'utilisation, les outils nitrurés présentent une nette amélioration de la résistance à l'usure. En effet, la valeur de leur recul d'arête moyenne est de 140 μm , soit 40 μm plus faible que la valeur obtenue par les outils revêtus de CrN et 151 μm plus faible que celle des outils de référence.

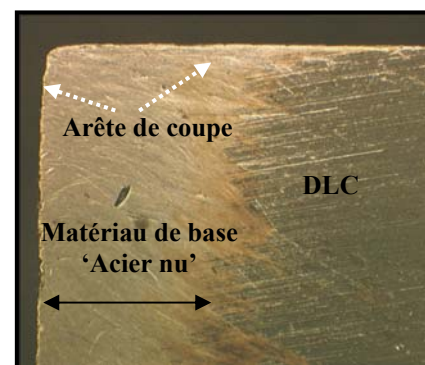


Figure.III.45 : Délamination précoce du revêtement DLC observée sur la face de dépouille de copeau du canter

En ce qui concerne la résistance aux ébréchures des arêtes de coupe, après observations micrographiques (figure.III.46), nous remarquons que les couteaux revêtus de CrN montrent une résistance relativement meilleure que celle des autres couteaux modifiés. L'arête de coupe montre un aspect régulier. Encore une fois, nous pensons que ce revêtement améliore la glisse du bois et des plaquettes sur les deux faces des couteaux, de part sa bonne adhérence sur substrats et son faible coefficient de frottement.

Par ailleurs, en déroulage, nous avons constaté que le fait de nitrurer l'outil fragilisait l'arête de coupe de ce dernier. Dans le cas de ces tests, l'angle de bec des outils de Canters, plus important que celui des outils de dérouleuse, diminue cette fragilisation et donc l'aptitude de l'arête à être ébréchée. Ainsi, le comportement des couteaux nitrurés est meilleur lors de ce procédé d'usinage.

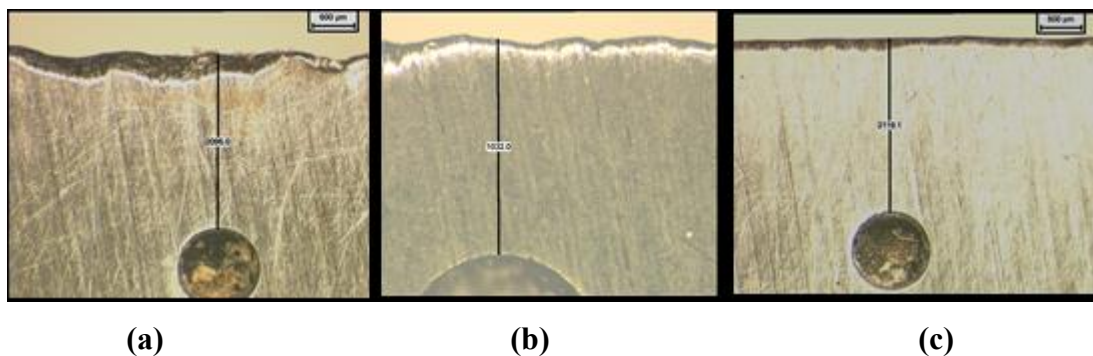


Figure.III.46 : Arête de coupe d'un outil : (a) de référence, (b) nitruré, (c) revêtu CrN après 15 jours d'utilisation

III.3.7. Tests avec outils réaffûtés

L'enjeu de pouvoir appliquer les modifications de surface aux outils de l'industrie du bois, est d'être capable de conserver les améliorations apportées après réaffûtage en entreprise. Sachant qu'en déroulage, les entreprises prolongent la durée de vie des couteaux en procédant à un réaffûtage quotidien, il est donc évident que si les outils traités ne peuvent garder les mêmes caractéristiques de protection contre l'usure et contre les ébréchures après affûtage, il n'y a pas d'intérêt à utiliser des couteaux modifiés par traitements.

III.3.7.1. Déroulage industriel de hêtre en laboratoire

Afin de voir l'effet du réaffûtage sur le comportement des couteaux de dérouleuses, nous avons effectué le réaffûtage seulement sur la face biseautée (face de dépouille), comme il est pratiqué en industrie (figure.III.47), ce qui a pour avantage dans notre cas de pouvoir préserver le revêtement sur la face d'attaque. Cette opération a été réalisée avec l'équipement de l'entreprise partenaire.

Nous avons affûté les couteaux traités sur les deux faces et utilisés lors de la campagne précédente de tests. L'affûteuse employée est une machine industrielle employant une meule cylindrique 'boisseau' et travaillant sous arrosage (figure.III.48).

Nous avons adopté deux méthodes d'affûtage :

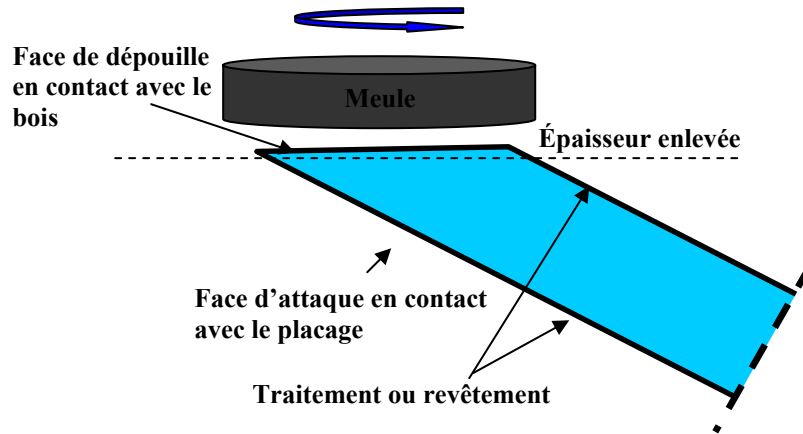


Figure.III.47 : Affûtage de la face biseautée 'face de dépouille'
(Cas des couteaux de déroulage)

La première identique à celle pratiquée par l'entreprise (mode 1) qui consiste à enlever $1/10^{\text{ème}}$ mm d'épaisseur sur la face biseautée de la lame (dans le cas d'ébréchures légères), s'ensuit une opération de finition (morfilage) réalisée manuellement d'abord avec une pierre puis parachevée par le passage d'un morceau de bois, pour enlever les bavures de l'arête résultant de l'affûtage.



Figure.III.48 : Affûteuse industrielle utilisée

La deuxième méthode (mode 2), qui correspond au mode 1 complété par le passage d'un chariot portatif d'affûtage (figure.III.49).

Cet appareil est constitué de plusieurs pierres et équipé de roulettes de guidage. Il est utilisé par l'entreprise partenaire de déroulage pour réaffûter le couteau directement sur la machine en cours de production (à l'apparition de petites ébréchures). Dans le mode 2, nous nous sommes servi de cet appareil pour créer un microbiseau sur l'arête de coupe (figure.III.50 a et b) et étudier son influence sur le comportement de l'outil.

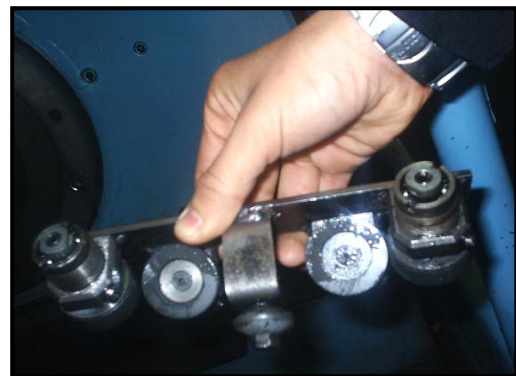


Figure.III.49 : Chariot portatif d'affûtage

En effet, la géométrie particulière de ce dispositif (l'angle formé par les pierres est supérieur à l'angle de bec du couteau) fait que non seulement il permet l'élimination d'ébréchures de petites tailles mais également de créer une cassure d'angle sur la face de dépouille des couteaux (figure.III.50.c).

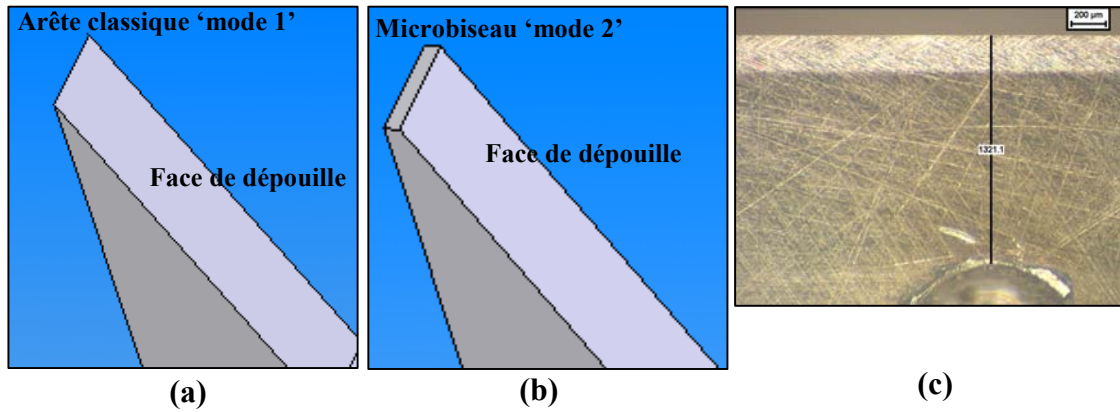


Figure.III.50 : (a) Arête de coupe classique, (b) microbiseau sur la face de dépouille, (c) microbiseau créé par le chariot portatif sur la face de dépouille des couteaux

Sur la figure.III.51 sont reportés les relevés des reculs d'arête des outils testés en fonction de la longueur totale de déroulage et affûtés classiquement (selon le mode 1). Nous observons que tous les outils ont un comportement similaire à celui du couteau témoin. Les traitements semblent ne plus protéger l'arête de coupe des couteaux après affûtage. Cependant, il est important de signaler que ce test a été stoppé prématurément. En effet, au vu du comportement des outils durant la phase de rodage, il aurait été intéressant de dérouler plus longtemps afin d'observer l'évolution de ces courbes d'usure. Mais à cause de contraintes d'expérimentation, nous n'avons pas pu poursuivre ce test.

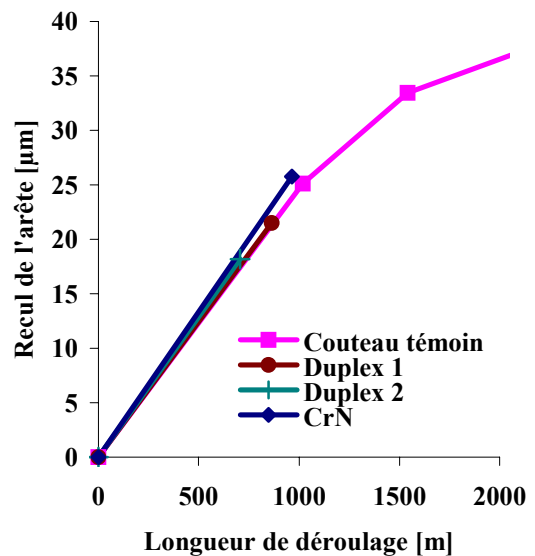


Figure.III.51 : Recul d'arête des outils réaffûtés selon le mode 1

La comparaison entre les couteaux revêtus de couches de CrN mais réaffûtés selon les deux modes est portée sur la figure.III.52. Nous observons que le couteau qui subit la création d'un microbiseau (réaffûtage selon le mode 2) présente un recul d'arête plus faible que celui du couteau classiquement réaffûté. Au regard des résultats portés sur la figure.III.51, nous pensons que ce n'est pas tant le revêtement qui a diminué le recul d'arête de cet outil mais l'augmentation de l'angle de bec du couteau par la création du microbiseau, retardant par là même la vitesse d'usure. Cette nouvelle géométrie peut donc être considérée comme un pré-rodage du couteau. Nous confirmons ainsi que la phase de rodage des couteaux conditionne leur tenue en usure.

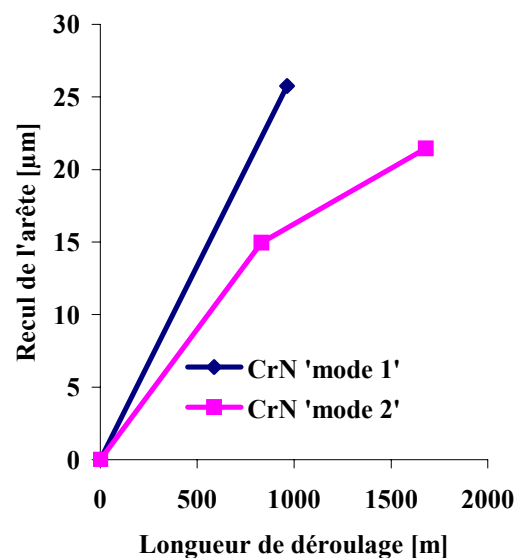


Figure.III.52 : Recul d'arête des outils réaffûtés selon le mode 1 et 2

Des observations micrographiques ont été effectuées sur les placages produits afin de vérifier leur qualité. L'outil avec microbiseau a permis d'obtenir moins de stries de placage. Sa résistance aux ébréchures est meilleure que celle des autres couteaux testés. Lorsque les couteaux sont réaffûtés sans création de microbiseau, l'arête est fragile. Son comportement est similaire à celui du couteau témoin. Dans ce cas, la modification de surface ne joue pas son rôle protecteur. Au vu de ces résultats, nous retenons que c'est la modification géométrique de l'arête de coupe après affûtage qui prime et l'emporte sur les modifications physico-chimiques. Une attention plus particulière sera portée sur l'étude de l'effet de la géométrie de l'arête de coupe des outils dans le chapitre IV.

III.3.7.2. Déroulage industriel

Au vu des résultats obtenus à l'issue des essais de déroulage sur appareillage industriel réalisés à l'ENSAM de Cluny, nous avons testé deux lames de dérouleuse revêtues de CrN industriellement. Les tests se sont déroulés chez un dérouleur industriel français, BDA, selon ses conditions de coupe.

Avec l'accord de l'entreprise, les essais se sont déroulés sur une semaine. Durant celle-ci, de nombreux problèmes ont survenus et ont conduit aux changements des lames. En effet, les bois usinés durant cette semaine contenaient anormalement beaucoup de corps étrangers telles que des balles (figure.III.53.a) ce qui a provoqué la cassure immédiate de l'arête de coupe (figure.III.53.b) et nécessité le remplacement du couteau.



Figure.III.53 : (a) Balle incrustée dans le bois, (b) Cassure de l'arête de coupe

Apport du revêtement

Durant la semaine d'essai, nous avons défini trois situations auxquelles l'opérateur peut être confronté :

- 1- Lorsque des petites ébréchures apparaissent sur l'arête de coupe des outils, que l'on appelle 'dents', l'opérateur est obligé de stopper la production pour intervenir sur la lame avec le passage du chariot d'affûtage. Généralement deux à trois passages suffisent pour éliminer les ébréchures qui sont à la base du déclassement des placages. Ce cas est le plus fréquemment rencontré.
- 2- Lorsque des ébréchures de taille moyenne apparaissent, dans ce cas l'opérateur change de méthode d'intervention. Dans un premier temps il essaie de redresser l'arête de coupe avec une clé ou un marteau puis insiste avec le passage délicat d'une pierre ponce. Généralement, cette méthode fonctionne très peu car elle crée

un relief sur l'arête de coupe et donc une surépaisseur localisée sur le placage produit.

- 3- Lorsque la lame rencontre des corps étrangers autre que le bois, l'opérateur est obligé de la changer. Cette opération nécessite généralement l'intervention d'un autre opérateur pour la mise en place de la nouvelle lame sur la machine. De plus, le temps nécessaire pour remplacer une lame, sa mise en place et son réglage est de l'ordre de 10 minutes.

L'application de traitements de surface au déroulage a donc pour but non pas de protéger la nouvelle arête de coupe des cassures mais d'augmenter la résistance de la lame contre les petites ébréchures nécessitant des arrêts fréquents de la dérouleuse (qui peuvent représenter dans le cas de la production de placages de premier choix jusqu'à 50% du temps de production).

Aussi afin de quantifier l'apport de la couche de CrN nous avons comptabilisé le nombre de fois que l'opérateur est intervenu sur la lame revêtue pour éliminer les ébréchures et le temps nécessaire à chaque intervention. Pour la même distance de déroulage et sous les mêmes conditions, nous avons procédé de la même manière pour une lame de référence afin d'effectuer la comparaison.

Dans le tableau.III.8 sont résumés le nombre et la durée d'intervention pour chaque couteau testé. Ces données ont été obtenues après 7000 m de déroulage (une journée de déroulage).

Couteaux	Durée totale	Nombre total d'interventions
Témoin	20'5''	16
Revêtu CrN	14'55''	9

Tableau.III.8 : Nombre et durée des interventions sur les couteaux de référence et revêtus CrN

De ce tableau nous constatons que l'application de CrN sur la face d'attaque des lames permet de diminuer le nombre d'interventions de l'opérateur. En effet, usiner avec la lame non revêtue a nécessité 16 interventions contre 9 pour la lame revêtue CrN après 7000 m de coupe. La durée totale nécessaire aux interventions était de 20 min et 5 s pour la lame non revêtue tandis qu'elle n'était que de 14 min et 55 s pour la lame revêtue.

Il faut noter que cette durée d'intervention dépend de la réactivité de l'opérateur. Par ailleurs, selon l'opérateur chargé du déroulage, la coupe avec l'outil revêtu provoque moins de nuisances sonores que celle avec l'outil de référence. Il est tout de même à signaler que ces données ne proviennent que d'un seul essai. Pour s'assurer des résultats nous avons confié aux opérateurs de l'entreprise des fiches de suivi de tests. Les résultats sont assez mitigés et dépendent de la nature des bois déroulés, des corps qu'ils contiennent, etc.

Ceci étant, l'affûteur de cette entreprise nous a signalé depuis, que les réaffûtages in situ des lames revêtues est problématique à cause de la différence de dureté entre les deux faces et que l'obtention d'une arête de coupe vive et régulière est difficile. Par contre, il nous a confirmé une meilleure résistance de ce couteau aux ébréchures.

Analyse superficielle des placages

Dans le déroulage, l'arête de coupe de la lame n'est pas en contact avec le bois. En effet, une fente se crée en amont de l'arête de coupe, produite par l'angle de bec de la lame. Cette zone est petite (une centaine de microns) et se situe au voisinage de l'arête de coupe. Ainsi le placage produit lors de la coupe glisse sur la face d'attaque et le billon frotte sur la face de dépouille. C'est précisément dans cette zone que pourrait intervenir l'effet des modifications de la surface des outils sur la qualité de surface des placages.

Lors du stockage dans l'eau des échantillons de placages prélevés en attente de leurs analyses, une modification de couleur s'est créée. En effet, lors du prélèvement des placages à analyser, la couleur de ces derniers était blanche. Après stockage, nous avons remarqué qu'une face s'est assombrie. Dans notre cas, les deux faces des placages déroulés ne sont pas de même nature. L'une frotte sur la face de dépouille non revêtue et l'autre sur la face d'attaque revêtue. C'est peut être là que réside l'explication de cet assombrissement d'une face des placages. Nous avons analysé les deux faces des placages séparément.

Pour les caractériser, deux grandeurs ont été mesurées : l'ondulation sW_a et la rugosité sR_a .

A- Ondulations de surface des placages sW_a

La figure III.54 représente l'évolution de sW_a de la surface des placages produits par les couteaux de référence et revêtus CrN, en fonction de la longueur de déroulage. On remarque que la tendance est à la diminution de sW_a au fur et à mesure que le couteau s'use et ceci quelle que soit la face du placage analysée. Durant les tout premiers mètres de déroulage, l'arête de coupe de l'outil est sensible aux vibrations. Les oscillations de l'arête, très vive, lors du régime transitoire de coupe induisent des ondulations (défauts du deuxième ordre) de surface. La phase de pré-rodage de l'outil étant atteinte après 2000 m, l'amplitude des ondulations de surface baisse. Cette diminution est remarquée quel que soit le couteau utilisé.

Par ailleurs, les ondulations superficielles des placages produits par l'outil revêtu et analysés sur la face sombre ne cessent de diminuer jusqu'à 7500 m de déroulage.

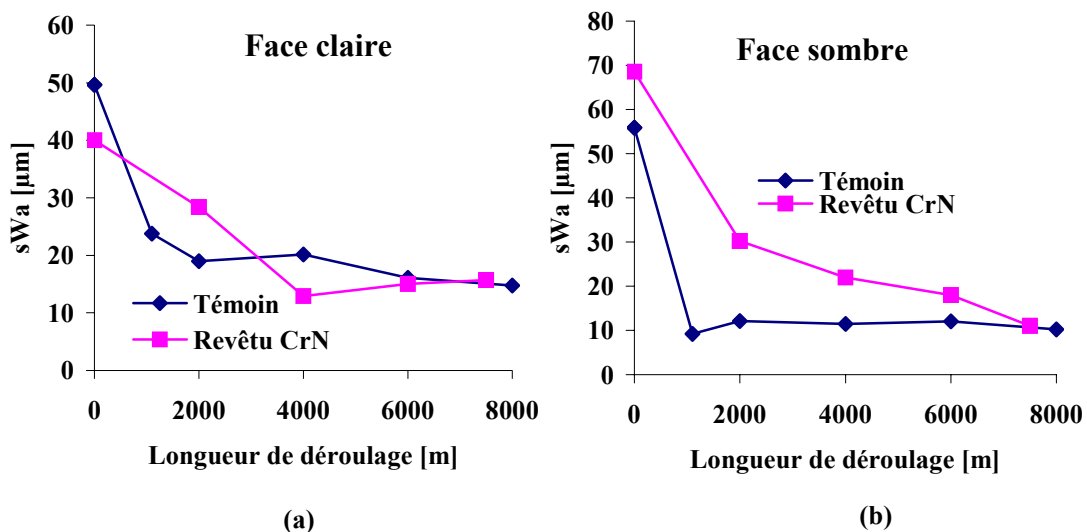


Figure III.54 : Amplitude d'ondulation des placages : (a) face claire, (b) face sombre

B- Rugosité de surface des placages sRa

La figure.III.55 représente les courbes d'évolution de sRa produites par les lames de référence et revêtues analysées sur leurs faces claires et sombres.

Les placages prélevés en début d'usinage avec l'outil de référence présentent une rugosité de surface plus importante que celle mesurée sur les placages produits par l'outil revêtu et ceci quelle que soit la face analysée. Après rodage du couteau témoin, la tendance est à l'augmentation de la rugosité de surface des placages.

En ce qui concerne les valeurs enregistrées pour l'outil revêtu, elles sont toutes inférieures aux valeurs enregistrées pour l'outil de référence. Les valeurs sont stables et comprises entre $7,4 \mu\text{m}$ (valeur la plus faible pour les placages sombres) et $9 \mu\text{m}$ (valeur la plus importante pour les placages clairs). Le revêtement facilite ainsi la glisse du copeau sur le dos de l'outil.

Selon les valeurs de sRa en début de procédé ($13,4 \mu\text{m}$) et en fin de procédé ($15 \mu\text{m}$) nous pensons que la face claire des placages est celle qui est en contact avec la face de dépouille du couteau (face non revêtue). De plus, la valeur de sRa en fin de déroulage dans le cas des placages sombres ne dépasse pas $11 \mu\text{m}$, ce qui conforte nos suppositions. En fin de déroulage, si l'on compare les valeurs de sRa enregistrées, ($7 \mu\text{m}$ pour la face sombre et $7,61 \mu\text{m}$ pour la face claire), nous pensons encore une fois que la face claire est celle qui frotte contre les billons et est donc en contact avec la face de dépouille tandis que la face sombre est celle qui est en contact avec le revêtement.

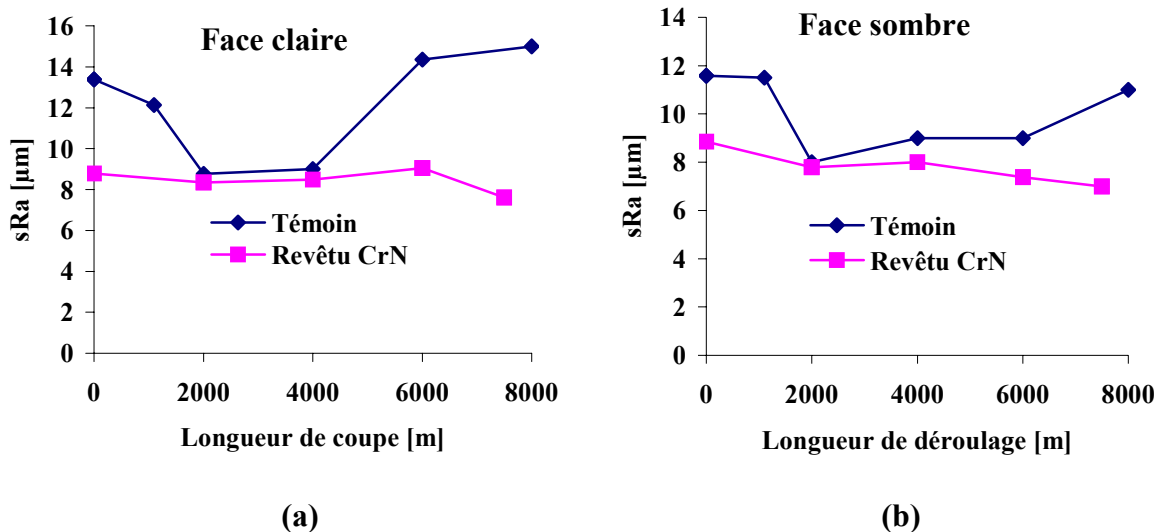


Figure.III.55 : Amplitude de rugosité de surface : (a) face claire, (b) face sombre

III.3.7.3. Fraisage de douglas

De même, des affûtages ont été réalisés sur les copeaux de fraisage. Pour réaliser cette opération, nous avons employé une affûteuse industrielle (figure.III.56). Les conditions d'affûtage étaient les mêmes que celles de l'entreprise. L'opération s'est déroulée à sec avec une meule cylindrique boisseau. Ce genre de meule confère aux outils un état de surface acceptable et évite leur échauffement lors de l'opération d'affûtage. L'enlèvement de matière a été réalisé sur la face biseautée des copeaux.



Figure.III.56 : Affûteuse industrielle utilisée

Pour cette partie de l'étude, positionner un copeau de chaque traitement ne nous a pas été possible, à cause d'une réception différée des copeaux traités ou revêtus. Nous avons donc jugé plus prudent de comparer les copeaux modifiés avec les copeaux témoins qui ont été employés en même temps et ceci afin de s'affranchir de l'influence des bois.

Sur la figure.III.57 sont reportés les reculs d'arête des copeaux de fraisage revêtus de couches de CrN et leurs comparaisons avec ceux obtenus pour les copeaux témoins.

Après réaffûtage, le revêtement semble ne plus protéger l'arête de coupe vis-à-vis de son recul. En effet, les valeurs relevées pour les outils revêtus sont plus élevées que celles relevées pour les outils de référence (46 μm plus importantes).

Ce comportement peut être attribué au mode de réaffûtage. En effet, comme en déroulage, le réaffûtage est effectué sur la face biseautée des copeaux. Sauf qu'en fraisage de bois vert, la face biseautée est la face d'attaque alors qu'en déroulage c'est l'inverse (figure.III.58). Afin de préserver les cotes (cote d'épaisseur) des copeaux de fraisage, le réaffûtage doit être effectué sur la face biseautée. Nous supposons donc que si le revêtement était enlevé sur la face de dépouille (face plane), le comportement des outils aurait pu être différent. Ceci étant, usiner deux semaines et deux jours avec ces outils n'a pas affecté la qualité des plaquettes en bois produites.

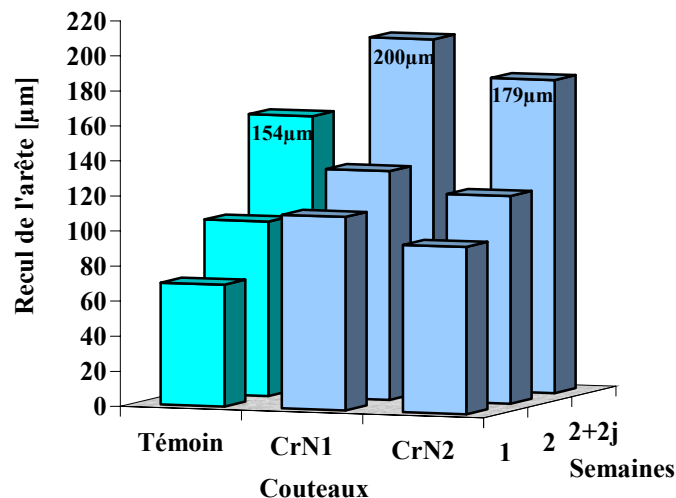


Figure.III.57 : Comportement des outils revêtus CrN et de référence après affûtage

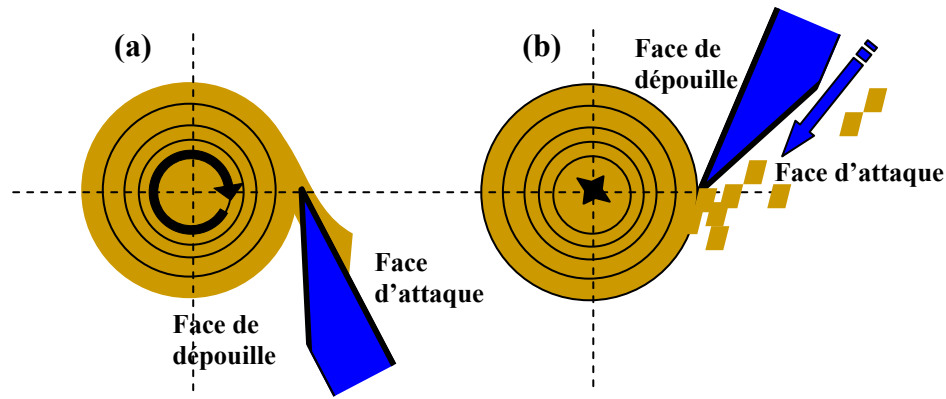


Figure.III.58 : méthodes de réaffûtage pratiquées : (a) cas du déroulage, (b) cas du fraisage

La figure.III.59 résume les relevés des reculs d'arête des outils nitrurés et des outils de référence.

Les mêmes constatations sont faites à savoir que les outils de référence possèdent une valeur de recul d'arête plus faible que les outils nitrurés. Néanmoins, les écarts sont beaucoup moins importants que ceux obtenus pour les outils revêtus de CrN ($18\ \mu\text{m}$ pour la plus importante). Par ailleurs, avec ces outils nous avons pu usiner trois semaines, soit une semaine de plus qu'avec des outils conventionnels. Ce comportement quelque peu meilleur par rapport aux outils revêtus CrN peut être expliqué par le fait que ces outils sont durcis superficiellement.

On peut donc supposé que la couche de diffusion du traitement de nitruration (une centaine de μm) n'a pas été entièrement enlevée lors de l'opération d'affûtage. Le résidu de cette couche dure aurait donc permis d'usiner plus longtemps qu'un jeu de couteaux de référence.

En ce qui concerne les outils revêtus de DLC (figure.III.60), ils ne montrent pas d'amélioration notable de la résistance à l'usure après 3 semaines de production. Les valeurs des reculs d'arête sont similaires à celles obtenues pour les outils de référence.

