



**HAL**  
open science

**Contribution à l'amélioration de la durée de vie d'outils carbure pour l'usinage du MDF (Medium Density Fiberboard) par application de dépôts ternaires (CrAlN, CrVN) et modification de l'arête de coupe**

Yacine Benlatreche

► **To cite this version:**

Yacine Benlatreche. Contribution à l'amélioration de la durée de vie d'outils carbure pour l'usinage du MDF (Medium Density Fiberboard) par application de dépôts ternaires (CrAlN, CrVN) et modification de l'arête de coupe. Science des matériaux [cond-mat.mtrl-sci]. Arts et Métiers ParisTech, 2011. Français. NNT : 2011ENAM0014 . pastel-00604028

**HAL Id: pastel-00604028**

**<https://pastel.hal.science/pastel-00604028>**

Submitted on 27 Jun 2011

**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.

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

## Doctorat ParisTech

# THÈSE

pour obtenir le grade de docteur délivré par

## l'École Nationale Supérieure d'Arts et Métiers

### Spécialité " Mécanique et matériaux "

*présentée et soutenue publiquement par*

**Yacine BENLATRECHE**

le 16 mai 2011

**Contribution à l'amélioration de la durée de vie d'outils carbure pour l'usinage du MDF (Medium Density Fiberboard) par application de dépôts ternaires (CrAIN, CrVN) et modification de l'arête de coupe.**

Directeur de thèse : **Rémy MARCHAL**  
Co-encadrement de thèse : **Corinne NOUVEAU**

### Jury

**M. Luc IMHOFF**, Professeur, LICB, Université de Bourgogne  
**M. Rosendo SANJINES**, Professeur, Institut de Physique Appliquée, EPFL  
**M. Pierre-Jean MEAUSOONE**, Maître de Conférences-HDR, LERMAB, ENSTIB  
**M. Abdelatif ZERIZER**, Professeur, Département de Génie des Matériaux, Université de Boumerdès  
**M. Rémy MARCHAL**, Professeur, LaBoMaP, Arts et Métiers ParisTech Cluny  
**Mme Corinne NOUVEAU**, Maître de Conférences, LaBoMaP, Arts et Métiers ParisTech Cluny

Président  
Rapporteur  
Rapporteur  
Examinateur  
Examinateur  
Examinatrice

T  
H  
È  
S  
E





Dédicace

A toute ma famille



## Remerciements

Tout d'abord, je remercie Messieurs Rosendo SANJINES et Pierre-Jean MEAUSOONE, d'avoir accepté de rapporter ce travail de thèse, ainsi que Messieurs Luc IMHOFF et Abdelatif ZERIZER, de m'avoir fait l'honneur d'être membres du jury.

Je remercie également ISOROY Saint Dizier et particulièrement Jean-Paul Ferreira-Martins, pour avoir accepté de nous fournir gratuitement les différents panneaux de MDF et participé efficacement à la réalisation de cette thèse.

Merci à Monsieur Rémy MARCHAL, 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.

Je remercie pour autant Messieurs, Jean-Claude BUTAUD, Romaric MASSET, Denis BONSEMBIANTE et Denis LAGADRILLERE, techniciens du CER de l'Ecole des Arts et Métiers ParisTech de Cluny pour leur présence et leur aide. L'ensemble du personnel du centre 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 : Monsieur Frédérique MOTHE, pour avoir effectué des mesures de densité, Messieurs Alain IOST et Gildas GUILLEMOT pour m'avoir permis de réaliser des essais de dureté, de tribométrie et de scratch-test ainsi que pour leur participation à l'interprétation des résultats.

Enfin, un grand merci à mes frères et mes amis qui ont partagé avec moi les durs moments de l'éloignement : Dr. Hamid AKNOUCHE, Dr. Chafik LABIDI, Dr. Abdel Hakim DAOUI, Dr. Brahim TLILI, Issam RAHIL, Bilel SMIDA, Linda AISSANI et Amel ZAIRI.

Merci à tous !



## Glossaire

CrAlN	Chrome-Aluminium-Azote
CrVN	Chrome-Vanadium-Azote
PVD	Dépôt physique en phase vapeur (Physical Vapor Deposition)
CVD	Dépôt chimique en phase vapeur (Chemical Vapor Deposition)
MTCVD	Dépôt chimique en phase vapeur à température moyenne (Medium Temperature Chemical Vapor Deposition)
DLC	Diamant (Diamond-Like-Carbon)
PCD	Diamant polycristallin (Polycrystalline Diamond)
c-BN	Nitride de bore cubique (Cubic Boron Nitride)
NCD	Diamant nanocristallin (Nanocrystalline Diamond)
W-C:H	Couches de diamant (DLC) en carbone hydrogéné avec des précipitations de tungstène
MDF	Panneaux de fibres de bois de moyenne densité (Medium Density Fiberboard)
OSB	Panneaux à copeaux orientés (Oriented Strand Board)
LVL	Bois lamifié (Laminated Veneer Lumber)
WC-Co	Outils en carbure de tungstène avec un liant cobalt
HSS	Acier rapide (High Speed Steel)
MDF E	MDF Standard
MDF H	MDF Hydrofuge
MDF M	MDF Ignifugé
NF	Norme Française
EN	Norme Européenne (European Norm)
R.F	Radio Fréquence (Radio Frequency)
DC	Courant Continu (Direct Current)
DRX	Diffraction des rayons X
XPS	Spectroscopie de photoélectrons X (X-ray Photoelectron Spectroscopy)
MEB	Microscopie Electronique à Balayage
MET	Microscopie Electronique à Transmission
EDS	Spectroscopie à dispersion d'énergie (Energy Dispersive Spectroscopy)
WDS	Spectroscopie à dispersion de longueur d'onde (Wavelength Dispersive Spectroscopy)
ESCA	Spectroscopie électronique pour analyse chimique (Electron Spectroscopy for Chemical Analysis)
TC	Thermocouple
IR	Infrarouge
$d_{hkl}$ (nm)	Distance entre deux plans réticulaires d'indice de Miller h,k,l consécutifs
$\theta$ (°)	Angle que forment les rayons X incidents ou diffractés avec le plan réticulaire
n	Nombre entier appelé ordre de réflexion
$\lambda$ (nm)	Longueur d'onde du faisceau incident de rayons X en DRX
$\omega$ (rad/s)	Vitesse angulaire
$K_{\alpha}$	Transition d'un électron de la couche électronique L à la couche K
$L_{\alpha}$	Transition d'un électron de la couche électronique M à la couche L
$\sigma_m$ (GPa)	Contrainte résiduelle mesurée
$\sigma_{int}$ (GPa)	Contrainte résiduelle intrinsèque
$\sigma_{th}$ (GPa)	Contrainte résiduelle thermique
$\sigma_c$ (GPa)	Contrainte résiduelle de croissance des phases
$\sigma_{\phi}$ (GPa)	Contraintes résiduelle de changement de phase
T (K)	Température

## Glossaire

$\alpha_s$ ( $K^{-1}$ )	Coefficient de dilatation du substrat
$\alpha_f$ ( $K^{-1}$ )	Coefficient de dilatation du film
$T_d$ (K)	Température de dépôt
$T_0$ (K)	Température du substrat
$E_f$ (GPa)	Module d'Young du film
$E_s$ (GPa)	Module d'Young du substrat
$\nu_f$	Coefficient de Poisson du film
$\nu_s$	Coefficient de Poisson du substrat
$e_s$ (mm)	Epaisseur du substrat
$e_f$ ( $\mu m$ )	Epaisseur du film
$R_0$ (mm)	Rayon de courbure avant dépôt
$R$ (mm)	Rayon de courbure après dépôt
$\sigma$ (GPa)	Contraintes résiduelles mesurées
$d$ (mm)	Diamètre de l'anneau (méthode des Anneaux de Newton par interférométrie)
$R$ (mm)	Rayon de courbure de l'échantillon
$\lambda$ (589,3 nm)	Longueur d'onde de la source à vapeur de sodium (méthode des Anneaux de Newton par interférométrie)
$m$	Numéro de l'anneau (méthode des Anneaux de Newton par interférométrie)
$H$ (GPa)	Dureté du matériau
$P_{max}$ (N)	Force maximale appliquée par l'indenteur
$A$ ( $mm^2$ )	Surface calculée à partir de la mesure de la déformation résiduelle après indentation
HRC	Unité de dureté Rockwell
HB	Unité de dureté Brinell
HV	Unité de dureté Vickers
$S$ (N/m)	Raideur du matériau testé
$E_r$ (GPa)	Module d'Young réduit
$E$ (GPa)	Module d'Young du matériau testé
$\nu$	Coefficient de Poisson du matériau testé
$E_i$ (GPa)	Module d'Young de l'indenteur
$\nu_i$	Coefficient de Poisson de l'indenteur
$h_c$ (nm)	Profondeur réelle de pénétration de l'indenteur à charge maximale
$h_s$ (nm)	Profondeur relative à la déformation plastique
$h_{max}$ (nm)	Profondeur relative à la charge maximale
$\epsilon$	Constante géométrique de l'indenteur
$F_N$ (N)	Force normale appliquée
$F_T$ (N)	Force tangentielle mesurée
$L_{C1}$ (N)	Force nécessaire à la fissuration de la couche
$L_{C2}$ (N)	Force nécessaire à l'arrachement de la couche
$e_m$ (mm)	Epaisseur moyenne de copeau
$V_f$ (m/mn)	Vitesse d'avance
$N$ (tr/mn)	Vitesse de rotation
$z$	Nombre de dents
$a_e$ (mm)	Engagement radial
$D$ (mm)	Diamètre de l'outil
$V_b$ ( $\mu m$ )	Usure mesurée parallèlement à la face de dépouille
RR	Recul de l'arête sur la face d'attaque (Rake Recession)
CR	Recul de l'arête sur la face de dépouille (Clearance Recession)

## Glossaire

LR	Usure mesurée parallèlement à la face d'attaque (Land Rake)
LC	Usure mesurée parallèlement à la face de dépouille (Land Clearance)
$R_a$ ( $\mu\text{m}$ )	Rugosité arithmétique
L (mm)	Longueur de coupe
E (mm)	Largeur du panneau de MDF
e (mm)	Largeur du support
$a_p$ (mm)	Engagement vertical
l (mm)	Longueur du panneau de MDF
Max1 ( $\mu\text{m}$ )	Valeur maximale de $V_b$ correspondant au premier bord du panneau de MDF
Max2 ( $\mu\text{m}$ )	Valeur maximale de $V_b$ correspondant au deuxième bord du panneau de MDF
Min ( $\mu\text{m}$ )	Valeur minimale de $V_b$ correspondant au milieu du panneau de MDF
Moy ( $\mu\text{m}$ )	Valeur moyenne des mesures de $V_b$ réalisées le long de l'arête usée



## **Sommaire**

<b>Introduction générale</b>	<b>1</b>
<b>Chapitre I. Recherche bibliographique</b>	
I.1. Introduction	7
I.2. Couches minces dures	7
I.2.1. Introduction	7
I.2.2. Définition d'un revêtement	8
I.2.3. Techniques de dépôt	8
I.2.4. Couches minces industrielles	9
I.2.5. Propriétés fondamentales d'une couche mince pour outils de coupe	10
I.2.6. Classification des couches minces	10
I.2.7. Conclusion	14
I.3. Le MDF	15
I.3.1. Introduction	15
I.3.2. MDF d'Isoroy	16
I.3.3. Fabrication du MDF	16
I.3.4. Les qualités spéciales du MDF	17
I.3.5. Usinage du MDF	20
I.3.6. Outils utilisés en usinage du bois	22
I.3.6.1. Qualités attendues d'un outil de coupe	22
I.3.6.2. Matériaux de coupe	23
I.3.7. Conclusion	27
I.4. Endommagements des outils lors de l'usinage de MDF	28
I.4.1. Introduction	28
I.4.2. Mécanismes d'usure des outils de coupe de MDF	28
I.4.3. Amélioration de la durée de service des outils de coupe du bois	30
I.4.3.1. Améliorations apportées au matériau de base	31
I.4.3.2. Améliorations apportées par des couches minces	32
I.4.4. Conclusion	35
I.5. Revêtements ternaires de CrAlN et CrVN	36
I.5.1. Introduction	36
I.5.2. Revêtements de CrAlN	36
I.5.3. Revêtements de CrVN	39
I.5.4. Conclusion	41
I.6. Conclusions	41
<b>Chapitre II. Méthodes expérimentales</b>	
II.1. Introduction	44
II.2. Procédé de dépôt	44
II.2.1. Pulvérisation cathodique	44

## Sommaire

II.2.2. Pulvérisation magnétron	45
II.2.3. Bâti de pulvérisation magnétron R.F	45
II.2.3.1. Le système de pompage	46
II.2.3.2. L'enceinte de dépôts	46
II.2.3.3. Armoire électrique de contrôle	47
II.2.4. Substrats, protocole de nettoyage et de dépôt	47
II.2.4.1. Substrats	47
II.2.4.2. Protocole de nettoyage	48
II.2.4.3. Protocole de dépôt	48
II.3. Méthodes de caractérisation des couches minces	48
II.3.1. Techniques de caractérisations physico-chimiques	48
II.3.1.1. Diffraction des rayons X	48
II.3.1.2. La spectroscopie de photoélectrons X (XPS)	50
II.3.1.3. Microscopie Electronique à Balayage (MEB)	50
II.3.1.4. Microanalyse X	51
II.3.2. Techniques de caractérisations mécaniques	52
II.3.2.1. Contraintes résiduelles	52
II.3.2.2. Dureté	56
II.3.3. Techniques de caractérisations tribologiques	59
II.3.3.1. Tribométrie	59
II.3.3.2. Scratch test	60
II.4. Méthodes de caractérisation et usinage des panneaux de MDF	62
II.4.1. Densité des panneaux par tomographie	62
II.4.2. Procédé d'usinage	64
II.4.2.1. Géométrie de l'outil	65
II.4.2.2. Conditions de coupe	65
II.4.3. Quantification de l'usure	66
 <b>Chapitres III. Revêtements de CrAlN</b>	
III.1. Introduction	71
III.2. Dépôt de couches minces de CrAlN	71
III.3. Propriétés physico-chimiques	72
III.3.1. Analyses chimiques par EDS (Energy Dispersive Spectroscopy)	72
III.3.2. Analyses structurales par DRX (Diffraction des Rayons X)	73
III.3.3. Analyses par XPS (X-Ray Photoelectron Spectroscopy)	74
III.3.4. Variation de l'épaisseur	77
III.3.5. Morphologie	78
III.3.6. Analyse par MET (Microscopie Electronique à Transmission)	79
III.4. Propriétés mécaniques	81
III.4.1. Contraintes résiduelles	81
III.4.2. Dureté et module d'Young	82
III.5. Propriétés tribologiques	83
III.5.1. Coefficient de frottement	83

## Sommaire

III.5.2. Tests d'adhérence	86
III.6. Tableau récapitulatif et synthèse	88
III.7. Conclusion	89
<b>Chapitre IV. Revêtements de CrVN</b>	
IV.1. Introduction	92
IV.2. Dépôt de couches minces de CrVN	92
IV.3. Propriétés physico-chimiques	92
IV.3.1. Analyses chimiques par EDS et WDS	92
IV.3.2. Analyses structurales par DRX	95
IV.3.3. Analyses par XPS	96
IV.3.4. Variation de l'épaisseur	99
IV.3.5. Morphologie	101
IV.4. Propriétés mécaniques	102
IV.4.1. Contraintes résiduelles	102
IV.4.2. Dureté	103
IV.5. Propriétés tribologiques	104
IV.5.1. Coefficient de frottement	104
IV.5.2. Tests d'adhérence	107
IV.6. Tableau récapitulatif et synthèse	108
IV.7. Conclusion	108
<b>Chapitre V. Usinage de MDF</b>	
V.1. Introduction	112
V.2. Usinage de MDF avec des plaquettes carbure WC-Co standards	112
V.2.1. Configuration d'usinage et quantification de l'usure	112
V.2.2. Usinage des trois types de MDF	114
V.2.3. Effet de la densité sur le profil de l'usure	119
V.2.4. Effet de l'épaisseur du panneau sur l'usure des outils de coupe	120
V.2.5. Mécanismes d'usure	121
V.2.6. Comparaison entre le MDF et d'autres matériaux à base de bois	123
V.3 Usinage de MDF avec des plaquettes carbure WC-Co revêtues	124
V.3.1. Configuration d'usinage	124
V.3.2. Applications des couches minces de CrAlN et CrVN	126
V.3.3. Effet du pré-rodage de l'outil	128
V.4. Conclusion	131
<b>Conclusions générales et perspectives</b>	134
<b>Références bibliographiques</b>	139
<b>Annexe 1. Résultats Exhaustifs</b>	153
<b>Annexe 2. Liste des publications</b>	163



## **Introduction générale**

Les panneaux de fibre de moyenne densité MDF (Medium Density Fiberboard) sont des composites à base de fibres de bois et de colle adhésive. Ces produits se sont très vite développés après leur première fabrication aux USA au début des années 60. En effet, les panneaux de fibres de bois présentent de bonnes propriétés physiques et surtout une homogénéité de structure bien plus importante que les bois massifs ce qui en fait des matériaux à forte usinabilité et donc leur permet d'être utilisés dans plusieurs domaines tels que l'ameublement et les aménagements intérieurs. L'orientation des fibres est aléatoire contrairement aux bois massifs ou autres composés de bois, cela confère au MDF de bonnes propriétés physiques et mécaniques dans les trois dimensions. De plus l'emploi de panneaux de MDF favorise la valorisation du bois de qualité secondaire (bois d'éclaircie ou déchets industriels) utilisés pour leur fabrication. Ils sont également moins chers que le bois massif et peuvent être peints, lasurés ou vernis pour améliorer leur aspect esthétique.

Ce produit a été développé et amélioré par l'utilisation de colles spécifiques et l'ajout de sels lors de sa fabrication qui ont ainsi augmenté certaines de ses propriétés telles que : sa résistance au feu ou à l'eau. Ainsi, la fabrication de panneaux à faible dégagement de formaldéhyde a élargi les domaines d'utilisation et d'application du MDF. Cependant, ces additifs peuvent avoir un effet néfaste sur la durée de vie des outils de coupe utilisés en usinage de MDF. En effet, leur densité relativement élevée (jusqu'à  $1000 \text{ kg/m}^3$ ), la présence de colle, d'additifs et de silice provenant du bois d'éclaircie utilisé comme matière première pour la fabrication du MDF peuvent générer une usure sévère des outils de coupe, ce qui nécessite leur changement fréquent, l'arrêt et la maintenance permanents des machines d'usinage, augmentant considérablement le coût de fabrication des panneaux de MDF.