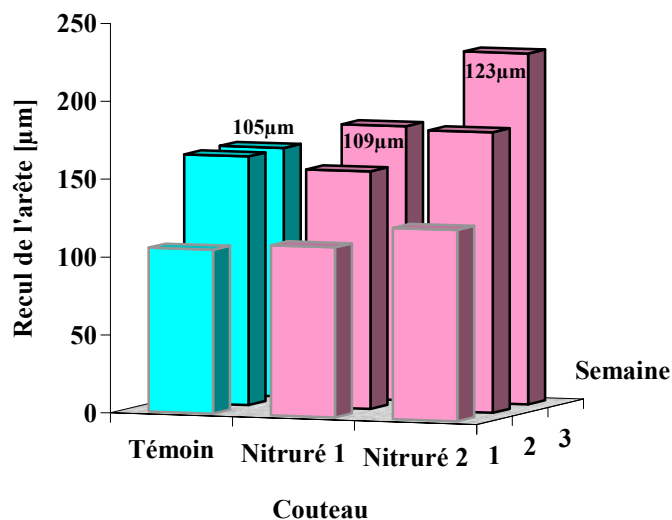


Figure.III.59 : Comportement des outils nitrurés et de référence après affûtage

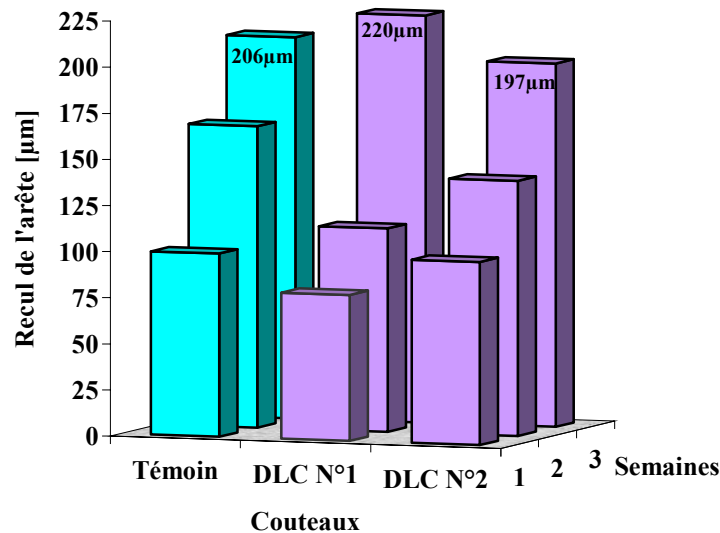


Figure.III.60 : Comportement des outils revêtus DLC et de référence après affûtage

III.3.8. Conclusions

Une étude comparative entre des couteaux revêtus de TiN obtenus industriellement et de CrN en laboratoire a été menée en microdéroutage de hêtre [6,134]. Il en a résulté que l'application de CrN permet une meilleure résistance au recul d'arête qu'il s'agisse de couteaux en acier allié '60SMD8' ou en acier rapide 'Z90WDCV2'. Nous avons ainsi décidé de réaliser une étude similaire mais cette fois en employant des couches de TiN obtenues dans différentes conditions puis de comparer celle jugée optimale à CrN en microdéroutage de hêtre. Encore une fois, CrN a montré un comportement meilleur que TiN en usinage de bois vert.

Au vu des bonnes performances qu'ont montrés les couteaux revêtus de CrN, nous avons décidé de pousser les investigations en réalisant des usinages en industrie, dans le cadre d'un projet européen CRAFT. Différents traitements ont d'abord été testés en laboratoire (microdéroutage et déroulage industriel) afin de déterminer ceux aptes à améliorer la résistance à l'usure de façon significative avant de les appliquer sur des outils industriels en déroulage et fraisage.

Les tests de déroulage et de fraisage de bois vert ont montré que les modifications de surface des outils réalisées sur leurs deux faces (faces d'attaque et de dépouille) améliorent la tenue en service. Dans le cas du déroulage réalisé en laboratoire, la vitesse d'usure des arêtes a été diminuée et la qualité des placages améliorée. En fraisage, nitrurer ou revêtir de CrN les couteaux a permis de diminuer le recul de l'arête des outils et d'augmenter leur résistance contre les ébréchures.

Par ailleurs, l'intérêt que peut fournir l'application des modifications des surfaces à l'industrie du bois est de pouvoir réaffûter les outils de nombreuses fois pour prolonger leur durée de vie. Pour cela, nous avons réalisé les mêmes usinages avec des couteaux réaffûtés. En déroulage industriel réalisé en laboratoire, les couteaux revêtus de CrN ont un comportement similaire aux couteaux conventionnels. Le même constat a été fait pour les couteaux de fraisage, à l'exception de ceux nitrurés, qui ont permis d'usiner une

semaine de plus que les couteaux conventionnels. Cette augmentation des performances a été attribuée au résidu de la couche de diffusion qui subsisterait après affûtage.

En ce qui concerne le déroulage industriel, l'amélioration des performances grâce à CrN a été retenue. L'analyse de la surface des placages produits révèle que l'application du revêtement sur la face d'attaque des couteaux diminue l'ondulation des placages et leur rugosité et ceci quelles que soient les surfaces analysées (surface en contact avec la face de dépouille (billon) ou la face d'attaque). Il faut tout de même signaler que les facteurs enregistrés ne concernent qu'un seul test, et pour se prononcer sur des résultats fiables, multiplier les essais s'avère nécessaire.

Par ailleurs, nous avons montré que modifier la géométrie de l'arête de coupe des couteaux par création d'un microbiseau est efficace dans le cas du déroulage industriel réalisé en laboratoire. Cette modification a davantage amélioré la résistance aux ébréchures que la résistance à l'usure des outils. De plus, elle est indépendante des modifications de surfaces.

Les dépôts durs de CrN ne montrent pas de valeurs de dureté et d'adhérence exceptionnelles. Néanmoins, ils ont démontré de bonnes performances en usinage du bois et ce, même sous des conditions réelles d'utilisation. Nous avons donc pensé, suite à nos recherches bibliographiques, qu'il serait judicieux de poursuivre nos investigations par le développement de nouveaux systèmes ternaires tels que CrAlN et ZrBN. De plus, il s'agira dans le reste de cette étude, d'explorer l'effet de la modification de l'arrondi de l'arête des couteaux sur le comportement en usinage du bois.

CHAPITRE IV.
APPLICATION DE REVETEMENTS
TERNAIRES (CrAlN, ZrBN)
A L'USINAGE DU BOIS

CHAPITRE IV. APPLICATION DE REVETEMENTS TERNAIRES (CrAlN, ZrBN) A L'USINAGE DU BOIS

Introduction

Les nitrures des métaux de transition tels que TiN ont été largement utilisés comme revêtement durs pour la protection des outils de coupe afin d'améliorer leur tenue en service [142,143]. Cependant, l'inconvénient principal de TiN est sa faible résistance à l'oxydation à haute température (≈ 500 °C). Par l'addition d'éléments tel que l'aluminium [144,145], son oxydation à haute température a été améliorée. Pour cette raison, TiAlN a été développé comme alternative à TiN. TiAlN présente une haute résistance à l'oxydation (≈ 750 °C) et une haute dureté (≈ 30 GPa) [146].

Tout comme TiN, CrN a été également utilisé comme revêtement dur pour la protection d'outils de coupe [147,148]. Parmi les nombreux avantages qu'offre CrN on note : de faibles contraintes internes permettant d'élaborer, sur une gamme très étendue de substrats, des films pouvant atteindre $40 \mu\text{m}$ d'épaisseur [149]. De plus CrN 'optimisé' possède non seulement un faible coefficient de frottement, une haute résistance à la corrosion et à l'usure mais également une haute ténacité [150].

Par ailleurs, il a également été montré que CrN possède une faible résistance à l'oxydation surtout lorsque la température d'emploi avoisine 650 °C. Ainsi, et dans le même esprit que TiAlN, l'amélioration des performances de CrN par l'ajout de Al, V, Nb,..... a été explorée [32,72]. Il en découle que parmi ces revêtements, CrAlN est le revêtement le plus prometteur. Comparé à CrN, CrAlN montre une plus haute dureté allant selon les études de 30 [151] à 40 GPa [152], un faible coefficient de frottement et une haute stabilité thermique à 800 [153] et 900 °C [154], mais également une haute résistance à l'usure [155] (6 fois plus faible que CrN lors de test d'usure réalisé au pion-disque).

Pour toutes ces raisons, CrAlN a retenu toute notre attention et nous avons donc décidé de nous intéresser à la synthèse et la caractérisation de ce revêtement par pulvérisation magnétron R.F.

Dans l'optique de réaliser des revêtements nouveaux, nous avons également étudié des films de ZrBN. L'intérêt que nous avons porté à ces films trouve son origine dans les bonnes caractéristiques que possède la phase cubique du nitrure de bore 'c-BN'. En effet, le c-BN présente d'exceptionnelles propriétés intrinsèques telles qu'une haute dureté, une bonne stabilité et conductivité thermique ainsi qu'une bonne résistivité électrique.

Cependant, ses applications en films minces sont limitées par sa faible adhérence sur la majorité des substrats. En effet, de nombreuses études ont révélé qu'au-delà de 200 nm d'épaisseur, le film se délamine automatiquement de son substrat [76-78]. Des travaux ont été menés afin d'améliorer son adhérence par le chauffage du substrat [78,79] ou par l'introduction de sous-couches entre le substrat et le film [80,81]. Or, les améliorations

atteintes en moyennant ces techniques restent insuffisantes pour des applications industrielles.

Récemment, il est apparu que pour dépasser ce verrou technologique qu'est la mauvaise adhérence du c-BN, il serait intéressant de travailler avec des systèmes Me-BN (Me=métal). En effet, l'introduction d'un troisième élément chimique tel que Zr (zirconium) pourrait conduire à diminuer les contraintes internes des films synthétisés, améliorant ainsi leur adhérence.

Enfin, nous avons voulu vérifier l'effet du traitement mécanique de sablage de l'arête de coupe des outils sur la résistance à l'abrasion et aux ébréchures de celle-ci. Pour réaliser cette étude, nous avons traité par sablage, pendant différentes durées, des couteaux de microdéroutage et nous les avons testés en usinage de hêtre. Des mesures de recul des arêtes des outils et des efforts de coupe ont été faites. Pour clore cette étude et afin d'observer les conséquences qu'induit ce genre de traitement sur l'adhérence des films, des essais de microdéroutage de hêtre ont été réalisés avec des couteaux préalablement sablés puis revêtus de CrAlN.

IV.1. DEPOTS DE FILMS DE CrAlN PAR PULVERISATION MAGNETRON

IV.1.1. Dépôts de films de CrAlN par pulvérisation magnétron

Introduction

Il est bien connu que les propriétés des revêtements obtenus par des méthodes de dépôts PVD dépendent fortement des paramètres du procédé employé. Les revêtements CrAlN ne font pas exception à cette règle. En effet, les propriétés de ce revêtement dépendent de la concentration molaire en Al [156,157], de la polarisation des substrats, de la proportion d'azote dans le mélange gazeux [151], etc...

Dans le cadre de ce travail de thèse, nous avons tout d'abord réalisé une recherche exploratoire qui a consisté à étudier l'effet de l'introduction de l'azote dans la décharge plasma. Par la suite, nous avons fait varier plusieurs conditions de dépôts pour en constater l'influence. Ces conditions sont : le temps de pré-pulvérisation de la cible, la proportion d'azote dans la décharge plasma, la pression totale de travail, la puissance appliquée au générateur R.F et le temps de dépôt.

Nous avons réalisé des caractérisations physico-chimiques et mécaniques dans le but d'optimiser les revêtements. Pour clore l'étude, nous avons effectué des tests de fraisage de MDF. Cette première campagne de dépôts, après modification du bâti de pulvérisation magnétron, nous a également permis de valider les changements survenus (§ II.1.1.1.2).

IV.1.1.1. Étude exploratoire

Pour réaliser cette partie de l'étude, nous avons fait deux séries de dépôts dont les conditions sont résumées sur le tableau.IV.1.1.

Échantillon/ série	Pression de travail (μ bar)	Pression partielle d'azote (%)	Tension d'auto-polarisation (-V)	Temps de dépôt (mn)	Temps de pré- pulvérisation (mn)
(a), série 1	4	0	500	60	0
(b), série 2		25			5

Tableau.IV.1.1 : Conditions de dépôts pour l'étude exploratoire

IV.1.1.1.1. Analyses chimiques par EDS

Les spectres EDS obtenus après analyses des échantillons sont montrés sur la figure.IV.1.1. Le spectre EDS de l'échantillon a (série 1) (figure.IV.1.1.a) montre clairement la présence des éléments, C, Cr et Al. En effet, on observe la raie K_{α} du carbone à 0,277 keV, les raies $K_{\alpha 1,2}$ de l'aluminium à 1,486 keV et les raies $L_{\alpha 1,2}$ du chrome à 0,572 keV. La raie K_{α} de l'oxygène à 0,524 keV est « voilée » par celle du chrome.

Dès l'introduction de l'azote dans la chambre de dépôt (figure.IV.1.1.b) la raie K_{α} de l'azote à 0,3924 keV est visible. La position des raies $K_{\alpha_{1,2}}$ du silicium 'Si' se situant à 1,7398 keV, elle n'est discernable que pour la série 2, probablement à cause de l'épaisseur plus faible du film analysé.

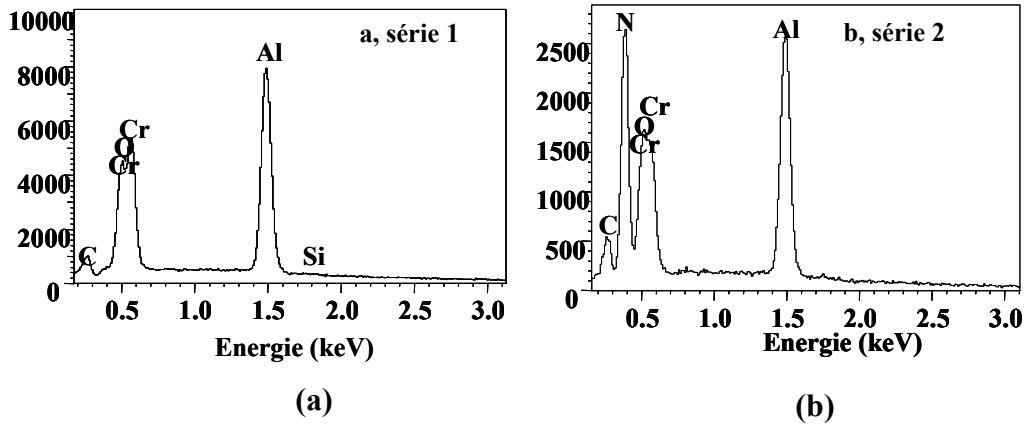


Figure.IV.1.1 : Spectres EDS : (a) échantillon a, série 1, (b) échantillons b, série 2

Les quantités des éléments présents dans les couches (atome %) sont résumées dans le tableau.IV.1.2.

Échantillons	Cr (at%)	Al (at%)	N (at%)	O (at%)	C (at%)	Si (at%)
(a)	55,76	43,34	/	0,90	/	/
(b)	30,82	29,25	36,62	2,96	/	0,34

Tableau.IV.1.2 : Analyses quantitatives réalisées par EDS sur les échantillons a et b

On observe que pour l'échantillon de la série 1 obtenu par la simple pulvérisation de la cible de CrAl sous flux d'argon, la présence attendue de Cr et d'Al. On note tout de même la présence d'oxygène dans la couche (1% atomique). Bien que la raie du carbone soit clairement visible sur le spectre, sa quantification n'a pas été possible (limite de détection de l'appareillage).

Après introduction de l'azote, nous observons la diminution des taux de Cr et Al en faveur du taux d'azote. Avec l'introduction de l'azote, nous notons également une augmentation du taux d'oxygène. Nous avons suspecté que cet oxygène pouvait provenir du système d'introduction de l'azote (ligne de gaz, débitmètres, vannes d'arrêt...) qui mènent à l'enceinte de dépôt mais une détection systématique de fuites (§II.1.2.2) ne nous a pas permis de confirmer cette hypothèse.

IV.1.1.1.2. Morphologie des couches

L'observation des morphologies des couches a été réalisée au MEB sur des échantillons de Si revêtus puis clivés grâce à une pointe diamant. La figure.IV.1.3 montre les structures obtenues. Pour les échantillons de la première série, la pulvérisation de la cible a donné lieu à une couche dense sans structure particulière. Les analyses EDS ont montré que cette couche est principalement constituée des éléments de la cible en l'occurrence le chrome et l'aluminium. L'introduction de l'azote dans la décharge plasma change radicalement la structure des films. En effet, on observe un film moins dense avec une structure colonnaire. Cet effet, a déjà été observé pour des revêtements de CrAlN déposés

par différentes méthodes PVD [151,155] mais semble tout de même en désaccord avec les résultats de Sanchette *et al.* [158]. En effet, ils ont constaté que les couches s'amorphisent après l'introduction d'azote dans l'enceinte de dépôt.

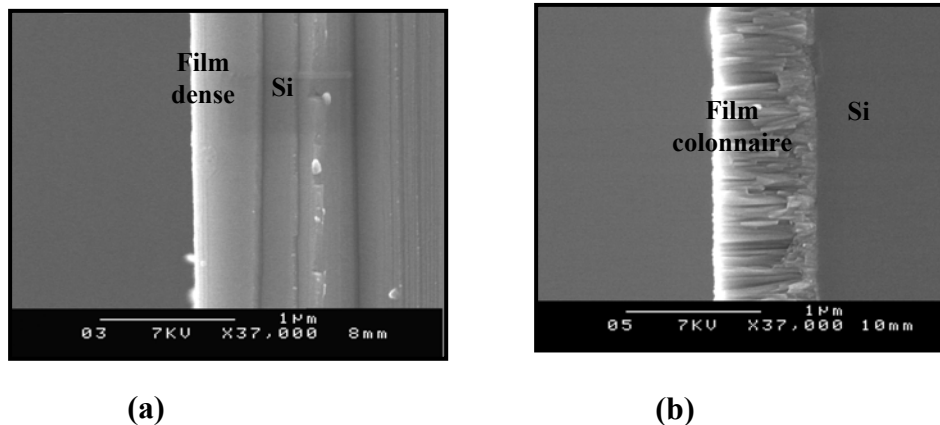


Figure.IV.1.3 : Morphologie des couches : (a) échantillon a, (b) échantillon b

IV.1.1.1.3. Analyses structurales 'DRX'

Les analyses DRX ont été réalisées sur des substrats en acier allié '90CMV8' en configuration Bragg-Brentano (θ - 2θ).

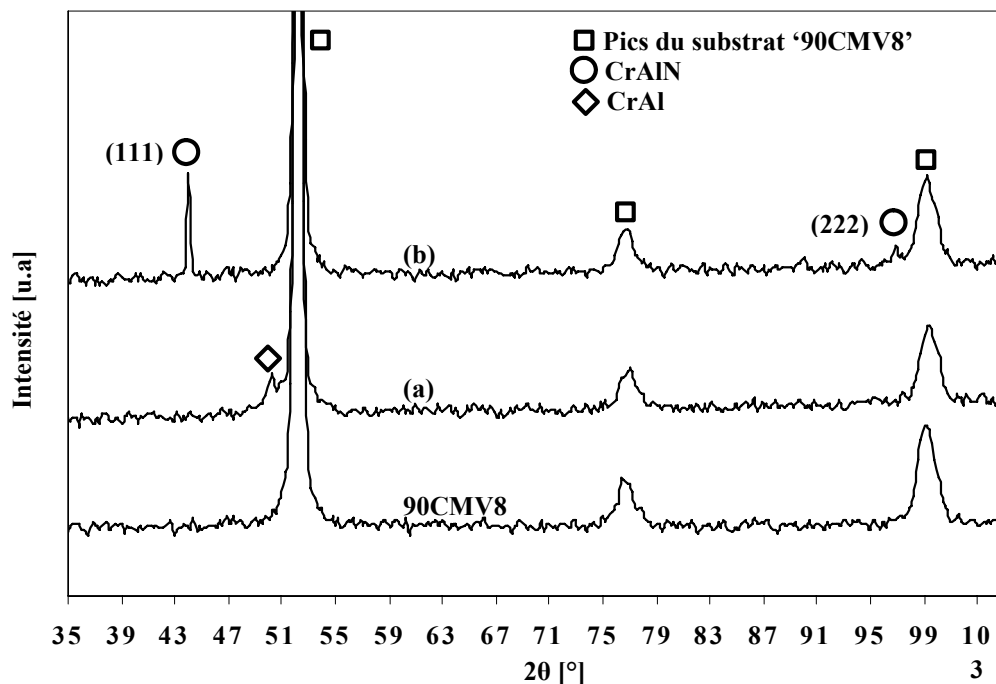


Figure.IV.1.4 : Diffractogrammes des échantillons a, b et de l'acier nu

La figure.IV.1.4 présente les diffractogrammes obtenus après analyses de l'acier non revêtu et des échantillons des séries 1 et 2. L'échantillon de la série 1 présente un pic unique vers 49° . L'identification du composé formé effectuée à l'aide des fichiers JCPDS révèle un mélange de Cr et Al. Le nombre élevé de fiches JCPDS correspondant au mélange Cr-Al ne permet pas de se prononcer avec certitude sur le composé formé ni sur l'orientation préférentielle des cristallites.

Lors d'une étude menée par Sanchette *et al.* [158] sur la pulvérisation magnétron de cibles composées de CrAl sous flux d'argon à différentes teneurs, il a été démontré que le composé obtenu à partir de 40 % de Cr dans la couche est la phase β du chrome (pic vers 50° sur le spectre de diffraction obtenu). Même si les analyses montrent que nous avons 55% de Cr dans nos films, il ne nous ait pas possible au vue du diffractogramme obtenu, d'affirmer que le pic que nous observons à 49° soit caractéristique de la phase β du chrome.

Dès que l'on incorpore de l'azote dans notre couche (échantillon b), nous observons l'apparition d'un pic majeur de cristallisation vers 44° d'orientation (111) et d'un autre de plus faible intensité vers 97° d'orientation (222).

L'identification des phases présentes dans le film a été problématique de par l'absence de données relatives au composé CrAlN, mais également l'existence de plusieurs fiches JCPDS pour un même composé susceptible d'être présent dans nos couches, les combinaisons possibles et multiples entre les éléments qui peuvent constituer les couches ainsi que la présence d'oxygène (formation potentielle d'oxydes ou oxynitrides). De plus, les études menées sur les films du système Cr-Al-N [142-158] ne sont pas formelles quant à la nature du composé formé.

Même si l'on essaie de simplifier l'identification et que l'on ne raisonne que par rapport aux deux composés CrN et AlN, l'identification des phases n'en deviendrait pas plus simple. En effet, la présence possible de CrN cubique vers $43,8^\circ$ et/ou AlN cubique vers $44,171^\circ$ d'orientation (111) est possible et le pic apparent vers 97° pourrait aussi être dû à la présence de cristaux de CrN cubique $96,709^\circ$ et/ou AlN $97,580^\circ$ d'orientation (222).

Ainsi, des analyses complémentaires sont indispensables pour statuer sur le composé formé. Il est tout de même à signaler que l'oxygène détecté en EDS ne forme pas de composés du type Cr_2O_3 ou Al_2O_3 .

IV.1.1.1.4. Conclusion

De cette étude exploratoire qui a porté sur la pulvérisation de la cible frittée CrAl sous flux d'argon, puis l'introduction d'une fraction volumique d'azote, il en découle que les propriétés des films de CrAlN dépendent fortement des conditions d'élaboration. Après l'introduction d'azote dans la décharge plasma, nous avons observé un changement tant dans la morphologie des films que dans leur composition. La deuxième étape de notre travail porte donc sur une étude des propriétés des films de CrAlN en fonction des paramètres expérimentaux.

IV.1.2. Propriétés des films de CrAlN en fonction des paramètres de dépôts

Pour réaliser cette deuxième partie de l'étude, nous avons élaboré des couches de CrAlN en faisant varier les conditions de dépôts afin d'une part de vérifier leur influence sur les propriétés physico-chimiques et mécaniques des couches et d'autre part afin d'optimiser les revêtements à appliquer sur les outils d'usinage du bois. Notre objectif n'est pas d'étudier toutes les phases susceptibles d'être synthétisées, travail qui nécessiterait une thèse à part entière, mais seulement de montrer la faisabilité de CrAlN ainsi que son apport à l'usinage du bois.

Le tableau.IV.1.3 résume les principaux dépôts réalisés ainsi que leurs conditions d'élaboration.

Échantillons	Pt (μbar)	% N ₂	T (min)	Pu (W)	- Tap (V)	Tpp (min)
1	4	0	60	200	500	5
2	4	25	60	180	500	5
3	4	50	60	250	500	5
4	4	75	60	180	500	5
5	4	100	60	150	500	5
6	4	25	60	100	300	5
7	4	25	60	280	700	5
8	4	25	60	400	900	5
9	4	25	120	180	500	5
10	4	25	180	180	500	5
11	4	25	240	180	500	5
12	2	25	90	350	900	5
13	8	25	90	400	900	5
14	12	25	90	390	900	5
15	4	25	90	400	900	30
16	4	25	90	400	900	60
17	4	10	90	270	700	5
18	4	10	90	390	900	5
19	4	17,5	90	270	700	5
20	4	17,5	90	400	900	5
21	4	35	90	280	700	5
22	4	35	90	400	900	5

Tableau.IV.1.3 : Paramètres de dépôt des couches de CrAlN

	Variation de la proportion d'azote dans la décharge plasma
	Variation de la tension d'auto-polarisation de la cible
	Variation du temps de dépôt des couches
	Variation de la pression de travail
	Variation du temps de pré-pulvérisation
	Combinaison entre les proportions d'azote dans la décharge plasma et la tension appliquée à la cible

Où :

- Pt : pression de travail dans l'enceinte de dépôts
- %N₂ : proportion d'azote dans la décharge plasma
- T : temps de dépôt
- Pu : puissance appliquée au générateur R.F
- Tap : tension d'auto-polarisation de la cible CrAl
- Tpp: temps de pré-pulvérisation de la cible CrAl

IV.1.2.1. Variation du temps de pré-pulvérisation de la cible

La pré-pulvérisation de la cible avant dépôt est un paramètre technologique important, son contrôle permet d'assurer la reproductibilité des couches. Le but de son étude est de minimiser sa durée afin de réduire le temps de dépôt. Pour cela, nous avons réalisé des dépôts avec trois temps de pré-pulvérisation : 5, 30 et 60 mn en gardant les autres

paramètres constants : une pression de travail de 4 μ bar, une proportion d'azote dans le plasma de 25 %, une tension de cible de -900 V et un temps de dépôt de 90 min.

La figure.IV.1.5 représente les diffractogrammes des couches obtenues en faisant varier le temps de pré-pulvérisation de la cible. Il en ressort que prolonger la durée de pré-pulvérisation n'influe que très peu sur la structure finale des couches. Les films produits semblent avoir la même structure cristalline. Nous avons donc pré-pulvérisé la cible pendant 5 min pour le reste des expérimentations.

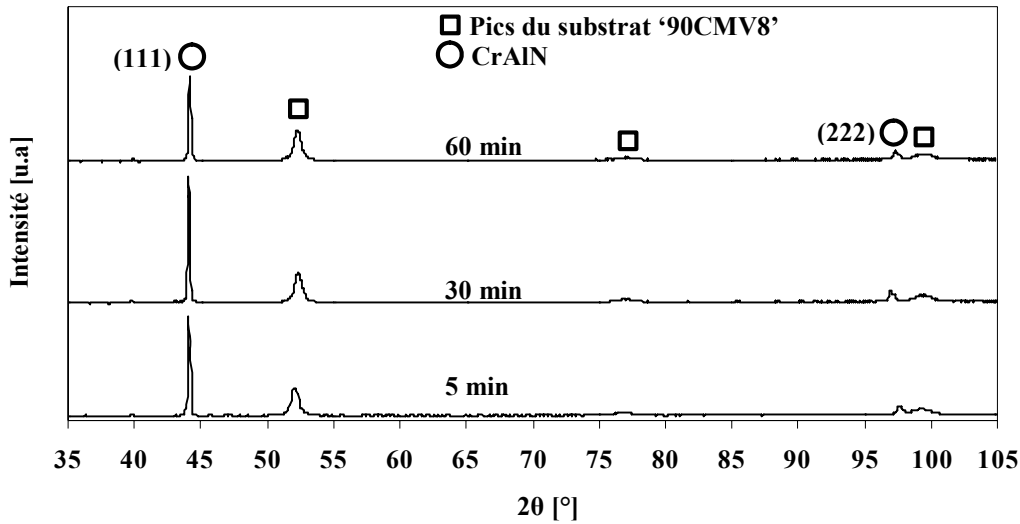


Figure.IV.1.5 : Diffractogrammes de couches de CrAlN en fonction du temps de pré-pulvérisation de la cible de CrAl

IV.1.2.2. Variation des proportions d'azote dans le plasma

Pour réaliser cette campagne de dépôts, nous avons fixé la pression de travail à 4 μ bar, la tension de cible à -500 V, le temps de dépôt à 60 min et nous avons fait varier les proportions d'azote dans le plasma.

Les analyses quantitatives effectuées par EDS sont portées sur la figure.IV.1.6. Il apparaît que dès l'introduction d'azote dans la décharge plasma, les teneurs en Cr et Al des couches diminuent. Au-delà de 25 % de N₂, les profils de concentration des éléments N, Cr et Al semblent se stabiliser autour de 30 %. Augmenter la proportion de N₂ ne conduit pas à enrichir en azote les couches produites. Cependant, cette augmentation diminue la vitesse de pulvérisation de la cible et de là même, la vitesse de dépôt. Ce constat vient de l'observation de la réponse du substrat (Si) qui ne cesse d'augmenter au fur et à mesure que l'on augmente la proportion d'azote initiale. Cette augmentation semble affecter également la teneur en oxygène des films. En effet, plus on augmente la proportion d'azote dans l'enceinte de dépôt et plus la teneur en O₂ augmente dans les couches. Là encore nous avons effectué des détections systématiques de fuites sur tout le système d'introduction d'azote mais nous n'avons pas pu les localiser. Cette contamination pourrait être expliquée également par le fait que la diminution de la fraction volumique d'argon dans la décharge plasma conduit à amoindrir l'effet de repulvérisation de l'oxygène qui se serait déposé à la surface des films diminuant par là même leur vitesse de dépôt. Sachant que nous travaillons à des pressions relativement élevées (4 à 12 μ bar), il se dépose des dizaines voir des centaines de monocouches d'oxygène par seconde à la surface de nos films. Si le taux de

repulvérisation par l'argon ainsi que le nombre de monocouches de matériau déposé par seconde n'est pas assez important, la contamination en oxygène est susceptible d'augmenter.

En ce qui concerne la localisation de cet oxygène, les résultats que donnent les analyses EDS sont calculés à partir du signal obtenu sur toute la poire d'interaction (profondeur de l'ordre de 1 μm). La question est de savoir si le fort taux d'oxygène que l'on obtient n'est pas dû à une oxydation de surface des films ou bien provient de la couche elle-même. En effet, les films montrant la contamination la plus importante en oxygène sont les plus minces. Des analyses par XPS sont nécessaires pour répondre à cette question.

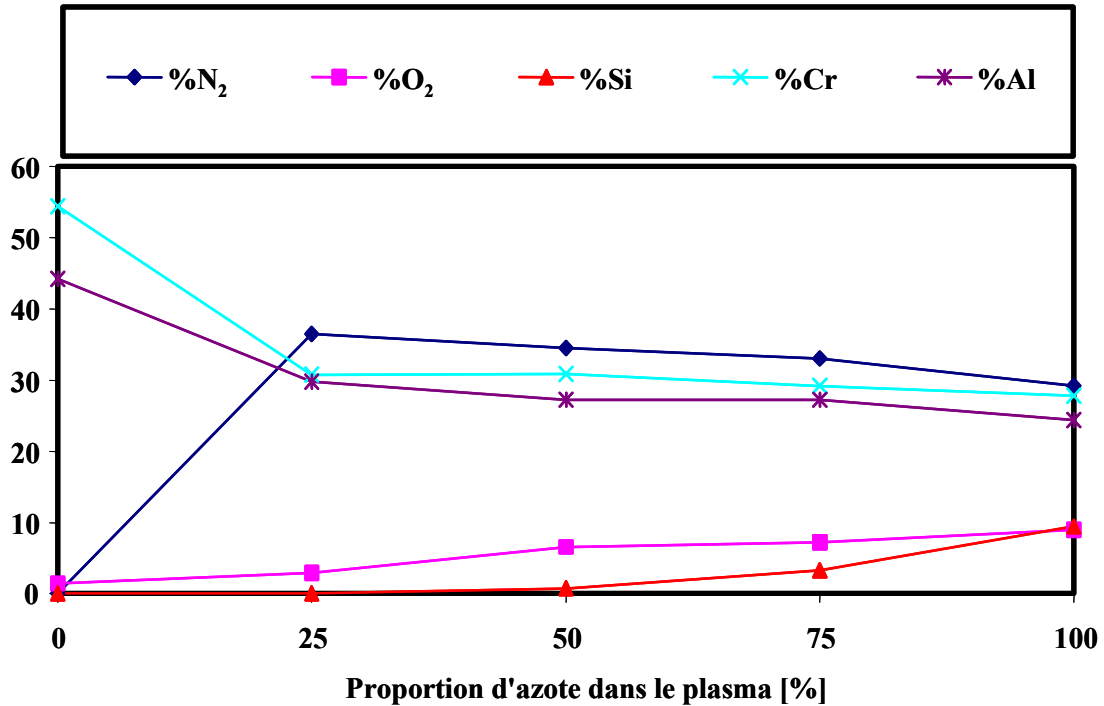


Figure.IV.1.6 : Composition du revêtement de CrAlN en fonction du taux d'azote dans le plasma

Les diffractogrammes issus des analyses DRX réalisées sur les échantillons élaborés avec variations des proportions d'azote dans le plasma sont résumés sur la figure.IV.1.7. On remarque que les pics de CrAlN (111) vers 44° et (222) vers 97° tendent progressivement à disparaître au fur et à mesure que l'on augmente le taux d'azote dans le plasma. À 50%, on note la diminution de l'amplitude du pic (111) et la disparition du pic (222). À 75%, le pic (111) est difficilement décelable et disparaît entièrement à 100% d'azote.

L'observation de la morphologie de la couche élaborée à 100% d'azote confirme le caractère non cristallisé de celle-ci (figure.IV.1.8). À partir de cette micrographie on confirme également la faible épaisseur de cette couche. Les couches élaborées à partir de 50% d'azote dans le plasma tendent à être amorphes. Cette tendance à l'amorphisation avec l'augmentation du taux d'azote a déjà été observée lors d'une étude portant sur l'effet de l'azote sur la cristallisation de couches de CrAlN déposées à partir de cibles composites [158].

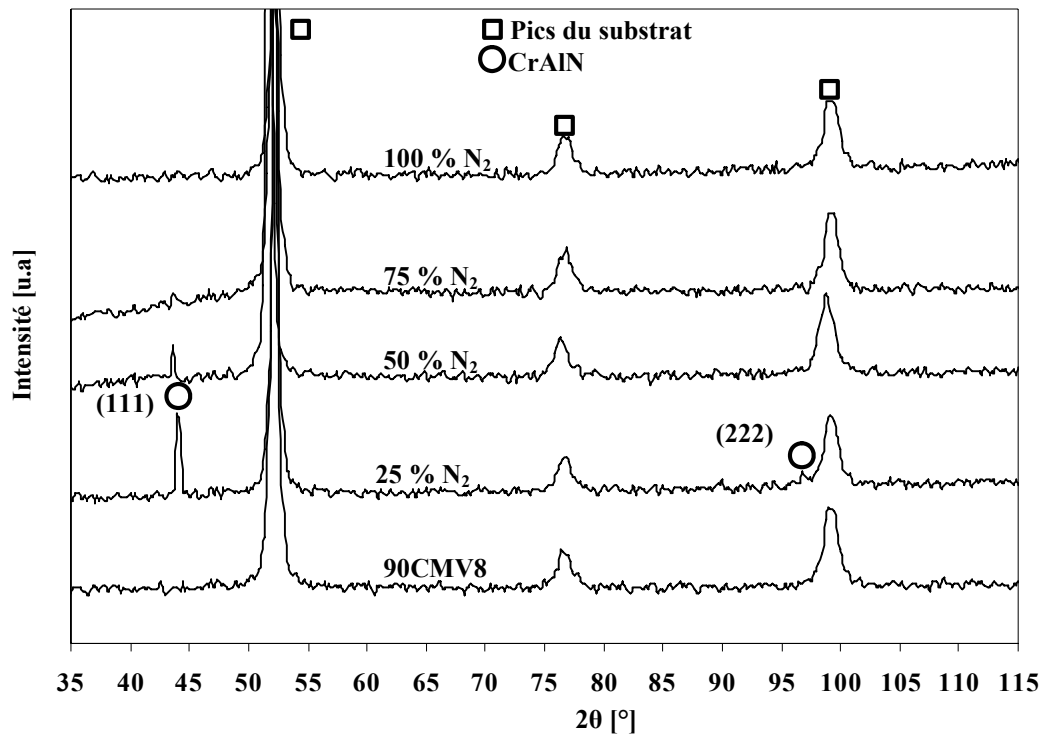


Figure.IV.1.7 : Diffractogrammes de couches de CrAlN en fonction du taux d'azote dans le plasma

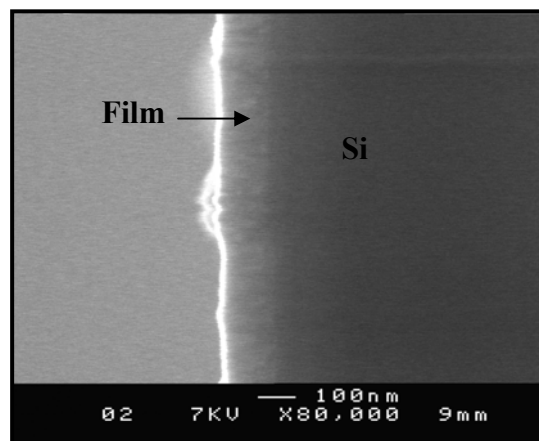


Figure.IV.1.8 : Morphologie de la couche élaborée à 100% d'azote dans le plasma

IV.1.2.3. Variation de la pression de travail

Pour cette partie de l'étude, nous avons fixé la proportion d'azote dans le plasma à 25%, la tension de cible à -900 V et le temps de dépôt à 90 mn et nous avons élaboré des dépôts sous 2, 4, 8 et 12 μ bar de pression de travail.

Sur les diffractogrammes de la figure.IV.1.9, seule l'intensité des pics à 44 et 97° varie. Il apparaît clairement que la pression de travail permettant d'obtenir des couches bien cristallisées est de 4 μ bar. Il est bien connu que lors de la croissance de films sous bombardement ionique, il existe une valeur optimale de la pression de travail. Au-dessus de cette valeur, le nombre de collisions entre espèces augmente ce qui diminue l'énergie de ces dernières et par conséquent l'effet du bombardement ionique. En-dessous, c'est le nombre d'espèces qui diminue ce qui a aussi pour conséquence de diminuer l'effet du

bombardement ionique. Dans les deux cas de figure, on note non seulement une diminution de l'intensité des pics mais aussi leur élargissement, ce qui est significatif d'une moins bonne cristallinité.

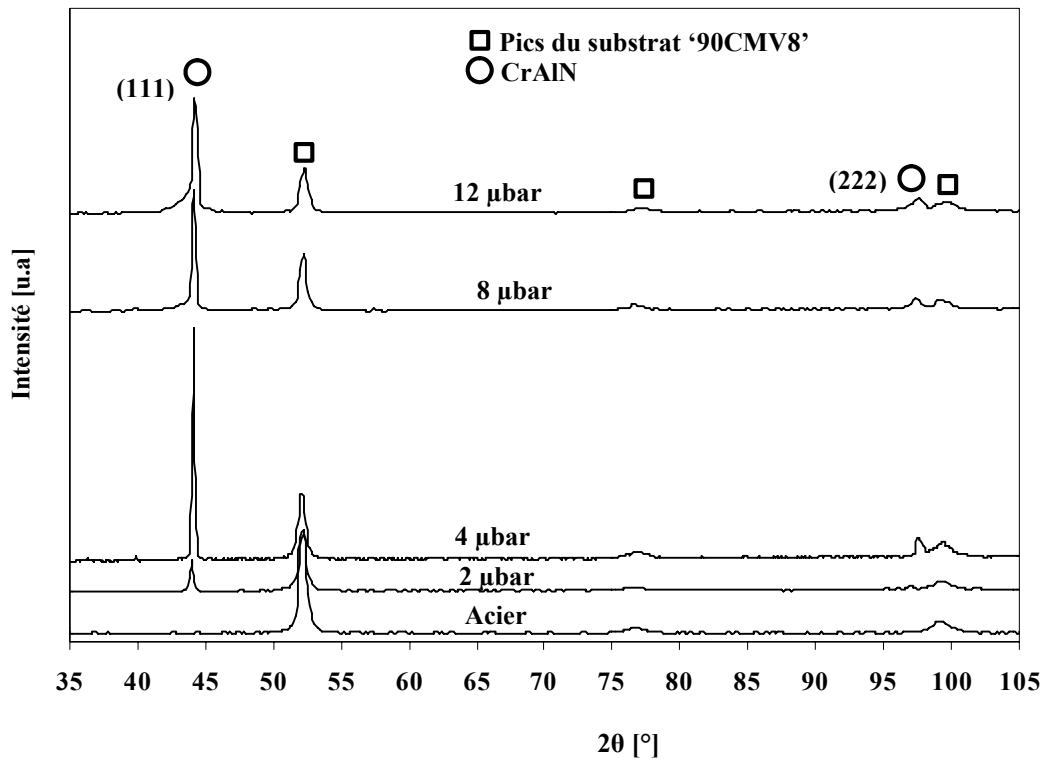


Figure IV.1.9 : Diffractogrammes de couches de CrAlN en fonction de la pression de travail

IV.1.2.4. Variation de la tension d'auto-polarisation de la cible

Cette campagne de dépôts a été réalisée en faisant varier les puissances appliquées au générateur R.F mais il nous a semblé pertinent de raisonner en tension d'auto-polarisation de la cible car cette dernière reflète l'état du plasma. En effet, la tension d'auto-polarisation dépend non seulement de la puissance imposée au générateur mais également de l'impédance du plasma qui, elle-même dépend de la pression dans la chambre, de la nitruration de la cible et des parois donc du taux d'azote injecté dans l'enceinte de dépôt et de la vitesse de pompage (évacuation des gaz).

Les diffractogrammes de la figure IV.1.10, montrent qu'à basse tension de polarisation, les couches sont amorphes ou constituées de grains fins. Par contre il apparaît intéressant de travailler à haute tension de polarisation et donc à haute puissance : en effet, l'intensité des pics à 44 et 97° montre que plus la tension augmente, plus les couches sont cristallisées. Nous remarquons également la progressive diminution de l'amplitude des pics du substrat qui est représentative d'une augmentation de l'épaisseur des couches, d'où un double avantage de travailler à haute puissance appliquée à la cible.

Néanmoins, il ne nous a pas été possible d'augmenter plus la puissance puisque nous avons une cible de 100 mm de diamètre ce qui correspond, pour 900 W de puissance, à une densité de puissance de l'ordre de 10 W/cm^2 (limite de puissance au risque de détériorer le générateur).

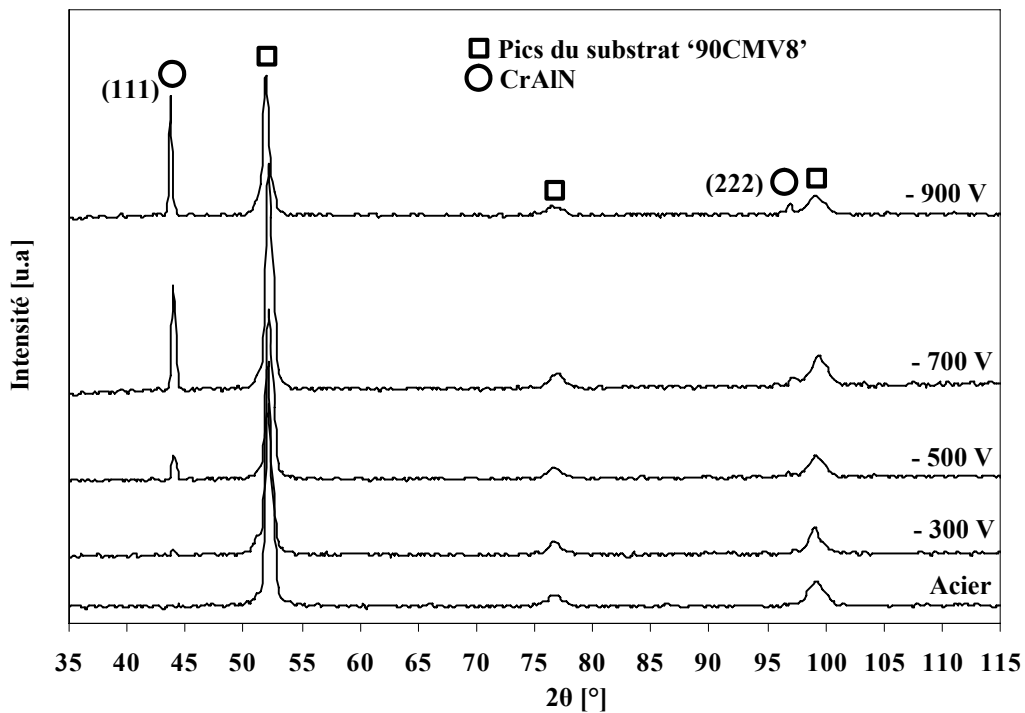


Figure.IV.1.10 : Diffractogrammes de couches de CrAlN en fonction de la tension d'auto-polarisation de la cible

IV.1.2.5. Variation du temps de dépôt

Afin d'obtenir des informations en ce qui concerne l'effet du temps de dépôt, nous avons fixé la proportion d'azote dans le plasma à 25%, la pression de travail à 4 μbar , la tension de cible à -500V et nous avons fait varier le temps de dépôt : 60, 120, 180 et 240 mn. La figure.IV.1.11 résume les diffractogrammes des couches obtenues.

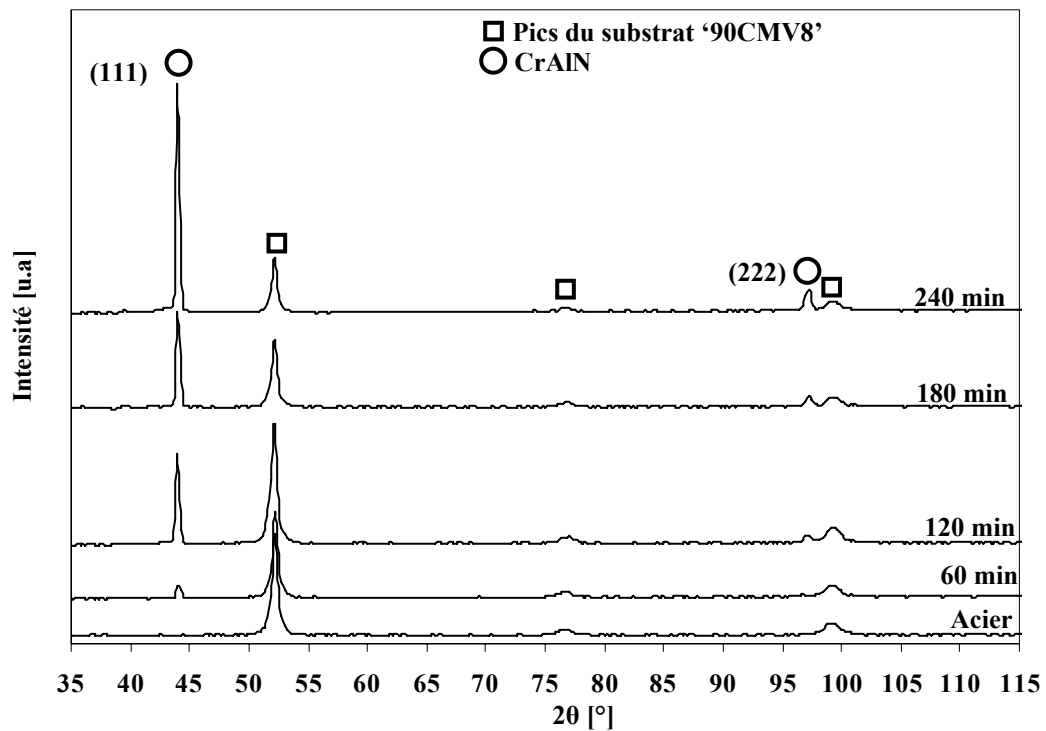


Figure.IV.1.11 : Diffractogrammes de couches de CrAlN en fonction de la durée du dépôt

On observe que plus le temps de dépôt est long et plus les films produits sont cristallisés. Les amplitudes des pics (111) et (222) augmentent et leur largeur à mi-hauteur (FWHM) a tendance à diminuer lorsque le temps de dépôt augmente. Produire des couches plus épaisses ne semble pas altérer leur qualité cristalline, bien au contraire.

IV.1.2.6. Proportions d'azote/tension de cible

La proportion d'azote dans le plasma ainsi que la tension de cible permettent d'obtenir un panel de revêtements avec des structures, compositions et morphologies différentes. Nous avons donc fixé la pression de travail à 4 μ bar et le temps de dépôt à 90 mn puis nous avons appliqué deux tensions d'auto-polarisation de la cible : -700 et -900 V et nous avons fait varier les proportions d'azote dans le plasma (10, 17,5, 25 et 35%).

Il apparaît qu'à 10% d'azote dans le plasma (figure.IV.1.12), les couches sont amorphes et de faibles épaisseurs, ceci quelle que soit la tension d'auto-polarisation de la cible. À 17,5% d'azote dans la décharge plasma, on note la présence du pic (111). Son amplitude est plus importante en comparaison avec celle obtenue sous -700V de tension de cible. Pas de différence notable entre les couches obtenues à 17,5 et 35% d'azote à part un léger décalage 'shift' des pics (111) vers des angles de diffraction plus faibles lors de l'augmentation de l'azote dans le plasma. Ce décalage est certainement dû à l'augmentation des contraintes internes avec le taux d'azote.

Ainsi, nous constatons que si notre critère d'optimisation est la cristallinité des films, la proportion optimale d'azote dans le plasma est de 25%. En effet, on a alors, sous -900V de tension de cible, un film qui semble bien cristallisé. De plus, nous notons la présence du pic à 97° de CrAlN d'orientation (222).

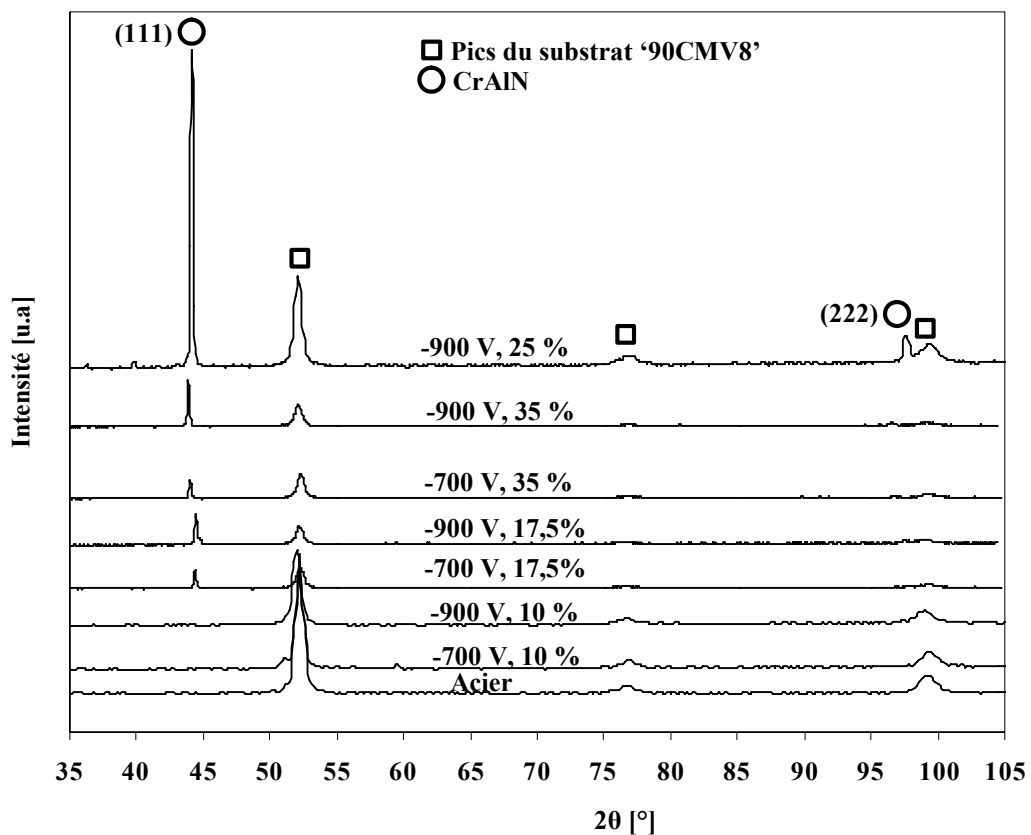


Figure.IV.1.12 : Diffractogrammes de couches de CrAlN en fonction de la proportion d'azote dans le plasma à différentes tensions de cible

Vitesse de dépôt

Pour revêtir des outils de coupe, il ne suffit pas que le revêtement possède de bonnes propriétés, l'épaisseur est également un facteur influant sur son comportement lors de la coupe.

Les conditions que nous avons définies comme optimales pour l'obtention d'un bon taux de cristallisation des couches sont résumées dans le tableau.IV.1.4.

Pt (μbar)	%N ₂	Tap (-V)	Tpp (min)
4	25	900	5

Tableau.IV.1.4 : Conditions optimales d'élaboration des films de CrAlN

La micrographie de la figure.IV.1.13.a montre une tranche d'un échantillon élaboré sous ces conditions. Nous pouvons observer que ce dernier présente une structure en colonnes (cristalline) d'une épaisseur avoisinant les 1350 nm. Cette valeur est confirmée par les mesures réalisées au profilomètre. Sur la figure.IV.1.13.b est reportée l'évolution de l'épaisseur des couches en fonction du temps de dépôt. On constate que l'épaisseur augmente linéairement avec le temps de dépôt ce qui donne une vitesse moyenne de l'ordre de 15 nm/min. Une épaisseur de film de 2 μm peut donc être obtenue après deux heures de dépôt.

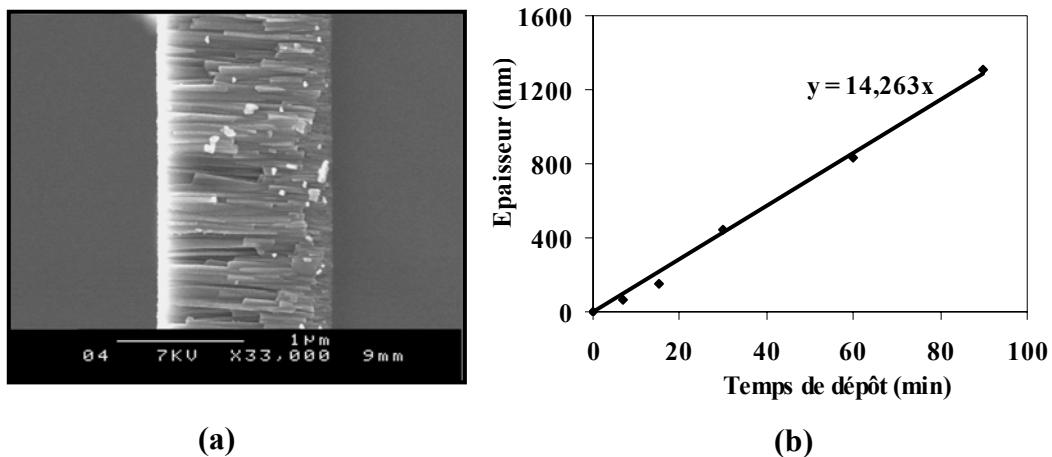


Figure.IV.1.13 : (a) Morphologie de la couche de CrAlN obtenue sous des conditions optimales, (b) Épaisseur de dépôt en fonction du temps

IV.1.2.7. Conclusion

Des résultats précédents nous avons pu constater que les propriétés des films de CrAlN dépendent énormément des conditions expérimentales. En effet, on obtient des films de composition, morphologie et structure très différentes en fonction des paramètres expérimentaux. Nous avons donc fait varier plusieurs paramètres de dépôts (pression de travail, pression partielle d'azote, tension de la cible et temps de dépôt) avec pour objectif de définir un certain nombre de points de fonctionnement qui nous permettront d'obtenir un panel de revêtements à tester en usinage bois. Nous nous sommes aussi intéressés à la cristallinité des films et il s'avère que 5 mn de pré-pulvérisation de la

cible, une pression de travail de 4 μ bar, une tension de polarisation de -900 V ainsi qu'un temps de dépôt de 90 mn permettent d'obtenir des films bien cristallisés. Néanmoins, il subsiste un certain nombre d'interrogations :

Le fort taux d'oxygène que l'on obtient dans les couches est-il dû à une oxydation de surface des films ou bien provient-il de la couche alors que les analyses DRX ne montrent pas la présence d'oxydes ? Est-on en présence de CrN, AlN, une combinaison entre ces deux cristaux (CrN dans une matrice d'AlN ? AlN dans une matrice de CrN ?), ou bien sommes-nous en présence d'un composé nouveau dans le système Cr-Al-N ? Pour répondre à ces interrogations, des analyses par SIMS et XPS ont été réalisées.

IV.1.3. Nature des composés formés

Le profil SIMS des éléments C, Al et O (figure.IV.1.14) a été réalisé sur un échantillon élaboré à 4 μ bar de pression de travail, 50% d'azote dans le plasma, -900V de tension de cible pendant 90 mn. Le décapage a été réalisé en partant de la surface de la couche vers le substrat. L'analyse quantitative réalisée par EDS pour cet échantillon a donné 5% d'oxygène.

L'homogénéité du signal de l'oxygène sur toute la profondeur de la couche après 600 s de décapage nous a permis de conclure que la présence de cet élément n'est pas due à une oxydation de la surface du film mais qu'il est bien présent dans la couche élaborée. Afin de savoir si nous sommes en présence d'oxyde, d'oxynitride ou bien d'oxygène non lié mais aussi de connaître la nature des phases que l'on a obtenues et l'homogénéité de nos couches, nous avons réalisé des analyses par XPS.

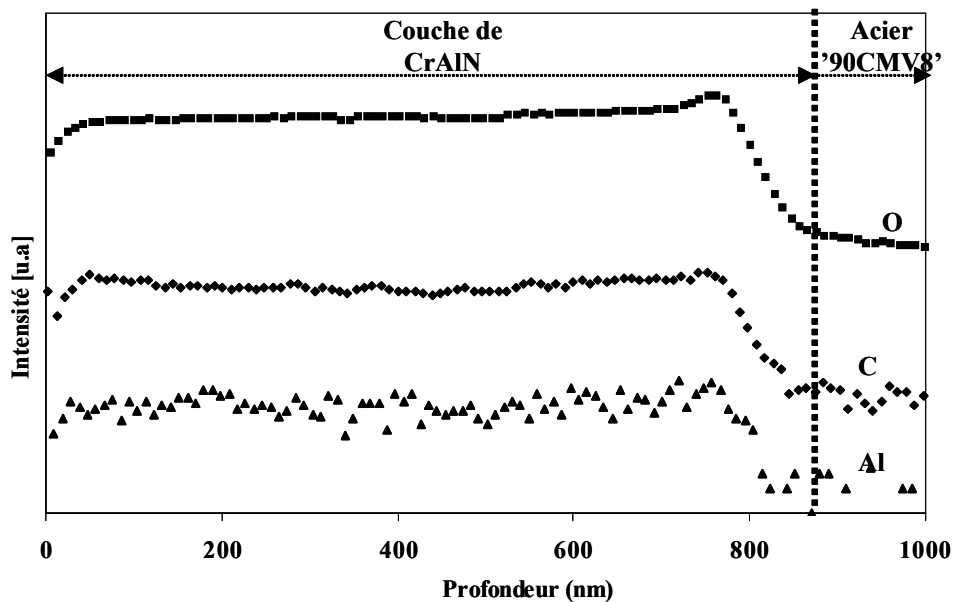


Figure.IV.1.14 : Profil SIMS d'une couche de CrAlN élaborée à 50%N₂, 4 μ bar, -900V, 90min

Les analyses ont été réalisées sur des échantillons revêtus dans des conditions de dépôts différentes. Les spectres XPS des échantillons élaborés à 0, 50 et 100% de N₂ sont montrés sur la figure.IV.1.15. Les conditions de dépôts étaient les suivantes : une pression de 4 μ bar, -500 V de tension de cible, un temps de dépôt de 60 mn. L'analyse de la surface s'est déroulée sans décapage.

Le but premier de cette analyse était de voir réellement quels sont les éléments présents dans nos films et leur concentration. Il s'avère que seuls les éléments Cr, Al, N, O et C ont été détectés.

Le tableau.IV.1.5 résume les concentrations des éléments pris sur le pic correspondant. Nous notons que les concentrations en carbone sont très importantes. Augmenter le taux d'azote dans le plasma a pour effet d'enrichir la surface en carbone. L'azote remplace en partie l'oxygène. Toutefois la concentration en oxygène reste importante même pour l'échantillon élaboré à 100 % de N₂.

Lors des analyses réalisées par EDS, l'échantillon élaboré à 0% d'azote dans le plasma a montré une concentration atomique en O₂ de 0,9 % tandis que l'analyse XPS montre un taux avoisinant 36 %. Certes, ce genre d'analyse est plus sensible et donne des résultats sur les premières couches atomiques qui peuvent être généralement oxydées lors de la remise à l'air de l'échantillon mais une telle différence n'est pour le moment pas explicable.

Ainsi, en première approximation, nous avons pu constater que nos films contiennent un fort taux de carbone et d'oxygène mais qu'en est-il des liaisons des éléments contenus dans le film ?