Le besoin d'améliorer la résistance à l'usure des outils de coupe ne cesse d'augmenter même encore aujourd'hui. Cette problématique a fait l'objet de plusieurs recherches académiques et industrielles [1-4] sans que de réelles solutions ne soient adoptées par les fabricants d'outils de coupe du bois et de ses dérivés. La plupart de ces études ont essayé d'améliorer le matériau de base utilisé pour la fabrication des outils de coupe (aciers, alliages métalliques, céramiques, diamant...) [5,6-8], d'autres se sont intéressées à abaisser la température de coupe par un traitement cryogénique à l'azote froid à  $-149^\circ\text{C}$  par exemple [9,10]. Mais la plus

## Introduction générale

grande partie des recherches effectuées a été consacrée à l'utilisation des couches minces dures présentant une bonne résistance à l'usure et à la corrosion [11,12].

En effet, l'utilisation des couches minces dures réalisées par PVD ou CVD en usinage à grande vitesse des métaux a donné des résultats significatifs [4]. Aujourd'hui, on trouve sur le marché des outils de coupe revêtus de TiN, CrN, TiAlN, diamant polycristallin...etc. Par contre, on ne trouve aucune application de ces revêtements en usinage du bois et ses dérivés.

Par ailleurs, les améliorations apportées aux systèmes de dépôt, aux systèmes de pompage, l'utilisation de plusieurs cibles et l'automatisation des armoires de contrôle ont permis d'avoir des couches minces présentant de bonnes propriétés mécaniques et tribologiques, une forte stabilité thermique et chimique à haute température et surtout de surmonter le problème de la mauvaise adhérence limitant jusqu'à aujourd'hui l'utilisation des revêtements de protection en usinage du bois et de ses dérivées. Suite à ces améliorations, de multiples combinaisons revêtements/substrats sont utilisées telles que : les couches binaires (CrN, TiN) [13], ternaires (TiCN) [14], multi-composées (Ti,Al,Y)N [15], multi-phases [16,17] ou multicouches CrN/CrAlN [18].

Aujourd'hui, plus de cinquante combinaisons revêtement/substrat existent sur le marché. Cependant, le choix du revêtement de protection doit forcément répondre aux contraintes et aux sollicitations à lesquelles l'outil va être soumis. Ce choix se complique lors de l'usinage du bois et de ses dérivés par l'inhomogénéité de ces derniers, ce qui entraîne le changement des efforts de coupe, l'augmentation de l'usure et par conséquent le détachement du revêtement de l'arête de l'outil lorsque l'on passe d'une essence de bois à une autre.

Ce sujet de thèse a été proposé par notre équipe de recherche en collaboration avec l'entreprise Isoroy Saint-Dizier, l'un des fabricants majeur de panneaux de MDF en Europe. En effet, les travaux que nous avons effectué présentent un intérêt industriel car les fabricants de MDF s'intéressent à l'évaluation de l'usure des outils de coupe utilisés en usinage des différents types de MDF ainsi qu'à l'effet de certains paramètres tels que la densité et l'épaisseur du panneau sur le profil d'usure des outils.

D'autre part, nous nous sommes intéressés au développement et aux applications de nouvelles couches minces dures obtenues par pulvérisation dual magnétron RF en usinage de MDF.

## Introduction générale

Notre choix s'est porté sur des couches ternaires de CrAlN et CrVN afin de poursuivre le travail débuté depuis une dizaine d'années par notre équipe de recherche concernant l'optimisation des revêtements durs pour outils de coupe de bois et ses dérivés et où des films de CrN et Cr<sub>2</sub>N [19-22], TiN et (Ti,Zr)N [23-25], ZrBN ont été développés, optimisés et testés [26].

Dans ce contexte, nous avons organisé cette étude en deux parties : dans la première, nous nous sommes intéressés au développement de couches minces dures de CrAlN et CrVN avec des taux variables d'Al et de V pour améliorer la résistance à l'usure des outils de coupe utilisés en usinage des panneaux de MDF. Le but est d'étudier l'effet du pourcentage d'Al et de V sur les propriétés physicochimiques, structurales, mécaniques, tribologiques et la résistance à l'usure des couches développées. L'Al est ajouté pour favoriser la formation d'oxydes d'aluminium qui jouent le rôle de barrière thermique pour limiter l'échauffement de l'arête de coupe pendant l'usinage. Le V a, quant à lui, été choisi pour diminuer le coefficient de frottement et augmenter la résistance à l'usure abrasive du système CrN.

Dans la seconde partie, nous avons étudié l'effet de quelques paramètres tels que : le type de MDF, la densité et l'épaisseur du panneau sur le profil de l'usure des outils de carbure de tungstène. Nous nous sommes également intéressés aux différents mécanismes d'endommagement rencontrés lors de l'usinage des panneaux de MDF.

Ce mémoire de thèse comprend cinq chapitres. Tout d'abord un chapitre consacré à l'Etat de l'Art qui se subdivise en quatre parties. La première est consacrée au bilan des différents types de couches minces utilisées industriellement. La seconde fait état du matériau MDF et des outils de coupe utilisés en usinage de bois. La troisième partie présente un bilan des différents mécanismes d'endommagement des outils de coupe du bois et des améliorations qui leur ont été apportées pour augmenter leur durée de service. Dans la dernière partie nous avons réalisé un résumé des différentes études et recherches scientifiques sur les deux systèmes ternaires (CrAlN et CrVN) que nous avons choisi pour améliorer la résistance à l'usure des outils.

Le deuxième chapitre expose les techniques expérimentales utilisées et comprend deux parties. On présente d'abord le système d'élaboration puis les techniques de caractérisations

## Introduction générale

physico-chimiques, mécaniques et tribologiques des couches minces et les paramètres d'usinage que nous avons fixés.

Le troisième et le quatrième chapitre sont consacrés à l'exploitation des résultats obtenus sur les couches de CrAlN et CrVN. Nous avons étudié, en particulier, l'influence du pourcentage d'Al ainsi que celui du V sur les propriétés physicochimiques, mécaniques et tribologiques des couches obtenues par pulvérisation dual magnétron RF.

Le cinquième chapitre se subdivise en deux parties. La première est consacrée à l'étude de l'usure des plaquettes en carbure de tungstène lors de l'usinage de trois types de MDF (Standard, Hydrofuge et Ignifugé), ainsi que l'effet de la densité et l'épaisseur des panneaux sur les profils d'usure obtenus. La seconde partie relate l'application des couches de CrAlN et CrVN en usinage de MDF avec pour objectif l'amélioration de la résistance à l'usure des outils.

Enfin, ce mémoire s'achève par des conclusions générales et les perspectives proposées pour poursuivre ce travail.



# **Chapitre I. Recherche bibliographique**

## **I.1. Introduction**

L'utilisation des couches minces dures pour améliorer la résistance à l'usure des outils de coupe des métaux a fait l'objet de plusieurs études scientifiques et industrielles. En effet, le développement des différentes techniques de dépôt et la maîtrise des paramètres opératoires ont permis l'obtention de revêtements présentant une bonne résistance à l'usure, une dureté très élevée et une bonne stabilité thermique et chimique.

Les revêtements durs sont très utilisés en usinage métallique pour réaliser des opérations spécifiques sur des métaux durs comme le titane, ou pour obtenir un bon état de surface. Cependant, leur application en usinage du bois reste très limitée à quelques opérations, cela est dû probablement au fait que le bois n'est pas aussi dur que l'outil usinant, malgré que ce dernier, et en particulier ses dérivés, présentent une grande abrasivité causée par la présence de silice et d'éléments étrangers. En outre, le bois est un matériau non homogène ce qui provoque la destruction des outils de coupe par écaillage dans la plupart des cas.

Nous avons divisé ce chapitre en quatre parties : la première concerne les différents types de revêtements utilisés dans les plus grands domaines industriels (usinage, automobile, transmission...) ; dans la deuxième nous nous sommes intéressés au MDF (Medium Density Fiberboard) qui est un composé à base de fibres de bois très utilisé dans le bâtiment et l'ameublement. Ce type de dérivé de bois existe en plusieurs types et les panneaux fabriqués présentent une densité très élevée. De ce fait nous avons réalisé une recherche bibliographique sur ce bois composite ainsi que sur les différents matériaux utilisés pour la fabrication des outils de coupe utilisés durant son usinage. La troisième partie présente un état de l'art des mécanismes d'endommagement des outils de coupe du bois et des améliorations qui leur ont été apportées pour augmenter leur durée de service. Dans la dernière partie nous résumons les études et recherches déjà effectuées sur les deux systèmes ternaires (CrAIN et CrVN) que nous avons choisis pour améliorer la résistance à l'usure des outils de WC-Co utilisés en usinage des panneaux de MDF.

## **I.2. Couches minces dures**

### **I.2.1. Introduction**

A partir des années 70, le terme « Ingénierie des Surfaces » a été considéré comme un terme technique, et depuis, ce domaine a évolué très rapidement. Aujourd'hui, il englobe plusieurs disciplines telles que :

**L'optimisation des propriétés des surfaces :** dans cette catégorie, l'effet de l'état de surface des substrats ainsi que des traitements effectués sur les propriétés tribologiques et mécaniques des revêtements tels que la résistance à la corrosion et à l'usure, l'adhérence etc ont été étudiés.

**La technologie des surfaces :** dans cette partie, on s'intéresse plutôt aux différentes techniques de traitement de surfaces traditionnelles (traitements thermiques et thermochimiques, par plasma, Ion Plating, etc) ainsi qu'aux nouvelles technologies (PVD (Physical Vapor Deposition), CVD (Chemical Vapor Deposition), traitement par laser, etc).

**La caractérisation des revêtements :** on s'intéresse ici à l'effet de différents paramètres de traitement de surfaces sur les propriétés physicochimiques, structurales, morphologiques et mécaniques des revêtements obtenus.

### I.2.2. Définition d'un revêtement

Le revêtement est une couche mince formée naturellement, synthétiquement ou réalisée artificiellement sur la surface d'un substrat dans le but d'améliorer ses propriétés techniques ou décoratives. Généralement, les revêtements minces sont utilisés dans plusieurs domaines ou applications tels que : les outils de coupe, les pièces pour l'automobile, la transmission, en biomédical ou en technologie du froid.

Le tableau.I.1 donne quelques exemples de couches minces obtenues sur des outils de coupe et des composants de précision utilisés dans l'automobile.

Outil ou composant	Revêtements
Outil de coupe	TiN, TiCN, TiAlN Multicouches à base de TiN, TiCN et TiAlN TiAlN-WC/C Diamant
Moule	TiN, TiCN, TiAlN TiAlN-WC/C CrN
Engins ou composant de précision	TiN WC/C DLC

Tableau.I.1. Exemples de couches minces obtenues par PVD sur des outils de coupe et des composants utilisés en automobile [1].

### I.2.3. Techniques de dépôt

Le développement de la technologie des Surfaces est dû, fortement, aux capacités des différents traitements à être utilisés dans des environnements agressifs tout en leur apportant des propriétés spécifiques qui permettent d'améliorer leurs performances. Les modifications des surfaces peuvent être effectuées par un changement de composition, par le développement de couches minces ou par modification des propriétés de la surface du substrat. Dans le tableau.I.2 nous avons regroupé les différentes technologies connues à ce jour.

Ingénierie des Surfaces	
Traitements par diffusion	Couches minces
Nitruration	Chrome plating
Boruration	Nickel plating
Vanadisation	Soudage
Carburation	CVD
Implantation ionique	PVD

Tableau.I.2. Classification générale des procédés de traitement de surfaces [1].

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 [2], mais étant donné que l'élaboration de ces revêtements nécessitait l'utilisation de hautes températures (900-1000°C) [2,3], il s'est avéré que les techniques de dépôts PVD travaillant à des températures <400°C ont été préférées, en particulier pour l'application de revêtements réfractaires sur

aciers. Employant de plus faibles températures lors du dépôt, les PVD permettent d'éviter la dégradation des propriétés mécaniques de surface ou du substrat lui-même et minimisent les problèmes dus à des contraintes thermiques entre le substrat et le dépôt.

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 [2].

Il a ainsi été prouvé depuis de nombreuses années, que l'application de revêtements durs en couches minces par différentes méthodes de dépôts PVD sur les outils d'usinage, améliore nettement les performances de ceux-ci [4].

Les avantages des couches minces élaborées par ces méthodes sont une haute résistance à l'usure, une bonne ténacité, une bonne stabilité chimique et thermique ainsi qu'un faible coefficient de frottement [4].

Pour toutes les raisons évoquées ci-dessus et dans un souci de préserver les propriétés superficielles des outils, nous avons utilisé dans nos travaux des films minces élaborés par méthodes PVD afin d'éviter toute altération potentielle des échantillons revêtus.

#### **I.2.4. Couches minces industrielles**

Les outils de coupe occupent une petite partie (de 3 à 4%) du coût total de l'usinage, mais ils ont une influence décisive sur la production finale. Cela est dû au développement des matériaux de base, des procédés de fabrication et de la technologie de coupe des métaux. La figure.I.1 présente une prédiction réalisée en 2005 de différents revêtements utilisés en usinage métallique.

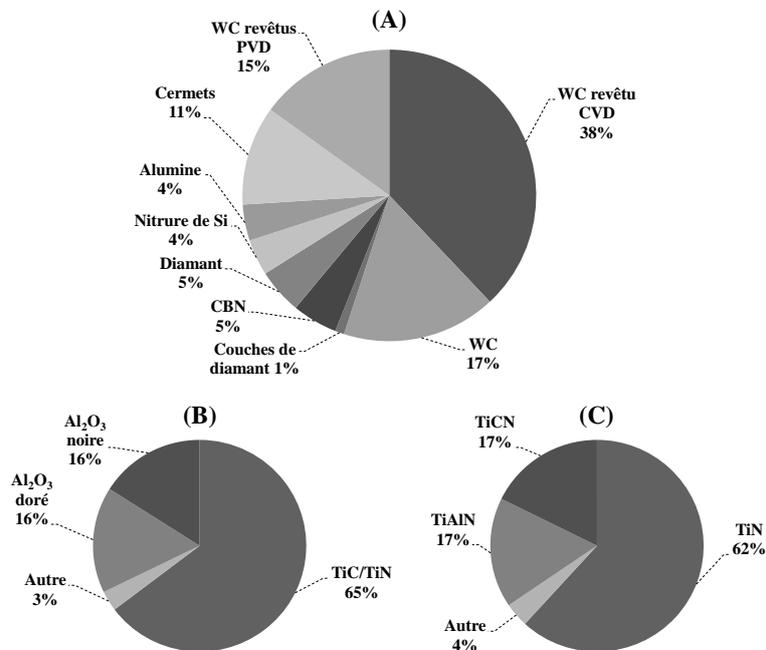


Figure.I.1. Pourcentage des matériaux de coupe et des couches minces utilisés en usinage : (A) Matériaux utilisés en outils de coupe (estimation 2005) ; (B) Les couches minces les plus utilisées dans les petites entreprises et (C) dans les grandes et petites entreprises [1].

Selon ces prédictions (Fig.I.1-(a)), l'utilisation des outils en WC revêtus CVD et PVD est de l'ordre de 38 et 15% respectivement, de tous les outils disponibles dans le marché mondial. Ces statistiques montrent que plus de 70% des inserts en WC seront revêtus CVD et PVD ou par combinaison des deux méthodes. Une grande différence a été remarquée concernant les revêtements les plus utilisés dans les grandes et petites entreprises (Fig.I.1-(b,c)) ; dans le cas des petites entreprises, les multicouches de TiC/TiN réalisées par CVD sont les plus populaires avec un pourcentage de presque 65%. En outre, il a été constaté que le TiN reste le revêtement le plus utilisé quelque soit le type d'entreprises, cependant, les nouvelles couches de TiAlN obtenues par PVD ont pris plus de 17% du marché des couches minces pour outils de coupe.

Ces dernières années, des recherches ont été réalisées afin de développer de nouvelles couches minces obtenues par PVD telles que : NbN, TaN, CrN, MoN, TiC, CrC, des multicouches, des super-réseaux et des traitements duplexes (nitration+revêtement PVD).

### **I.2.5. Propriétés fondamentales d'une couche mince pour outils de coupe**

Aujourd'hui, plus de 50 combinaisons de revêtements et de substrats sont utilisées pour outils de coupe, ce qui demande un choix rationnel couche/substrat pour chaque application. Le revêtement choisi doit impérativement avoir de bonnes propriétés mécaniques et tribologiques (Figure.I.2).

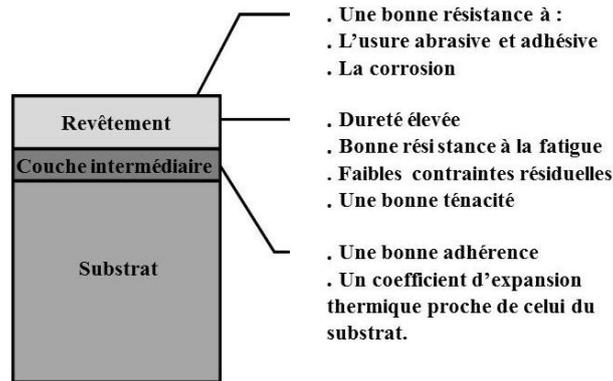


Figure.I.2. Propriétés fondamentales requises pour un système couche/substrat [13]

Généralement on demande :

- **A la surface du revêtement** d'être résistante à l'usure abrasive et adhésive et d'avoir une bonne stabilité thermique et chimique à haute température et par conséquent une bonne résistance à la corrosion.
- **Au revêtement en masse** d'avoir une dureté élevée (supérieure à celle du substrat), une bonne résistance à la fatigue afin de résister aux efforts de coupe permanents, de faibles contraintes résiduelles pouvant générer la fissuration de la couche durant les essais de coupe et une bonne ténacité pour éviter son détachement par écaillage.
- **A la couche intermédiaire** une bonne adhérence sur le substrat et qu'elle ait un coefficient d'expansion thermique proche de celui du substrat.

### **I.2.6. Classification des couches minces**

La classification des revêtements est basée généralement sur leur structure, le type de matériau à déposer et la technique de dépôt utilisée. Globalement, les couches de protection peuvent être divisées en deux groupes [1]:

- **Les monocouches** constituées d'un seul élément (comme les métaux purs par exemple tels que Al, Cr, Mo, Cu, Au...) ou de deux éléments, on parle alors de composés tels que les nitrures (TiN, CrN, AlN...), les carbures (TiC, CrC...)...
- **Les revêtements complexes** constitués de plus d'un élément métallique, phase ou composé optimisés selon les performances attendues. Ces couches sont initialement développées par l'addition d'autres éléments (Al, C, O...) aux systèmes binaires tels que le TiN, le CrN ou le TiC dans le but d'améliorer leurs propriétés mécaniques et tribologiques.