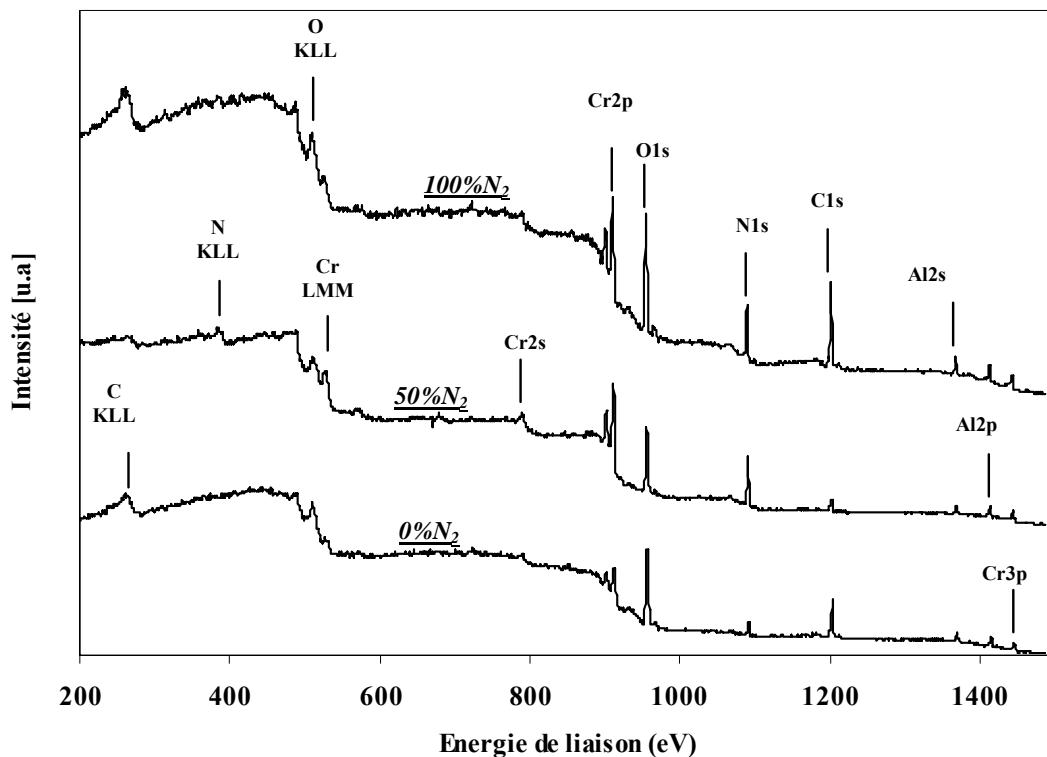


Figure.IV.1.15 : Spectres XPS de dépôts de CrAlN obtenus à différents taux d'azote

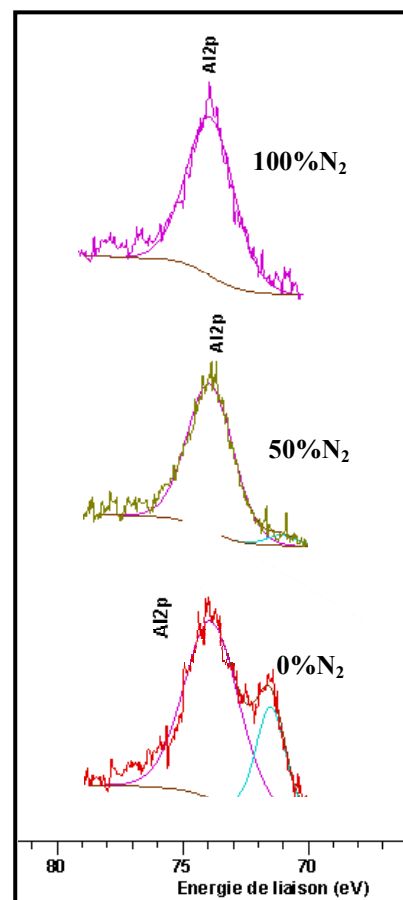
%N ₂	Élément/niveau	Position (eV)	Concentration (at %)
0	Al/2p	73.8	25.2
	C/1s	284.5	31.2
	Cr/2p	573.1	7.2
	N/1s	396.0	0.8
	O/1s	530.4	35.7
50	Al/2p	73.5	15.5
	C/1s	284.5	44.6
	Cr/2p	576.2	6.7
	N/1s	396.6	14.8
	O/1s	531.9	18.4
100	Al/2p	73.6	16.2
	C/1s	284.5	39.4
	Cr/2p	575.0	8.7
	N/1s	396.1	18.1
	O/1s	531.1	17.5

Tableau.IV.1.5 : Analyse quantitative globale XPS

Une analyse fine avec déconvolution des pics peut permettre l'identification des phases en présence. Pour l'aluminium, les positions de Al2p pour Al₂O₃ (73.4 à 75.8 eV) et AlN (73.5 eV) se superposent (figure.IV.1.16). En ce qui concerne l'azote, les pics AlN et CrN sont très proches (autour de 396.5 eV). Le composé Cr₂N donne un pic à plus haute énergie de liaison (environ 397.6 eV).

Sur Al2p, il y a deux composantes sur l'échantillon ne contenant pas d'azote et une seule composante sur les deux autres échantillons (figure.IV.1.16). La composante unique à haute énergie de liaison (73.5-73.7 eV) peut être attribuée à un oxyde ou un nitrure, et la composante à plus faible énergie de liaison (71.36 eV) peut être attribuée à une liaison Al-Cr (pour l'aluminium métallique, l'énergie de liaison du niveau 2p est de 73 eV).

Nous retenons ici qu'il n'est pas aisé de statuer sur la nature des composés que l'on a dans nos couches uniquement en se basant sur ces résultats. La seule certitude que l'on a pu avoir est que les films analysés ne contiennent pas la phase hexagonale du nitrure de chrome, Cr₂N. Nous nous sommes demandés si le fait de réaliser les analyses sans décapage des premières couches atomiques pouvait être la cause de ces résultats. Aussi nous avons effectué des analyses sur d'autres échantillons décapés sous flux d'Ar⁺ pendant 120 et 3600 s. Il est important de noter qu'un décapage prolongé n'est pas conseillé car il peut modifier la structure du matériau de base et fausser la nature des liaisons existantes.

Figure.IV.1.16 : Désommission du pic Al2p pour les échantillons 0, 50 et 100% de N₂

Les résultats enregistrés montrent encore une fois que même si l'échantillon est érodé en surface, la concentration en oxygène est tout de même importante. Si l'on prend l'exemple de l'échantillon élaboré sous 4 μ bar de pression de travail, -900 V de tension d'auto-polarisation, 17,5 % de N₂ dans le plasma pendant 90 mn, la quantité d'oxygène relevée après 4500 s de décapage est de 37 % tandis que le taux de carbone n'est plus que de 0,9 %. Le carbone est donc bien une impureté de surface ce qui n'est pas le cas de l'oxygène. L'identification des phases est restée problématique avec les appareillages utilisés. D'autres analyses se révèlent donc nécessaires pour répondre à ces interrogations (MET-HR et/ou EBSD).

IV.1.4. Caractérisations mécaniques

IV.1.4.1. Contraintes et épaisseur

Un des paramètres pouvant influencer sur le niveau de contraintes dans les revêtements est leur épaisseur.

Au refroidissement, en fin d'opération, apparaissent des contraintes résiduelles dans les échantillons à cause de la différence du coefficient d'expansion thermique entre le film et son substrat. Si ces contraintes sont élevées, elles peuvent conduire à la délamination (décollement) du revêtement ou des craquelures dans celui-ci. Autant dire qu'un revêtement trop contraint soumis à des efforts de coupe tels que ceux de l'usinage du bois (déroulage par exemple) se comportera très mal et s'endommagera très vite. Il s'agit donc de vérifier que des épaisseurs de l'ordre du micron ne présentent pas de contraintes susceptibles d'entraîner le décollement des revêtements.

Nous avons ainsi réalisé des dépôts de CrAlN sous les conditions qui donnaient une vitesse de dépôt uniforme avec comme seule variable le temps. La figure.IV.1.17 montre les résultats obtenus.

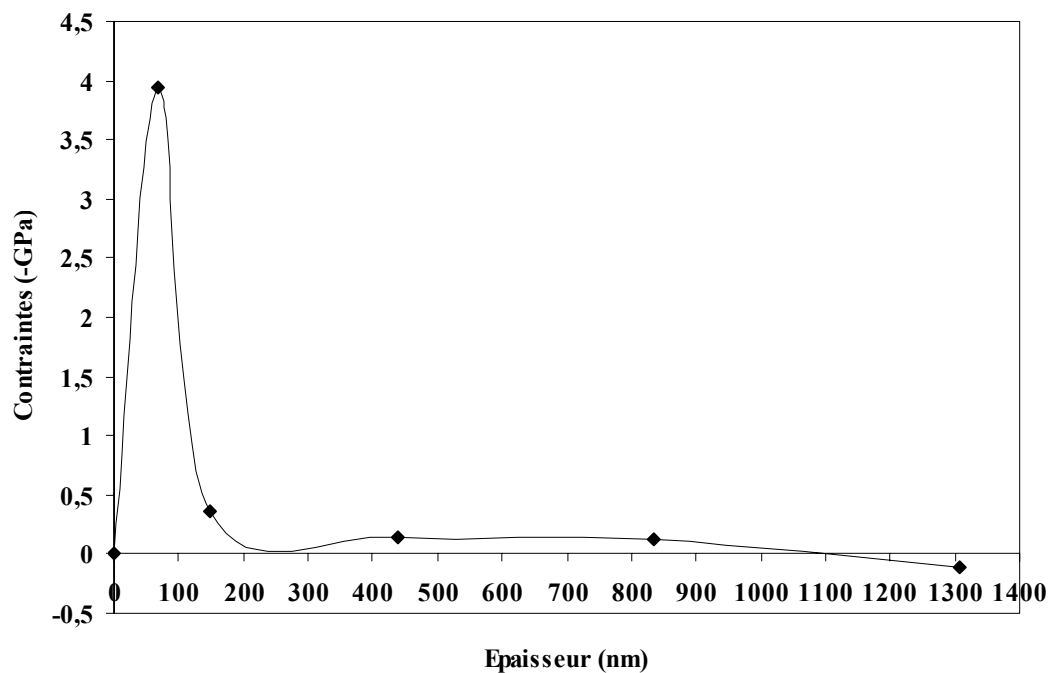


Figure.IV.1.17 : Contraintes des films de CrAlN à différentes épaisseurs

Les contraintes internes des films évoluent avec l'épaisseur, elles sont compressives en début de croissance et par la suite passent en tension. On passe par un maximum de -4 GPa vers 80 nm. Dépasser ce maximum, les contraintes semblent se relaxer et à 1100 nm changent de forme et de signe (contraintes extensives). Globalement les contraintes sont faibles et cela pourrait s'expliquer par la présence massive d'oxygène dans les couches.

Cette évolution de l'allure des contraintes des films a été observée auparavant lors du travail de thèse de Nouveau [59]. La valeur de contraintes de films de CrN et Cr₂N élaborés par pulvérisation magnétron R.F sont importantes aux faibles épaisseurs puis se relaxent aux épaisseurs plus importantes (figure.IV.1.18).

Selon Nouveau [59], le pic de contrainte peut s'expliquer soit par un changement de structure en cours de croissance de la couche (on a par exemple observé dans le cas du nitrure de bore un changement : h-BN désorienté → h-BN orienté → c-BN [159,160]), soit par la création en début de dépôt d'îlots qui vont ensuite coalescer et être responsables de dislocations donc de contraintes importantes [161,162]. La diminution de la contrainte lorsque l'épaisseur augmente est alors attribuée à un effet d'ombrage. Ce dernier est responsable de la création de vides intercolonnaires qui relaxent la contrainte.

En effet, Hones [163] a schématisé ce processus comme le passage de la croissance de colonnes cylindriques vers des colonnes coniques induisant des effets d'ombre lors du dépôt et donc des espaces vides de plus en plus importants lorsque l'épaisseur de la couche augmente (figure.IV.1.19). Ceci expliquerait donc que pour de faibles épaisseurs on est en présence de colonnes cylindriques relativement identiques et de peu d'espaces vides donc de couches relativement denses et contraintes, alors que pour de grandes épaisseurs, les colonnes deviennent coniques ce qui induit des espaces vides de plus en plus grands entre elles. Les couches sont alors moins denses et les contraintes ont tendance à diminuer.

Les couches que nous avons utilisées lors des essais d'usinage et qui ont des épaisseurs de l'ordre du micron sont donc très peu contraintes.

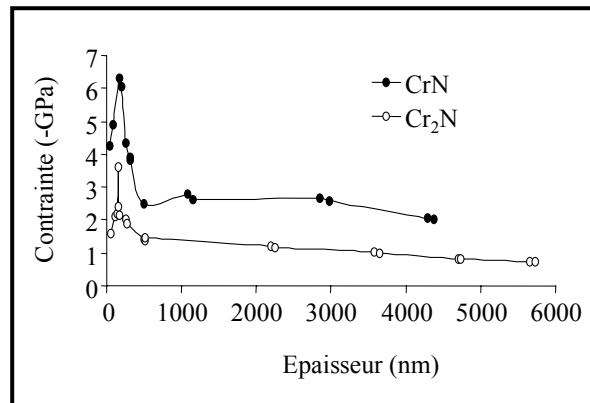


Figure.IV.1.18 : Contrainte en fonction de l'épaisseur des couches de CrN et Cr₂N [59]

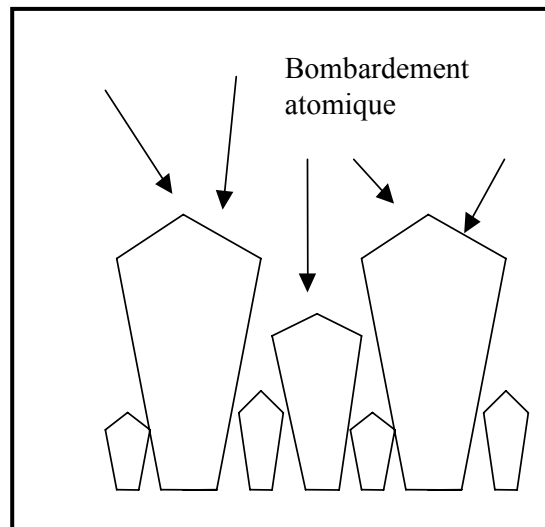


Figure.IV.1.19. Modèle de croissance des couches selon Hones [163]

IV.1.4.2. Nanodureté

Les valeurs de dureté des films de CrAlN mesurées par nanoindentation sont regroupées dans le tableau.IV.1.6.

Film	Pt (μ bar)	T (min)	-Tap (V)	%N ₂	Tpp (min)	Dureté (GPa)	Module d'Young E (GPa)	
1	4	90	700	35	5	19,7	270	
2				17,5		22,7	365	
3				35		21,4	307	
4				17,5		23,5	402	
5	8		900	900		25	8,2	153
6	12					6,4	121	
7	4					20,3	283	
8						25	26,7	380
9		60	20,2	350				
10	4	180	900	10	5	25,8	315	
11				25		18,35	370	

Tableau.IV.1.6 : Résultats des mesures de nanoindentation sur des couches de CrAlN

En première observation, le film 8 présente la plus haute dureté parmi tous les films testés. Il semble donc que le temps de pré-pulvérisation est important dans les mêmes conditions de dépôt. En comparant les valeurs obtenues pour les films 7, 8 et 9, il apparaît que les duretés des films 7 et 9 sont pratiquement égales et que celle mesurée pour le film 8 leur est supérieure de 6 GPa. Il existe donc une durée de pré-pulvérisation optimale se situant entre 5 et 60 mn. Nous avons noté par ailleurs, que la pré-pulvérisation de la cible n'influe que très peu sur la cristallinité des couches (§ IV.1.2.1). En terme de dureté, l'influence est plus marquée.

À partir des valeurs du tableau.IV.1.6, un autre constat a été noté, mais cette fois contraire au précédent. En effet, dans le chapitre § IV.1.2.5 nous avons constaté que plus le temps de dépôt est long et plus les films produits sont cristallisés. En terme de dureté, ce n'est pas ce critère qui prime. Si l'on compare les mesures enregistrées pour les films 7 et 11, il semble qu'augmenter le temps de dépôt fait baisser la dureté. Cependant, les valeurs mesurées sont tout de même proches.

En ce qui concerne les tendances qui se dégagent de ces mesures, on observe également l'influence de trois autres paramètres de dépôt : la pression de travail, le taux d'azote dans le plasma et la tension d'auto-polarisation de la cible.

On remarque pour les films 5, 6 et 7 que plus la pression de travail est faible, plus la dureté du film augmente, les autres paramètres étant constants, et il en va de même pour le module d'Young (figure.IV.1.20). En effet, les valeurs les plus faibles sont celles des films 5 (8,2 GPa) et 6 (6,4 GPa). Nous observons alors que la pression la plus propice pour produire des films présentant de bonnes duretés et un bon module d'Young est autour de 4 μ bar. Ces résultats corroborent ceux obtenus par DRX et peuvent être expliqués par l'effet du bombardement ionique qui augmente avec la diminution de la pression de travail.

Les mêmes constatations ont été retenues en ce qui concerne l'influence de la fraction volumique d'azote dans la décharge plasma (figure.IV.1.21) même si elles sont moins marquées que précédemment. Au vu des duretés mesurées pour les films 3, 4, 7 et 10, nous notons que la dureté diminue avec l'augmentation du pourcentage d'azote dans le plasma. En DRX, les films produits à 10% d'azote sont amorphes et ceux obtenus à 25% sont cristallisés. On remarque donc qu'un bon taux de cristallisation n'est pas forcément un indicateur sur les propriétés mécaniques des films, plus spécialement en dureté. Par contre, ces résultats corroborent pleinement notre hypothèse sur l'effet bénéfique du bombardement ionique. En effet, avec l'augmentation du taux d'azote on a diminution du taux d'argon ce qui a pour conséquence la diminution du bombardement ionique, l'atome d'argon étant presque 3 fois plus lourd que l'atome d'azote.

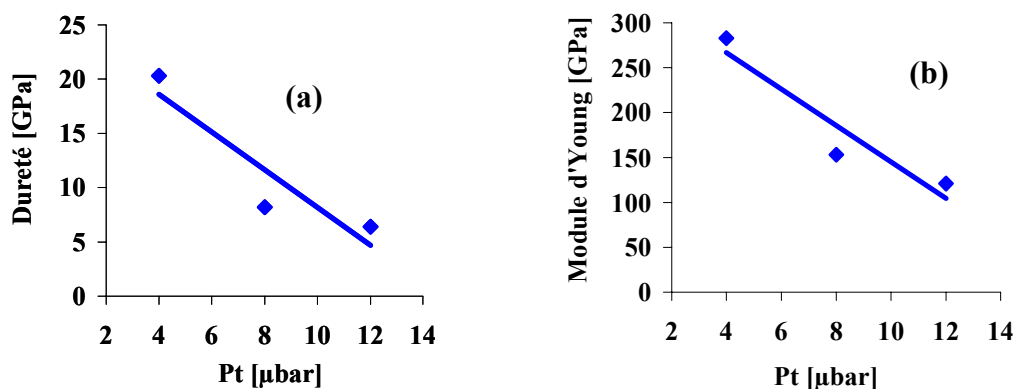


Figure.IV.1.20 : Influence de la pression de travail sur : (a) la dureté, (b) et le module d'Young des revêtements de CrAlN

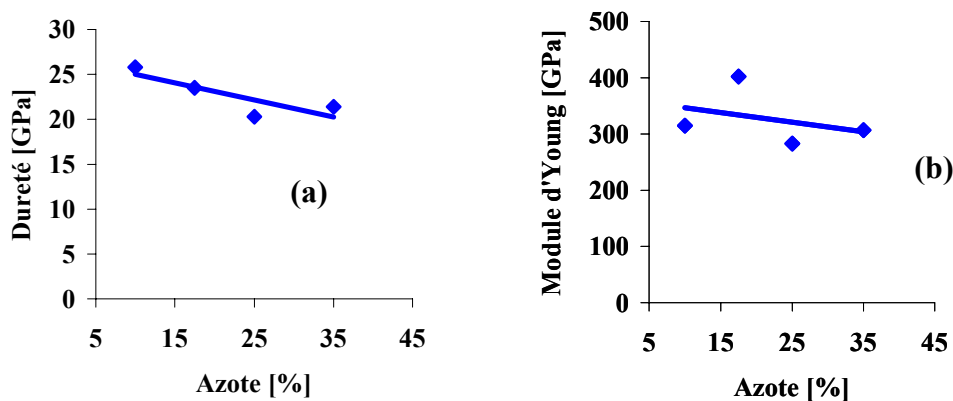


Figure.IV.1.21 : Influence du taux d'azote dans le plasma sur la dureté et le module d'Young des revêtements de CrAlN

Le dernier paramètre étudié est la tension d'auto-polarisation de la cible. Celle-ci a permis d'augmenter de façon significative la dureté des couches. En effet la comparaison effectuée entre les films 1, 2, 3 et 4 montre que travailler à haute tension donne de meilleurs résultats en terme de dureté et de module d'Young (figure.IV.1.22). Ceci est valable pour les deux pressions partielles d'azote dans le plasma (17,5 et 35 %).

La tension employée est cependant limitée par plusieurs facteurs notamment l'échauffement de la cible plus important, et donc à terme, son endommagement si l'on travaille à des tensions trop élevées. Une tension de -900V semble un bon compromis et

permet de travailler dans de bonnes conditions, tout en obtenant une dureté et un module d'Young élevés.

De la synthèse des résultats obtenus jusqu'à présent, il est donc évident que travailler à haute tension conduit à l'obtention de films épais, bien cristallisés et présentant de bonnes propriétés de dureté.

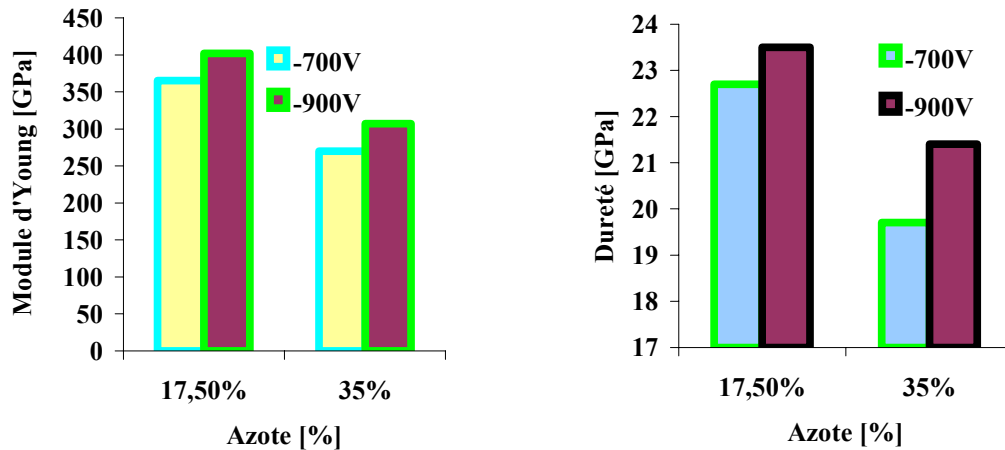


Figure.IV.1.22 : Influence de la tension d'auto-polarisation de la cible sur la dureté et le module d'Young des revêtements de CrAlN

Il apparaît donc que diminuer la pression, diminuer le taux d'azote ou augmenter la tension de cible participe à l'augmentation de la dureté des couches synthétisées. Comme ces trois paramètres expérimentaux sont intimement liés au bombardement ionique, on peut conclure que dans les plages de variation que nous avons explorées pour ces trois paramètres, la dureté des films est contrôlée par ce phénomène.

IV.1.4.3. Adhérence

Les tests d'adhérence des couches ont été effectués par scratch-tests. Les films testés ainsi que leurs conditions d'élaborations sont résumés sur le tableau.IV.1.7. Pour tous les films, 4 mesures de la charge critique Lc_2 ont été réalisées. Le but est évidemment d'avoir une valeur de Lc_2 la plus grande possible, puisqu'elle témoigne de la force minimale qu'il faut appliquer pour arracher le revêtement du substrat.

Nous avons également effectué des observations au MEB afin de vérifier la nature des endommagements rencontrés. Des exemples sont représentés sur la figure.IV.1.23. On retrouve :

- des traces d'endommagement en fond de rayure se manifestant sous la forme d'une fissuration légère et incohérente (EFR),
- un écaillage sur le côté de la rayure (EC),
- un écaillage en fond de rayure (ER),
- un début de fissuration transverse (FT),
- une fissuration traversante perpendiculaire à la direction de la rayure et cohérente (FTra).

Films N°	Pt (μ bar)	T (min)	Tap (-V)	% de N ₂	Tpp (min)	Lc ₂
1	4	60	500	25	5	25,05
2	4	60	500	50	5	24,55
3	4	60	500	75	5	22,25
4	4	60	500	100	5	20,28
5	4	60	300	25	5	24,69
6	4	60	700	25	5	24,6
7	4	60	900	25	5	26,78
8	4	120	500	25	5	26,34
9	4	180	500	25	5	19,04
10	4	240	500	25	5	20,72
11	2	90	900	25	5	19,09
12	4	90	900	25	5	13,7
13	8	90	900	25	5	Rupture
14	12	90	900	25	5	1,54
15	4	90	900	25	30	20,88
16	4	90	900	25	60	14,79
17	4	90	900	10	5	10,25
18	4	90	900	17,5	5	16,07
19	4	90	900	35	5	27,08
20	4	180	900	25	5	21,34

Tableau.IV.1.7 : Films testés en scratch-tests ainsi que leurs conditions d'élaboration

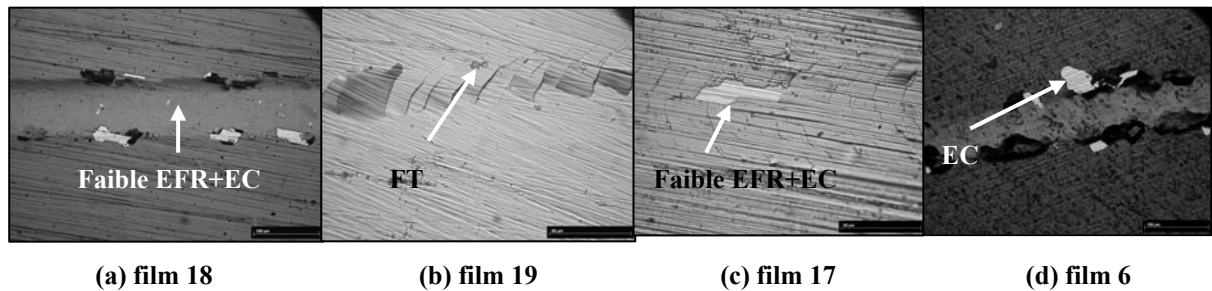


Figure.IV.1.23. Endommagements des films : (a) 18, (b) 19, (c) 17 et (d) 6

À partir du tableau.IV.1.7, nous remarquons que les valeurs de Lc₂ sont relativement faibles. Ceci étant dû à l'appareillage utilisé (ENSAM d'Angers) qui sous-estime les valeurs mesurées. Pour l'interprétation, nous ne comparerons alors que les résultats obtenus.

En observant les charges critiques Lc₂ obtenues pour les films 1, 2, 3 et 4, nous vérifions que l'augmentation de la fraction volumique d'azote dans le plasma conduit à diminuer la charge critique Lc₂ (figure.IV.1.24.a).

Cette constatation a été également enregistrée pour la dureté des films en fonction de l'augmentation des proportions d'azote. Nous remarquons donc que l'augmentation de l'azote dans le plasma diminue la cristallisation des films et leur dureté sous une tension d'auto-polarisation égale à -500V. Par ailleurs, le comportement est inverse sous -900V de tension d'auto-polarisation (films 12, 17, 18 et 19). En effet, l'adhérence des films augmente avec la proportion d'azote dans le plasma (figure.IV.1.24.b).

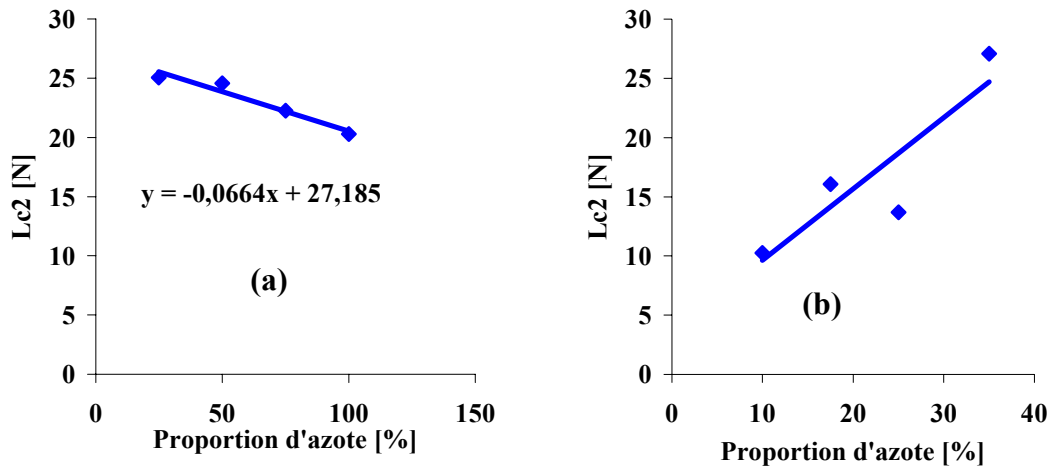


Figure.IV.1.24 : Évolution de Lc2 en fonction de la fraction volumique dans le plasma sous une tension d'auto-polarisation de : (a) -500V, (b) -900V

En ce qui concerne l'influence de la tension d'auto-polarisation de la cible (films 1, 5, 6 et 7), nous observons que l'augmentation de cette dernière ne change que très peu l'adhérence des films (figure.IV.1.25.a). En effet, les valeurs mesurées pour les trois films sont proches. Mais la tendance est tout de même à son augmentation.

La diminution d'adhérence est plus marquée dans le cas de l'augmentation de la pression de travail (films 11, 12, 13 et 14). On se rend alors compte que tout comme pour les résultats de DRX, il faut travailler à basse pression (figure.IV.1.25.b) pour obtenir la meilleure adhérence. En effet, pour une pression de gaz élevée, la force nécessaire pour arracher le revêtement est quasiment nulle et celui-ci n'est pas du tout adhérent.

Enfin, nous avons observé l'effet du temps de pré-pulvérisation de la cible. Nous notons que ce paramètre modifie l'adhérence des films 12, 15 et 16. Comme pour la dureté, il apparaît que la durée optimale de pré-pulvérisation est comprise entre 5 et 60 mn.

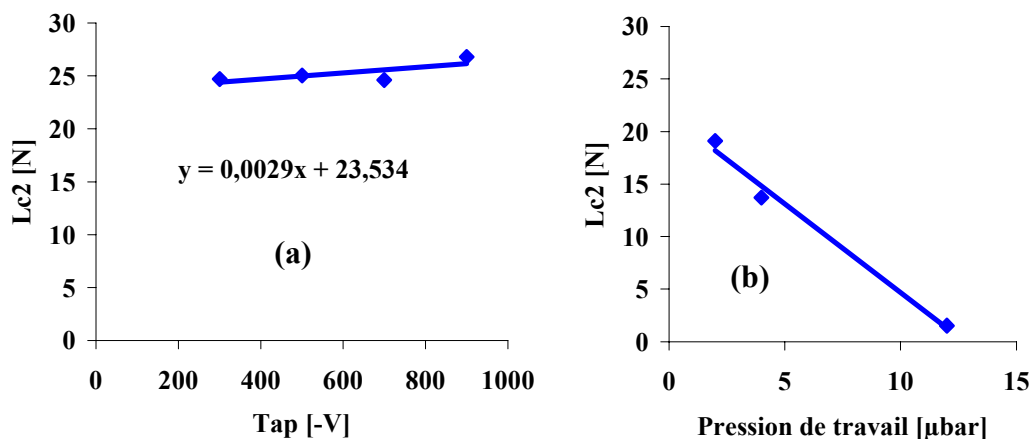


Figure.IV.1.25 : Évolution de Lc2 en fonction de : (a) la tension d'auto-polarisation, (b) la pression de travail

IV.1.4.4. Usure (mesure du coefficient de frottement)

Des essais tribologiques ont été réalisés sur nos films afin d'obtenir le coefficient de frottement μ . Les films analysés et leurs conditions d'élaboration sont résumés dans le

tableau.IV.1.8. Les paramètres expérimentaux ont été choisis pour appréhender l'influence de la pression totale dans l'enceinte de dépôt, la tension de cible, le temps de dépôt, le pourcentage d'azote et le temps de pré-pulvérisation de la cible.

Films	Pt (μbar)	T (min)	Tap (-V)	N ₂ (%)	Tpp (min)	Temps avant rupture (s)	μ
1	12	90	900	25	5	Cassure instantanée	/
2	4	90	900	25	5	685	0,31
3	4	90	900	25	30	Cassure instantanée	/
4	4	90	900	25	60	452	0,41
5	4	60	300	25	5	Cassure instantanée	/
6	4	60	700	25	5	Cassure instantanée	/
7	4	60	900	25	5	149,7326	0,41
8	4	90	900	10	5	Cassure instantanée	/
9	4	90	900	35	5	Cassure instantanée	/
10	2	90	900	25	5	296,0813	0,14
11	8	90	900	25	5	Cassure instantanée	/
12	4	180	900	25	5	Cassure instantanée	/

Tableau.IV.1.8 : Conditions de dépôts des films testés en tribologie

La courbe de comportement d'un film standard (film 2) est portée sur la figure.IV.1.26.