Ces dernières années, l'utilisation de revêtements complexes (multicouches et multi-composés) a rapidement évolué grâce à leurs propriétés mécaniques, tribologiques et chimiques améliorées. Le développement des couches multi-composées permet une nouvelle classification des revêtements pour outils de coupe [13,15] :

- **Couches simples** : limitée seulement aux dépôts monocouche ou mono-phase comme le CrN, TiN (Figure.I.3) et le TiC.

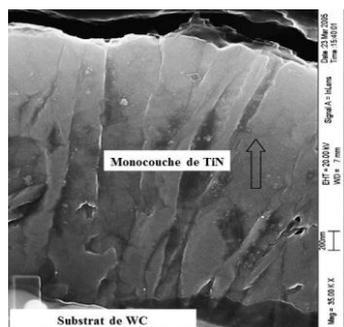


Figure.I.3. Image de section transversale obtenue par microscope électronique à balayage d'une couche de TiN [14].

- **Couches ternaires** : englobent les systèmes ternaires tels que les aluminonitrures (Ti,Al)N, (Cr,Al)N, les carbonitrures (Ti,N)C, Ti(C,N) (Figure.I.4) et les boronitrures Ti(B,N). Ce sont des revêtements monocouches mais également multi-composés.

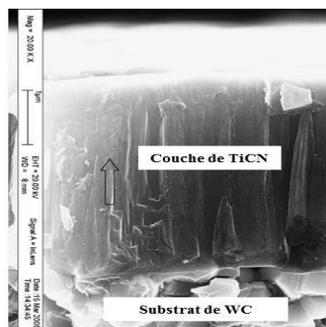


Figure.I.4. Image de section transversale obtenue par microscope électronique à balayage d'une couche de TiCN [14].

- **Couches multi-composés (alliées)** (Figure.I.5): elles sont obtenues suite à l'addition d'un troisième élément métallique ou non (Ti, Cr, Al, O, N, C...) dans un système binaire à base de carbure ou nitrure des métaux de transition (VC, ZrC, NbC, HfC, TaC, VN, ZrN, NbN, HfN...) afin de former des solutions solides continues telles que TiAlN, CrAlN, TiCN, TiWC, TiHfN... ayant de bonnes propriétés mécaniques et tribologiques. Lugscheider *et al.* [27] ont développé des couches quaternaires de TiHfCN, par évaporation par arc, destinées à l'usinage à grande vitesse grâce à leur bonne stabilité thermique. L'addition de l'Al a montré son efficacité en augmentant la résistance à l'oxydation des couches de (Ti,Al,Y)N et (Ti,Al,Cr)N [15]. Aujourd'hui, d'autres couches multi-composées de plusieurs éléments et ayant de bonnes propriétés mécaniques et tribologiques ont été développées telles que le Ti-(Al, Cr)-(Si, B, C, N), le TiCrBN/WSe<sub>x</sub> et le (Ti, Ta)-(Ca, Zr)-(C, N, O, Si, P) [28].

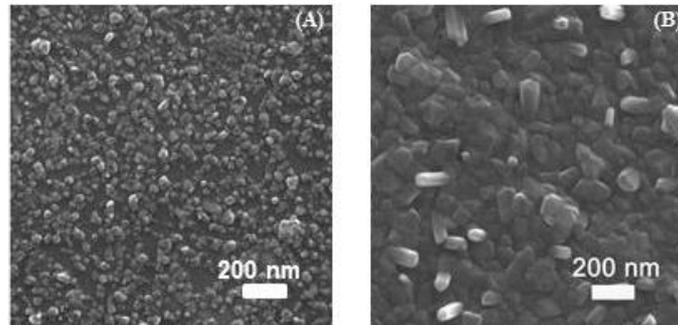


Figure.I.5. Images obtenues par microscope électronique à balayage de couches multi-composées (A) CrAlSiN et (B) CrTiAlSiN [29].

- **Couches multi-phases** (Figure.I.6): une couche peut être nommée multi-phases ou polyphases quand les deux phases sont discontinues et de même proportion [15]. Pour réaliser ces couches, une maîtrise des vitesses de dépôt ainsi que de la cinétique de cristallisation est nécessaire. Ce type de revêtements est obtenu généralement par PVD en dispersant une couche cristalline dans une autre amorphe telle que TiN-Ti<sub>2</sub>N, TiC-TiN, TiC-TiB<sub>2</sub> ou un mélange de deux phases différentes telles que TiN et CrN [16].

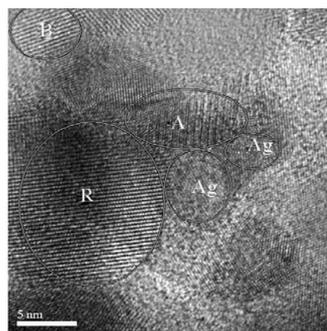


Figure.I.6. Image obtenue par microscope électronique à transmission d'une couche multi-phases d'Ag-TiO<sub>2</sub> montrant que le revêtement est constitué de plusieurs phases : A (Anatase), B (Brookite), R (Rutile) [17].

- **Couches composites** (Figure.I.7): c'est une spécification des couches multi-phases où l'une des deux phases est dispersée dans une matrice continue. D'autre part, on obtient ces couches quand deux matériaux sont réalisés spontanément sans former de solutions solides. Pour cela les matériaux de nature chimique différente ainsi que ceux

de différents paramètres de maille sont les meilleurs candidats pour l'obtention des couches composites. Par exemple le système Ti-B-N contient deux ou trois phases (TiN, TiB<sub>2</sub> et BN). Jehn [15] a montré que l'addition du silicium au TiN ou au (Ti,Al)N permet d'obtenir des couches composites. En outre, plusieurs chercheurs ont utilisé une phase dure telle que le WC/C et une autre relativement ductile telle que le MoS<sub>2</sub> pour le dépôt de couches composites [30,31]. Le C et le MoS<sub>2</sub> peuvent être utilisés comme des éléments de lubrification, de ce fait, ils sont souvent associés avec des phases dures telles que le TiN, TiB<sub>2</sub> ou le WC/C pour la synthèse de couches composites [32-34]. Les couches minces composites ont été développées lorsque l'on a ajouté un métal de transition aux couches de DLC (Diamond Like Carbon) (Me-DLC) ou au carbone hydrogéné (Me-C:H) [35,36]. Dans ce cas-là, la couche est sous forme d'un mélange homogène d'une structure amorphe de a-C:H et de carbure du métal ajouté. Aujourd'hui, de nouvelles couches minces composites sont développées en utilisant d'autres systèmes tels que CrN-NiP [37], CrN-Ag [38], CrBN [39] et CrSiN [40].

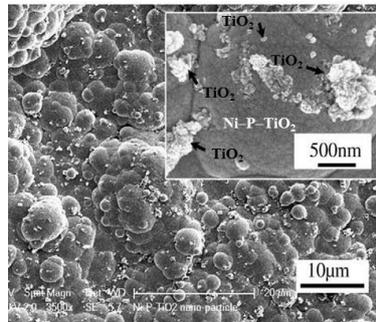


Figure.I.7. Images obtenues par microscope électronique à balayage d'une couche composite de Ni-P-TiO<sub>2</sub> montrant la précipitation des particules de TiO<sub>2</sub> dans la matrice de Ni-P-TiO<sub>2</sub> [41].

- **Les multicouches** (Figure.I.8): les multicouches ont été développées pour améliorer l'adhérence et d'autres propriétés mécaniques et physiques des monocouches de base. Le fait de pouvoir combiner plusieurs monocouches ayant de faibles contraintes résiduelles, une dureté élevée, un faible coefficient de frottement ainsi qu'une bonne adhérence permet d'avoir des revêtements multicouches présentant des propriétés mécaniques et tribologiques plus intéressantes que celles des seules monocouches. De ce fait, les multicouches restent parmi les revêtements durs les plus utilisés [42]. Elles sont généralement obtenues par CVD ou PVD, ce dernier procédé et en particulier la pulvérisation magnétron permet de contrôler l'épaisseur de chaque couche, d'où l'obtention possible de multicouches de quelques nanomètres d'épaisseur [15,33]. Les multicouches CVD les plus utilisées sont : TiC/TiN deux couches, TiC/TiCN/TiN, TiC/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/TiN et TiCN/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/TiN trois couches, TiC/TiCN/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/TiN quatre couches et TiN/TiCN/ZrN/TiAlN/HfN/ZrN six couches. D'autre part, les multicouches PVD les plus connues sont à base de plusieurs couches de TiN, TiC, Ti(C,N) et (Ti,Al)N [43,44]. Les multicouches à base de CrN ayant été développées pour être utilisées en usinage métallique sont celles de CrN/AlN [45], CrN/CrAlN [18], CrCN/CrN [46] et d'autres types de multicouches telles que CrN/ZrN, TiAlN/CrN, CrN/NbN, CrN/W<sub>2</sub>N et CrN/TiN.

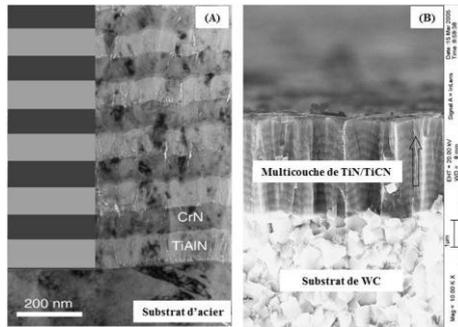


Figure.I.8. Images de section transversale obtenues par microscope électronique à transmission (A) et à balayage (B) des multicouches de CrN/TiAlN [47] et TiN/TiCN [14] respectivement.

- **Les couches à gradient de composition (ou Functional Graded Coatings)** (Figure.I.9): ce sont à la base des multicouches qui présentent une variation continue de la concentration de différents éléments dans le but d'avoir des propriétés spécifiques aux interfaces entre les couches ou à la surface [48]. En effet, les interfaces sont des endroits sensibles au développement des microfissures. Les gradients de composition peuvent être facilement obtenus par variation de la vitesse de dépôt ou de la pression de travail. Un exemple typique de ces couches est celui de TiC-Ti(C,N)-TiN, TiC-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-TiN et Ti-Nb-TaC. Wang *et al.* [49] ont montré que les multicouches de (Ti,Al)N, à gradient de concentration, réalisées sur des substrats de WC-Co présentent des duretés très élevées ainsi qu'une très bonne adhérence. Selon Jin et Feng [50], des couches minces à gradient de composition à base de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> présentent des contraintes résiduelles et thermiques faibles, une bonne adhérence et une bonne résistance aux microfissures générées à l'interface couche/substrat.

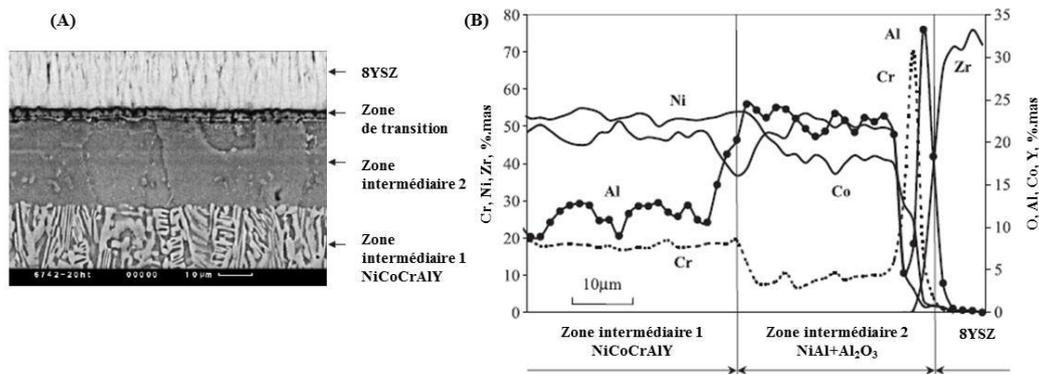


Figure.I.9. Image de la section transversale obtenue par microscope électronique à balayage (A), et analyse chimique des éléments par fluorescence X (B) d'une multicouches de NiCoCrAlY/NiAl+Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/8YSZ (ZrO<sub>2</sub>-8% Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) à gradient de composition avec 8YSZ = (ZrO<sub>2</sub>-8% Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) [51].

## I.2.7. Conclusion

Ces dernières années, les couches minces dures pour outils de coupe se sont développées d'une manière significative et ont permis d'avoir des performances considérables en termes de résistance à l'usure et d'amélioration de la durée de vie des outils. Cela est dû aux développements de nouveaux systèmes de dépôt sophistiqués où plusieurs cibles, de différents

matériaux, peuvent être utilisées en même temps. Ces nouvelles machines permettent un meilleur contrôle des paramètres de dépôt et elles sont dotées d'un système de pompage puissant qui permet d'atteindre un vide poussé dans un temps relativement faible.

L'utilisation de plusieurs cibles a facilité l'obtention de revêtements multi-composés (ternaires, quaternaires...), composites ou multi-phases, tandis que le contrôle des paramètres de dépôts a permis la réalisation de multicouches de différentes phases (métalliques, nitrures, carbures ou oxydes de métaux) ayant de bonnes propriétés mécaniques et tribologiques. De plus, grâce à cette nouvelle génération de machine, l'obtention de super-réseaux de plusieurs couches minces (des dizaines voire des centaines) ayant de très faibles épaisseurs (ou périodes de quelques nanomètres) et des propriétés mécaniques et tribologiques très intéressantes est aujourd'hui possible.

### **I.3. Le MDF**

#### **I.3.1. Introduction**

Les panneaux de fibres de moyenne densité MDF (Medium Density Fiberboard) sont des produits composites de bois à base de fibres cellulosiques et de colle adhésive assemblés sous pression à haute température (140°C) [52-56]. Ils se sont fortement développés aux USA au début des années 60, alors que les premiers MDF fabriqués en Europe l'ont été en 1973 [52]. Bien accepté par les fabricants des meubles en remplacement de bois massif pour les panneaux et composants de meubles, ce matériau est de plus en plus mis en œuvre en aménagement intérieur et dans le bâtiment [53,56]. A la fin de 1992, 34 usines assuraient la production du MDF en Europe, avec une capacité totale de plus de 3 millions de mètres cubes [52].

Le premier intérêt commercial des panneaux de MDF a commencé au milieu de l'année 1970 à l'issue du mélange réussi des fibres de bois avec une résine à base d'urée formaldéhyde. Aujourd'hui, la production du MDF en Europe a été estimée à 14,9 millions m<sup>3</sup>/an en 2006 et à 16,68 millions m<sup>3</sup>/an en 2009 [56], elle est de 580.000 m<sup>3</sup>/an au Japon en 2005 [57] et de plus d'un million m<sup>3</sup>/an en 2009 en Turquie [58].

Le MDF est un matériau industriel récent qui présente de multiples avantages [55,59]. C'est un produit :

- esthétique du fait de sa texture fine,
- plus économique que le bois massif,
- disponible en différentes épaisseurs,
- qui permet l'utilisation de bois de première éclaircie (arbres de faible diamètre, qui ne peuvent être valorisés en bois massif).

Du point de vue technique, le MDF est un matériau d'usage facile [52,59,60] :

- il ne se fend pas,
- il n'éclate pas,
- il présente une bonne stabilité dimensionnelle,
- son sciage est net et sans bavure,
- il peut être peint, lasuré ou verni.

Contrairement au bois brut, il n'y a pas de sens de fibres à observer pour le rabotage ou le ponçage. La finesse de sa texture permet également d'obtenir des surfaces aptes à la mouluration et au laquage.

Les qualités des panneaux de MDF permettent des applications nombreuses et variées dans trois domaines [52,53,57] :

- L'aménagement intérieur : éléments acoustiques, parquets contrecollés, habillages divers, moulures, frises, plinthes,
- L'industrie du meuble : de cuisine, de salle de bains, mais aussi les bibliothèques, placards et le petit mobilier,
- L'agencement de bureaux, de commerces, d'espaces d'accueil.

### **I.3.2. MDF d'Isoroy**

Isoroy est l'un des leaders sur le marché du panneau de bois, dont le MDF (Panneau de Fibres de Moyenne Densité). Isoroy dispose d'une gamme de MDF complète sur un marché finement segmenté, et s'impose avec Medium comme LA solution sur-mesure, tant par le choix des épaisseurs, la conformité aux normes les plus strictes du bâtiment et de l'ameublement, que par sa diversité créative en matière de finition.

Les panneaux de MDF du groupe Isoroy revendiquent une teneur en formaldéhyde inférieure à 8 mg/100 g et des atouts majeurs pour l'ameublement et le développement durable.

### **I.3.3. Fabrication du MDF**

Les panneaux de fibres de moyenne densité (MDF) sont fabriqués par voie sèche. Les fibres sont séchées avant d'être disposées en mat pour le pressage. En absence d'eau, et à une température de pressage de 140°C, plus basse que pour la fabrication des panneaux de fibres dures, la liaison entre les fibres par la résine naturelle du bois est insuffisante. En conséquence, la résistance élevée des panneaux de MDF est obtenue par l'addition d'un adhésif à base de résine synthétique. La masse volumique des panneaux de MDF, de 450 à 1000 kg/m<sup>3</sup> (Figure.I.10), recouvre le domaine des panneaux mi-durs, mais l'adhésif synthétique ajouté au MDF lui confère des caractéristiques mécaniques supérieures. D'autres additifs peuvent être ajoutés lors de la fabrication des panneaux pour leur conférer d'autres propriétés telles que la résistance à l'humidité ou au feu [52,53].

La vaste gamme de masses volumiques des panneaux de MDF s'explique en partie par la diversité des épaisseurs disponibles (de 1,8 à 60 mm) [52]. Les panneaux de faible épaisseur ont une masse volumique plus élevée que les panneaux plus épais. En outre, elle peut varier selon les conditions de fabrication et les exigences de résistance et d'aspect liées aux différentes applications : plus faibles pour les panneaux de lambrissage ou plus élevées pour les emplois en structure.

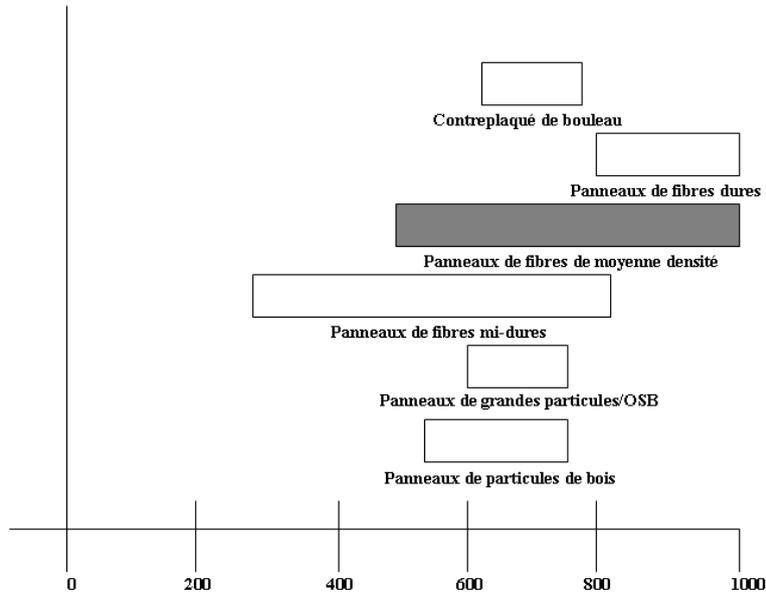


Figure.I.10. Masse volumique de différents produits du bois ( $\text{kg/m}^3$ ) [52].

Les possibilités d'emploi du panneau de MDF s'étendent à d'autres industries de transformation grâce à l'existence de qualités spéciales telles que : la haute densité, la résistance à l'humidité, la qualité extérieure et les panneaux ignifugés.

#### **I.3.4. Les qualités spéciales du MDF**

Jusqu'à présent, les caractéristiques de la qualité standard de panneaux de MDF d'épaisseur moyenne ont été suffisantes pour la plupart des applications en ameublement et aménagement intérieurs. Cependant, tout nouveau matériau évolue. Les développements de ces trois dernières années permettent aux fabricants de MDF de proposer une plus large gamme de panneaux standards dont l'épaisseur va désormais de 1,8 à 60 mm [52]. Des qualités spéciales présentant une résistance accrue à l'humidité, un faible dégagement de formaldéhyde, des propriétés ignifuges ou une plus haute densité, sont apparues. Ce développement des qualités standards de MDF est le résultat d'améliorations des procédés de fabrication, de la mise au point de nouveaux adhésifs et de l'emploi d'additifs [56,61]. Ces panneaux spéciaux sont de plus en plus employés dans la fabrication de meubles, l'aménagement intérieur et l'industrie du bâtiment, ainsi que dans les applications extérieures. Dans ce paragraphe, nous avons essayé de classer trois types de MDF, fabriqués par Isoroy, selon leurs domaines d'applications respectifs.

**MDF Standard (E) :** le Medium Standard (E) est obtenu par traitement des fibres selon un procédé à sec, avec adjonction de résines synthétiques et pressage à haute température. L'utilisation de fibres courtes provenant à 100% de bois feuillus confère au Medium Standard une surface fine et homogène de couleur légèrement brune. Les panneaux de MDF standard peuvent être usinés, laqués, revêtus...etc. Ce type de MDF, est utilisé spécialement dans les milieux secs [52]. La figure.I.11 nous donne un exemple d'application du MDF Standard dans l'ameublement.



Figure.I.11. Exemple d'application du MDF Standard dans l'ameublement.

**MDF Hydrofuge (H)** : il est apte à être utilisé dans des milieux de certaine humidité. Il est obtenu par traitement des fibres selon un procédé à sec, avec adjonction de résines synthétiques spécifiques puis par collage sous presse à haute température. Il est spécialement adapté pour l'agencement et l'ameublement de pièces en milieux humides (cuisines, salles de bains, éléments sous abri, ...) [52]. La figure.I.12 montre un exemple d'application du MDF Hydrofuge dans l'agencement.



Figure.I.12. Exemple d'application du MDF Hydrofuge dans l'agencement.

**MDF Ignifugé (M)** : les panneaux Ignifugés sont obtenus par traitement des fibres selon un procédé à sec, avec adjonction de résines synthétiques et de sels spécifiques tels que : acide borique, chlorure de chrome, de zinc, phosphates d'ammonium ou un mélange de phosphates-azote [61], puis par pressage sous haute température. Il bénéficie de la Marque Collective de Certification NF REACTION AU FEU. Le MDF Ignifugé est spécialement adapté pour l'agencement et l'ameublement de bâtiments collectifs soumis aux réglementations très strictes contre les incendies (centres commerciaux, hôpitaux, salles de spectacles, bâtiments scolaires, les bateaux de croisière, établissements recevant du public, hôtellerie, ...) (Figure.I.13).



Figure.I.13. Exemple d'utilisation du MDF Ignifugé dans le bâtiment.

Dans le tableau.I.3, nous avons résumé quelques formats et épaisseurs dans lesquels les trois types de MDF sont disponibles.

Format (mm <sup>2</sup> )/Épaisseur (mm)		10	12	16	19	22	30
E	2800x1850			X	X	X	X
	3700x1850			X	X	X	X
	2800x2070			X	X	X	X
H	2800x1850	X	X	X	X	X	
	2800x2070	X	X	X	X	X	
M	2800x2070		X	X	X	X	X

Tableau.I.3. Formats et épaisseurs des panneaux de MDF [52].

Le tableau.I.4 résume quelques propriétés des trois types de MDF. Seuls les panneaux présentant les trois épaisseurs communes (16,19 et 22 mm) ont été décrits.

Propriétés	Unité	MDF Standard (E)			MDF Hydrofuge (H)			MDF Ignifugé (M)			Norme
		16	19	22	16	19	22	16	19	22	
Masse volumique moyenne	kg/m <sup>3</sup>	760	760	740	760	760	740	800	800	790	EN 323
Humidité	*	-	-	-	7	7	7	6	6	6	EN 322
Gonflement 24h	%	12	12	10	8	8	7	12	10	10	EN 317
Résistance à la flexion	MPa	30	30	28	30	30	28	25	20	20	EN 310
Module d'élasticité en flexion	MPa	2800	2800	2500	2700	2700	2600	2500	2500	2500	EN 310
Traction perpendiculaire	MPa	0,60	0,60	0,60	0,75	0,75	0,75	0,70	0,65	0,60	EN 319
Stabilité dimensionnelle (de 35 à 85HR)	L,W(%)	0,4	0,4	0,4	0,4	0,4	0,3	0,4	0,4	0,3	EN 318
	e(%)	5	5	5	5	5	4	5	5	4	EN 318
Taux de silice	% massique	0,05	0,05	0,05	0,05	0,05	0,05	0,05	0,05	0,05	ISO 3340
Formaldéhyde		E1	E1	E1	E1	E1	E1	E1	E1	E1	EN 120

\*= [Masse (bois vert)-Masse (bois sec)]/Masse (bois sec)

Tableau.I.4. Ordre de grandeur des propriétés moyennes des panneaux de MDF [62].

Dans cette thèse nous allons nous intéresser à l'usinabilité de ces trois types de MDF. Afin de faciliter leur identification nous avons donc choisi de les désigner par la lettre correspondante suivie par les deux chiffres indiquant l'épaisseur du panneau. Par exemple : le E16 correspond

au MDF Standard d'une épaisseur de 16 mm, le H19 au MDF Hydrofuge d'une épaisseur de 19 mm et le M22 au MDF Ignifugé d'une épaisseur de 22 mm.

### **I.3.5. Usinage du MDF**

Aujourd'hui, l'utilisation des composés de bois, dans plusieurs domaines, ne cesse de croître. En effet, la production mondiale de MDF a augmenté considérablement lors des dernières décennies. 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 m<sup>3</sup>. Le Japon est également un pays où l'utilisation des matériaux dérivés de bois est importante. Les panneaux MDF sont faciles à usiner vu leur bonne homogénéité et l'absence des nœuds ce qui n'est pas le cas pour la plupart des types de bois et leurs composés. Dans les paragraphes suivants nous décrivons les opérations d'usinage les plus sollicitées lors de la fabrication des produits à base de panneaux de MDF [52].

#### **Le sciage :**

Les panneaux de MDF peuvent être découpés sans dégradation au moyen de scies manuelles. Cependant, la plupart des utilisateurs emploient des scies circulaires, depuis les petits modèles portables jusqu'aux installations entièrement programmables. Les fibres de bois nécessaires à la fabrication des panneaux de MDF étant généralement lavées pour éliminer la silice et autres corps abrasifs, l'usure des lames ne devrait pas poser de problèmes particuliers lors de la découpe des panneaux de MDF. Par contre, en raison de la densité relativement élevée de ce matériau et de sa teneur en résine synthétique, le MDF est plus abrasif que les bois couramment utilisés. Il est donc recommandé d'employer des outils à mises rapportées en carbure de tungstène. La figure.I.14 donne des exemples de sciage des panneaux de MDF.



Figure.I.14. Exemples de sciage des panneaux de MDF.

#### **Profilage :**

L'un des principaux avantages du MDF sur les autres panneaux dérivés du bois est son excellente aptitude au profilage avec une bonne qualité d'aspect pour un minimum de ponçage et d'isolant. La plupart des profilages peuvent être réalisés sur le MDF.

Les usineurs du MDF choisissent de préférence des profils simples, avec des chants arrondis (Figure.I.15), parce qu'ils sont plus aisés à poncer et à préparer avant la finition. En outre, ils présentent une meilleure résistance aux chocs dans les situations exposées. Quelle que soit la complexité du profil choisi, tous les angles vifs doivent être légèrement arrondis afin d'assurer une meilleure couverture par la couche de peinture ou de laque, et améliorer la résistance aux chocs de la finition.



Figure.I.15. Exemple de profilage d'une pièce en MDF.

### **Défonçage :**

L'industrie de l'ameublement et du bâtiment utilise beaucoup d'éléments en MDF façonnés (Figure.I.16) et profilés. Les défonceuses, et particulièrement les machines à commande numérique, sont les plus efficaces pour réaliser ces opérations. La plupart des fabricants emploient des outils à dents fixes, brasées, mais les plaquettes de carbure jetables, les couteaux de carbure hélicoïdaux et les dents en diamant polycristallin sont de plus en plus appréciés.



Figure.I.16. Exemple d'une pièce en MDF façonnée.

### **Ponçage des profils :**

Le MDF est souvent mis en œuvre dans des emplois où les chants sont profilés, puis finis par mise en teinte et application de vernis ou de peinture. La qualité finale des chants dépend en grande partie du soin apporté à la préparation des chants profilés avant application de la finition : absence d'ondes d'usinage, qualité de la coupe et qualité du ponçage.

Avec un bon usinage des chants, les matériaux et procédés de ponçage des chants peuvent être sélectionnés sur le seul critère de leur efficacité. Le choix entre les différentes méthodes, qui vont du ponçage manuel avec des blocs flexibles jusqu'aux machines à têtes multiples intégrées dans la chaîne de fabrication, dépend largement de la complexité des moulures, du nombre de pièces à poncer et des contraintes financières. En règle générale, les fabricants utilisent plutôt les abrasifs à base de carbure de silicium pour le ponçage du MDF. Les abrasifs à l'oxyde d'aluminium ont tendance à s'émousser et sont moins efficaces. La figure.I.17 montre un exemple d'une pièce en MDF poncée avec un papier de verre P240 puis revêtue avec une couche de primer blanc.



Figure.I.17. Exemple d'une pièce MDF poncée avec un papier de verre P240 puis revêtue avec une couche de primer blanc.

Le coût du produit final à base de bois dépend fortement du type de bois choisi, du nombre d'opérations d'usinage effectué ainsi que de la qualité des outils de coupe. De ce fait nous avons choisi de faire un rappel des différents outils utilisés en coupe de bois et de ces dérivés.

### **I.3.6. Outils utilisés en usinage du bois**

Depuis les temps les plus reculés, l'homme travaille le bois avec des outils en métal. Au fil des siècles, ces outils se sont modifiés et se sont adaptés aux nouvelles essences et aux nouveaux matériaux qui sont apparus. Ils ont aussi bénéficié de l'apport de nouvelles technologies. Aujourd'hui, ces outils à bois performants requièrent de bonnes connaissances pour pouvoir bénéficier de toutes leurs qualités.

#### **I.3.6.1. Qualités attendues d'un outil de coupe**

Un outil est toujours composé de deux parties, distinctes ou non : le corps et la ou les parties tranchantes. Ces deux composantes doivent répondre à des exigences différentes [63].

Au corps, on demande :

- de la rigidité (indéformabilité), mais parfois de la souplesse (scie à ruban, par exemple)
- une bonne résistance à la fatigue
- de supporter sans dommage les efforts de coupe
- d'être brasable, si la fixation des dents l'exige
- une masse volumique limitée, surtout pour les outils de grande taille.

Pour la zone tranchante (dent ou couteau), on choisit un matériau :

- au pouvoir tranchant élevé (finesse de l'arête de coupe)
- dur, résistant bien à l'usure
- suffisamment résistant pour supporter, sans rupture ni déformation, les efforts de coupe
- non fragile
- insensible à la corrosion.

### **I.3.6.2. Matériaux de coupe :**

La panoplie des matériaux actuellement disponibles est très vaste. Pourtant, seuls quelques-uns possèdent des qualités rendant possible la coupe du bois. Certains sont connus depuis longtemps déjà, d'autres sont très récents.

#### **- Aciers :**

Connus depuis des temps très anciens, ils ont bénéficié de nombreuses améliorations qui leur permettent d'être encore utilisés de nos jours même si leur emploi diminue. Les aciers sont utilisés pour la confection d'outils, très souvent pour constituer le corps, parfois (mais de moins en moins) pour la partie tranchante. Pour cette dernière fonction, on utilise :

- des aciers au chrome (avec un pourcentage pouvant atteindre 12 %),
- des aciers rapides, dont la composition moyenne est [63]:
  - o carbone : 0,6 à 1,2 %
  - o chrome : 4 %
  - o tungstène : 10 à 18 %
  - o cobalt : 1,5 à 3 %
- des aciers surcarburés, qui sont des aciers rapides à haute teneur en carbone (1,5 à 1,8 %) et à taux de tungstène élevé (15 à 18 %)

La dureté moyenne des aciers à outils est de 40 à 65 HRC (60 à 65 HRC pour les aciers rapides).

Les aciers ont pour principaux avantages :

- la finesse de l'arête de coupe, qui engendre un excellent pouvoir tranchant, donc une bonne qualité d'usinage,
- une grande facilité d'entretien : l'affûtage peut se faire sans difficulté avec une meule vitrifiée ou, mieux, avec une meule borazon (nitrure de bore cubique) ; que ce soit à sec ou sous arrosage,
- une bonne résistance mécanique,
- une mise en œuvre facile,
- un prix d'achat très abordable.

Malheureusement, leur résistance mécanique est très altérée par l'élévation de température (Figure.I.18) ; cela les prédispose à une usure d'origine mécanique rapide. Ils sont en outre sensibles à la corrosion physicochimique et ils sont électriquement très conducteurs : on comprend parfaitement que leur capacité à résister à l'usure est médiocre.

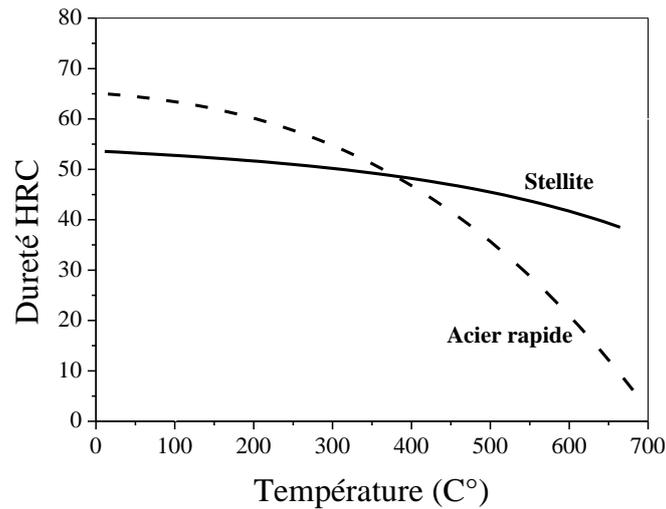


Figure.I.18. Evolution de la dureté en fonction de la température pour le Stellite vis-à-vis de l'acier rapide [63].

- **Alliages chrome-cobalt :**

Parmi ces alliages, le plus connu est sans doute le **Stellite** dont une des caractéristiques est de conserver à chaud ses qualités mécaniques. La dureté du Stellite (47 à 52 HRC) à froid, est nettement inférieure à celle de l'acier, mais elle se conserve particulièrement bien lorsque la température s'élève, alors que celle de l'acier chute considérablement (Figure.I.18). Sachant également que les matériaux à base de cet alliage sont résistants à la corrosion, on comprend aisément que sa résistance à l'usure soit bien meilleure que celle de l'acier. Le Stellite est très utilisé en scierie, où il sert à la préparation des lames à ruban : il est déposé par fusion sur la pointe des dents de scies. Le tableau.I.5 donne la composition chimique des deux alliages (Stellite et Tantung) utilisés en fabrication des outils de coupe du bois.

Composition (% en masse)	Stellite		Tantung
	Grade I	Grade II	
Chrome	33	29	27 à 32
Cobalt	50	58	45 à 50
Carbone	2,4	1,9	2 à 4
Tungstène	13	9	14 à 19
Silicium	0,8	0,8	-
Tantale	-	-	2 à 7
Manganèse	-	-	1 à 3
Fer	-	-	2 à 5
Divers	0,8	1,3	-

Tableau.I.5. Composition des stellites et Tantung utilisés pour les outils de coupe du bois [63].

Les qualités des alliages chrome-cobalt sont les suivantes :

- une bonne résistance à l'usure,
- une bonne arête de coupe,
- une mise en œuvre très facile soit par fusion, soit par brasage,
- une facilité d'affûtage par la meule vitrifiée ou la meule borazon.

Leurs domaines d'applications privilégiés sont :

- en scierie, où la tenue de coupe des rubans en acier est souvent une limite à la rentabilité des investissements, alors que ceux à pastilles rapportées en carbure de tungstène sont d'emploi et d'entretien encore aujourd'hui impossible,
- en menuiserie, spécialement pour l'usinage de bois de faible ou moyenne dureté, mais abrasifs. Toutefois, les évolutions récentes des outils en carbure de tungstène limitent de plus en plus ces cas d'application.

En revanche, leur prix d'achat est assez élevé.