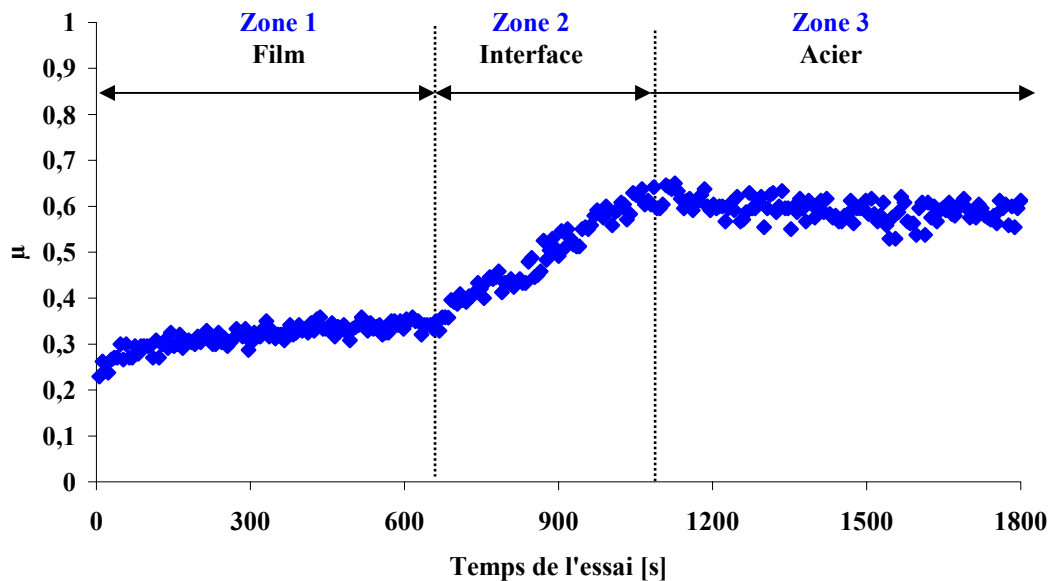


Figure.IV.1.26 : Courbe de frottement du film N°2

Nous distinguons trois zones. La zone 1 correspond à la réponse du film au frottement de la bille. La moyenne calculée à partir de tous les points de mesures dans cette zone nous a permis d'obtenir le coefficient de frottement du film μ . La zone 2 (interface) coïncide avec le début de l'endommagement du film. Elle donne la réponse du frottement de la bille avec la couche, l'interface et le substrat. Enfin la zone 3 correspond au frottement avec le substrat. Nous avons pu ainsi déterminer le coefficient de frottement μ de l'acier : $\mu_{\text{acier}} = 0,6$.

En tribologie, l'épaisseur des films est importante. Elle permet de retarder ou d'avancer leur rupture, donc d'augmenter ou de diminuer la zone de mesure de μ (zone 1). Il est donc nécessaire de tester des films ayant la même épaisseur pour faire une comparaison. Dans notre cas, cette condition n'a pas pu être assurée. Nous avons ainsi mesuré les coefficients de frottement des films en début d'analyse.

Par ailleurs lors de l'analyse de la majorité des films, une rupture instantanée s'est manifestée. La courbe de frottement du film 11 qui illustre bien le phénomène rencontré est portée sur la figure.IV.1.27

L'observation des micrographies des empreintes laissées par le frottement de la bille sur la surface des films testés révèle la présence importante d'oxydes (figure.IV.1.28). C'est là que réside l'explication à ces endommagements prématurés.

En faisant une comparaison entre les films 2 et 10, il semble que diminuer la pression de travail est plus favorable à la production de films avec un faible coefficient de frottement. En effet, le film 10 présente la plus faible valeur de μ . La rupture du film 10 est plus tardive que celle du 2 à cause d'une épaisseur plus importante (figure.IV.1.29).

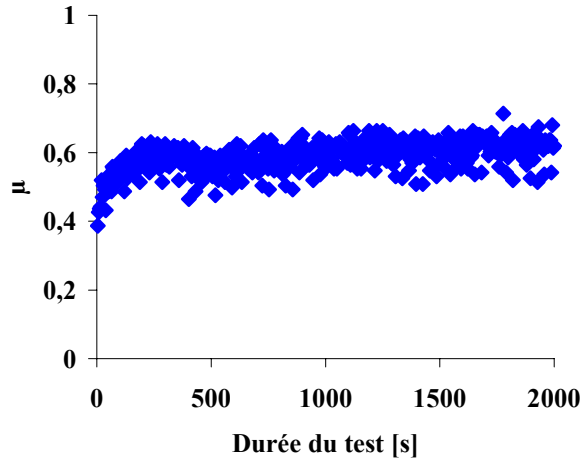


Figure.IV.1.27 : Courbe de frottement du film 11 (endommagement instantané)

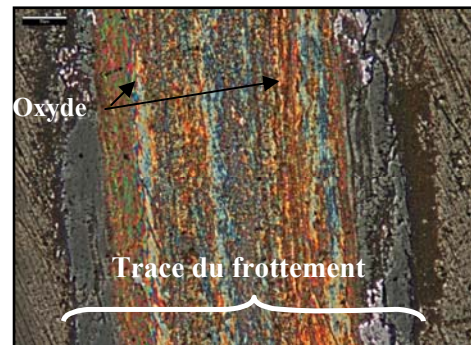


Figure.IV.1.28 : Oxyde au fond d'une trace laissée par le frottement de la bille

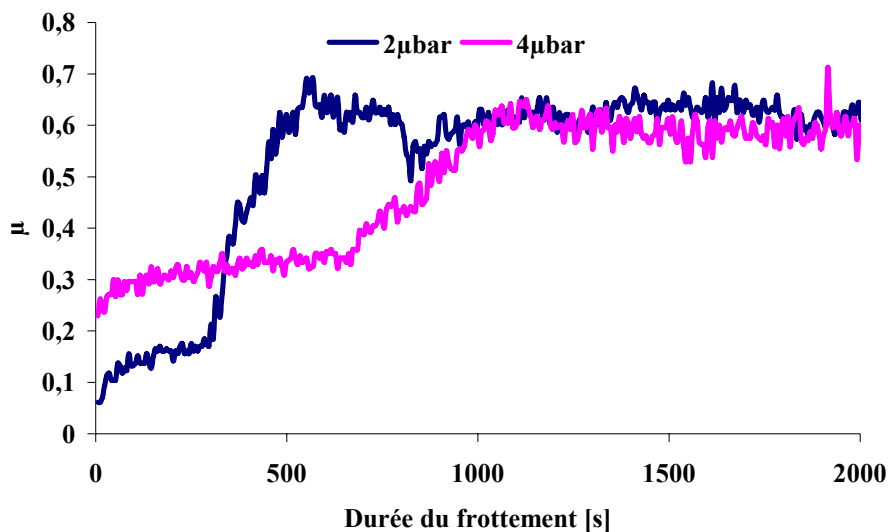


Figure.IV.1.29 : Évolution du coefficient de frottement en fonction de la pression de travail

IV.1.5. Tests d'usinage (fraisage de MDF)

L'objectif de notre étude est de vérifier l'influence des paramètres du procédé plasma sur la résistance des revêtements à l'usure abrasive en conditions d'usinage du bois. Au vu des tests mécaniques, il apparaît que le paramètre le plus important est le taux d'azote, ce qui nous a amenés à nous y intéresser plus particulièrement. Comme nous souhaitons tester la résistance à l'abrasion de nos revêtements, l'usinage de panneaux de MDF, très abrasifs, est alors tout indiqué. Les études d'usure sont longues et coûteuses, donc nous avons limité notre étude à des carbures revêtus par les dépôts les plus prometteurs, c'est-à-dire ceux obtenus sous une pression de travail de $4\mu\text{bar}$, une tension de cible de -900V et revêtus pendant 90 mn afin d'obtenir un dépôt d'une épaisseur de l'ordre de $1,5-2\mu\text{m}$.

Nous avons testé 4 outils différents pendant cette étude :

- Un outil témoin servant de référence, dont nous n'avons testé qu'une des deux arêtes
- Un outil revêtu CrAlN obtenu avec 10% d'azote dans le plasma (les deux arêtes des outils ont été testées)
- Un outil revêtu CrAlN obtenu avec 25% d'azote dans le plasma (les deux arêtes des outils ont été testées)
- Un outil revêtu CrAlN obtenu avec 35% d'azote dans le plasma (1 seule arête a été testée)

Les résultats de ces tests d'usure sont regroupés dans la figure.IV.1.30.

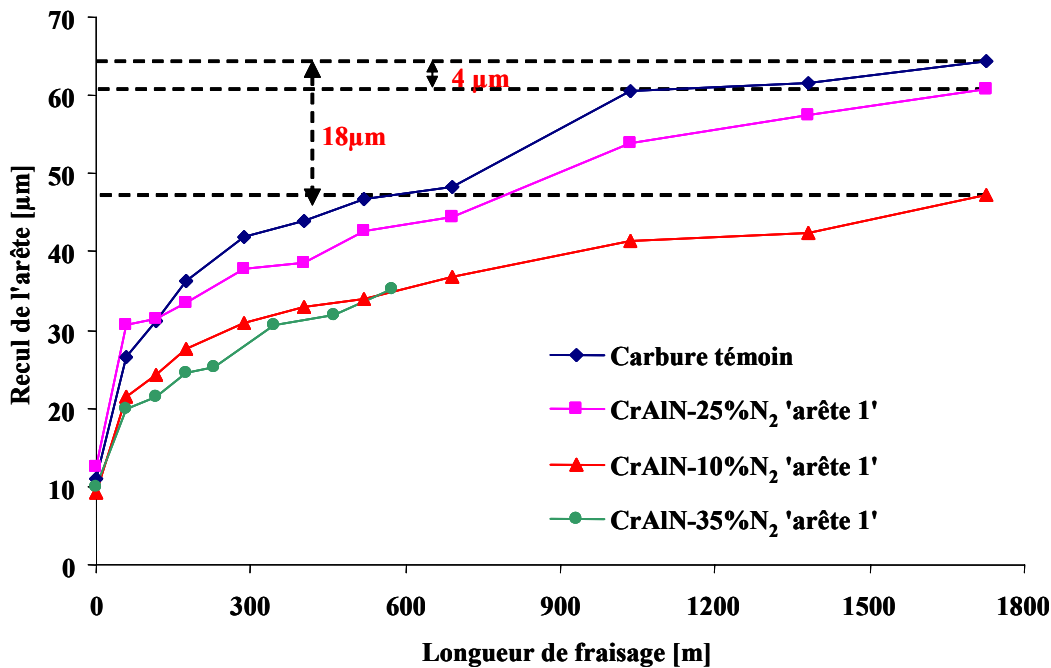


Figure.IV.1.30 : Recul de la première arête de coupe des carbures testés en fonction de la longueur d'usinage

Nous observons que tous les carbures revêtus présentent un recul d'arête plus faible que le carbure témoin. En fin de procédé, le carbure revêtu d'une couche de CrAlN élaborée

à 25% de N_2 a permis de diminuer l'usure de $4 \mu\text{m}$ et celui élaboré à 10% de N_2 de $18 \mu\text{m}$. L'allure de la courbe d'usure du carbure revêtu de CrAlN élaboré à 35% de N_2 laisse présager que l'amélioration de l'usure aurait été au moins la même que celle du carbure revêtu à 10% de N_2 (au vu des pentes des deux courbes) si son test avait été mené jusqu'à 1700 m. Nous avons dû arrêter les tests pour des contraintes de temps.

À partir de ce graphique, nous confirmons encore une fois que la phase de rodage (150 premiers mètres), est déterminante pour la suite du processus d'usure. En effet, un carbure qui s'est bien comporté dans cette phase donne de bons résultats.

La courbe d'usure de la seconde arête des carbures est portée sur la figure.IV.1.31. Le bon comportement du carbure revêtu à 10% de N_2 se confirme alors que la résistance de la deuxième arête du carbure revêtu à 25% de N_2 présente un comportement meilleur que celui de la première.

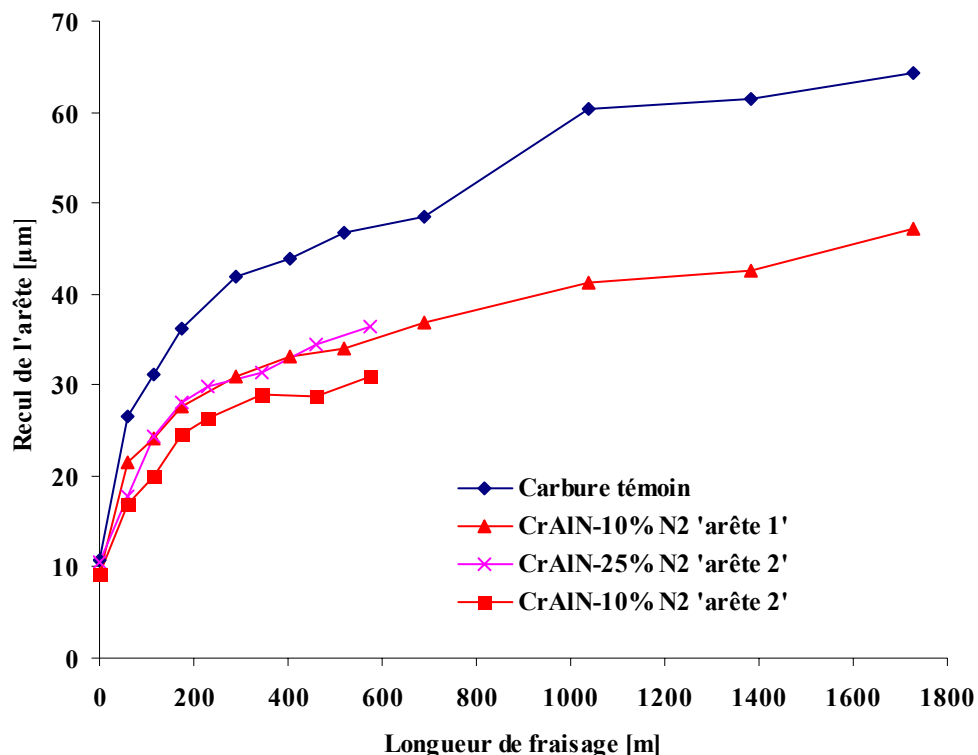


Figure.IV.1.31 : Recul de la seconde arête de coupe des carbures testés en fonction de la longueur d'usinage

Dans le but de comprendre le comportement de la première arête du carbure élaboré à 25% de N_2 , des observations au MEB ont été effectuées. La première arête du carbure revêtu avec 25% d'azote était fortement abîmée et présentait des écailles (figure.IV.1.32). Il est très probable que ces défauts originels sur les carbures aient des conséquences importantes sur l'évolution de l'acuité de l'arête pendant le processus d'usure, et en particulier la phase de rodage de l'outil.

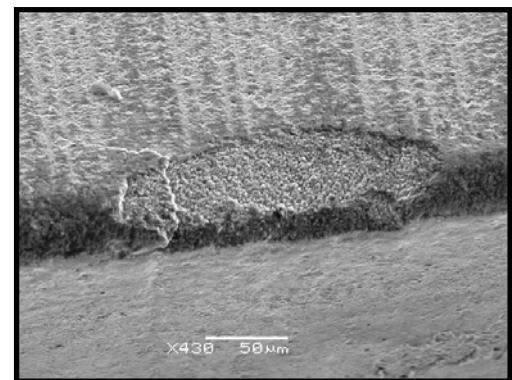


Figure.IV.1.32 : Endommagement de l'arête de coupe de la plaquette carbure revêtue à 25% de N_2

Cependant, au vu des résultats obtenus à l'issue des caractérisations mécaniques, il ne nous est pas facile de les corrélérer avec les tests de défonçage réalisés. En effet, en ce qui concerne le revêtement élaboré à 10% de N₂ dans le plasma, il est amorphe, présente la plus haute dureté par contre est peu adhérent. Le revêtement élaboré à 25 % de N₂ est bien cristallisé mais ses valeurs de dureté et d'adhérence se situent entre les valeurs mesurées pour les revêtements élaborés à 10 et 35% de N₂. Pour ce qui est du revêtement élaboré à 35% de N₂, il est le plus adhérent mais est moins bien cristallisé que le revêtement élaboré à 25% de N₂ et moins dur que celui élaboré à 10 % de N₂.

Ce que nous pouvons retenir est que le fait de revêtir des carbures pour le fraisage de MDF permet d'améliorer la résistance à l'usure principalement en facilitant l'évacuation du copeau sur leur face d'attaque et la glisse du bois sur leur face de dépouille.

IV.1.6. Conclusion

Cette étude exploratoire a eu pour objectif de vérifier l'effet des conditions de dépôt sur les propriétés des films de CrAlN. Pour ce faire, nous avons réalisé des dépôts de CrAlN par pulvérisation magnétron R.F en faisant varier les conditions de dépôts. Il en découle, que les conditions expérimentales influent énormément sur la cristallisation des films et sur leurs propriétés mécaniques. Par ailleurs, nous déplorons l'impossibilité que nous avons eu pour reproduire les analyses avec des films non oxydés. Mais les caractérisations effectuées ont quand même permis de dégager des tendances en ce qui concerne les conditions optimales d'élaboration.

Pour clore cette étude, nous avons réalisé des essais de défonçage de MDF avec des carbures revêtus. Par l'application de CrAlN, nous avons amélioré la tenue en service des plaquettes carbures. Néanmoins, il serait intéressant de réaliser les mêmes dépôts contenant moins d'oxygène.

IV.2. DEPOTS DE FILMS DE ZrBN PAR PULVERISATION TRIODE

IV.2.1. Introduction

Les propriétés exceptionnelles du c-BN font de ce matériau un très bon candidat pour des applications industrielles. Mais le verrou technologique à lever pour que son application soit possible réside dans sa mauvaise adhérence. Plusieurs études menées ces dernières années révèlent qu'au-delà de 200 nm d'épaisseur, les films produits se délaminent prématurément après dépôt. Nous pensons que la solution à cette faible adhérence peut être trouvée dans le système Zr-B-N qui nous permettrait de nous affranchir de la sous-couche de h-BN qui, à notre sens, représente l'handicap de la multicouche que l'on appelle communément film de c-BN. Une récente étude [78] a montré qu'un film mince de c-BN est défini comme la succession d'une couche amorphe de BN (a-BN) à l'interface film/substrat, suivie par une couche texturée de h-BN (turbostratique) puis d'une couche épaisse de c-BN et enfin une couche fine de h-BN.

Il a été démontré par ailleurs, que cette sous-couche de h-BN présente un pic de contraintes très élevé égale à -15 GPa [87]. La conversion de cette couche en c-BN entraîne la relaxation des contraintes internes et la densification de la couche.

Ainsi, en incorporant Zr dans les films de BN, nous voulons transformer la morphologie en cascade des films en une couche majoritairement c-BN qui aurait eu comme site de nucléation des cristallites de BN turbostratiques dispersées (figure.IV.2.1) évitant ainsi la formation d'une couche continue de h-BN responsable de la délamination du film.

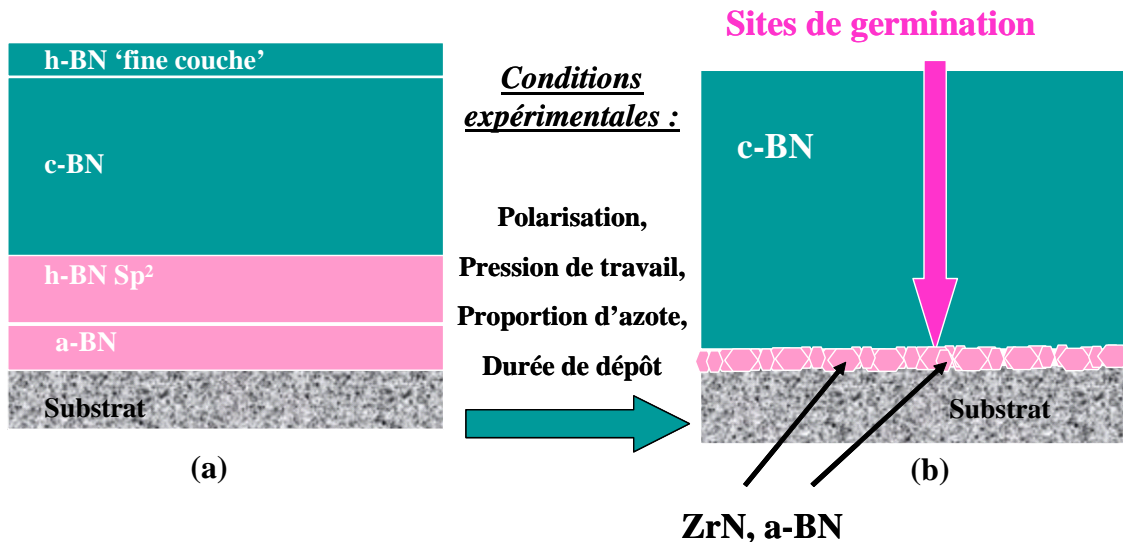


Figure.IV.2.1 : (a) Texture d'un film de c-BN [78], (b) But de notre étude

Le but initial de notre étude était donc de vérifier la faisabilité de notre hypothèse à savoir : est-il possible d'obtenir des films de c-BN à partir d'une cible frittée de ZrB₂ pulvérisée dans une atmosphère d'azote ? Si tel est le cas, vérifier si nous avons effectivement une couche de BN turbostratique discontinue.

IV.2.2. Élaboration des films de ZrBN

Le bâti de pulvérisation triode R.F utilisé pour l'élaboration des films de ZrBN a été présenté dans le paragraphe II.1.1.2. La pulvérisation de la cible ZrB_2 a été effectuée dans une décharge plasma constituée d'un mélange d'argon et d'azote à différentes proportions. Tous les films ont été élaborés après que le vide résiduel de la chambre de dépôt ait atteint 5×10^{-5} Pa.

IV.2.3. Structure des films

Sans idée préconçue sur les conditions de dépôts qui permettent l'obtention d'un taux maximal de la phase cubique de c-BN, nous avons réalisé les premiers films de ZrBN à 5, 7 et 9 μ bar de pression de travail en faisant varier les proportions d'azote dans le plasma ainsi que la tension d'auto-polarisation du porte-substrats.

Sur la figure IV.2.2 sont résumés les spectres FTIR des films ZrBN élaborés.

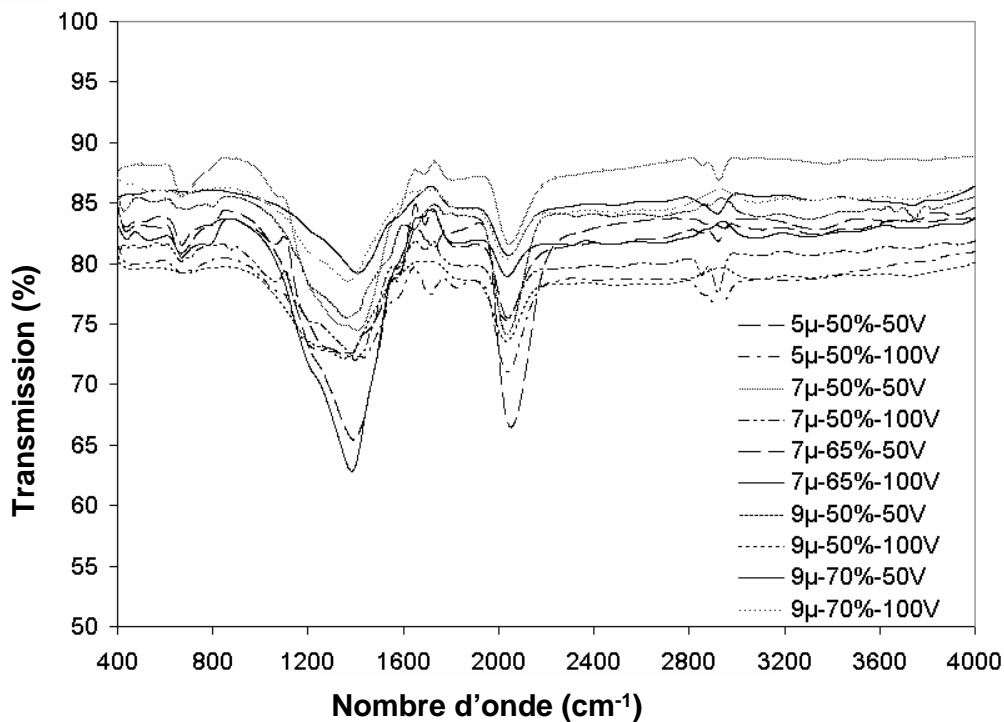


Figure.IV.2.2 : Spectres FTIR des films de ZrBN élaborés à des pressions de travail de 5, 7 et 9 μ bar

La phase hexagonale de h- BN est caractérisée par deux modes actifs infrarouges : E_{1u} et A_{2u} [79].

- le mode actif infrarouge E_{1u} est caractéristique de vibrations d'élongation inter-planaires de liaisons B-N-B et n'est excité qu'avec une polarisation E orthogonale à l'axe c.
- le mode actif infrarouge A_{2u} est caractéristique de vibrations de flexion inter-planaires de liaison B-N-B et n'est excité qu'avec une polarisation E parallèle à l'axe c.

Les nombres d'onde d'absorption des modes actifs IR de h- BN sont reportées dans le tableau IV.2.1

Modes	A _{2u}	A _{2u}	E _{1u}	E _{1u}
Nombres d'onde	828 cm ⁻¹	783 cm ⁻¹	1610 cm ⁻¹	1367 cm ⁻¹

Tableau IV.2.1 : Fréquences des modes d'absorption de h-BN

La phase c-BN montre une unique bande d'absorption autour de 1065 cm⁻¹.

Des premiers dépôts réalisés, nous constatons que le pic relatif à la phase c-BN est visible dans le cas de films réalisés à faibles pressions de travail et proportions d'azote dans la décharge plasma. L'apparition du pic c-BN parallèlement à la diminution de l'amplitude du pic relatif à h-BN a été également observée quand la tension d'auto-polarisation augmente. Nous avons donc mené une deuxième campagne de dépôts à 3 et 4μbar, 25% d'azote dans le plasma tout en faisant augmenter graduellement la tension d'auto-polarisation de -50 à -175V.

De la figure IV.2.3, nous observons que pour les films élaborés à 3μbar, la quantité de la phase h-BN diminue lorsque l'on augmente la tension d'auto-polarisation. Des observations similaires ont été faites pour les couches réalisées à 4μbar. À -175V, nous notons la présence d'un pic fin relatif à la phase c-BN contre la quasi-disparition du pic h-BN.

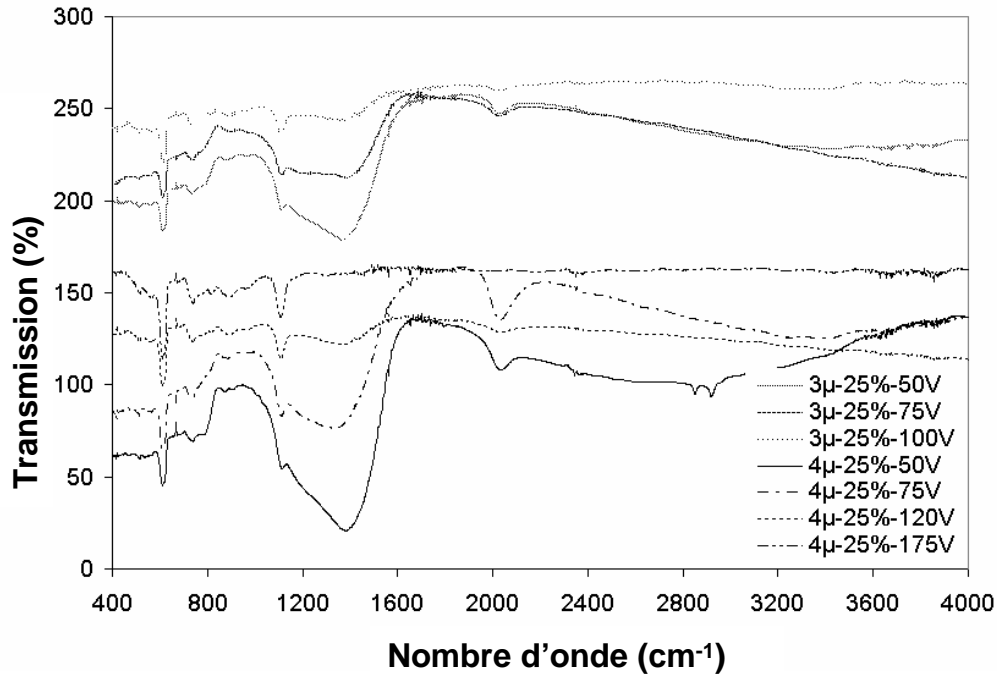


Figure IV.2.3 : Spectres FTIR des films de ZrBN élaborés à des pressions de travail de 3 et 4μbar

IV.2.4. Vitesse de dépôt et contraintes internes

En ce qui concerne les vitesses de dépôts des films, à partir de la figure IV.2.4 nous observons que l'augmentation de la tension d'auto-polarisation jusqu'à -120V induit une augmentation de l'épaisseur des couches (vitesse de dépôts). À partir de ce seuil (-120V), la vitesse de dépôt chute sans doute à cause de la repulvérisation de la couche déposée.

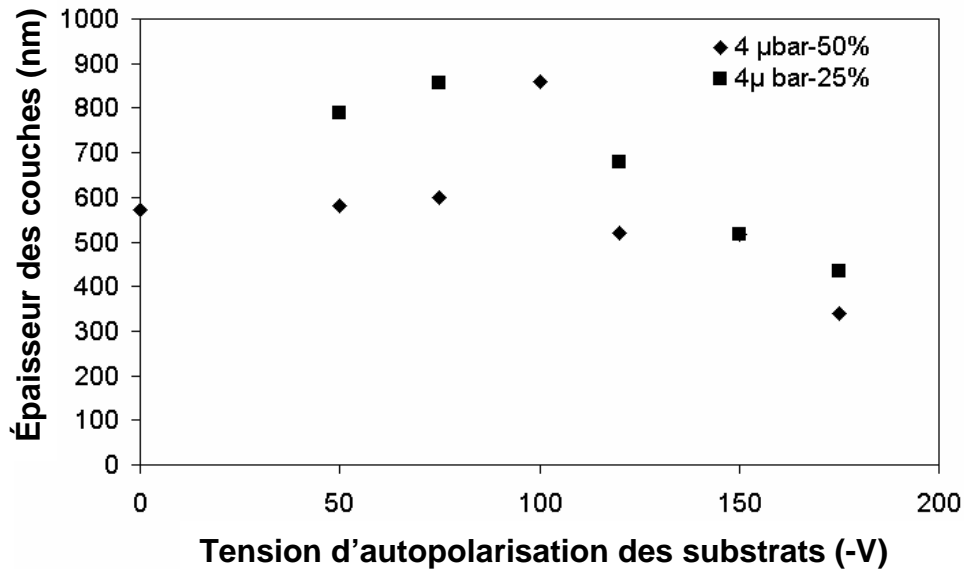


Figure IV.2.4 : Évolution de l'épaisseur des couches de ZrBN en fonction de la tension d'auto-polarisation

La figure IV.2.5 montre l'influence de l'augmentation des proportions d'azote dans le plasma ainsi que la tension d'auto-polarisation sur les vitesses de dépôts des couches obtenues à 4μbar. Ainsi, l'augmentation de ces deux paramètres conduit à la diminution de l'épaisseur des couches.

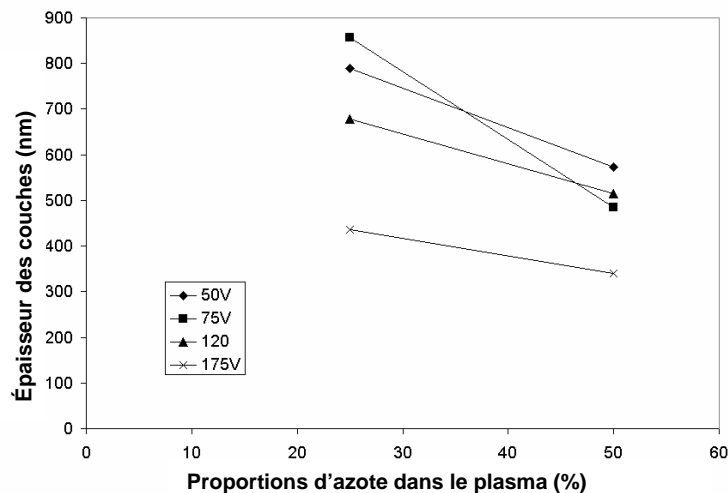


Figure IV.2.4 : Evolution de l'épaisseur des couches en fonction des proportions d'azote dans le plasma

Normalement, l'augmentation de la tension d'auto-polarisation conduit à développer d'importantes contraintes internes dans les films à cause du bombardement ionique qui

accompagne la germination puis la croissance des films. Cependant à partir de la figure IV.2.5, nous notons que les films ayant des épaisseurs comprises entre 400-600nm déposés à 25% d'azote dans le plasma et 4µbar de pression de travail présentent de relatives faibles contraintes (0,2 à 0,45 GPa). Dans le cas des couches élaborées à 50% de N₂, le même comportement a été observé.

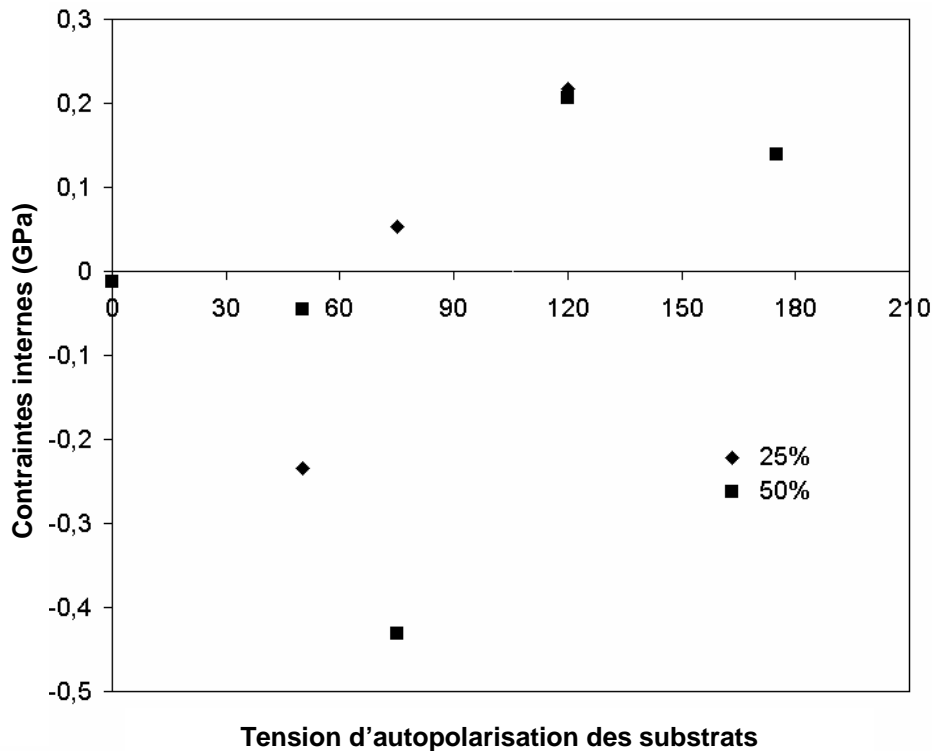


Figure IV.2.5 : Contraintes internes des films de ZrBN en fonction des proportions d'azote dans le plasma et de la tension d'auto-polarisation des substrats.

IV.2.5. Conclusion

En conclusion, on peut dire que la spectroscopie infrarouge a permis de détecter la présence d'hybridations sp^2 et sp^3 de BN dans un film de ZrBN. Le taux de c-BN augmente avec la tension de polarisation mais les contraintes dans les films restent relativement faibles. Cette étude a donc permis d'obtenir des films contenant de forts taux de c-BN avec des contraintes relativement faibles. Néanmoins, les analyses des films par EDS et XPS montrent que leur concentration en oxygène dépasse largement 20 % (figure IV.2.6). Ces taux élevés d'oxygène sont susceptibles non seulement d'expliquer la relaxation de la contrainte dans les films mais aussi le fait qu'ils soient amorphes et que ZrN ne soit pas cristallisé (aucun pic observé en DRX). Par contre, ils rendent les films non uniformes et non adhérents au substrat ce qui n'a pas permis de faire les analyses MET-HR envisagées initialement pour observer l'interface. Dans l'impossibilité de faire diminuer ce taux d'oxygène, car nous n'avons eu ni le temps ni le matériel nécessaires pour déceler la fuite au sein de notre bâti de dépôt, nous avons été dans l'obligation de reporter cette étude.

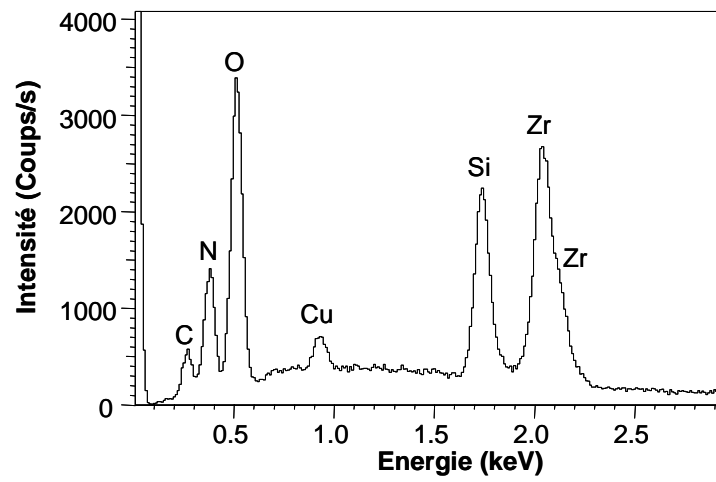


Figure IV.2.6 : Spectre EDS d'un film de ZrBN contenant un fort taux d'oxygène

IV.3. MICRODEROULAGE DE HETRE AVEC OUTILS PRE-RODES PAR SABLAGE

Introduction

Les essais de microdéroulage réalisés à l'ENSAM de Cluny dans le cadre de projets de fin d'études, DEA ou thèse ont soulevé un grand nombre de questions. Parmi celles-ci : est-ce que pré-roder l'arête de coupe des outils ne conduirait pas à augmenter sa capacité à résister aux chocs ?. Mais aussi, ce prétraitement de l'arête ne pourrait-il pas augmenter l'adhérence des revêtements durs, sachant que ce genre de traitement éliminerait les bavures (affûtage des outils), évitant par là même le morfilage des outils.

Afin de répondre à ces questions, nous avons réalisé des essais de microdéroulage de hêtre avec des outils pré-rodés par sablage. Nous avons tout d'abord réalisé une première campagne de test avec une méthode manuelle de sablage. Au vu de la non reproductibilité de cette méthode de traitement, nous avons par la suite réalisé une seconde campagne avec une méthode automatisée de sablage.

IV.3.1. Première campagne

IV.3.1.1. Le sablage

La sableuse (VAPOR BLAST- ELVE HEC 221) employée pour réaliser les traitements de pré-rodage est montrée sur la figure.IV.3.1. Dans le but de comparer l'effet de la durée de sablage sur le comportement mécanique des couteaux, trois temps d'exposition ont été utilisés : 2, 5 et 10s.

Le principe du traitement est montré sur la figure.IV.3.1. L'opérateur maintient manuellement la pièce et pulvérise la surface à traiter avec un mélange composé de grains de sable et d'eau sous haute pression grâce à un pistolet appelé 'dard'. Dans notre cas, le dard a été maintenu à une distance de 100 mm de l'arête de coupe perpendiculairement à celle-ci décrivant un mouvement d'aller-retour. Le mélange utilisé était composé de grains de corindon ($15\ \mu\text{m}$ de diamètre) et d'eau sous une pression de sortie de 4 bars. L'opération se faisant manuellement. Il est à noter que le bâti utilisé ne permet pas de traiter des pièces excédant 500 mm de longueur.



Figure.IV.3.1 : Sableuse VAPOR BLAST- ELVE HEC 221



Figure.IV.3.2 : Principe du sablage

Un autre type de sablage est également très fréquemment employé : le sablage humide. Il est utilisé pour les opérations telles que l'amélioration d'aspect, le nettoyage, le décapage, la préparation de substrats avant revêtements, l'ébavurage, la précontrainte, la décontamination, ...

Les surfaces traitées en voie humide présentent un état de propreté physico-chimique presque parfait. Ce procédé est particulièrement adapté aux traitements de pièces mécaniques fragiles et précises comme dans notre cas. Les principaux avantages de ce procédé sont :

- absence de poussière
- possibilité d'utiliser des abrasifs fins et très fins, y compris les quartz et silices proscrits en voie sèche
- fragmentation réduite grâce au film d'eau, risques d'inclusions limités, l'eau jouant un rôle d'amortisseur.

IV.3.1.2. Quantification de l'arrondi d'arête après sablage

Nous avons essayé de quantifier l'arrondi d'arête des outils, dans un premier temps par des observations au MEB mais le gabarit des outils ne permet pas leur placement dans la chambre d'analyse. Dans un deuxième temps, nous avons effectué des observations au microscope optique avec un fort grossissement comme montré sur la figure.IV.3.3.a. À partir de cette figure, il est clair que la quantification de la géométrie de l'arête ne peut être faite par cette seule méthode. De plus, lors du sablage, les extrémités de l'arête de coupe ont été érodées et l'arête de coupe s'est affaissée d'au moins 1 mm par rapport à son centre.

Nous avons donc testé une troisième méthode de quantification de l'arrondi de l'arête consistant à observer l'empreinte faite par celle-ci dans un moule en silicone (figure.IV.3.3.b). Encore une fois, la mesure n'a pu être quantifiable. La résolution et le grossissement maximal de l'image prise n'ont pas pu permettre la mesure.

Une dernière méthode a été testée. Elle a consisté à observer la tranche d'une résine dure obtenue à partir du moulage en silicone de l'arête de coupe. L'arête en résine ainsi obtenue présentait un méplat dû au retrait de la résine lors du refroidissement, d'où une géométrie approximative de l'arête (figure.IV.3.3.c).

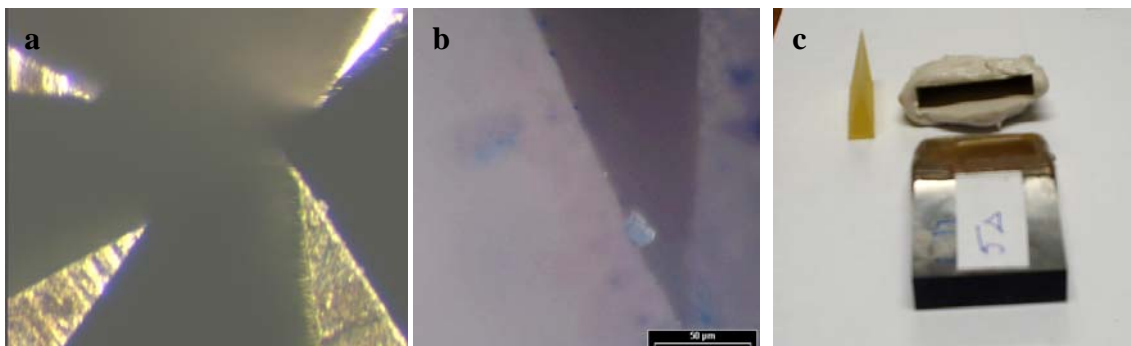


Figure.IV.3.3 : (a) Arête de coupe observée au MO, (b) Empreinte du couteau en silicone, (c) Couteau, moule et contre-moule en résine dure.

IV.3.1.3. Mesure des efforts de coupe

Pour la mesure des efforts de coupe \vec{X}_C et \vec{Y}_C , nous avons utilisé un système PULSE (7537A B&K). C'est un multianalyseur de signaux acoustiques ou vibratoires (FFT, bandes d'octaves, analyse modale, zoom,...) en temps réel à 5 canaux capable, de garantir une fréquence utile de 25,6 kHz (la fréquence d'échantillonnage maximale étant 65536 Hz) tout en assurant une précision excellente de mesure ($\pm 0,05$ db d'incertitude sur l'amplitude dans le cas les plus défavorables).

Un exemple de mesure est donné sur la figure.IV.3.4. Hormis le fait qu'un tel dispositif permet la récolte des efforts de coupe, il permet également de retracer le déroulement de l'usinage.

En effet, sur le signal de l'effort \vec{Y}_C on remarque l'émergence de deux zones : la première (zone 1) correspond aux premiers instants du déroulage (refus de coupe), s'ensuit alors l'amorçage du déroulage. Sur la zone 2 on remarque un pic convexe d'effort qui correspond à la présence d'une fissure au sein de la rondelle usinée qui favorise la plongée de l'outil dans le bois. Ceci se traduisant par une nette chute de l'effort de coupe FX_C . Ce pic est retrouvé à chaque révolution de la rondelle.

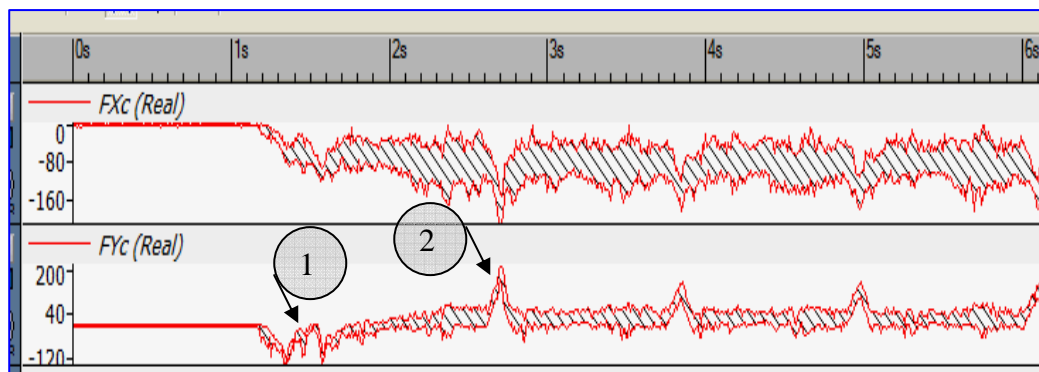


Figure.IV.3.4 : Signaux des efforts \vec{X}_C et \vec{Y}_C sur le PULSE

La mesure des efforts a été réalisée pendant 15s ce qui correspond aux 10 premiers tours de déroulage.

IV.3.1.4. Microdéroulage de hêtre

IV.3.1.4.1. Efforts de coupe

Pour réaliser les essais, nous avons utilisé des rondelles de hêtre provenant de différents billons. Les rondelles ont été maintenues dans l'eau à température ambiante.

La campagne d'essais a consisté à dérouler les rondelles sur 50 m avec différentes épaisseurs de copeaux comprises entre 0.5 et 3 mm afin de constater l'effet du sablage sur le copeau produit. L'angle de dépouille des outils a été maintenu constant et égal à 1° , la vitesse linéaire de déroulage était de 1 m/s.

La figure.IV.3.5 montre l'évolution de la composante \vec{Y}_C des efforts de coupe, représentant le refus (signe -) ou l'aptitude (signe +) à la coupe, par rapport à l'augmentation de l'épaisseur des copeaux usinés.

À faibles épaisseurs de copeau (0.5mm), l'outil témoin ainsi que ceux sablés durant 2 s et 10 s ont un comportement similaire et ont des valeurs d'efforts comprises entre 0 et 10 N. Aux épaisseurs de placages plus importantes, le comportement des outils sablés suit toujours une même courbe. L'allure de cette courbe décrite par l'outil témoin montre un léger détachement des autres courbes et tend vers des valeurs d'efforts plus importantes ce qui était quelque peu prévisible au vu de son acuité d'arête.

Bien qu'ayant un arrondi théorique d'arête compris entre celui de l'outil sablé pendant 2 s et celui sablé durant 10 s, l'outil sablé pendant 5 s montre un comportement complètement différent des précédents. En effet, la courbe que décrit cet outil est éloignée de toutes les autres courbes, alors que sur la base des traitements subis, elle devrait être entre les courbes des outils traités pendant 2 et 10 s.

De plus, aux faibles épaisseurs de copeaux, cet outil présente déjà un refus de coupe ($Y_c < 0$), comportement qui était plutôt attendu dans le cas de l'outil sablé pendant 10 s.

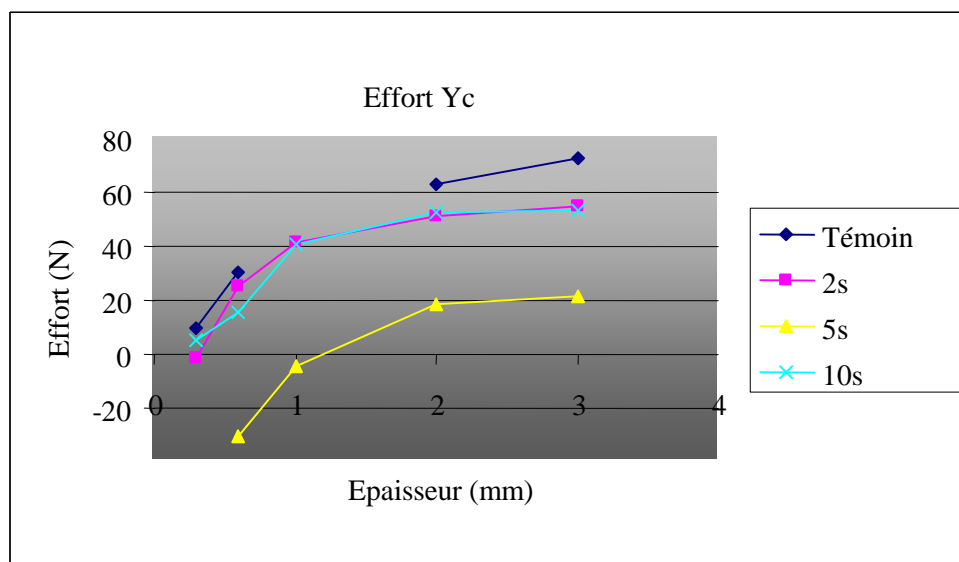


Figure.IV.3.5 : Évolution de Y_c en fonction de l'épaisseur de placage.

Sur la figure.IV.3.6 est reportée la mesure des efforts \vec{X}_C en fonction de l'épaisseur de copeau. Aux faibles épaisseurs, il apparaît que le rodage n'a que très peu d'influence sur l'effort \vec{X}_C , à l'exception de l'outil sablé pendant 5 s. Par contre, aux épaisseurs plus importantes, l'ordre est respecté. Néanmoins, nous retenons que l'outil non rodé présente une valeur d'effort proche de celle de l'outil rodé pendant 10 s, preuve que l'effort \vec{X}_C dépend plus de la section du copeau qu'il ne dépend de l'arrondi de l'arête. Ainsi, nous notons que le sablage n'agit que très peu sur l'effort \vec{X}_C .

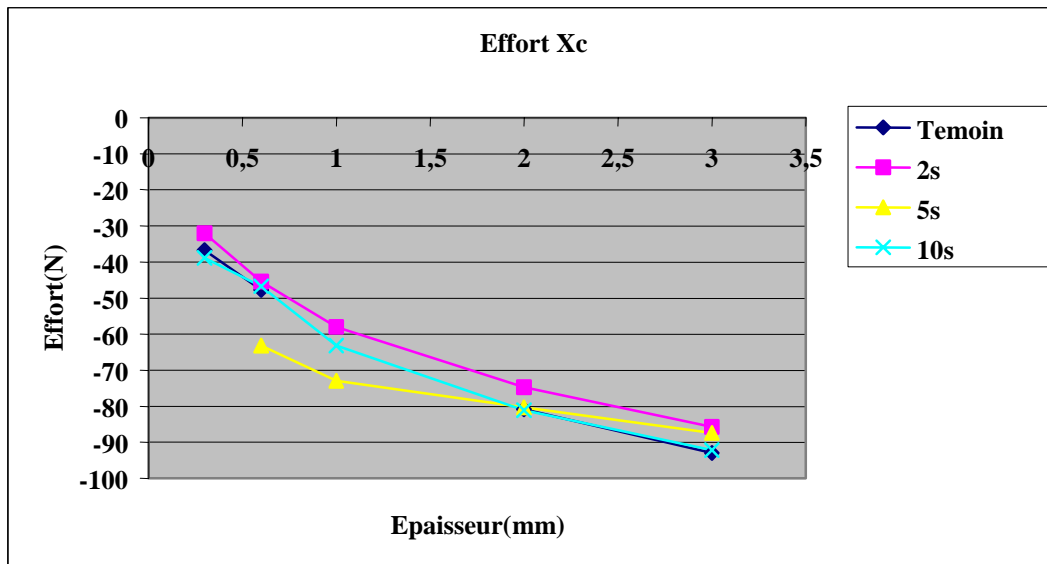


Figure.IV.3.6 : Évolution de X_c en fonction de l'épaisseur de placage

Les micrographies des placages produits sont présentées sur la figure.IV.3.7.



Figure.IV.3.7 : Placages produits en fonction de l'épaisseur du copeau et du type de traitement

Les placages de 1 et 2 mm d'épaisseur montrent un aspect similaire quelle que soit la durée du sablage. La modification de l'acuité d'arête des outils ne semble donc pas induire un changement sur la qualité des copeaux aux faibles épaisseurs. Or à 3mm d'épaisseur, les placages se fissurent. Ces défauts sont plus marqués sur les placages produits par les copeaux traités pendant 5 et 10 s. Cette fissuration n'est pas due aux traitements de rodage mais à l'épaisseur importante du copeau.

IV.3.1.4.2. Tests de chocs

Nous avons effectué des tests de microdéroutage sur des rondelles de hêtre en simulant des chocs couramment rencontrés en industrie du déroulage. Pour ce faire, nous avons utilisé une rondelle dentée en hêtre afin de créer une discontinuité de coupe telle que la montre la figure.IV.3.8.a. Les premiers tests ont été réalisés avec le couteau sablé pendant 2 s et ceci en partant du principe que si ce couteau résiste bien aux chocs en comparaison avec l'outil témoin, l'outil traité pendant 10 s ne pourra être qu'aussi résistant, grâce à un arrondi d'arête plus important. C'est pour cette raison que nous n'avons testé que l'outil sablé pendant 2s.

Après les premières observations au microscope optique, il s'est avéré que cette méthode de simulation n'est pas efficace. En effet, nous n'avons pas constaté d'endommagement de l'arête de coupe ni pour le témoin ni pour l'outil traité pendant 2s.

Ceci nous a conduit à tester une autre méthode. Nous avons inséré dans une rondelle de hêtre un tourillon (également de hêtre) sur une profondeur de 20 mm en partant de la circonférence vers le centre de celle-ci. Le sens des fibres du tourillon est perpendiculaire à ceux de la rondelle augmentant ainsi la dureté locale de contact (figure.IV.3.8.b) et simulant l'orientation des fibres d'un nœud.

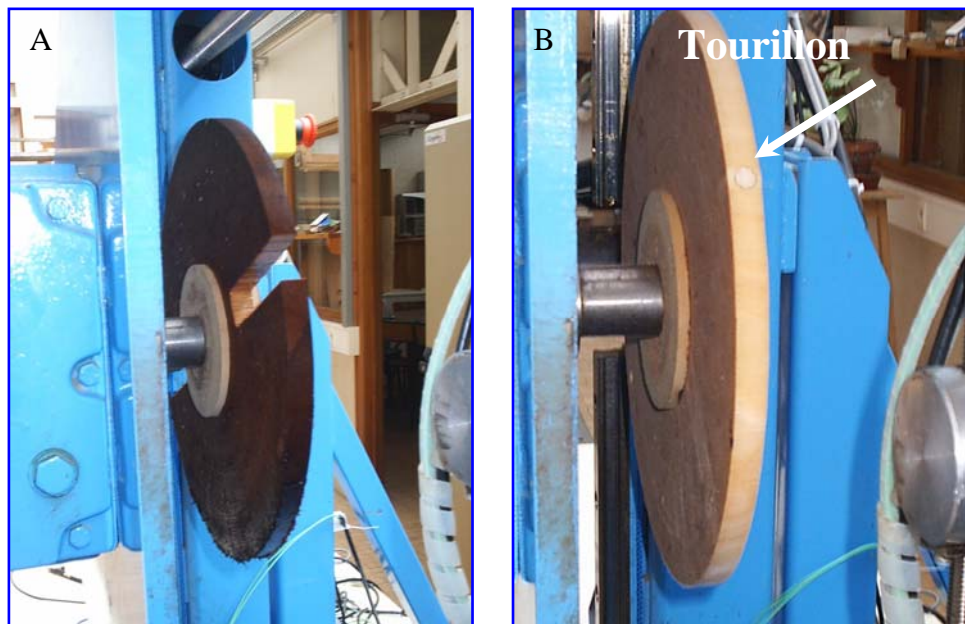


Figure.IV.3.8 : Tests de chocs avec : (a)une rondelle dentée, (b) des tourillons

Nous avons effectué des essais sur 50 m de déroulage sous les mêmes conditions que pour la mesure des efforts. L'épaisseur du copeau produit a été fixé (1 mm).

Les micrographies des arêtes de coupe relatives aux deux couteaux (témoin et 2 s) sont présentées sur la figure.IV.3.9. Il est clair que le rodage par sablage même pendant une durée faible (2s) a augmenté la résistance de l'arête de coupe. Sur la figure.IV.3.9, nous constatons un recul d'arête marqué par l'écrasement du métal de l'outil dans le cas du témoin. L'arête de l'outil sablé pendant 2s présente un aspect régulier (figure.IV.3.9.b).

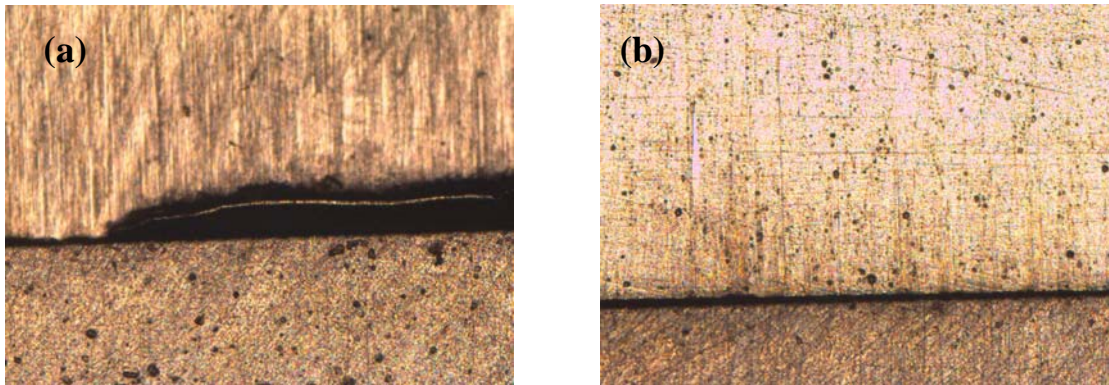


Figure.IV.3.9 : Essais avec tourillon : (a) Outil témoin, (b) Outil sablé pendant 2 s

IV.3.1.4.3. Essais d'usure

Suite à ces résultats, nous avons étudié l'effet du pré-rodage de l'arête sur sa résistance à l'usure par abrasion. Pour ce faire, nous avons déroulé des rondelles de hêtre sur une distance de 2600 m dans les mêmes conditions que précédemment. Nous avons testé uniquement l'outil sablé durant 10s, l'outil sablé durant 2s ayant été précédemment endommagé par les tests de chocs. L'outil traité présente une meilleure résistance à l'usure que l'outil classique (Figure.IV.3.10). Ceci était prévisible dès le départ car le rodage de l'outil 10s n'est qu'un état avancé de l'usure que subit l'outil témoin. Ainsi, l'usure de l'outil rodé est moins rapide que celle de l'outil témoin. Mais ces deux courbes semblent diverger, ce qui laisse penser que le recul de l'arête de coupe de l'outil sablé sera moins important que celui de l'outil témoin quand ce dernier arrive à sa fin de vie. Pour des contraintes d'expérimentation, nous avons dû stopper les essais.

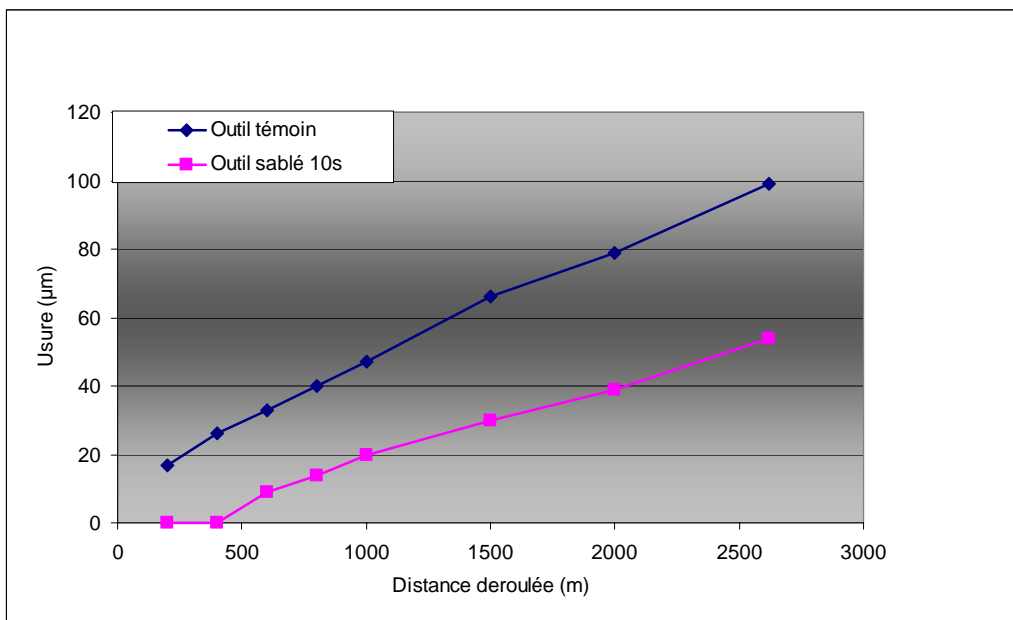


Figure.IV.3.10 : Microdéroulage de l'outil sablé pendant 10 s et de l'outil témoin

En ce qui concerne la mesure de l'effort de coupe \bar{Y}_C (figure.IV.3.11), l'outil rodé présente des valeurs d'effort sensiblement inférieures à celles de l'outil non rodé

indiquant un refus de coupe légèrement plus important. Par contre, après 2000m de déroulage, il semblerait que la tendance à couper serait plutôt attribuée à l'outil rodé comme en témoigne la valeur négative de l'effort \bar{Y}_C de cet outil. Pour s'assurer d'un tel résultat, l'usinage d'une plus grande distance aurait été nécessaire.

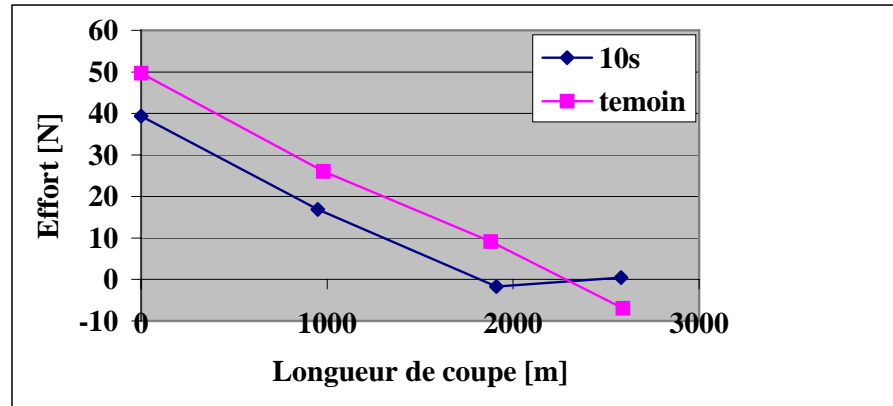


Figure.IV.3.11: Effort de coupe Y_c en fonction de la longueur de déroulage.