- **Carbures de tungstène :**

Les carbures de tungstène sont obtenus par frittage (à environ 1400°C et 150 à 220 MPa) c'est-à-dire par agglomération de grains de carbure de tungstène WC à l'aide d'un liant, le cobalt (Figure.I.19), contrairement aux aciers et alliages chrome-cobalt qui sont des matériaux homogènes, obtenus par fusion des différents composants dans un mélange intime.

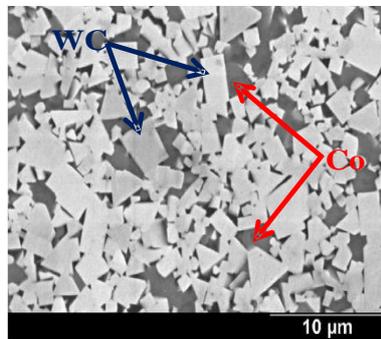


Figure.I.19. Structure d'un carbure de tungstène observé par microscope électronique à balayage [64].

Ces deux éléments principaux (Co et WC) sont choisis pour leurs caractéristiques complémentaires :

- le carbure de tungstène a pour principales qualités :
  - une haute dureté (1500 à 2200 HV<sub>10</sub>), qui le place parmi les corps connus les plus durs, après le diamant et le nitrure de bore cubique (borazon). Cette dureté lui confère une excellente résistance à l'abrasion,
  - une température de fusion particulièrement élevée, qui lui permet de supporter sans dommage les températures atteintes lors de l'usinage,
  - une bonne inertie aux attaques physicochimiques.
- le cobalt est choisi pour son aptitude à lier les grains entre eux.

Bien sûr, cette hétérogénéité se traduit par une certaine sensibilité aux chocs et vibrations, car les surfaces d'assemblage sont autant de zones de fragilité potentielle. C'est pourquoi il est recommandé que l'angle de taillant soit au moins égal à 60°.

A ces deux composants de base, on ajoute d'autres éléments (en faibles quantités) : carbure de tantale, nitrure de titane, etc. pour améliorer les caractéristiques telles que la résistance à l'abrasion, la résistance aux chocs, etc.

- **Diamant polycristallin :**

Le diamant est le matériau le plus dur que l'on connaisse. Cette qualité est mise à profit depuis longtemps pour l'usinage des métaux non ferreux. Mais les seuls diamants disponibles étaient, jusqu'à il y a une trentaine d'années, les diamants naturels, ce qui limitait les emplois. Depuis que l'on sait fabriquer industriellement des grains de diamant, les utilisations se sont multipliées, et nous avons vu apparaître ce matériau pour l'usinage des panneaux il y a une vingtaine d'années.

Les plaquettes utilisées actuellement sont constituées d'une multitude de grains de diamant. Ces grains sont obtenus à partir d'une poudre de carbone pur passée dans un four à haute pression et température (à environ 5876 MPa et 1400°C) et sont déposés à la surface d'une plaquette en carbure de tungstène revêtu d'une fine couche de Nickel (Figure.I.20).

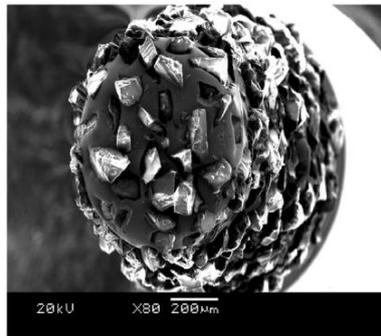


Figure.I.20. Image obtenue par microscope électronique à balayage d'un diamant polycristallin PCD fixé sur une dent de coupe [65].

L'avantage principal de ce matériau est sa longévité de coupe très élevée (pouvant atteindre 100 à 200 fois celle des carbures classiques), qui permet l'amortissement d'outils pourtant chers à l'achat. Son inconvénient principal est sa fragilité, car la cohésion de la couche de diamant est très faible. Elle est déposée sur un support en carbure lui-même fragile : l'ensemble ne peut qu'être très sensible aux chocs (nœuds, heurts, vibrations, chocs thermiques). Pour limiter les risques de fissures ou de brèches à l'arête de coupe, il est recommandé d'éviter des angles de taillant inférieurs à 75°.

- **Céramiques :**

Les céramiques sont des matériaux frittés, composés à partir d'oxydes, carbures ou nitrures. Souvent, le composant de base représente 95 à 99,7% de la composition. Dans la panoplie disponible, qui s'étoffe en permanence, trois familles peuvent retenir notre attention :

- les **alumines**, dont le composant de base est l'oxyde d'alumine  $Al_2O_3$  et qui présente de nombreuses qualités, malheureusement limitées par une résistance mécanique médiocre ;
- les **zircons**, (oxydes de zirconium  $ZrO_2$ ) utilisées dans de nombreux domaines mais qui ne sont pas brasables ;
- les **nitrures de silicium**,  $Si_3N_4$ , qui sont apparus récemment et dont tous les domaines d'emploi n'ont pas encore été explorés. Leurs caractéristiques physiques et mécaniques laissent espérer des applications dans le secteur de la coupe du bois et des

panneaux. Ils présentent, en outre, la propriété d'être électroéroductibles (appréciable pour la réalisation d'outils de forme) et facilement brasables.

La figure.I.21 présente une observation par microscope électronique à balayage d'une céramique  $Al_2O_3/ZrO_2$  utilisée pour la fabrication des outils de coupe du bois.

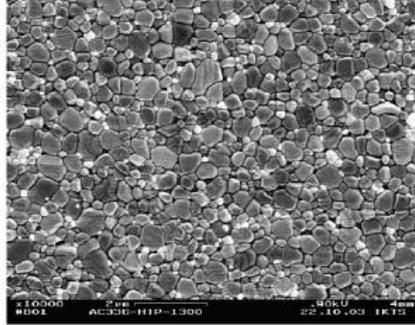


Figure.I.21. Observation par microscope électronique à balayage de  $Al_2O_3/ZrO_2$  utilisée pour la fabrication des outils de coupe [5].

On peut attendre des céramiques qu'elles viennent occuper un créneau situé entre le carbure de tungstène et le diamant synthétique. Ces deux matériaux de coupe sont en effet assez éloignés, tant sur le plan des performances que sur celui du prix.

Les panneaux de MDF ont une densité relativement élevée et contiennent un taux en résine synthétique important ce qui les rend plus abrasifs que les bois couramment utilisés. De ce fait, l'utilisation des plaquettes rapportées en carbure de tungstène ou en diamant polycristallin est vivement recommandée.

### **I.3.7. Conclusion**

Aujourd'hui, le MDF est devenu un matériau indispensable dans le bâtiment et l'industrie du meuble du fait de ces bonnes propriétés mécaniques et esthétiques. Cependant, il reste parmi les matériaux dérivés de bois les plus abrasifs. De plus, le développement des nouveaux panneaux présentant des propriétés spécifiques telles que ; la résistance à l'eau ou au feu nécessite l'ajout de différents sels et éléments étrangers aux fibres de bois, ce qui augmente considérablement leur abrasivité. Les panneaux de MDF existent en plusieurs épaisseurs et sont de trois types différents et, en plus, leur densité n'est pas constante le long de l'épaisseur. Malgré que l'usinage du MDF ait fait l'objet de plusieurs études scientifique, nous n'avons pas trouvé de références bibliographiques traitant la différence d'usinabilité des trois MDF ou l'effet de l'épaisseur sur le profil d'usure des outils de coupe.

L'usinage des panneaux du MDF provoque une usure élevée des outils de coupe d'où la nécessité d'utiliser des matériaux présentant de bonnes propriétés mécaniques, tribologiques et une bonne stabilité thermique et chimique. Malgré l'utilisation en masse des aciers en usinage du bois, leur emploi en coupe du MDF est limité par leur usure rapide. Le diamant polycristallin et les céramiques se présentent comme les meilleurs candidats pour la fabrication des outils de coupe du bois et de ses dérivés. Cependant, leur coût élevé ainsi que leur faible résistance aux chocs limitent considérablement leur utilisation. Aujourd'hui, la plupart des opérations d'usinage des panneaux de MDF est faite par des outils en carbure de tungstène. En effet, le WC-Co présente un bon rapport qualité/prix qui lui permet d'être le

matériau le plus utilisé en usinage du MDF. Par ailleurs, le WC-Co est un matériau non homogène qui contient deux phases différentes ; du WC très dur et du Co métallique ayant une faible résistance à l'abrasion. Cette hétérogénéité est, dans la plupart des cas, l'origine de l'usure des outils en WC-Co lors de l'usinage des panneaux de MDF.

Dans le paragraphe suivant nous allons aborder les différents mécanismes d'usure des outils de coupe utilisés en usinage des panneaux de MDF et des améliorations qui ont leur été apportées pour augmenter leur durée de service.

#### **I.4. Endommagements des outils lors de l'usinage de MDF**

##### **I.4.1. Introduction**

L'usure de l'outil de coupe engendre le changement fréquent de celui-ci, l'augmentation des efforts de coupe et de l'énergie consommée et surtout la mauvaise qualité du produit final, ce qui cause des pertes économiques importantes [11]. Lors de l'usinage du bois et de ses dérivés, de nombreuses interactions se produisent à l'interface outil/pièce induisant des frottements, des déformations élastiques et plastiques, des réactions chimiques ainsi que l'augmentation de la température de l'outil de coupe [66], ce qui provoque l'usure de l'arête de ce dernier et par conséquent la dégradation de la qualité du produit fini. De ce fait, il est important d'améliorer la performance des outils de coupe du bois et de ses dérivés en améliorant leur résistance à l'usure et leur durée de service.

##### **I.4.2. Mécanismes d'usure des outils de coupe de MDF**

L'usinage du MDF a été l'objet de plusieurs études [67,11,68-71]. En effet, malgré l'augmentation de son utilisation, le MDF reste parmi les matériaux composites à base de bois les plus abrasifs du fait de la présence de la colle adhésive et de la densité élevée de ses panneaux. Plusieurs chercheurs se sont intéressés aux phénomènes d'usure des outils de coupe utilisés en usinage des panneaux de MDF [11,68-71]. La théorie classique de l'abrasion ne peut pas expliquer l'usure d'un outil ayant une dureté beaucoup plus élevée que le bois [68]. De ce fait, comprendre les différents mécanismes contribuant à l'endommagement des outils est indispensable afin de faciliter le choix des améliorations à apporter pour augmenter leur durée de vie.

Dans des études antérieures [11,69-71], il a été montré que l'usure des outils en carbure de tungstène, utilisés en usinage des panneaux de particules et panneaux de fibres de bois, se fait d'une manière générale par élimination de la phase métallique de cobalt puis par détachement des grains de WC de l'arête. D'autre part, des microfissures ont été observées dans la phase métallique expliquant son élimination par micro-abrasion. En outre, la vibration des grains de WC sous l'effet des efforts de coupe, provoque leur fissuration et par la suite leur fragmentation en petits morceaux ainsi que leur détachement de l'arête de l'outil.

Durant le fraisage (ou défonce) des panneaux de particules ou de fibres de bois [69], les efforts de coupe ne sont pas constants, du fait de la discontinuité du procédé, les outils de coupe subissent de forts impacts lors de leur contact avec le panneau à usiner. Ceci peut provoquer des endommagements sévères de l'arête par écaillage et par détachement d'un nombre important de grains de carbure de tungstène en une seule fois. Par ailleurs, aucune trace d'oxydation ni de corrosion n'a été observée, les grains de WC semblaient bien garder leur apparence initiale.

Sheikh-Ahmad et Bailey [68] ont étudié l'effet de la dureté, de la taille des grains, du pourcentage de cobalt et du type de phase métallique sur l'usure des outils utilisés en usinage des panneaux de particules. Ils ont constaté que l'usure est souvent provoquée par micro-abrasion et microdéformation de la phase métallique conduisant par la suite à son élimination partielle et au détachement des grains de WC. De plus, les panneaux de particules et de fibres contiennent de petites quantités de silice provenant du bois initial constitué de la matière de base, les grains de silice peuvent s'insérer entre l'outil et le panneau de bois et accélérer l'élimination de la phase métallique par micro-abrasion.

Selon Sheikh-Ahmad et Bailey [68], l'usure augmente quand le pourcentage de la phase métallique et la taille des grains de WC augmentent et elle diminue quand la dureté de WC-Co augmente. Par ailleurs, l'addition de nickel, de chrome et de molybdène n'améliore pas la résistance à l'usure, ces éléments ont été choisis pour améliorer la résistance à l'oxydation du WC-Co, mais leur effet sur l'usure n'était pas très visible.

Dans ses travaux, Stewart [72] a rapporté que l'usure par adhésion, diffusion, fatigue, oxydation et corrosion à haute température sont les mécanismes dominants lors de l'usinage de panneaux de MDF en utilisant des outils en WC-Co. D'autre part, l'addition de certains éléments tels que le chrome, le nickel et le bore à la phase métallique peut améliorer sa résistance à l'oxydation et à la corrosion et par conséquent sa résistance à l'usure. Reid *et al.* [73] ont montré que le MDF se décompose, à haute température, en de nombreux gaz nocifs qui peuvent attaquer chimiquement et fragiliser la phase métallique du cobalt. En outre, l'usure des outils se fait en deux étapes, la première, à faibles températures (< 400°C), par formation de composés chimiques avec le cobalt (exemple : sulfure) et la deuxième, à hautes températures (> 500°C) par oxydation des grains de WC. Selon Basu et Sarin [74] l'oxydation de WC-Co commence à 600°C, sa vitesse augmente avec la température et avec le pourcentage d'oxygène présent dans l'atmosphère et diminue quand le taux de cobalt augmente.

Stewart *et al.* [75] ont constaté qu'une décharge électrique se produit lors du contact entre l'outil et les panneaux de MDF. Durant l'usinage de bois vert, cette décharge électrique est continue du fait de la présence de l'eau dans le bois, donc l'outil et la pièce à usiner se transforment en deux électrodes accélérant par la suite la corrosion de l'arête de coupe. Dans le cas du MDF, la décharge électrique est discontinue et faible, mais elle reste suffisante pour augmenter la température d'oxydation et la corrosion de l'outil de coupe.

Selon Bailey *et al.* [76] l'élimination de la phase métallique du cobalt se fait par attaque chimique subie par les extractifs présents dans le bois vert. Ensuite, les grains de carbure se détachent l'un après l'autre car la force de liaison entre ceux-ci et le liant cobalt n'est plus suffisante pour résister aux efforts de coupe. Pugsley et Sockel [64] ont étudié la résistance à la corrosion des carbures de tungstène trempés dans l'acide tannique, cette solution a été choisie afin de simuler les différentes attaques chimiques rencontrées lors de l'usinage de bois. Ils ont remarqué que la résistance à la fatigue diminue significativement dans le milieu corrosif et que la première défaillance, sous un effort cyclique, a été observée à 25% de la résistance mécanique du carbure de tungstène. Gauvent *et al.* [77] ont comparé la résistance à la corrosion de trois types de carbure de tungstène et trois nuances d'aciers. Ils ont montré que les carbures sont plus résistants que les aciers, et que plus le pourcentage de cobalt diminue dans les carbures, meilleure est leur résistance.

La température de l'arête de coupe est l'un des facteurs les plus importants provoquant l'usure des outils, car les propriétés essentielles des matériaux telles que la dureté et la stabilité thermique et chimique se dégradent significativement avec l'augmentation de la température. En effet, la contribution des différents mécanismes d'usure ne peut être évaluée sans avoir des informations précises sur la température de l'arête de coupe et de la façon dont elle affecte les propriétés du matériau dont l'outil est fabriqué. Sheikh-Ahmad [78] a fait un résumé de certains travaux traitant de la détermination de la température de l'arête de coupe lors de l'usinage des composés de bois (panneaux de particules ou panneaux de fibres de bois). Le tableau.I.6 résume les températures mesurées en utilisant différentes techniques : thermocouples, radiométrie infrarouge, techniques thermomécaniques et thermochimiques.

Dans certains cas, des mesures près de l'arête de coupe ont été extrapolées afin de trouver une valeur proche de la température réelle de l'arête de l'outil. Les températures illustrées dans le tableau.I.6 ne peuvent représenter que des températures limites inférieures de la température d'usinage, les valeurs réelles sont nettement plus élevées.

Processus de coupe	Matériaux de coupe	Méthode de mesure	Vitesse de coupe (m/s)	Vitesse d'alimentation	Température (C°)
Coupe par pendule double bras	Scie en HSS	TC à 0.55 mm de l'arête	15-32	0.2-1.2 mm	100-500
Coulissant	Aciers alliés, HSS, WC-Co	TC à 3, 5, 8 mm	1-5	-	40-200
Coupe orthogonale continue	HSS	TC à 4, 6, 9 mm	0.2-20	0.05mm	20-200
Frottement	Aciers	TC à 2, 4, 8, 16 mm	1.1-14	-	60-260
Coupe continue sur tour	WC-Co	TC à 1, 2, 3mm	17,6-42	0.05, 0.1mm/rev	200-275
Sciage	HSS	IR à 0.3mm	57, 79	10, 15, 20m/min	250-350
Frottement sur la face arrière	dents de scie en WC-Co	IR à 0.15mm	1.6-23.6	-	120-250
Coupe orthogonale discontinue	WC-Co	IR à 0.11mm	5-20	0.043mm	50-154
Rainurage discontinue	WC-Co	IR à 0.11mm	5-20	0.043mm	100-200
Fraisage périphérique	Aciers allés, HSS	Microdureté	22-45	1mm	200-310
Fraisage périphérique	HSS, Stellite	Microdureté	44 25	- -	375 550
Coupe discontinue	WC-Co	PVD film	26.5-30.5	0.35mm	327

TC : Thermocouple, IR : infrarouge.

Tableau.I.6. Mesure de la température des outils de coupe par différentes méthodes [78].

### **I.4.3. Amélioration de la durée de service des outils de coupe du bois**

Lors d'études antérieures [6-10,79] on s'est intéressé aux moyens pouvant améliorer la résistance à l'usure des outils utilisés en usinage du bois. La plupart des travaux se sont basés sur le développement de nouveaux outils à base de céramiques ou de diamant polycristallin ayant de bonnes propriétés mécaniques et tribologiques et en particulier une grande stabilité thermique et chimique. Cependant, de nombreuses études ont été basées sur les différents procédés développés pour les outils de coupe métallique tels que les traitements

thermochimiques et les traitements de surface via des dépôts PVD et CVD où des résultats intéressants ont été obtenus. Dans les paragraphes suivants nous allons résumer les différentes solutions proposées pour améliorer la résistance à l'usure des outils de coupe du bois.

#### **I.4.3.1. Améliorations apportées au matériau de base**

Le bois et ses dérivés sont des matériaux inhomogènes qui contiennent des éléments étrangers abrasifs provoquant des chocs sévères qui peuvent entraîner la destruction de l'arête de l'outil. Certains chercheurs ont choisi d'améliorer le matériau de base afin de le rendre plus résistant. Eblagon *et al.* [6] ont constaté que l'utilisation des outils céramiques à base de nitrures de silicium  $\text{Si}_3\text{N}_4$  renforcés par du TiN ou du TiC en usinage de bois donne des résultats prometteurs. En effet, ces outils CMC (Composites à Matrice Céramique) se montrent plus durs que le WC, plus résistants aux attaques chimiques de l'acide tannique et présentent une durée de vie trois fois supérieure à celle du WC. De plus, leur faible taille de grains (entre 0,4 et 1,1  $\mu\text{m}$ ) permet l'obtention d'arêtes de coupe très vives (de 1 à 2  $\mu\text{m}$  de rayon) au lieu de 5  $\mu\text{m}$  pour le WC, ce qui permet d'avoir un bon état de surface du bois usiné ( $R_a < 5 \mu\text{m}$ ). D'autre part, l'addition de certains oxydes tels que :  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Y}_2\text{O}_3$ ,  $\text{La}_2\text{O}_3$  ou MgO peut améliorer la résistance à l'usure des outils à bois [7]. Par ailleurs, le développement des céramiques sub-micrométriques (entre 0,4 et 0,6  $\mu\text{m}$  de taille de grains), à base d'oxydes  $\text{Al}_2\text{O}_3$  et  $\text{ZrO}_2$ , permet d'atteindre des duretés de plus de 20 GPa supérieures à celle du WC (17 GPa) et d'augmenter significativement la durée de vie des outils utilisés en usinage du bois et de ses dérivés [5].

Budinski [80] a comparé le comportement de plusieurs outils de coupe : WC-Co (de 6, 8, 10 et 15% de Co), WC-Ni, WC-Mo, des céramiques à base d'oxydes d'aluminium et d'oxydes de zirconium, à base de carbures de silicium, de nitrures de silicium, d'oxydes de zirconium, un cermet d'acier de C440 renforcé par du TiC et un diamant polycristallin déposé sur un outil en carbure. Il a constaté que la meilleure résistance à l'usure abrasive a été obtenue avec le diamant polycristallin, puis avec le WC-Co de faible pourcentage en Co (6 et 8%), et enfin avec le WC-Mo. Les outils céramiques à base d'oxydes d'aluminium et oxydes de zirconium, se sont montrés plus résistants que le WC-Co de 10 et 15% en Co et le WC-Ni de 10% en Ni. Ces derniers restent meilleurs que les carbures de silicium, le cermet, les nitrures de silicium et les oxydes de zirconium. Concernant les tests de corrosion, les meilleurs résultats ont été observés pour le WC-Co à 8% de Co, suivi par l'outil à base de nitrures de silicium.

Selon Stewart [72] l'addition de certains éléments tels que le chrome ou le nickel améliore la résistance à la corrosion des outils en WC-Co. Les mêmes résultats ont été obtenus par Mills [81] en ajoutant des carbures des métaux de transition tels que le TiC, NbC, et TaC. Contrairement à Pugsley *et al.* [82] qui ont montré que l'ajout de TiC et de Ta(Nb)C fait diminuer la résistance à la corrosion des WC-Co.

Stewart [8] a traité thermiquement des outils en WC-Co sous une atmosphère de bore dans le but de former des borures de cobalt plus résistants à l'oxydation et à la corrosion à haute température que le cobalt pur. Il a été constaté que la performance des outils traités est meilleure que les non traités. En outre, il a été remarqué que cette performance est très proche de celle des outils en diamant polycristallin PCD. D'autre part Stewart *et al.* [9] et Gisip [10] ont montré qu'un traitement cryogénique des outils en WC-Co par l'azote froid à  $-149^\circ\text{C}$  peut réduire l'usure et les efforts de coupe de plus de 30%. L'azote froid fait augmenter la résistance du cobalt contre les attaques chimiques à basses températures et leur résistance à l'oxydation à hautes températures générées durant l'usinage des panneaux de fibres de bois.

Dans une étude menée par Bayoumi [79], une comparaison entre plusieurs outils en WC de différents pourcentages de cobalt (entre 2 et 16 %) a été effectuée. Ils ont remarqué que l'augmentation de ce dernier diminue la dureté et la résistance à l'usure des outils de coupe, par contre, la résistance aux chocs mécaniques augmente. Les mêmes résultats ont été obtenus par Sheikh-Ahmad et Bailey [68], Saito *et al.* [83] et Pirso *et al.* [84] qui ont montré que l'usure augmente avec la taille des grains de WC. Cependant, le développement des carbures sub-micrométriques (de 0,5 à 0,8  $\mu\text{m}$  de taille de grains), a permis d'avoir des duretés supérieures à 20 GPa et d'améliorer significativement la résistance à l'usure des carbures WC-Co standards (ayant des tailles de grains  $> 2 \mu\text{m}$ ) de 30% lors de l'usinage des dérivés de bois [85].

Aujourd'hui le développement des outils à base de diamant polycristallin PCD ayant des duretés très élevées (entre 50 et 80 GPa), un faible coefficient de frottement et une bonne stabilité chimique et thermique, permet d'améliorer significativement la durée de vie des outils en WC-Co utilisés en usinage du bois et de ses dérivés de 5 à 20 fois [86,87]. Selon Bai *et al.* [88] l'utilisation des outils en PCD en usinage de bois a atteint 29% en 1995 et est estimée à 40% à la fin du 20<sup>ième</sup> siècle dont seulement 2% sont utilisés en usinage de bois massif, 26% en usinage de MDF, 11% en usinage des panneaux de particules et le reste en usinage des autres dérivés du bois. Malgré les performances atteintes par les outils PCD en termes de résistance à l'usure, leur coût très élevé réduit leur usage à des opérations spécifiques.

#### **I.4.3.2. Améliorations apportées par des couches minces**

Ces dernières années le développement des couches minces dures, déposées par PVD (Physical Vapor Deposition) ou CVD (Chemical Vapor Deposition), pour améliorer la résistance à l'usure des outils de coupe n'a cessé d'augmenter. Cependant, on ne trouve aucune application de ces revêtements en usinage du bois et de ses dérivés. Ces 15 dernières années, plusieurs chercheurs se sont intéressés à l'apport de ces revêtements sur la durée de vie des outils de coupe du bois, les résultats qui ont été obtenus étaient prometteurs mais la faible adhérence de ces couches sur les outils a limité leur exploitation industrielle [12].

Faga et Settineri [12] ont comparé plusieurs traitements de surface appliqués sur des outils en acier rapide (nituration à 300 et à 500°C, couches de DLC de 1 et 3  $\mu\text{m}$ , une monocouche de CrN et des multicouches de CrN de 2 $\mu\text{m}$  d'épaisseur). Ils ont remarqué que les plus faibles valeurs de coefficient de frottement ont été obtenues avec les couches de DLC de 1 et 3  $\mu\text{m}$  ainsi que par les traitements duplexes (nituration + dépôts de DLC). Par contre les meilleures résistances à l'usure en usinage de bois ont été observées pour l'acier nitruré à 500°C, les multicouches de CrN et les traitements duplexes (nituration + (CrN monocouche, CrN multicouches et DLC de 1  $\mu\text{m}$ )) respectivement. Des résultats similaires ont été obtenus par Beer *et al.* [89] où des outils faiblement alliés ont été traités thermochimiquement puis revêtus de  $\text{Cr}_x\text{N}_y$  et testés en usinage de panneaux de MDF.

Rudnicki *et al.* [90] ont montré qu'une nituration ionique, à 520°C sous une atmosphère de  $\text{N}_2 + \text{H}_2$ , d'un acier de type 60SMD8 (C-0.6, Si-1.8, Mn-0.7, Cr-0.3, Mo-0.5, V-0.2) utilisé en déroulage du bois vert peut doubler sa durée de vie. La nituration permet la formation d'une couche épaisse de  $\text{Fe}_{2,3}\text{N}$  et des solutions solides riches en azote, ce qui augmente la dureté de l'outil de coupe et par conséquent sa résistance à l'usure.

Sheikh-Ahmed et Morita [11] ont testé plusieurs couches minces (TiN, TiAlN, TiCN, TiN/TiCN/TiN, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> et PCD), obtenues par PVD, MTCVD (Medium Temperature CVD) et CVD puis utilisées en usinage des panneaux de particules et panneaux de fibres de bois. Il a été constaté que les revêtements PVD permettent d'avoir une amélioration variant de 10 à 30% par rapport à la résistance à l'usure des outils en WC-Co. Cependant les résultats donnés par les couches MTCVD n'étaient pas très significatifs. La meilleure performance contre l'usure reste celle des outils revêtus PCD. De plus Sheikh-Ahmed et Morita [11] ont montré que les couches PCD épaisses (de 15 et 20 µm d'épaisseur) se comportent beaucoup mieux que les revêtements minces (5 et 10 µm d'épaisseur). Il a été noté aussi qu'un procédé de prétraitement chimique de l'arête par une solution de Murakami avant dépôt donne de bons résultats contre l'usure des outils.

Miklaszewski *et al.* [91] ont testé des multicouches de TiC/VC, des couches de nitrure de bore cubique c-BN et des couches de diamant nanocristallin NCD (Nanocristalline Diamond). Ils ont remarqué que les multicouches TiC/VC augmentent la durée de vie des outils en WC-Co destinés à l'usinage du MDF d'un facteur de deux, tandis que la meilleure résistance à l'usure a été obtenue avec le NCD. Selon Stewart [72] l'utilisation des revêtements de TiN, ZrN et PCD diminue les efforts de coupe et par conséquent l'usure des outils.

Dans une étude récente menée par Pinheiro *et al.* [92], des mono et des multicouches (de 3, 5, 9, 11 et 21 couches) à base de CrWN et TiWN ont été développées pour être testées en usinage d'OSB (Oriented Strand Board). Ces revêtements présentent respectivement des duretés de plus de 44 et 45 GPa et des modules d'Young de plus de 606 et 625 GPa. Les résultats des tests d'usinage ont montré que l'utilisation des multicouches donnent des résultats très intéressants et que les meilleures performances contre l'usure ont été observées pour les multicouches de 3 couches pour les deux types de revêtements.

Des monocouches de CrN, TiN, TiCN et des multicouches de TiN/AlN ont été testées en usinage de panneaux de bois ciment par Darmawan *et al.* [71,93] où il a été montré que tous les revêtements utilisés amélioraient la résistance à l'usure et en particulier les multicouches de TiN/AlN. Le TiCN se montre résistant à de faibles vitesses d'usinage (< 40 m/s), cependant, il s'élimine facilement dès que la vitesse de coupe dépasse cette valeur. D'autre part, Fuchs et Raatz [94] ont montré que l'utilisation des monocouches de TiN, TiAlON, TiC et PCD n'est pas souhaitable pour la coupe du bois sauf le TiC qui donne des résultats intéressants. Ceci a été expliqué par la faible adhérence de ces couches sur les outils en WC-Co.

Afin d'améliorer l'adhérence des revêtements sur les outils de coupe de bois Sheikh-Ahmad *et al.* [70] ont réalisé des revêtements PCD sur des outils en WC-Co pré-rodés de 10 et 20 µm, et ils ont remarqué que la résistance à l'usure augmente de plus de 3 fois. Cela a été expliqué par le fait que le pré-rodage permet d'avoir une meilleure adhérence de la couche sur l'arête, ce qui empêche sa détérioration dès son premier contact avec la pièce à usiner. Les mêmes résultats ont été obtenus par Sheikh-Ahmad et Morita [11].

Depuis une dizaine d'années le LaBoMaP s'intéresse aux applications des couches minces dures à l'usinage du bois et de ses dérivés. Les premiers essais ont été menés par Beer *et al.* [23-25] où des revêtements de TiN, (Ti,Zr)N, Cr ainsi qu'une nitruration ionique d'un acier faiblement allié de type 60SMD8 ont été testés en déroulage de hêtre. Aucune amélioration de la résistance à l'usure n'a été observée dans le cas où ces revêtements sont réalisés sur les deux faces de l'arête, cela a été expliqué par la faible adhérence des couches sur les substrats

en acier. Cependant, l'usure a diminué, fortement, pour les outils nitrurés et ayant un revêtement de Cr seulement sur la face d'attaque [23]. Ces revêtements ont été comparés avec du CrN et W-C:H (DLC avec des précipitations de WC) qui se sont montrés beaucoup plus résistants en diminuant l'usure des outils de plus de 50% pour le CrN [24] et de 38% pour le W-C:H [25].

Djouadi *et al.* [19,20] ont travaillé sur le système CrN obtenu par pulvérisation triode, sous différentes conditions de dépôts. Il a été remarqué alors, qu'un mélange argon/azote dans le plasma favorise la formation du CrN et Cr<sub>2</sub>N, ce qui permet d'avoir de bonnes propriétés mécaniques et tribologiques et diminue, par conséquent, l'usure des outils de coupe [19]. Il a aussi été montré que le dépôt de CrN cubique ou de Cr<sub>2</sub>N hexagonal sur les deux faces de l'arête permet d'avoir de meilleures performances que seulement la face d'attaque ou de dépouille revêtues [20].

Le système CrN a été optimisé, par pulvérisation magnétron, dans une étude menée par Nouveau *et al.* [21] où il a été constaté qu'un mélange de 80% d'argon et de 20% d'azote dans le plasma permet d'avoir du CrN cubique ayant de bonnes propriétés mécaniques et tribologiques. Ce système a été comparé avec celui obtenu à 100% d'azote, avec Cr<sub>2</sub>N obtenu à 10% d'azote et 90% d'argon ainsi qu'avec des multicouches à base de CrN et Cr<sub>2</sub>N. Les tests de dureté ont montré que le CrN obtenu à 100% d'azote et le Cr<sub>2</sub>N sont plus durs que le CrN obtenu à 20%. Cependant ce dernier adhère mieux sur les substrats en WC-Co ce qui leur confère une meilleure résistance à l'usure. D'autre part, l'utilisation des multicouches de CrN + Cr<sub>2</sub>N a donné des résultats prometteurs.

En outre, Labidi *et al.* [22] ont effectué une comparaison entre plusieurs traitements de surface (CrN, TiN, multicouches CrN/Cr<sub>2</sub>N, nitruration ionique et un traitement duplexe (nitruration + CrN)). Ces traitements ont été testés en usinage de plusieurs types de bois où il a été constaté que tous les outils modifiés résistent mieux à l'usure que l'outil de base. La nitruration ionique et le traitement duplexe semblent apporter la meilleure résistance aux chocs alors que le CrN s'est montré beaucoup plus résistant à l'usure abrasive. Selon Kusiak *et al.* [66] le flux de chaleur n'est pas constant le long de l'épaisseur d'un panneau de MDF et l'utilisation des couches de CrN fait diminuer significativement la température des outils utilisés en usinage de ces panneaux et augmente, par conséquent, leur résistance à l'usure.

Rudnicki *et al.* [90] ont montré qu'une nitruration ionique d'un acier faiblement allié de type 60SMD8 dans une atmosphère de N<sub>2</sub> + H<sub>2</sub> (50/50) de 4 hPa de pression et à 573 K permet la formation d'une couche de nitrures de fer Fe<sub>2-3</sub>N plus durs et plus résistants à l'usure que l'acier non traité. La nitruration ionique a également été utilisée dans les études de Chala *et al.* [26] où une comparaison entre des outils d'acier faiblement allié de type 32CrMoV13 nitrurés, revêtus ZrBN et nitrurés puis revêtus ZrBN (traitement duplexe) a été réalisée. Tous les outils traités se sont montrés plus résistants que le non traité. Par ailleurs le revêtement de ZrBN présente une meilleure performance que la nitruration ionique et la combinaison des deux procédés (traitement duplexe) et a donné des résultats prometteurs en doublant la durée de vie des outils classiques.

D'autres systèmes ternaires et multicouches ont été testés en usinage du bois et de ses dérivés tels que le WTiN, TiAlN, TiCrN, WCrN, WTiN/Cu, WTiN/Ag, TiAlN/Al, TiAlN/Ti [95], où des résultats intéressants ont été obtenus en utilisant des monocouches de WCrN réalisées sur des outils destinés à l'usinage d'OSB. Des revêtements de CrAlN ont aussi été optimisés par pulvérisation magnétron en ajoutant de l'Al à CrN afin d'améliorer ses propriétés mécaniques

et tribologiques [96,97]. Dans un premier temps le système CrAlN a été développé en utilisant une cible composée de CrAl (75/25 at%), puis testé en usinage de panneaux de MDF où une augmentation de la durée de vie des outils en WC-Co d'un facteur de deux a été atteinte. De plus, dans le but d'améliorer l'adhérence des revêtements de CrAlN, les plaquettes en WC-Co ont été traitées chimiquement par une solution de Murakami, sans apporter de réelles améliorations [98]. Par ailleurs, un traitement par micro-sablage et par traitement duplexe (microsablage + CrAlN) des outils en aciers de type 90CrMoV8 a permis de multiplier leur durée de vie d'un facteur de 2 et 4 respectivement [96].

Lors d'un récent travail, l'effet du pourcentage d'Al, dans les couches de CrAlN, sur la résistance à l'usure des couches de CrAlN a été étudié [97]. Il a été constaté que l'usure augmente avec le pourcentage d'Al, les meilleures performances ont été obtenues par les couches qui contiennent de faibles quantités d'Al. Cela a été expliqué par le fait que le coefficient de frottement des revêtements croît, lui aussi, avec le pourcentage d'Al, ce qui fait augmenter les efforts de coupe et provoque par la suite plus d'usure.

Lors de ses travaux Nouveau [99] a optimisé des couches de CrN et Cr<sub>2</sub>N par pulvérisation triode et pulvérisation magnétron puis les a testées en usinage de panneaux de MDF et d'OSB. Le Cr<sub>2</sub>N, obtenu par pulvérisation triode, s'est montré plus efficace que le CrN en augmentant la durée de vie des outils en acier d'un facteur de 1,5. Cette amélioration est d'autant plus significative quand le revêtement est réalisé sur les deux faces de coupe. Concernant les dépôts obtenus par pulvérisation magnétron, l'utilisation du CrN et du Cr<sub>2</sub>N a permis d'augmenter la résistance à l'usure des outils de plus de 4 fois lors d'usinage d'OSB mais leurs performances en usinage du MDF n'étaient pas positives. Cependant, la combinaison d'une nitruration ionique suivie d'un dépôt de CrN ou Cr<sub>2</sub>N (traitement duplexe) a permis d'avoir des durées de vie trois fois supérieures à celle d'outils standards.