IV.3.1.5. Conclusion de la première campagne

Des tests de microdéroutage de hêtre, des mesures d'efforts de coupe et des observations micrographiques ont été réalisées sur des outils dont la géométrie de l'arête de coupe a été modifiée par sablage pendant différentes durées. La mesure des efforts a révélé que la composante \bar{X}_C de l'effort globale de coupe dépend de l'épaisseur du copeau tandis que la composante \bar{Y}_C est en relation avec l'état initial de l'arête de coupe. Un sablage pendant 10s conduit à une élévation de cette composante et à la tendance au refus de coupe.

Nous avons vu également que le simple fait de pré-roder l'outil pendant 2s permet de renforcer la résistance mécanique de l'arête de coupe et par la même sa résistance aux ébréchures.

Par ailleurs, nous pensons que le comportement inattendu de l'outil pré-rodé pendant 5s est induit par le procédé en lui-même. En effet, les outils ont été sablés manuellement provoquant un affaissement de leurs extrémités. Les résultats de ces essais doivent donc être interprétés avec prudence.

Aussi, nous avons décidé de mener une nouvelle campagne de tests avec des outils pré-rodés mais cette fois avec une méthode automatisée ; une méthode ainsi non conditionner par la façon de procéder de l'opérateur. Deux temps de sablage ont été appliqués aux outils pour constater l'effet de deux rayons différents d'arrondi d'arête.

Par la suite nous avons revêtu les couteaux pré-rodés avec une couche de CrAIN optimale sur leurs deux faces (face d'attaque et de dépouille) et nous les avons testés en microdéroutage de hêtre. Nous avons gardé la même démarche expérimentale que pour la première campagne à savoir : la mesure d'efforts de coupe et de reculs d'arête.

Les résultats de cette nouvelle campagne sont présentés dans le chapitre suivant.

IV.3.2. Deuxième campagne

IV.3.2.1. Sablage automatisé

Cette nouvelle méthode de sablage consiste à pulvériser perpendiculairement l'arête de coupe de l'outil avec un dard dont le mouvement de décente/montée est piloté par un programme informatique.

L'outil est placé sur un porte-échantillons se trouvant sur la base de la chambre de sablage. Le porte-échantillons est animé par un double mouvement rotatif : l'un faisant décrire à l'outil un mouvement de rotation autour de l'axe A et l'autre autour d'un axe passant par le centre de l'enceinte (axe B, figure.IV.3.12). Ce déplacement relatif du dard par rapport à la pièce à traiter ainsi que les mouvements de rotation de cette dernière sont appliqués dans le but d'obtenir un sablage homogène sur toute la largeur de l'arête.

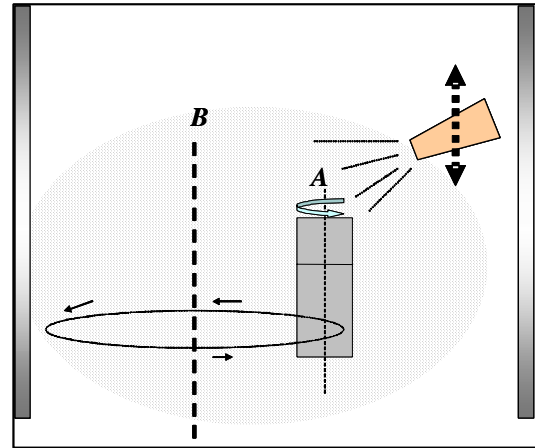


Figure.IV.3.12 : Principe du sablage automatisé

Un cycle de pulvérisation est défini par la décente du dard vers l'outil puis sa remontée. Deux durées de traitement ont été ainsi appliquées à 4 outils. Nous avons retenu deux couteaux pour chaque traitement (tableau.IV.3.1).

Nombre de couteaux	Durée du traitement
2	Un cycle (1 aller-retour)
2	Deux cycles (2 allers-retours)

Tableau.IV.3.1 : Nombre et durée des traitements des couteaux de microdéroulage

Une observation de l'aspect de l'arête de l'outil sablé pendant deux cycles a été réalisée au MEB (figure.IV.3.13). Elle révèle que cette dernière n'a pas une forme parfaitement ronde, ce à quoi on s'attendait. Sur certaine partie de l'arête elle présente plus un méplat qu'une forme arrondie. L'arête présente également des ondulations de très faible amplitude sur toute sa largeur. Par ailleurs, sur sa surface, on n'observe pas la présence de bavure d'affûtage. Nous avons donc confirmé que la méthode utilisée a modifié la géométrie de l'arête.

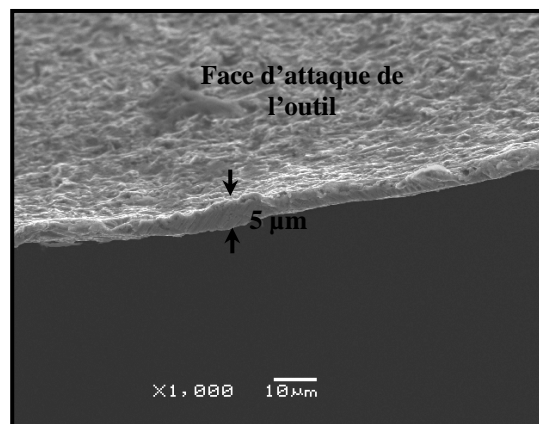


Figure.IV.3.13 : arête de coupe de l'outil rodé pendant deux cycles

En ce qui concerne la quantification de la largeur de l'arête, son arrondi est sensiblement égal à 5µm.

IV.3.2.2. Dépôt de CrAlN

Un couteau de microdéroutage sablé pendant deux durées différentes a été retenu et revêtu d'une couche de CrAlN ($1,5\mu\text{m}$) par pulvérisation magnétron R.F dans les conditions optimales définies dans le chapitre § IV.1.2.6 (tableau.IV.3.2) et ceci afin de voir l'apport de l'ébavurage et la modification de l'arrondi d'arête de coupe sur la tenue en usinage des outils.

T_{ap} (-V)	Pt (μbar)	P_p (%)	t (min)	t_{pp} (min)
-900	4	25	90	5

Tableau.IV.3.2 : Conditions de dépôts de CrAlN

Des observations au MEB ont été réalisées sur l'arête de coupe de l'outil sablé pendant deux cycles puis revêtu de CrAlN (figure.IV.3.14). La couche ainsi déposée est homogène sur toute la longueur de l'arête. La micrographie de la figure.IV.3.14.a montre que le revêtement couvre l'arête de coupe et ceci a été observé sur toute sa longueur (30 mm). Par ailleurs on note que la couche montre une apparente rugosité de surface observée sur la face de dépouille (figure.IV.3.14.b). La mesure des coefficients de frottement réalisée par pion-disque sur un même revêtement déposé sur un substrat acier de même nuance '90CMV8' et ayant le même état de surface initial que l'outil a donné une valeur de $\mu=0,3$; valeur plus faible que celle de l'acier non revêtu ($\mu=0,6$), ce qui ne devrait pas induire des efforts de coupe plus importants.

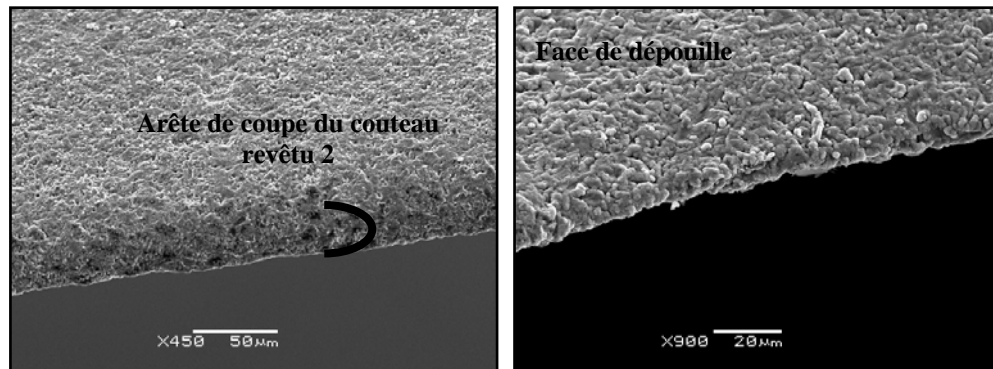


Figure.IV.3.14 : Micrographie des couteaux de microdéroutage revêtus de CrAlN

IV.3.2.3. Microdéroutage de hêtre

IV.3.2.3.1. Mesure des efforts de coupe

Comme nous l'avons vu précédemment, la composante \bar{Y}_C de l'effort de coupe global \bar{F}_C est fortement influencée par l'état initial de l'arête de coupe de l'outil (arrondi d'arête) et de l'angle de dépouille (surtout les angles négatifs de dépouilles) alors que la composante \bar{X}_C est influencée par la section de placage produit (épaisseur de copeau).

Ainsi, pour ces raisons nous nous sommes intéressés particulièrement à l'analyse des efforts de coupe \bar{Y}_c des différents outils testés. La mesure a été effectuée pendant les premiers tours de déroulage et sur une longueur totale de coupe de 3000m.

Dans le tableau.IV.3.3 sont résumées les appellations des outils selon le traitement de sablage ou/et le revêtement appliqués.

Appellation	Durée du sablage (nombre de cycles)	Couche de CrAIN
Témoin	0	Non
Rodé 1	1	Non
Rodé 2	2	Non
Revêtu 1	1	Oui
Revêtu 2	2	Oui

Tableau.IV.3.3 : appellation des outils testés

À 250 m de déroulage (figure.IV.3.15), l'outil témoin (non traité) possède une aptitude de coupe plus importante que les autres outils. Ce comportement était quelque peu attendu au vu de l'acuité de son arête (faible arrondi d'arête comparé à ceux obtenus après sablage ou/et revêtement). Après revêtement, l'arrondi d'arête des outils revêtus 1 et 2 devient plus important que celui avant dépôt, ce qui explique la plus importante aptitude à la coupe de l'outil rodé 2 par rapport aux outils revêtus 1 et 2.

Là où les mesures des efforts ne concorderaient pas avec les attentes initiales, c'est dans le cas de l'outil rodé 1. En effet et en théorie, cet outil devrait avoir une plongée d'outil plus importante que celle du rodé 2 à cause d'un arrondi d'arête plus faible, ce qui n'est pas le cas. Ceci étant, si l'on regarde le comportement des deux outils 150m plus tôt, la logique est préservée. Au vu de ce résultat, nous pensons que cette valeur a peut-être été faussée par les conditions d'expérimentation.

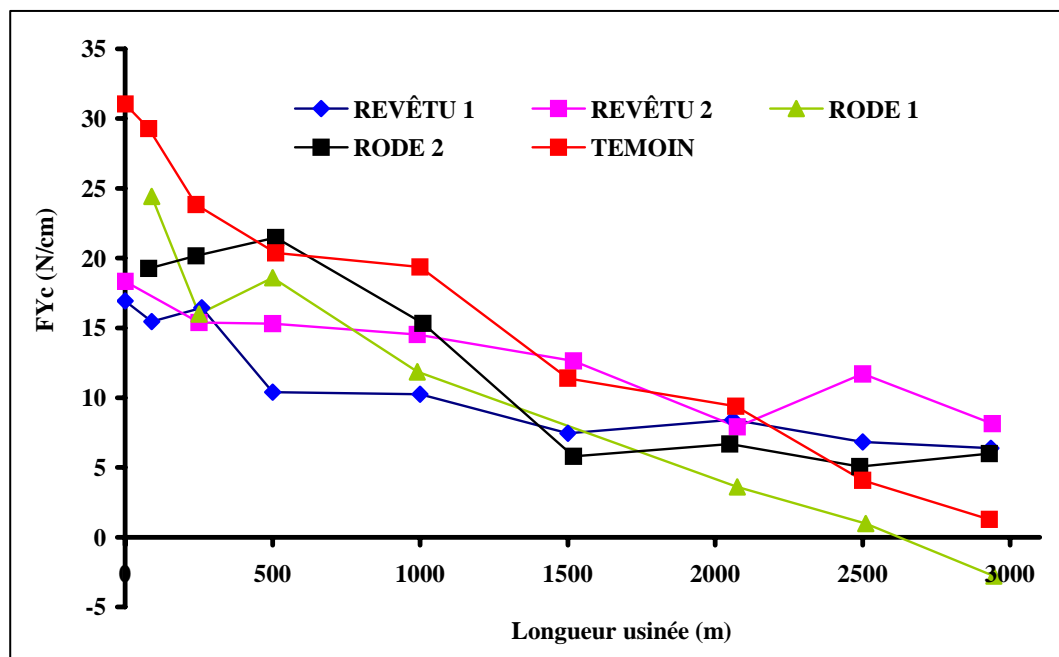


Figure.IV.3.15 : Évolution de l'effort Y_c des outils en fonction de la longueur de déroulage

En fin de déroulage, les deux outils : témoin et rodé 1 tendent à un refus de coupe (efforts négatifs) alors que les outils revêtus et rodé 2 semblent stables (efforts positifs). Encore une fois, le comportement de ces deux outils ayant un faible rayon d'arête comparés aux autres contredit nos attentes. La différence des valeurs mesurées n'est cependant pas importante et le début ou/et la fin du déroulage n'est pas représentative du comportement des outils sur l'ensemble du test.

L'observation des coefficients de régression linéaire des courbes de tendance montre clairement que l'aptitude au refus de coupe sur l'ensemble du test est en relation avec l'arrondi de l'arête des outils (figure.IV.3.16). En effet, les pentes des droites de l'évolution des efforts \vec{Y}_c mesurées pour les outils témoin, rodé 1 et rodé 2 augmentent avec la diminution du rayon de l'arête. Les outils revêtus 1 et 2 montrent également un comportement similaire.

On peut donc supposer que les mécanismes qui gouvernent l'usure de l'arête d'un outil rodé, qui est assimilé en théorie à une usure de celle-ci, soient différents de ceux qui gèreraient l'usure d'un outil brut d'affûtage avec un angle de bec vif. Ces courbes indiquent alors que le fait d'augmenter initialement le rayon d'arête des outils leur confère une aptitude à usiner plus longtemps.

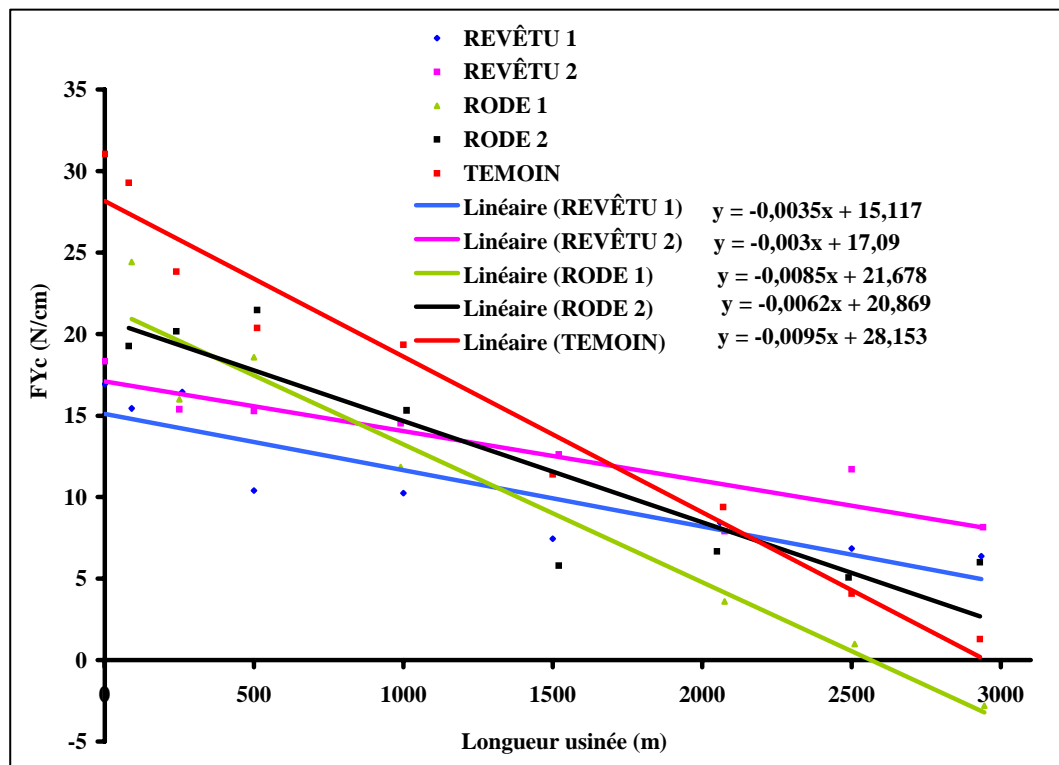


Figure.IV.3.16 : Droites de tendance et coefficient de régression linéaire

Un autre constat émane également de ces droites de tendances. Revêtir les outils après leur rodage leur procure une stabilité et un pouvoir de coupe plus importants.

En effet, les deux outils revêtus 1 et 2 possèdent des coefficients de régression linéaire plus faibles en comparaison avec ceux obtenus pour les outils non revêtus (tableau.IV.3.4).

D'après les calculs théoriques du tableau.IV.3.4, les deux outils revêtus 1 et 2 devraient permettre respectivement d'usiner une distance de 4320 et 5697 m avant que le mode ne bascule en régime de refus de coupe.

Appellation	Coefficient de régression linéaire	Longueur 'théorique' pour le changement du mode de coupe (m)
Témoin	-0,0095	2964
Rodé 1	-0,0085	2551
Rodé 2	-0,0062	3366
Revêtu 1	-0,0035	4320
Revêtu 2	-0,0030	5697

Tableau.IV.3.4 : Coefficients de régression linéaire

IV.3.2.3.2. Mesure de l'usure

Parallèlement à la mesure des efforts, nous avons également réalisé des mesures de recul d'arête des outils en fonction de la longueur totale usinée.

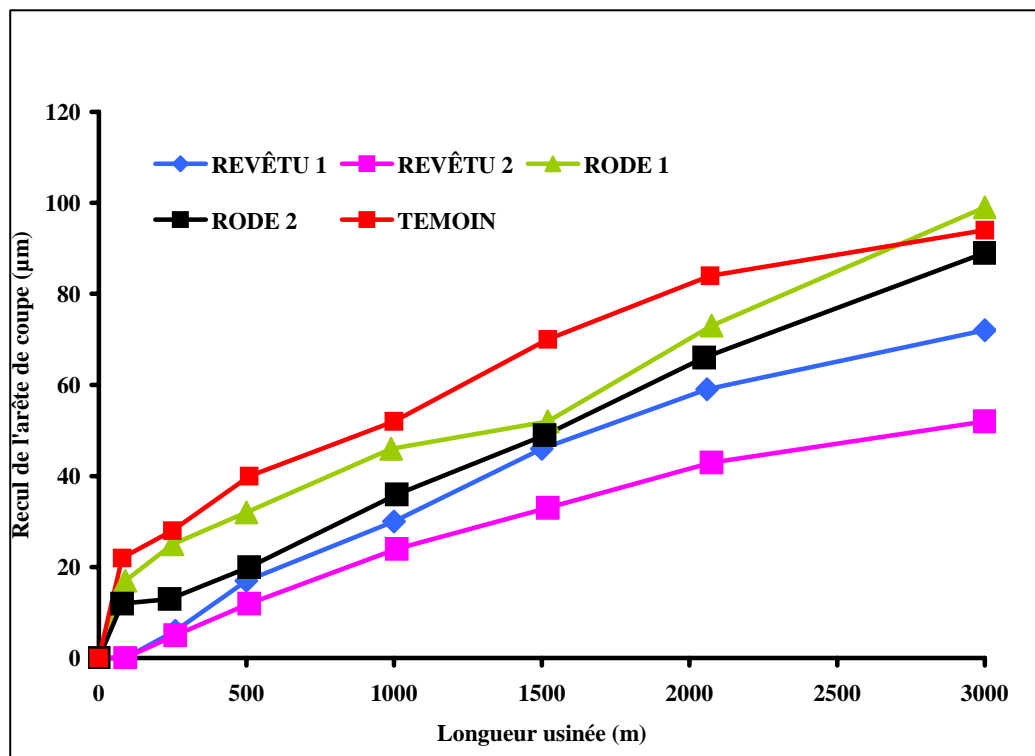


Figure.IV.3.17 : Recul d'arête des outils en fonction de la longueur de déroulage

Les tendances dégagées lors de la mesure des efforts se confirment (figure.IV.3.17). L'outil témoin possède les valeurs de recul d'arête les plus importantes, légèrement supérieures à celles mesurées pour l'outil rodé 1. Après 2800m de déroulage, ces deux courbes se rejoignent et à 3000m la valeur d'usure de l'outil rodé 1 est sensiblement supérieure à celle de l'outil témoin. L'outil rodé 2 en fin de déroulage présente des valeurs d'usures proche de celles des outils témoin et rodé 1.

Par ailleurs, les valeurs du recul d'arête en fin de procédé des outils revêtu 1 et 2 sont les plus faibles.

En fin de déroulage, la valeur du recul de l'arête de coupe de l'outil témoin est de 94 μm alors que celle de l'outil rodé 1 est de 70 μm et que celle de l'outil rodé 2 est de 52 μm .

Ce qui est également important à retenir, est que le rayon d'arrondi d'arête influe sur le comportement en coupe des outils revêtus. L'outil revêtu 2 possédant un arrondi d'arête plus important que celui de l'outil revêtu 1 présente une résistance à l'usure par abrasion supérieure.

Hormis le fait que CrAlN possède un faible coefficient de frottement, est-ce que le rodage de l'arête de coupe n'a pas amélioré l'adhérence du film conduisant à une moindre délamination du revêtement ?. Pour répondre à cette question nous avons réalisé des observations au MEB (figure.IV.3.18). Sur la face de dépouille de l'outil, CrAlN montre que très peu de recul par rapport à l'arête de coupe (15 μm) et ceci sur la totalité de la longueur de l'outil. Ce constat a aussi été fait sur la face d'attaque.

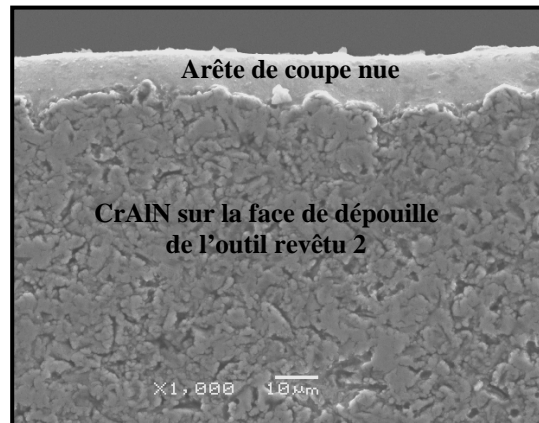


Figure.IV.3.18 : Arête de coupe de l'outil revêtu 2 après 3000 m de déroulage

L'ancrage de la couche a conduit à faciliter la glisse du copeau sur les deux faces de l'outil permettant ainsi une meilleure résistance à l'usure.

IV.3.2.4. Conclusion de la deuxième campagne

À l'inverse de la première partie de cette étude où l'on a utilisé une méthode de sablage manuelle, pour réaliser cette seconde campagne de tests nous avons employé une sableuse automatisée. Elle nous a permis de mieux tester l'effet de différentes durées de sablages préalables d'outils puis revêtus sur leur comportement en usinage du bois.

Des observations au MEB ont été réalisées sur les outils sablés. Elles révélèrent que l'arête présente de faibles ondulations après sablage. Cette modification des reliefs est peut-être due à la fragilité relative de l'arête. L'arête des outils sablés puis revêtus, montre un aspect régulier sur toute sa longueur.

La mesure des efforts \bar{Y}_C relatifs à la forme initiale de l'arête a permis de dégager des tendances en ce qui concerne l'effet de la modification de la géométrie. Il s'est avéré que plus l'arrondi d'arête est important, plus les outils sont aptes à couper. Aussi, appliquer une couche CrAlN sur les deux faces améliore la tenue en coupe des outils et diminue les efforts de coupe.

Nous avons aussi effectué des mesures de reculs d'arête avec les 4 outils modifiés. Les résultats sont en parfaite adéquation avec ceux obtenus à l'issue des mesures d'efforts. De plus, en observant l'arête de coupe des outils sablés puis revêtus, l'amélioration de l'ancrage de CrAlN sur l'arête s'est confirmé.

CONCLUSION GENERALE ET PERSPECTIVES

CONCLUSIONS GENERALES ET PERSPECTIVES

Les outils d'usinage du bois subissent d'importantes dégradations de leur arête coupante, causées par différents phénomènes complexes et qui se produisent dans bien des cas simultanément. Ces endommagements conduisent notamment à des pertes économiques conséquentes en industrie du bois (pertes de capacité de production, produits déclassés, coût de remplacement des outils). L'objectif de ce travail de thèse était d'apporter des solutions à l'usure prématurée des outils en usinage du bois. C'est aussi une contribution à la compréhension des mécanismes complexes d'endommagement des revêtements PVD simples et duplex destinés à l'usinage du bois. Pour ce faire, nous avons essayé de comprendre les mécanismes de croissance et de dégradation de revêtements PVD classiques ainsi que d'une nouvelle génération de revêtements durs PVD, de type nanocomposite ainsi que des traitements duplex (nitruration + dépôt PVD), tant d'un point de vue physico-chimique que tribologique, afin de définir les règles d'élaboration optimisées, nécessaires à leur utilisation industrielle pour la protection contre l'usure. Dans un premier temps, notre choix s'est porté sur des revêtements simples et classiques type : TiN, CrN et DLC. Par la suite, des composés ternaires ont été synthétisés et testés : nitrure de chrome enrichi d'aluminium CrAlN ou nitrure de bore enrichi de zirconium ZrBN. En ce qui concerne les prétraitements, nous avons choisi la nitruration basse température en raison des aciers utilisés dans l'usinage du bois qui ont une température de revenu de l'ordre de 400°C.

Suite aux résultats encourageants de travaux préliminaires, menés au sein du laboratoire, nous avons étudié le comportement d'outils modifiés par des films couramment utilisés en usinage métal tels que TiN, CrN et DLC ou bien des traitements de nitruration ionique, en usinage industriel du bois. En effet, la grande majorité des études menées dans le domaine de la coupe du bois a été réalisée en laboratoire et dans ce contexte, les conditions expérimentales sont différentes de celles utilisées en industrie où les couteaux (de grande tailles) ne sont pas soumis aux mêmes sollicitations : cinétique de coupe, grandes installations (machines de déroulage et tête de fraisage),

distance de coupe et temps d'emploi des copeaux, bois très hétérogène, corrosion, chocs.....

Dans un premier temps, une étude comparative entre des copeaux revêtus de TiN obtenus industriellement, et par la suite optimisés en laboratoire, avec du CrN a été menée en microdéroutage de hêtre. Il en a résulté que l'application de CrN permet une meilleure résistance au recul d'arête qu'il s'agisse de copeaux en acier allié '60SMD8' ou en acier rapide 'Z90WDCV2'. Au vu des bonnes performances qu'ont montré les copeaux revêtus de CrN, nous avons poussé plus loin nos investigations en réalisant des usinages en industrie, dans le cadre d'un projet européen CRAFT. La démarche des recherches menées dans ce projet était simple : différents traitements ont d'abord été testés en laboratoire (microdéroutage et déroulage) afin de déterminer ceux aptes à améliorer la résistance à l'usure de façon significative et d'être appliqués sur des outils industriels en déroulage et fraisage.

Les tests de déroulage ont montré que les modifications de surface des outils réalisées sur leurs deux faces (face d'attaque et de dépouille) améliorent la tenue en service ainsi que la qualité des placages. En fraisage, nitrurer ou revêtir de CrN les copeaux, a permis de diminuer le recul de l'arête des outils et d'augmenter leur résistance contre les ébréchures. Par ailleurs, l'intérêt que peut fournir l'application de modifications des surfaces à l'industrie de la coupe du bois est de pouvoir obtenir les mêmes performances d'outils après réaffûtage. Pour cela nous avons réalisé les mêmes usinages avec des copeaux réaffûtés. En déroulage (réalisé en laboratoire), les copeaux revêtus de CrN ont un comportement similaire aux copeaux conventionnels. Le même constat a été retenu pour les copeaux de fraisage, à l'exception de ceux nitrurés, qui ont permis d'usiner une semaine de plus que les copeaux conventionnels. Cette augmentation des performances a été attribuée au résidu de la couche de diffusion qui subsisterait après réaffûtage. En ce qui concerne le déroulage industriel, l'amélioration des performances grâce à CrN a été retenue. L'analyse de la surface des placages produits révèle que l'application du revêtement sur la face d'attaque des copeaux diminue l'ondulation des placages et leur rugosité et ceci quelles que soient les surfaces analysées (surface en contact avec la face de dépouille ou la face d'attaque).

Malgré des caractéristiques mécaniques et tribologiques moyennes, le dépôt dur de CrN a montré de bonnes performances en usinage du bois et ce, même dans des conditions

réelles d'utilisation. Nous avons donc décidé de poursuivre nos investigations par le développement de nouveaux systèmes ternaires tels que CrAlN et ZrBN. En effet, ces matériaux sont susceptibles d'avoir une dureté et une résistance à l'usure plus importantes que celles de CrN.

Ce passage de dépôt binaires vers des ternaires a nécessité une étape de transformation de notre bâti magnétron en « dual magnétron », constitué de deux cibles co-focales. Les modifications effectuées sur ce bâti étaient importantes et ont donc nécessairement induit quelques problèmes de fonctionnement qu'il nous a fallu résoudre. Nous avons dû consacrer une partie de la thèse à la remise en fonctionnement du système de dépôt et le résultat est tangible, puisque le LABOMAP dispose maintenant d'un réacteur « dual magnétron » dont les paramètres sont contrôlés.

Des films de CrAlN ont alors été synthétisés en utilisant une cible frittée de CrAl et une décharge d'argon et d'azote. Les conditions optimales d'obtention de CrAlN présentant de bonnes caractéristiques physico-chimiques et mécaniques ont été déterminées et les revêtements ont été appliqués sur des outils de coupe. Les résultats soulignent d'une part, la dureté importante et la diminution du coefficient de frottement conférée aux revêtements par l'adjonction d'aluminium, d'autre part, la nécessité de contrôler rigoureusement les conditions d'élaboration qui prévalent au comportement de la pièce en service. Ainsi, la dureté, l'adhérence, les contraintes internes, l'orientation cristallographique des couches semblent constituer les paramètres clés à optimiser lors du dépôt. Cette optimisation ne peut se faire que dans le cadre d'une étude spécifique consacrée au sujet mais nous espérons avoir mené une étude exploratoire qui a montré l'intérêt d'un tel matériau pour l'usinage du bois.

Pour ce qui est des films de ZrBN, les investigations microstructurales ont montré que le taux de c-BN augmente avec la tension de polarisation alors que les contraintes dans les films restent relativement faibles. Cette étude a donc permis d'obtenir des films contenant de forts taux de c-BN avec des contraintes faibles. Néanmoins, un certain nombre de problèmes restent à résoudre avant d'envisager l'utilisation des films de ZrBN comme revêtement de protection pour outil de coupe.

Enfin, nous nous sommes intéressés à la modification de la géométrie de l'arête de coupe des couteaux en utilisant la méthode de sablage. Avec des outils sablés manuellement on a davantage tendance à améliorer la résistance aux ébréchures que l'usure des outils et ce, indépendamment des modifications de surfaces. Afin de valider ces premiers tests et de nous affranchir de la façon de procéder de l'opérateur, nous avons mené une nouvelle campagne avec des outils pré-rodés mais cette fois avec une méthode automatisée. Des observations au MEB, réalisées sur les outils sablés, ont révélé que l'arête présente de faibles ondulations mais on n'observe pas la présence de bavure d'affûtage, ce qui confirme que cette méthode modifie bien la géométrie de l'arête. Par la suite, ces couteaux pré-rodés ont été revêtus d'une couche de CrAlN optimale sur leurs deux faces et testés en microdéroutage de hêtre. Il s'avère que les résultats obtenus sont en parfaite adéquation avec ceux des mesures d'efforts. De plus, en observant l'arête de coupe des outils sablés puis revêtus, on a constaté une amélioration de l'ancrage de CrAlN sur l'arête qui présente un aspect régulier sur toute sa longueur.