Enfin, Labidi [100] s'est d'abord intéressé aux applications de couches classiques (TiN, CrN et DLC), puis au développement de revêtements ternaires (CrAlN et ZrBN) destinés à l'usinage de MDF et de hêtre. Le CrN s'est montré plus résistant que le TiN, lors du microdérailage de hêtre, et que les couches de DLC lors de microdérailage de MDF, ceci a été expliqué par sa meilleure adhérence sur les outils de coupe. En outre, des résultats prometteurs ont été obtenus en défouage de MDF en utilisant des outils en WC-Co revêtus de CrAlN.

#### **I.4.4. Conclusion**

Lors de l'usinage du bois et de ses dérivés plusieurs phénomènes, d'origine mécanique, chimique ou thermique, peuvent se produire à l'interface outil/panneau, ce qui provoque l'usure sévère des outils de coupe. En effet, l'abrasion, l'oxydation et la corrosion à haute température ont été cités par la plupart des auteurs comme étant les mécanismes responsables de l'endommagement de l'arête tranchante de l'outil. Cependant, il était difficile de savoir lequel prédomine. Etant donné que le choix des améliorations à apporter au matériau de base dépend fortement des mécanismes d'usure, alors il nous était impératif d'avoir une idée claire sur les différentes sollicitations auxquelles les revêtements vont être confrontés. D'une manière générale, les traitements choisis pour améliorer la durée de service des outils de coupe doivent avoir une bonne résistance à l'usure abrasive, une bonne stabilité thermique et chimique et un coefficient de frottement faible afin de réduire les efforts de coupe.

Plusieurs types d'améliorations ont été testées, telles que l'utilisation des carbures WC-Co de différents pourcentage de Co, avec différentes tailles de grains et dureté, le remplacement du liant métallique de Co par le Ni ou le Mo, ou encore l'ajout d'oxydes ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Y}_2\text{O}_3$ ,  $\text{La}_2\text{O}_3$ ) ou de carbures (TiC, NbC, TaC) au matériau de base. D'autres traitements tels qu'un refroidissement cryogénique des plaquettes en WC-Co par l'azote à  $-149^\circ\text{C}$  ou par micro-sablage des couteaux en acier ont été utilisés pour respectivement augmenter la rigidité des outils ou l'adhérence des revêtements.

L'application des couches minces dures en usinage du bois est étudiée depuis de nombreuses années. En effet, plusieurs systèmes de nature différente tels que : les revêtements binaires (CrN,  $\text{Cr}_2\text{N}$ , TiN, TiC, ZrN), ternaires (TiAlN, TiCN, TiWN, TiZrN, TiCrN, CrWN, CrAlN, ZrBN), multicouches (TiN/TiCN/TiN, TiN/AlN, WTiN/Cu, WTiN/Ag, TiAlN/Al, TiAlN/Ti, CrN/ $\text{Cr}_2\text{N}$ ) ainsi que des couches de DLC ont été utilisés pour améliorer la résistance à l'usure des outils de coupe du bois. Cependant, leur faible adhérence à limiter dans la plupart des cas leur développement industriel.

## **I.5. Revêtements ternaires de CrAlN et CrVN**

### **I.5.1. Introduction**

Les films binaires trouvent des applications dans différents domaines (usinage des matériaux durs, électronique, optique, décoration...). Des études récentes ont montré que l'addition d'un troisième élément au système binaire améliore considérablement leurs propriétés stœchiométriques, structurales, mécaniques et tribologiques [101,102]. Dans ce paragraphe nous résumons les résultats des études effectuées sur les systèmes ternaires de CrAlN et CrVN que nous avons choisi pour être appliqués en usinage des panneaux de MDF.

### **I.5.2. Revêtements de CrAlN**

Le choix du système CrAlN rentre dans le cadre de la continuité des travaux menés par notre équipe de recherche où des couches minces dures de CrN ont été optimisées en vue d'une application en usinage d'OSB [99] et où des revêtements de CrAlN ont été développés pour l'usinage de MDF [100].

Tout d'abord, nous nous sommes intéressés aux diagrammes d'équilibre des systèmes Cr-N, Al-N et Cr-Al-N afin d'identifier la nature des différentes phases pouvant être formées dans un mélange de chrome-azote, aluminium-azote ou chrome-azote-aluminium.

Selon la figure.I.22-(A), le mélange chrome-azote permet d'avoir trois phases différentes : Cr avec une structure cubique centrée (bcc) et un paramètre de maille  $a$  de 0,2885 nm,  $\text{Cr}_2\text{N}$  avec une structure hexagonale (hcp) et comme paramètres de maille  $a = b = 0,4752$  nm et  $c = 0,4429$  nm, cette dernière peut être obtenue sur un domaine très étroit en pourcentage d'azote (entre 30 et 33% at.) et enfin CrN avec une structure cubique à faces centrées (fcc) ayant un paramètre de maille  $a$  de 0,4149 nm obtenue à 50% d'azote.

Le mélange d'Al-N (Figure.I.22-(B)) permet d'obtenir une phase d'Al ayant une structure cubique à faces centrées (fcc) et un paramètre de maille  $a$  de 0,405 nm et une phase hexagonale d'AlN (hcp), à 50% d'azote, ayant comme paramètres de maille  $a = b = 0,311$  nm et  $c = 0,498$  nm.

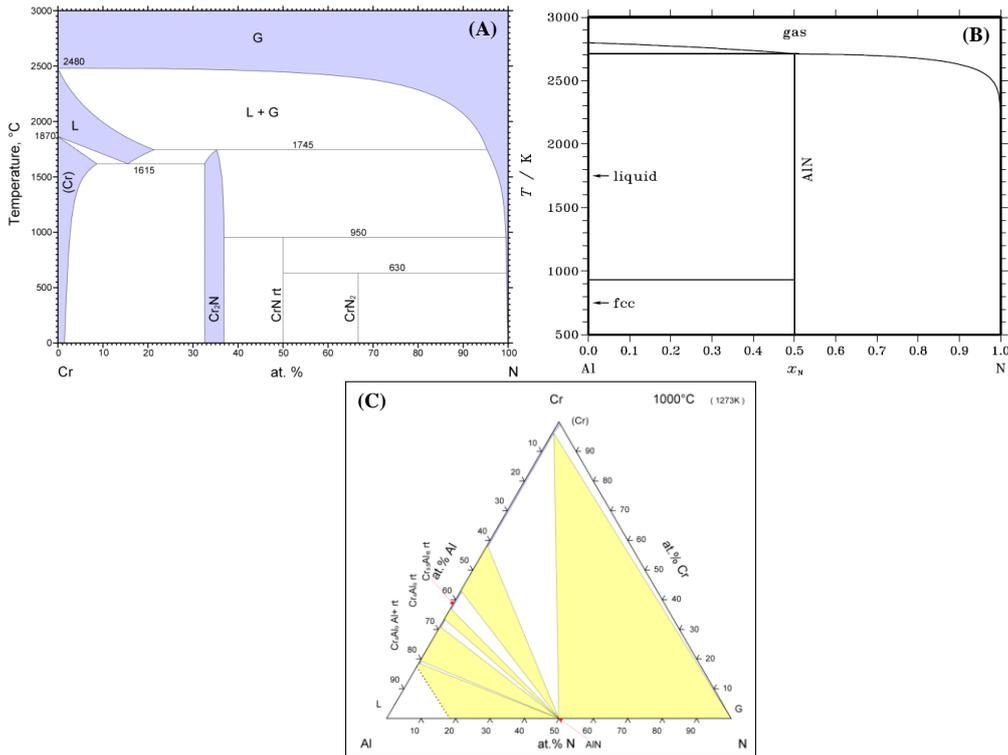


Figure.I.22. Diagramme d'équilibre du CrN (A), AlN (B) et CrAlN (C) [103].

Sur le diagramme d'équilibre ternaire de Cr-Al-N (Figure.1.22-(C)) nous avons constaté la présence de quatre phases différentes : Cr (bcc), AlN (hcp),  $Cr_4Al_9$  (hcp) et  $Cr_{9,5}Al_{16}$  (hcp). Cependant, nous n'avons pas pu nous prononcer concernant la formation des phases de CrN,  $Cr_2N$  voire de CrAlN.

Toutefois, selon A. E. Reiter *et al.* [104] et A. Kimura *et al.* [105] l'addition d'Al permet la formation d'une phase de CrAlN cubique à faces centrées (fcc) ayant un paramètre de maille  $a$  qui varie entre 0,13 et 0,15 nm. Cette nouvelle phase existe sur une plage en pourcentage d'Al entre 0 et 65% at. A partir de 65% d'Al, le CrAlN présente une structure hexagonale (hcp) avec comme paramètres de maille  $a$  entre 0,311 et 0,314 nm et  $c$  entre 0,498 et 0,497 nm.

Selon Ding et Zeng [106] la dureté et le module d'Young des couches de CrAlN réalisées par pulvérisation magnétron sont supérieures à ceux de CrN et peuvent atteindre 30 et 270 GPa respectivement, la résistance à l'usure mesurée durant des essais de tribométrie en utilisant une bille en alumine, de 9.5 mm de diamètre, qui se déplace à 20 cm/s sur la surface des films pour parcourir une distance de 2000 m, est six fois meilleure que celle de CrN et augmente significativement avec le pourcentage d'aluminium. La même remarque a été observée pour le coefficient de frottement qui augmente pour atteindre une valeur de 0.6. Romero *et al.* [107] ont obtenu des valeurs de dureté qui varient entre 30 et 40 GPa pour des revêtements de CrAlN obtenus par évaporation par arc, le module d'Young peut atteindre 394 GPa, le coefficient de frottement varie entre 0,3 et 0,57 lors des essais de tribométrie en utilisant une bille en WC et entre 0,44 et 0,57 pour une bille d'alumine, les vitesses d'usure des couches de CrAlN relatives à ces tests restent très faibles.

Lors d'une comparaison menée par Uchida *et al.* [108] entre des films de CrAlN et CrVN, obtenus par Ion Plating, il a été constaté que si l'ajout de l'Al et du V améliore la dureté du

système CrN, toutefois les couches de CrAlN restent plus dures que celles de CrVN ; le coefficient de frottement lors d'un essai de tribométrie sans lubrification en utilisant une bille en acier AISI 52100 varie entre 0,5 et 0,8 pour tout type de revêtement, cependant les films de CrVN semblent avoir le plus faible coefficient sous lubrification. Le volume d'usure de la bille en acier est élevé dans le cas des couches de CrAlN et la plus faible valeur a été obtenue pour les revêtements de CrVN. Kawate *et al.* [109] ont montré que la dureté de films de CrAlN augmente en fonction du pourcentage d'Al jusqu'à 27 GPa à 60% d'Al puis diminue pour atteindre 17 GPa. Cela a été expliqué par le passage cristallin d'une phase cubique colonnaire à une phase hexagonale amorphe pour les pourcentages supérieurs à 60%.

L'effet du pourcentage d'Al sur les propriétés mécaniques et tribologiques de revêtements de CrAlN a aussi été étudié par Reiter *et al.* [104] où il a été observé que la dureté augmente en fonction du pourcentage d'Al entre 20 et 38 GPa, la valeur maximale est obtenue pour 71% d'Al, puis elle diminue jusqu'à 30 GPa pour des pourcentages plus élevés. Les contraintes résiduelles évoluent de la même manière, elles augmentent de 1,6 à 5 GPa pour 46% d'Al, puis diminuent pour atteindre 1 GPa à 100% d'Al. Le volume d'usure des couches de CrAlN, mesuré durant des essais de tribométrie en utilisant une bille en acier, diminue quand le pourcentage d'Al augmente et la valeur la plus faible est obtenue pour 71% d'Al. L'effet du pourcentage d'Al sur la durée de vie des outils revêtus CrAlN, testés en usinage d'une pièce d'acier X210Cr12, a aussi été étudié et il a été constaté que l'ajout de l'Al améliore significativement la résistance à l'usure jusqu'à un taux d'Al de 71% puis diminue légèrement pour 83 et 100%. Cependant tous les revêtements de CrAlN se sont montrés plus résistants que le CrN.

Schramm *et al.* [110] ont comparé les propriétés mécaniques et tribologiques de CrN, CrAlN et TiAlN réalisés sur des plaquettes en WC-Co. Le CrAlN s'est montré plus dur que les deux autres systèmes, adhère mieux que le TiAlN mais moins que le CrN. Il présentait des valeurs plus élevées d'usure en dépouille  $V_b$ , de force de coupe et de coefficient de frottement lors d'une utilisation en tournage d'un acier de type 42CrMo4. Toutefois, nous pensons que cette comparaison n'est qu'indicative du moment où les trois couches testées n'ont pas les mêmes épaisseurs (11  $\mu\text{m}$  pour le CrN, 5,8  $\mu\text{m}$  pour le CrAlN et 5,4  $\mu\text{m}$  pour le TiAlN), et les deux systèmes CrAlN et TiAlN ne présentaient pas les mêmes pourcentages en Al (moins de 10% pour le CrAlN et plus de 25% pour le TiAlN). Lors d'une étude pour Balzers, entreprise spécialisée dans le dépôt des couches minces, Kalss *et al.* [111] ont montré que le CrAlN résistait mieux à l'usure abrasive, lors d'essais de Calotest, que le TiAlN et TiCN, ce qui entraînait les plus faibles valeurs d'usure en dépouille  $V_b$  lors du fraisage d'un acier de type AISI 1045 et une meilleure résistance à l'oxydation jusqu'à 1000°C.

Lin *et al.* [112] se sont intéressés à l'effet du pourcentage d'Al sur les propriétés mécaniques et tribologiques des couches de CrAlN. Il a été montré que la dureté augmentait en fonction du taux d'Al de 25 GPa (à 0% d'Al) à 36 GPa (à 35% d'Al), puis diminue pour atteindre 31 GPa à 42% d'Al. Le module d'Young et les contraintes résiduelles suivaient la même évolution et variaient respectivement de 286 à 369 GPa et de 1 à 5 GPa. Cependant les couches de CrAlN adhèrent moins bien que le CrN et l'effet du pourcentage d'Al sur l'adhérence des revêtements n'est pas très concluant. Le coefficient de frottement et la vitesse d'usure des films de CrAlN, mesurés lors d'essais en tribométrie avec une bille en WC, restent relativement supérieurs à ceux de CrN ; le coefficient de frottement variait, globalement, entre 0,28 et 0,55.

Brizuela *et al.* [113] ont effectué une comparaison entre plusieurs couches de CrN et CrAlN et ont remarqué que le système CrAlN est, sur l'ensemble des revêtements testés, plus dur que le CrN avec des valeurs qui varient respectivement de 20 à 34 GPa et de 18 à 35 GPa. Les valeurs du module d'Young restent plutôt proches et elles varient entre 236 et 343 GPa pour le CrN et entre 255 et 316 GPa pour le CrAlN. Par contre, il a été rapporté dans cette étude que le coefficient de frottement des films de CrAlN est inférieur à celui de CrN lors de tests en tribométrie avec une bille en acier AISI 52100 ; il évolue entre 0,42 et 0,55 pour les couches de CrAlN et de 0,55 à 0,64 pour celles de CrN. Cependant, les deux systèmes donnent, à peu près, les mêmes valeurs de coefficient de frottement (entre 0,59 à 0,80) lors des tests utilisant une bille de Ti6Al4V. Toutefois, la vitesse d'usure de cette dernière a été calculée après chaque essai et il a été constaté qu'elle était beaucoup plus élevée pour le CrN que pour le CrAlN.

Reiter *et al.* [104] ont montré que les films de CrAlN conservent leur dureté à hautes températures (jusqu'à 900°C) contrairement au CrN qui commence à perdre ses propriétés mécaniques à partir de 600°C. En outre, l'ajout de l'Al augmente la résistance à l'oxydation du système CrN, ce dernier, ainsi que celui d'AlN commençant à s'oxyder à partir de 800°C alors que les revêtements de CrAlN restent stables jusqu'à 900°C. Pulgurtha et Bhat [114] ont effectué des recuits à 900°C pendant 6 heures de couches de CrN et CrAlN et ont constaté que l'ajout d'Al améliore significativement la stabilité thermique du système CrN. En effet après analyse par DRX des films recuits, les auteurs ont observé la présence de plusieurs pics de Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub> pour les couches de CrN alors qu'aucun pic d'oxyde n'a été détecté pour les revêtements de CrAlN. Des résultats similaires ont été obtenus par Brizuela *et al.* [113] après recuits sous air de films de CrN et CrAlN à 500 et 800°C.

### **I.5.3. Revêtements de CrVN**

Le vanadium a été utilisé ainsi que l'aluminium pour améliorer les propriétés mécaniques et tribologiques des systèmes binaires. Bien que les couches binaires de CrN et VN aient été longuement étudiées, peu de recherches ont été effectuées sur les couches minces ternaires de CrVN.

Comme pour le système CrAlN nous avons étudié les diagrammes d'équilibre de V-N et Cr-V-N afin d'avoir une idée sur les différentes phases pouvant se former dans nos dépôts de CrVN.

Le mélange V-N (Figure.I.23-(A)) donne trois phases différentes : V avec une structure cubique centrée (bcc) existant sur un domaine très étroit en pourcentage d'azote (< à 1% at.) et ayant un paramètre de maille  $a$  de 0,30572 nm, V<sub>2</sub>N avec une structure hexagonale (hcp) présente sur une plage de 30 à 35% en azote et ayant comme paramètres de maille  $a = b = 0,4917$  nm et  $c = 0,4568$  nm, et enfin VN avec une structure cubique à faces centrées (fcc) qui peut être obtenue pour un taux d'azote entre 45 et 50% et ayant un paramètre de maille  $a$  de 0,41347 nm.

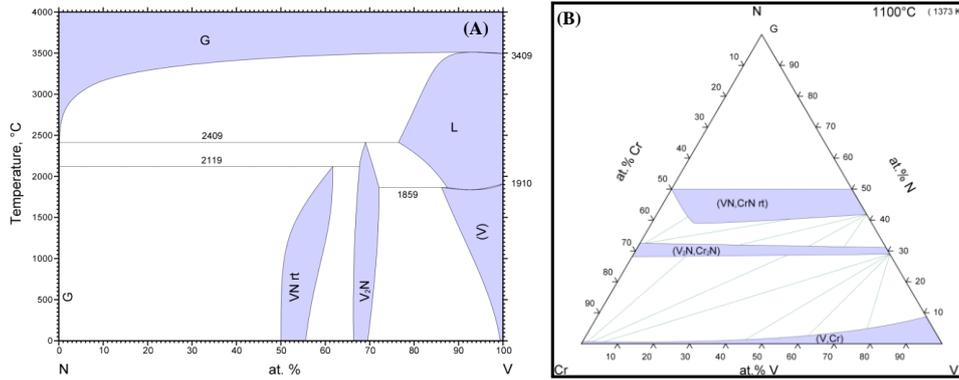


Figure.I.23. Diagramme d'équilibre de VN (A) et CrVN (B) [103].