Bien que ce travail de thèse ait apporté des solutions à un certain nombre de problèmes liés à l'usure des outils de coupe du bois dans la première partie de la thèse, notre étude exploratoire sur les composés ternaires a soulevé plus de questions qu'elle n'a apporté de réponses. Il est donc évident que beaucoup d'autres pistes restent à explorer dans l'avenir :

L'utilisation de traitements duplex mais avec un meilleur contrôle du traitement pré-dépôt par l'utilisation de techniques originales comme la PIII (implantation ionique en plasma immergé) in situ ou le rechargement laser,...

Le développement, dans un premier temps, de revêtements CrAlN optimisés à partir de deux cibles Cr et Al afin de voir l'influence de l'aluminium dans CrN. En ce qui concerne le ZrBN, l'urgence consiste à s'affranchir de la contamination en oxygène dans les films. Par la suite, il faudra s'intéresser non seulement à l'adhérence des films de composés ternaires, leur dureté et leur ténacité mais aussi à leur résistance à l'oxydation et à la corrosion. Enfin, tout le domaine des revêtements multicouches et super réseaux reste encore à explorer.

La poursuite de l'étude du rodage de l'outil par sablage, mais ce travail doit s'insérer dans un cadre plus vaste qu'est l'étude de la géométrie de l'outil et son optimisation.

Tous ces travaux pourront faire l'objet de futurs thèses ou projets d'étude.

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [1] QINGSHUN B., YINGXUE Y., SHUODONG C., *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials* 20 (2002) 395-
 - [2] SHEIKH-AHMED J., Y, MORITA T., *Forest Products Journal* 52 (2002) 43-
 - [3] KUSIAK A., BATTAGLIA J-L., MARCHAL R., *International Journal of Thermal Sciences* 44 (2005) 289-
 - [4] GAUVENT M., ROCCA E., MEAUSOONE P.J., BRENOT P., *Wear* 261(2006) 1051-
 - [5] FOULGER A.N., *Classroom Demonstrations of Wood Properties*, US Govt. Printing Office, Washington, DC (1969)
 - [6] BEER PIOTR, Thèse de doctorat, N° 1998-40, ENSAM de Cluny
 - [7] PINHEIRO D., VIEIRA M. T., DIAS J. P, DJOUADI M. A., NOUVEAU C., *Proceedings of the 16th International Wood Machining Seminar*, Matsue, Japan, August 24 -27, 2003
 - [8] MOHAN G.B., KLAMECKI B.E., *Wear* 74 (1981) 85-
 - [9] KAMINSKI J., RUDNICKI J., NOUVEAU C., SAVAN A., BEER P., *Surface and Coatings Technology* 200 (2005) 83-
 - [10] PUGSLEY V. A., KORN G., LUYCKX S., SOCKEL H. –G., HEINRICH W., WOLF M., FELD H., SCHULTE R., *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials* 19 (2001) 311-
 - [11] BAYOUMI A.M., STEWART J.S., BAILEY J.A., *Wood Fibre Sci.* 20 (1988) 457-
 - [12] SHEIKH-AHMAD J. Y., STEWART J. S., FELD H., *Wear* 255 (2003) 1433-
 - [13] SHEIKH-AHMAD J. Y., J. BAILEY A., *Wear* 225-229 (1999) 256-
 - [14] SALJE E., *PROC. 9TH INTER. Wood Machining Seminar*, University of California-Berkley, CA., 1988., pp. 211-
 - [15] DARMAWAN W., TANAKA C., USUKI H., OHTANI T., *J. of Wood Sci* 47 (2001) 342-
 - [16] DARMAWAN W., TANAKA C., USUKI H., OHTANI T., *J. of Wood Sci.* 47 (2001) 94-
 - [17] KUZIAK A, Thèse de doctorat, Université de Bordeaux, 2004
 - [18] STEWART H. A., *Forest Product Journal* 54 (2004) 53-56
 - [19] WIJNGAARD J. H., *Communication Balzers*, http://www.balzers.fr/docs/Pdf/Metz_en.pdf
 - [20] SCHULZ A., STOCK H –R., MAYR P., STAEVES J., SCHMOECKEL D., *Surface and Coatings Technology* 94-95 (1997) 446-
 - [21] CUNHA L., ANDRITSCHKY M., REBOUTA L., SILVA R., *Thin Solid Films* 317 (1998) 351-
 - [22] LUGSCHEIDER E., BOBZIN K., BÄRWULF ST., HORNIG TH., *Surface and Coatings Technology* 133-134 (2000) 540-
 - [23] ZENG X. T., ZHANG S., MURAMATSU T., *Surface and Coatings Technology* 127 (2000) 38-
 - [24] LEE Y., JEON G., BAEG H., YANG H., *Thin Solid Films* 420-421 (2002) 414-
 - [25] MANORY R., *Surface Engineering* 3 (1987) 233-
 - [26] OKUMIYA M., GRIEPENTROG M., *Surface and Coatings Technology* 112 (1999) 123-
 - [27] JEHN H A., *Surface and Coatings Technology* 131 (2000) 433-
-

-
- [28] RODRÍGUEZ R. J., GARCÍA J. A., MEDRANO A., RICO M., SÁNCHEZ R., MARTÍNEZ R., LABRUGÈRE C., LAHAYE M., GUETTE A., *Vacuum* 67(26) (2002) 559-
- [29] HUBER P., MANOVA D., MÄNDL S., RAUSCHENBACH B., *Surface and Coatings Technology* 174-175 (2003) 1243-
- [30] SUNG J. H., KIM T. H., KIM S. S., *Wear* 250 (2001) 658-
- [31] GUI-ZHEN XU, ZHONG-RONG ZHOU, JIA-JUN LIU, *Wear* 224 (1999) 211-
- [32] UCHIDA M., NIHIRA N., MITSUO A., TOYODA K., KUBOTA K., AIZAWA T., *Surface and Coatings Technology* 177-178 (2004) 627-
- [33] HONES P., SANJINÉS R., LÉVY F., *Thin Solid Films* 332 (1998) 240-
- [34] INOUE A., YAMAGUCHI T., KIM B. G., NOSAKI K., MASUMOTO T., *J. A. Phys.* 71 (1992) 3278
- [35] KEUNECKE M., YAMAMOTO K., BEWILOGUA K., *Thin Solid Films* 398-399 (2001) 142-
- [36] PANJAN P., NAVINSEK B., CVELBAR A., MILOSEV I., ZALAR A., *Thin Solid Films* 281-282 (1996) 298-
- [37] LUGSCHEIDER E., BOBZIN K., LACKNER K., *Surface and Coatings Technology* 174-175 (2003) 681-
- [38] YAMAMOTO K., SATO T., TAKAHARA K., HANAGURI K., *Surface and Coatings Technology* 174-175 (2003) 620-
- [39] MERL D., PANJAN P., CEKADA M., MACEK M., *Electrochimica Acta* 49(9-10) (2004) 1527-
- [40] BULL S. J., JONES A. M., *Surface and Coatings Technology* 78 (1996) 173-
- [41] PANJAN P., NAVINSEK B., CVELBAR A., ZALAR A., VLCEK J., *Surface and Coatings Technology* 98 (1998) 1497-
- [42] LABDI S., HOUDY PH., PSYLLAKI P., JEANDIN M., *Thin Solid Films* 275 (1996) 213-
- [43] HARRIS S. G., VLASVELD A. C., DOYLE E. D., DOLDER P. J., *Surface and Coatings Technology* 133-134 (2000) 383-
- [44] GRIMANELIS D., YANG S., BÖHME O., ROMÁN E., ALBERDI A., TEER D. G., ALBELLA J. M., *Diamond and Related Materials* 11 (2002) 176-
- [45] JIANNING DING, YONGGANG MENG, SHIZHU WEN, *Thin Solid Films* 371 (2000) 178-
- [46] YANG Q., ZHAO L. R., *Surface and Coatings Technology* 173 (2003) 58-
- [47] PANJAN P., NAVINSEK B., CVELBAR A., ZALAR J. VLCEK A., *Surface and Coatings Technology* 98 (1998) 1497-
- [48] LARSSON M., BROMARK M., HEDENQVIST P., HOGMARK S., *Surface and Coatings Technology* 91 (1997) 43-
- [49] HOVSEPIAN P. EH., LEWIS D. B., MÜNZ W. -D., *Surface and Coatings Technology* 133-134 (2000) 166-
- [50] HULTMAN L., ENGSTRÖM C., ODÉN M., *Surface and Coatings Technology* 133-134 (2000) 227-
- [51] SETOYAMA M., IRIE M., OHARA H., TSUJIOKA M., TAKEDA Y., NOMURA N T., *Thin Solid Films* 341 (1999) 126-
- [52] <http://fr.wikibooks.org/>
- [53] *Techniques de l'ingénieur*, article B1227, Volume MD, Parution 1996.
- [54] FOUQUET VALERIE, thèse de doctorat, Université de Poitiers, 2004
- [55] DINGREMONT N., PIANELLI A., BERGMANN E., MICHEL H., *Surface and Coatings Technology* 61 (1993) 187-
-

-
- [56] DINGREMONT N., COLLIGNON P., MICHEL H., BERGMANN E., Surface and Coatings Technology 72 (1995) 163-
- [57] BADER M., SPIES H.-J., HÖCK K., BROSZEIT E., SCHRÖDER H.-J., Surface and Coatings Technology 98 (1998) 891-
- [58] NAVINSEK B., PANJAN P., GORENJAK F., Surface and Coatings Technology 137 (2001) 255-
- [59] NOUVEAU CORINNE, Thèse de doctorat n°21-2001, ENSAM de Cluny
- [60] DJOUADI M.A., NOUVEAU C., BEER P., LAMBERTIN M., Surface and Coatings Technology 133-134 (2000) 478-
- [61] ITAYA S., TSUCHIYA A., Proceedings of the 16th International Wood Machining Seminar Matsue, Japan, August 24 -27, 2003 (CD)
- [62] DARMAWAN W., TANAKA C., USUKI H., OHTANI T., The Japan Wood Research Society 101 (2001) 47-
- [63] SANTOS J., CARREIRA P., OLIVEIRA M., Proceedings of the 1st International Seminar on Wood Machining, Vienne, Autriche, (2000) 117-
- [64] SHEIKH-AHMAD J. Y., MORITA T., Forest Products Journal 52 (2002) 43-
- [65] DARMAWAN W., TANAKA C., USUKI H., OHTANI T., The Japan Wood Research Society 47 (2001) 342-
- [66] FUCKS I., ENDLER I., RAATZ C., Proceedings of the 14th International Wood Machining Seminar, France, 12-19 septembre, (1999) 41-
- [67] MELLAGE B., M.SC. Thesis of North Carolina State University, Raleigh, North Carolina, 1998
- [68] FURUKAWA H., TSUTSUMOTO T., BANSHOYA K., Proceedings of the 16th International Wood Machining Seminar, Matsue, Japan, August 24 -27, (2003) (CD)
- [69] MORITA T., SHEIKH-AHMAD J.Y., BANSHOYA K., TSUTSUMOTO T., MURASE Y., Forest Products Journal 50(1) (2000) 67-
- [70] STEWART H. A., Forest Products Journal 54 (2004) 53-
- [71] Inspector A., Oles E.J., Bauer C.E., Int. J. Refract. Metals Hard Mater 15 (1997) 49-
- [72] UCHIDA M., NIHIRA N., MITSUO A., TOYODA K., KUBOTA K., AIZAWA T., Surface and Coatings Technology 177-178 (2004) 627-
- [73] LUGSCHEIDER E., BOBZIN K., BÄRWULF ST., HORNIG TH., Surface and Coatings Technology 133-134 (2000) 540-
- [74] WENTORF R.H., J. Chem. Phys. 26 (1957) 956
- [75] MORTET VINCENT, Thèse de doctorat, Université de Valenciennes et du Haut Cambrésis, 2001
- [76] GUIOT ÉRIC, Thèse de doctorat, ENSAM de Cluny
- [77] MATSUMOTO S., ZHANG W., JPN. J. Appl. Phys. 39 (2000) 442-
- [78] MATSUMOTO S., ZHANG W., Diamond Relat. Mater. 10(2001)1868-
- [79] MIRKARIMI P.B., MCCATHY F.F., MEDLIN D.L., Mater. Sci. Eng. R21 (1997) 47
- [80] INAGAWA K. ET AL, J. Vac. Sci. Technol. A 5 (1987) 2697
- [81] KOLITSCH A., WANG X., MANOVA D., FUKAREK W., MÖLLER W., OSWALD S., Diamond Relat. Mater. 8(1999)110
- [82] BENKO E., MORGIEL J., CZEPPE T., BARR T., J. Eur. Ceram. Soc. 18 (1998) 389-
- [83] KIM I.-H., ET AL, J. Vac. Sci. Technol. A 16 (1998) 2295-
- [84] LITVINOV D., CHARLES A.T., CLARKE R., Diamond Relat. Mater. 7 (1998) 360-
-

-
- [85] YAMAMOTO K., KEUNECKE M., BEWILOGUA K., *Thin Solid Films* 377-378 (2000) 331-
- [86] FREUDENSTEIN R., KULISCH W., *Thin Solid Films* 420-421 (2002) 132-
- [87] BONDARENKO W. P., *Sintet. Almazy* 6(1978)15-
- [88] BONDARENKO W. P., *Sintet. Almazy* 2(1977)13-
- [89] SAMONOV G. V., *Porosk Met* 11(1973)50-
- [90] KIEFFER R., Hartstoff Springer, Vienna (1963) 387
- [91] HOFMANN D., FISCHMEISTER H., JEHN H., DGM Infor, Oberursel (1987) 343
- [92] BUNSHAH R. F., NIMMAGADDA R., DUNFORD W., MOVCHAN A., DEMCHISHIN A.V., CHURSANOV N.A., *Thin Solid Films* 54 (1978) 85
- [93] RANDICH E., ALLRED D., *Thin Solid Films* 83 (1981) 393-
- [94] RANDICH E., PETTIT R.B., *Solar Energy Materials* 5 (1981) 425-
- [95] BENKO E., WYCZESANY A., *Ceramics International* 20 (1994) 385-
- [96] WONG S.F., ONG C.W., PANG G.K.H., LI Q., LAU W.M., *Diamond and Related Materials* 13 (2004) 1632-
- [97] PRIETO P., QUIRÓS C., ELIZALDE E., SANZ J.M., *Surface and Coatings Technology* 84 (1996) 392-
- [98] WOLF G.K., *J. Vac Sci. Technol. A* 10 (1992) 1757
- [99] SAVVIDES N., *Thin Solid Films* 163 (1988) 13-
- [100] GISSLER W., *Surf. Interface Anal.* 22 (1994) 139-
- [101] FRIESEN T., HAUPT J., GISSLER W., BARNA A., BARNA P. B., *Surface and Coatings Technology* 48 (1991)169-
- [102] HOLZSCHUH H., *THIN SOLID FILMS* 469-470 (2004) 92-
- [103] CHALA A., CHEKOUR L., NOUVEAU C., SAIED C., AIDA M.S., DJOUADI M.A., *Surface and Coatings Technology* 200 (2005) 512-
- [104] BURAT OLIVIER, Thèse de Doctorat, Université de Paris XI, 1991
- [105] KERN W., PUO-TINEN D.A., *RCA rev.* 31 (1970) 187-
- [106] MAURICE F., MENY L., TIXIER R., « Microanalyse et Microscopie Électronique à Balayage », Les Éditions de Physique d'Orsay-Paris, ISBN 2-902731-03-5, (1978)
- [107] CLEYMAND FRANCK, Thèse de doctorat, Université de Poitiers, 1992
- [108] MIKARIMI, *Appli. Phsic Letter* 21 (1966) 2813-
- [109] NIX W. D., Institute of metals lecture, Standford Universtity, 1988
- [110] HUTCHINSON J. W., SUO Z., *Adv. Appl. Mech* 29 (1992) 63-
- [111] STONEY G.G., *Proc. R. Soc. (London)* A82 (1909) 172-
- [112] MOHAMED ABDOU DJOUADI, Thèse de doctorat, Université de Paris sud (Orsay), 1995
- [113] OLIVER W.C., PHARR G.M., *Journal of Materials Research* 7(6) (1992) 1564-
- [114] COLOMBIE C., Thèse de doctorat, École centrale de Lyon, 1986
- [115] FONDRONNIER J., GUILLERM J. (1979), *Technologie du déroulage. Cahier du C.T.B. n°115*, 64 p.
- [116] THIBAUT B. (1988), Thèse de Doctorat d'État mention Sciences, Université Montpellier II, 367 p.
- [117] MAC KENZIE W.M., (1961), Thèse de doctorat, Université du Michigan.
- [118] MARCHAL M., (1989), Thèse de Doctorat Sciences du Bois, INPL, 294 p.
- [119] DECÈS-PETIT CYRILLE, thèse de doctorat, ENSAM de Cluny, 1996
- [120] BUTAUD J.-C. (1994), Mémoire d'Ingénieur CNAM en mécanique industrielle, ENSAM, 76 p.
-

-
- [121] KOLLMANN F.P.F., KUENZI E.W., STAMM A.J., (1975), Principle of wood sciences and technology II, Wood based materials, Springer-Verlag, 703 p.
- [122] KOBAYASHI J., BAKAR E.S., NAGAI M., FUKUI H., (1992), Veneer Cutting with a Floating Bar II : floating bar swivelling in a normal plane, Mokuzai Gakkaishi, Vol. 38, No. 6, p. 556-561.
- [123] NAGAI M., KOBAYASHI J., FUKUI H., HAYASHI D., (1994), Veneer Cutting of Softwoods V : Influence of kind of nosebar on the veneer quality, Mokuzai Gakkaishi, Vol. 40, No. 4, p. 356-363.
- [124] LUTZ J.F., (1974), Techniques for Peeling Process, Slicing, Drying Veneer, FPL, Forest Ser. U.S.D.A., 228 p.
- [125] MOVASSAGHI E., (1985), Thèse de Docteur - Ingénieur, INPL, 181
- [126] PALKA L.C., HOLMES B., Forest Product Journal, 23 N°7 (1973) 33-
- [127] MOVASSAGUI E., MOTHE F., THIBAUT B., Rapport de contrat avec la société ROL, USTL, Montpellier, 1986, 30p. + 6 annexes
- [128] LUTZ J.F., Techniques of peeling, slicing and drying veneer, Forest Product Laboratory, Madison, 62p.
- [129] KOCH P., Utilisation of hardwoods growing on southern pine sites. Vol.II. Processing. United States Department of agriculture-Forest service, Agriculture handbook n° 605, (1985)
- [130] MOTHE F. (1986), Influence de la température et de la vitesse de déroulage sur les efforts de coupe et la qualité des placages obtenus. Acte du Séminaire interne du G.S. Rhéologie du Bois, ENITEF, p. 61-64.
- [131] MOTHE F., (1988), Thèse de Doctorat Sciences du Bois, INPL, 172 p.
- [132] THIBAUT B. (1985), Conception d'un prototype de machine d'étude du déroulage. Compte rendu de fin d'étude. DGRST N° 82-6-1003
- [133] COSTES JEAN-PHILIPPE, Thèse de Doctorat, Université Toulouse III, 2001
- [134] DJOUADI M. A., BEER P., MARCHAL R., SOKOLOWSKA A., LAMBERTIN M., PRECHT W., NOUVEAU C., Surface and Coatings Technology 116-119 (1999) 508-
- [135] PASTEL CECILE, rapport de stage de DUT, ENSAM de Cluny, 2003
- [136] TAMACHA NASREDDINE, rapport de stage de DEA, ENSAM de Cluny, 2003
- [137] L. CUNHA, M. ANDRITSCHKY, L. REBOUTA, R. SILVA, Thin Solid Films, 317 (1998) 351-
- [138] CHEVALIER J., CHABERT J. P., SPITZ J., Proc. int. Conf. IPAT '81, Amsterdam, 1981
- [139] WILSON S., ALPAS A.T., Surface and Coatings Technology 120-121 (1999) 519-
- [140] KATO C., SHEIKH-AHMAD J., BAILEY J.A., STEWART J.S., Proceedings 12th International Wood Machining Seminar, 2-4 Octobre 1995, Kyoto-Japon, p 314-
- [141] KATO C., KAWAI Y., SOGA K., FUKUI H., MOKUZAI GAKKAISHI 36(8) (1990) 615-623
- [142] SPROUL W.D., J. Vac. Sci. Technol., A 4 (1986) 2874-
- [143] SPROUL W.D., ROTHSTEIN R., Thin Solid Films 126 (1985) 257-
- [144] VAZ F., REBOUTA L., ANDRITSCHKY M., DA SILVA M.F., SOARES J.C., J. Mater. Process. Technol. 92-93 (1999) 169-
- [145] OTANI Y., HOFMANN S., Thin Solid Films 287 (1996) 188-
- [146] MUNZ W.D., J. Vac. Sci. Technol., A 4 (1986) 2717-
- [147] CHIBA Y., OMURA T., ICHIMURA H., J. Mater. Res. 8 (1993) 1109-
-

-
- [148] BIN T., XIAODONG Z., NAISAI H., JIAWEN H., Surf. Coat. Technol. 131 (2000) 391-
- [149] KUBINSKI J.A., HURKMANS T., TRINH T., FLEISCHER W., VAN DER KOLK G.J., Plat. Surf. Finish. (October 1999), p. 20.
- [150] SUE J.A., CHANG T.P., Surf. Coat. Technol. 76-77 (1995) 61-
- [151] HARISH C. BARSHILIA, N. SELVAKUMAR, B. DEEPTHI AND K.S. RAJAM, Surface and Coatings Technology 201 (2006) 2193-
- [152] ROMERO J., GÓMEZ M.A., ESTEVE J., MONTALÀ F., CARRERAS L., GRIFOL M., LOUSA A., Thin Solid Films 515 (2006) 113-
- [153] BRIZUELA M., GARCÍA-LUIS A., BRACERAS I., OÑATE J.I., SANCHEZ-LOPEZ J.C., MARTINEZ-MARTINEZ D., LOPEZ-CARTES C., FERNANDEZ A., Surf. Coat. Technol. 200 (2005) 192-
- [154] HIRAI M., UENO Y., SUZUKI T., JIANG W.H., GRIGORIU C., YATSUI K., JPN. J. Appl. Phys. 40 (2001) 1056-
- [155] XING-ZHAO DING AND X.T. ZENG Surface and Coatings Technology 200 (2005) 1372-
- [156] MAKINO., NOGI K., Surf. Coat. Technol. 98 (1998) 1008-
- [157] KIMURA A., KAWATE M., HASEGAWA H., SUZUKI T., Surf. Coat. Technol. 169-170 (2003) 367-
- [158] SANCHETTE F., TRAN HUU LOI, BILLARD A., FRANTZ C., Surface and Coatings Technology 74-75 (1995) 903-
- [159] McKENZIE R., McFALL W.D., REISCH S., JAMES B.W., FALCONER I.S., BOSWELL R.W., PERSING H., PERRY A.J., DURANDET A., Surface and Coatings Technology 78 (1996) 255-
- [160] ZEITLER M., SIENZ S., NEUMANN H., ZEUNER M., GERLACH J.W., RAUSCHENBACH B., Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B 139 (1998) 327-
- [161] MENG W.J., SELL J.A., PERRY T.A., Journal of Applied Physics 75 (7) (1994) 3446-
- [162] MENG W.J., SELL J.A., EESLEY G.L., PERRY T.A., Journal of Applied Physics 74 (4) (1993) 2411-
- [163] HONES P., Thèse de Doctorat n° 2116, École Polytechnique Fédérale de Lausanne, 2000
-

Synopsis : Récapitulatif des tests effectués (§III)

Microdéroutage					
Traitements de surface de laboratoire					
MDF (III.3.4.1)					
Outils nitrurés (III.3.4.1.1)					
Nombre de couteaux	Témoin en acier allié '90CMV8'	Témoin en acier rapide 'HSS18'	Modifié '90CMV8' nitruration de type U	Modifié '90CMV8' nitruration de type T	Modifié '90CMV8' nitruration de type D
10	2	2	2	2	2
Outils revêtus CrN et Cr₂N (III.3.4.1.2)					
Nombre de couteaux	Témoin en acier allié '90CMV8'	Modifié '90CMV8' CrN sur les deux faces	Modifié '90CMV8' CrN sur la face d'attaque	Modifié '90CMV8' CrN sur la face de dépouille	Modifié '90CMV8' CrN/Cr ₂ N sur la face de dépouille
10	2	2	2	2	2
Outils revêtus de DLC et CrN monocouches (III.3.4.1.3)					
Nombre de couteaux	Témoin en acier allié '90CMV8'	Modifié '90CMV8' DLC1 sur les deux faces	Modifié '90CMV8' DLC2 sur les deux faces	Modifié '90CMV8' CrN sur la face d'attaque	
8	2	2	2	2	
Outils traités duplex (III.3.4.1.4)					
Nombre de couteaux	Témoin en acier allié '90CMV8'	Modifié '90CMV8' nitruration de type U	Modifié '90CMV8' nitruration de type T	Modifié '90CMV8' nitruration de type D	Modifié '90CMV8' duplex (nitruration de type T+CrN sur la face de dépouille)
18	2	2	2	2	2
	Modifié '90CMV8' duplex (nitruration de type D+CrN sur la face de dépouille)	Modifié '90CMV8' duplex (nitruration de type U+CrN sur la face d'attaque)	Modifié '90CMV8' duplex (nitruration de type D+CrN/Cr ₂ N sur la face de dépouille)	Modifié '90CMV8' duplex (nitruration de type T+CrN/Cr ₂ N sur la face de dépouille)	
	2	2	2	2	
Hêtre (III.3.4.2)					
Nombre de couteaux	Témoin en acier allié '90CMV8'	Modifié '90CMV8' DLC sur les deux faces	Modifié '90CMV8' CrN sur les deux faces	Modifié '90CMV8' nitruration de type U	Modifié '90CMV8' duplex (nitruration de type U+CrN)
12	2	2	2	2	2
	Modifié '90CMV8' duplex (nitruration de type U+DLC)				
	2				

Microdéroutage					
Modifications industrielles des surfaces					
MDF (III.3.5.1)					
Nombre de couteaux	Témoin en acier allié '90CMV8'	Modifié '90CMV8' revêtu de CrN de laboratoire	Modifié '90CMV8' revêtu industriellement de CrN		
8	2	2	4,2 GENTA1 et 2 GENTA 2		
Hêtre (III.3.5.2)					
Nombre de couteaux	Témoin en acier allié '90CMV8'	Modifié '90CMV8' revêtu de CrN de laboratoire	Modifié '90CMV8' revêtu industriellement de CrN		
8	2	2	4,2 GENTA1 et 2 GENTA 2		
Avant réaffûtage (traitements sur les deux faces des couteaux)					
Déroutage industriel de hêtre en laboratoire (III.3.6.1)					
Outils testés					
Nombre de couteaux	Témoin en acier allié '90CMV8', sans mise au rond des billons	Témoin en acier allié '90CMV8', avec mise au rond des billons	Modifié '90CMV8' revêtu industriellement de CrN, avec mise au rond des billons	Modifié '90CMV8' duplex (nituration de type U+CrN), avec mise au rond des billons	Modifié '90CMV8' duplex (nituration de type U+CrN), sans mise au rond des billons
10	2	2	2	2	2
Déroutage industriel de hêtre (III.3.6.2)					
<i>Les tests n'ont pas pu être réalisés à cause d'une cote initiale de l'angle de bec des couteaux plus importante (23°)</i>					
Fraisage de Douglas (III.3.6.3)					
Outils testés					
Nombre de couteaux	Témoin en acier allié '90CMV8'	Modifié '90CMV8' DLC1 sur les deux faces	Modifié '90CMV8' nituration de type U	Modifié '90CMV8' CrN sur les deux faces	
36	9	9	9	9	
Après réaffûtage (traitements sur une face des couteaux)					
Déroutage industriel de hêtre en laboratoire (III.3.7.1)					
Outils testés					
Nombre de couteaux	Témoin en acier allié '90CMV8', sans mise au rond des billons	Modifié '90CMV8' revêtu industriellement de CrN, avec mise au rond des billons réaffûté selon le mode 1	Modifié '90CMV8' revêtu industriellement de CrN, avec mise au rond des billons réaffûté selon le mode 2	Modifié '90CMV8' duplex (nituration de type U+CrN), avec mise au rond des billons, réaffûté selon le mode 1	
8	2	2	2	2	
Déroutage industriel de hêtre (III.3.7.2)					

Annexe

Outils testés					
Nombre de couteaux	Témoins en acier allié '90CMV8', sans mise au rond des billons	Modifié '90CMV8' revêtu industriellement de CrN, avec mise au rond des billons réaffûté selon le mode 1			
4	2	2			
Fraisage de Douglas (III.3.7.3)					
Outils testés					
Nombre de couteaux	Témoins en acier allié '90CMV8'	Modifié '90CMV8' DLC1 sur les deux faces	Modifié '90CMV8' nituration de type U	Modifié '90CMV8' CrN sur les deux faces	
36	9	9	9	9	

AMELIORATION DE LA DUREE DE SERVICE D'OUTILS D'USINAGE DU BOIS PAR TRAITEMENTS DE SURFACE ET PREPARATION DE L'ARETE DE COUPE

RESUME : Au travers de ce travail de thèse, nous nous sommes fixé comme objectif, de rechercher des solutions pour augmenter la durée de service des outils de coupe du bois, plus spécialement ceux utilisés en première transformation (usure prématurée et ébréchures des arêtes de coupe). Les améliorations apportées à ces outils en laboratoire proviennent des modifications de surfaces par applications de films durs en couches minces (CrN en l'occurrence) ou bien par traitements thermochimiques (nituration ionique basse température). Par ailleurs, afin de vérifier l'effet des modifications d'outils sous des conditions réelles d'utilisation, nous avons réalisé du déroulage et fraisage industriel de bois vert, avec des couteaux modifiés en surface par des traitements classiquement utilisés (TiN, CrN, DLC et duplex (nituration + dépôt dur)). Ces tests d'usinage ont été réalisés dans le cadre d'un projet européen CRAFT. Au regard des résultats obtenus, nous avons ensuite débuté le développement de nouveaux films ternaires (CrAlN et ZrBN) pour un éventuel emploi en usinage du bois. La modification de la géométrie par pré-rodage de l'arête de coupe des couteaux réalisée grâce à un traitement mécanique de sablage a également été étudiée. Pour réaliser cette étude un grand nombre d'équipements de caractérisations physicochimiques et tribologiques des films a été utilisé ainsi que des machines de laboratoire et industrielles d'usinage du bois.

Mots-Clés : revêtements durs, nituration, traitements duplex, usinage industriel du bois vert, pré rodage de l'arête.

IMPROVEMENT OF WOOD MACHINING TOOLS' SERVICE LIFE BY SURFACE TREATMENTS AND CUTTING EDGE'S MODIFICATIONS

ABSTRACT: The aim of this work is to find solutions to the problems concerning the wood machining tools, especially those employed in first transformation of wood (premature wearing and brooking cutting edge). The obtained improvements of these tools in laboratory can provide from surface modifications by applications of hard thin coatings (like CrN) and thermochemical treatments (low temperature ionic nitriding). Besides, in order to test the efficiency of tools modifications under real machining conditions, we realised industrial peeling and milling of green wood with tools modified by classical treatments and coatings usually employed (TiN, CrN, DLC, duplex treatment (nitriding + hard coating)). These machining tests were realised in frame work of a European CRAFT research project. According to the obtained results, we started to develop new ternary hard coatings (CrAlN and ZrBN) to apply them in wood machining. The modification of the cutting tool's geometry by sand-blasting was also studied. To realise this study, many equipments of physico-chemical and tribological characterization of hard coatings were used as laboratory and industrial wood cutting machines.

Keywords: hard coatings, nitriding, duplex treatments, green wood industrial machining, edge's sand-blasting.