Le diagramme d'équilibre de Cr-V-N (Figure.I.23-(B)) montre la présence de trois phases différentes : VCr avec une structure cubique centrée (bcc) et un paramètre de maille  $a$  de 0,29435 nm et des mélanges biphasés : soit constitués de  $V_2N$  et  $Cr_2N$  formant une structure hexagonale (hcp) et ayant comme paramètres de maille  $a = b = 0,4752$  nm et  $c = 0,4429$  nm, soit constitués de VN et CrN formant une structure cubique à faces centrées (fcc) et ayant un paramètre de maille  $a$  de 0,414 nm.

Kutschej *et al.* [115] ont montré que les couches de VN présentent une dureté de l'ordre de 24 GPa inférieure à celle des couches de TiN (36 GPa). Dans une comparaison entre le VN et le TiN menée par Wiklund *et al.* [116], il a été constaté que les films de VN présentaient une dureté de 11 GPa et une charge critique de 40 N, inférieures à celles de TiN (20 GPa et 70 N respectivement). Cependant leur coefficient de frottement contre des billes (d'acier, de Cr et de Ni) est plus faible que celui de TiN.

Le vanadium a pour rôle de réduire le coefficient de frottement en formant des oxydes de vanadium  $V_2O_5$  lors des essais de frottement contre des billes en acier [117]. Ouyang et Sasaki [118] ont étudié les propriétés tribologiques de couches de TiVN où il a été constaté que leur coefficient de frottement sous lubrification est de l'ordre de 0,2 et varie entre 0,57 et 1,24 sans lubrification. De plus, l'usure des revêtements se fait, d'une manière générale, par oxydation et pour toutes les conditions d'essais, le TiVN présente une usure plus faible que celle de la bille en acier. Ouyang et Sasaki [119] ont obtenu des valeurs de coefficient de frottement des couches de TiVN contre une bille en alumine variant entre 0,68 et 1,08 à température ambiante. De plus, l'usure de la couche est supérieure à celle de la bille pour les différentes conditions de tribométrie. Selon Ouyang et Sasaki des oxydes de V, de Ti et d'Al ont été trouvés sur les débris analysés ce qui indique que l'usure des revêtements de TiVN contre une bille en alumine se fait par tribo-oxydation.

L'effet du pourcentage de vanadium sur les propriétés mécaniques de TiVN a été étudié par Latella *et al.* [120] qui ont montré que la dureté et le module d'Young augmentent en fonction du pourcentage de V. La dureté et le Module d'Young de TiN sont de 20 et 395 GPa respectivement, ils augmentent en ajoutant du V jusqu'à 32 et 410 GPa à 13 et 23% de V, puis diminuent pour atteindre 15 et 361 GPa à 78% de V. Le VN présente une dureté de 5,6 GPa et un module d'Young de 307 GPa. L'augmentation de la dureté des couches est expliquée par les dislocations induites par la substitution des atomes de V par des atomes de Ti.

Le vanadium est également ajouté pour améliorer les propriétés mécaniques et tribologiques du CrN. Weng *et al.* [121] ont réalisé des couches de CrVN par implantation ionique de  $V^{+2}$

dans le système CrN. Ils ont alors constaté que la dureté des films de CrVN atteignait une valeur de 41 GPa tandis que celle de CrN est de l'ordre de 30 GPa. De plus, le coefficient de frottement a diminué de 0,7 à 0,5, les contraintes résiduelles étaient de l'ordre de -2,45 GPa et la résistance à l'usure a augmenté de 10 fois par rapport à celle de CrN lors de tests de frottement. Ces performances ont été expliquées par la formation de solutions solides dans le système CrVN.

#### **I.5.4. Conclusion**

Malgré le fait que le système CrAlN a été longuement étudié et utilisé en usinage métallique, peu de recherches ont traité l'effet du pourcentage d'Al sur sa résistance à l'usure. En effet, ce revêtement présente de bonnes propriétés mécaniques et tribologiques et surtout une bonne stabilité thermique et chimique lui permettant d'être un bon candidat pour la protection des outils de coupe du bois et de ses dérivés.

Contrairement au système CrAlN, le CrVN est peu connu et n'a jamais été appliqué en usinage métallique malgré l'apport du vanadium qui permet d'augmenter considérablement la résistance à l'usure abrasive. De ce fait, une bonne optimisation de ce revêtement, surtout du pourcentage de vanadium afin de définir son influence sur les différentes propriétés du CrVN, se révèle nécessaire. Ce système pourra ainsi être appliqué en usinage bois et comparé au CrAlN.

#### **I.6. Conclusions**

Dans ce chapitre nous avons réalisé une étude bibliographique sur les revêtements utilisés dans différents domaines industriels. De plus, cette partie nous a permis d'avoir une idée des derniers systèmes développés (couches quaternaires, multicouches, multi-composites et multi-phases) et qui peuvent faire l'objet de travaux de recherche.

Ensuite, nous avons développé les propriétés des trois types de MDF que nous allons étudier lors de nos travaux. Nous nous sommes par conséquent intéressés aux mécanismes d'endommagement des outils utilisés en usinage de ces panneaux dans le but de bien maîtriser le choix du revêtement capable de résister aux sollicitations générées durant la coupe. Nous avons ensuite effectué une étude bibliographique sur les différents moyens d'améliorer la durée de service des outils de coupe du bois afin de pouvoir comparer nos résultats avec ceux obtenus antérieurement.

Pour conclure ce chapitre, je dirai que la recherche bibliographique que nous avons détaillée dans la dernière partie de celui-ci nous a permis de justifier le choix des systèmes ternaires CrAlN et CrVN, montrant des propriétés intéressantes pour des applications mécaniques. Ce choix a également été fait dans le but d'assurer une continuité du travail commencé au sein du LaBoMaP où des couches binaires de CrN et Cr<sub>2</sub>N, des couches ternaires de ZrBN et de CrAlN obtenues avec une cible de CrAl ont été développées pour être testées en usinage du bois.



## **Chapitre II. Méthodes expérimentales**

## II.1. Introduction

Ce chapitre est dédié aux moyens expérimentaux utilisés lors de ma thèse. Il se subdivise en deux grandes parties : l'une sera consacrée à la présentation des procédés d'élaboration et de caractérisation des films minces, la deuxième concernera la description de la machine de fraisage (défonçage) utilisée pour réaliser les tests d'usinage, ainsi que les techniques de quantification de l'usure de l'arête des outils de coupe.

## II.2. Procédé de dépôt

### II.2.1. Pulvérisation cathodique

Ce n'est qu'en 1852 que **Grove**, et plus tard **Plucker** montrèrent que l'établissement d'une décharge électrique entre deux électrodes conductrices placées dans une enceinte où règne une pression résiduelle de gaz inerte, entraînait l'apparition à l'anode d'une couche mince du composé constituant l'électrode antagoniste [122]. Ce phénomène, longtemps perçu comme l'effet limitatif de durée de vie des tubes à gaz, ne fut repris que cent ans plus tard pour être étudié et développé pour la production des films minces.

La pulvérisation est un phénomène d'éjection des particules à partir de la surface d'un matériau, lorsque celui-ci est bombardé par un flux de particules énergétiques. Le principe de cette technique est relativement simple (Figure.II.1). Deux électrodes planes sont placées dans une enceinte en acier où règne une pression de quelques micro-bars. L'une des électrodes (la cathode) est constituée du matériau que l'on veut déposer (la cible). Cette dernière est portée à une tension négative. Une deuxième électrode (l'anode) est placée parallèlement à la cible, à une distance de quelques centimètres.

Le champ électrique crée entre les deux électrodes provoque l'ionisation du gaz résiduel (de l'argon par exemple). Ces ions sont attirés par la cible du fait de sa polarisation négative. Le dépôt se forme grâce à la condensation d'atomes de la cible, arrachés de celle-ci sous l'effet de l'impact ionique.

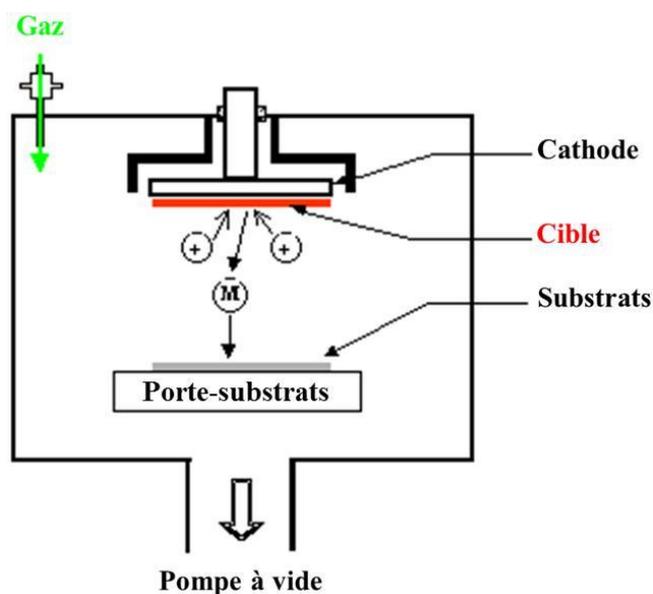


Figure.II.1. Principe de la pulvérisation cathodique.

### II.2.2. Pulvérisation magnétron

La pulvérisation magnétron est la méthode la plus utilisée au niveau industriel car elle permet d'obtenir des vitesses de dépôt importantes, puisqu'elle consiste à augmenter la densité du plasma par confinement électromagnétique.

L'effet magnétron consiste en une décharge diode DC ou RF, entretenue par des électrons secondaires éjectés de la cathode sous l'effet du bombardement ionique. Dans ce cas, les électrons qui ne rencontrent pas de molécules de gaz, s'éloignent perpendiculairement à la cathode pour atteindre le porte-substrats. Or, si l'on superpose au champ électrique  $E$  un champ magnétique  $B$  perpendiculaire à celui-ci, c'est-à-dire parallèle à la cathode et très près de celle-ci, les trajectoires électroniques s'enroulent autour des lignes de champ magnétique, augmentant considérablement la probabilité d'ioniser une molécule de gaz au voisinage de la cathode (Figure.II.2). Le pouvoir d'ionisation des électrons émis par la cathode est augmenté du fait de l'allongement de leur trajectoire. Il s'ensuit une ionisation plus importante du gaz contenu dans l'enceinte et il en résulte :

- Une augmentation de la vitesse de dépôt,
- Un abaissement de la pression de maintien du plasma.

Bien entendu, ce dispositif n'ajoute rien à l'énergie des ions arrivant sur la cible, il ne fait qu'augmenter leur nombre pour une tension de polarisation de la cible donnée.

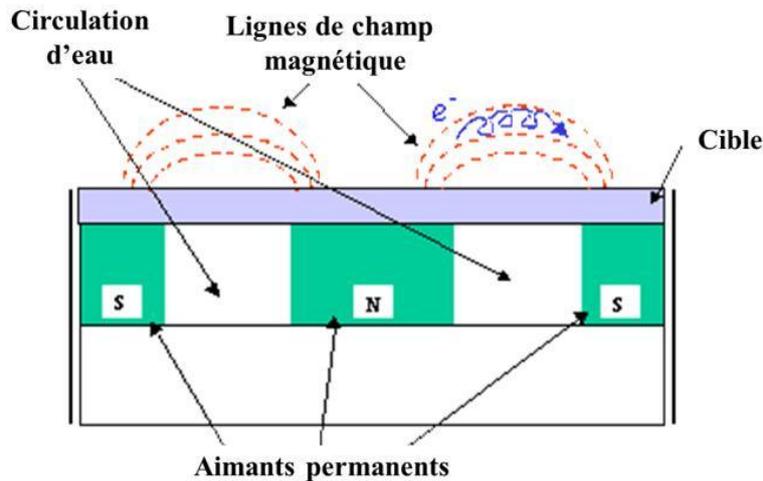


Figure.II.2. Trajectoires électroniques dans le système magnétron.

### II.2.3. Bâti de pulvérisation magnétron R.F.

Dans le cadre de ma thèse, j'ai utilisé un système de type « NORDIKO 3500 » pour l'optimisation des dépôts. Il peut être subdivisé en trois parties : un système de pompage, une enceinte de dépôts et une armoire électrique (Figure.II.3).



Figure.II.3. Bâti de pulvérisation magnétron NORDIKO 3500.

### **II.2.3.1. Le système de pompage**

Constitué de deux pompes, il permet d'atteindre un vide résiduel 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. Dû à l'absence d'un sas d'introduction des échantillons, un pompage de 24h est nécessaire pour atteindre un vide résiduel satisfaisant ( $1-2 \times 10^{-4}$  Pa) ce qui nous a limités à un dépôt par jour.

### **II.2.3.2. 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 vérifié grâce à un ensemble de jauges Pirani et Penning. A l'intérieur de l'enceinte un porte-substrats sur lequel sont placés les échantillons, est relié à une alimentation DC afin d'assurer leur polarisation lors de leur nettoyage ou lors du dépôt. La cible, constituée du matériau à pulvériser, est reliée à un générateur R.F. (13,56 MHz) d'une puissance variable de 0 à 1250 W.

L'enceinte du bâti dual magnétron est constituée essentiellement de deux cathodes indépendantes (générateurs et caches) (Figure.II.4).

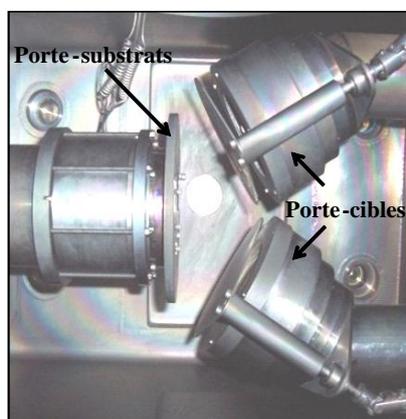


Figure.II.4. Intérieur de l'enceinte de dépôts.

Les caches sont pilotés par un automate SIEMENS qui permet de programmer leur ouverture et leur fermeture selon le nombre de cycles souhaité. Ainsi, ce système permettra la réalisation de multicouches voire de superréseaux. Pour l'optimisation des couches de CrAlN, deux cibles de Cr et d'Al purs à 99,99% ont été placées dans les porte-cibles. Pour les revêtements de CrVN, l'Al a été remplacé par du V pur à 99,99%.

### **II.2.3.3. Armoire électrique de contrôle**

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.

### **II.2.4. Substrats, protocole de nettoyage et de dépôt**

#### **II.2.4.1. Substrats**

Les dépôts ont été réalisés sur différents 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 nous affranchir de l'effet de la rugosité de surface. Des échantillons de 10×10 mm<sup>2</sup> ont été clivés à partir de wafers monocristallins (épaisseur de 370 µm ± 20 µm). 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 trop contraints avant dépôt. Les dépôts réalisés sur des substrats en silicium sont destinés, généralement, aux analyses physicochimiques (composition, morphologie) et à la détermination des contraintes résiduelles.

Des substrats carrés d'acier 90CrMoV8, matériau utilisé pour la fabrication des outils de coupe de bois (La Forézienne-MFLS) (Tableau.II.1), ont également été utilisés, avec des dimensions de 10×10×1 mm<sup>3</sup> pour les mesures de la dureté des couches, alors que des échantillons plus volumineux (20×20×4 mm<sup>3</sup>) ont été utilisés pour des tests tribologiques. Avant dépôt, un polissage au papier abrasif (SiC, Ø800) a permis de leur conférer une rugosité de surface (R<sub>a</sub> = 0,5 µm) proche de celle des outils de coupe du bois (plaquettes carbures, R<sub>a</sub> = 0,9 µm). De plus, des substrats de verre de 10×10×1 mm<sup>3</sup> ont permis de réaliser des tests de nanoindentation.

90CrMoV8	
Composition (% at)	
Fe	88
C	0,5
Si	1
Mn	0,5
P	-
S	-
Cr	8
Mo	1,5
W	-
V	0,5

Tableau.II.1. Composition de l'acier 90CrMoV8.

En outre, des plaquettes en carbure de tungstène (WC, 6% de Co) de 50×12×1,5 mm<sup>3</sup> ont été utilisées en usinage des panneaux MDF pour tester la résistance à l'usure des couches minces optimisées.

### **II.2.4.2. Protocole de nettoyage**

#### **a- Nettoyage chimique des substrats**

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

Les échantillons sont nettoyés selon la séquence suivante [123] :

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

Toutes les séquences ont été effectuées dans un bac à ultrasons sous vibration pendant cinq minutes. 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 ionique des substrats et de la cible**

Ce nettoyage consiste à bombarder le substrat puis la cible par des ions argon pour enlever les nitrures et les oxydes formés lors de dépôts précédents ou lors de l'ouverture de l'enceinte pour le chargement de nouveaux substrats.

### **II.2.4.3. Protocole de dépôt**

Le dépôt commence d'abord par une opération de prépulvérisation qui consiste à mettre la cible dans les conditions de dépôt pendant 5 à 10 minutes. La cible, après nettoyage ionique, n'est pas nitrurée. Il existe donc un état transitoire pendant lequel la pulvérisation est effectuée et du matériau est déposé sans apport en azote. Comme certains des dépôts ont des durées de l'ordre de 5 à 10 minutes, cet état transitoire introduit une erreur qui peut être non négligeable au niveau du calcul des vitesses de dépôt. Il est donc nécessaire de nitrurer la cible avant le début du dépôt.

Une fois cette étape réalisée, on peut ouvrir les caches, ajuster les paramètres de dépôt afin que celui-ci commence.

## **II.3. Méthodes de caractérisation des couches minces**

### **II.3.1. Techniques de caractérisations physico-chimiques**

#### **II.3.1.1. Diffraction des rayons X**

##### **a- Introduction**

La diffraction des 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 résiduelles.

### **b- Principe**

Dans un réseau cristallin, l'arrangement des atomes est régulier et périodique, la distance entre les plans atomiques d'une famille de plans (hkl) est appelée distance interréticulaire (Figure.II.5). Lorsqu'un faisceau de rayons X rigoureusement monochromatique (une seule longueur d'onde  $\lambda$ ) 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 diffracté 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.

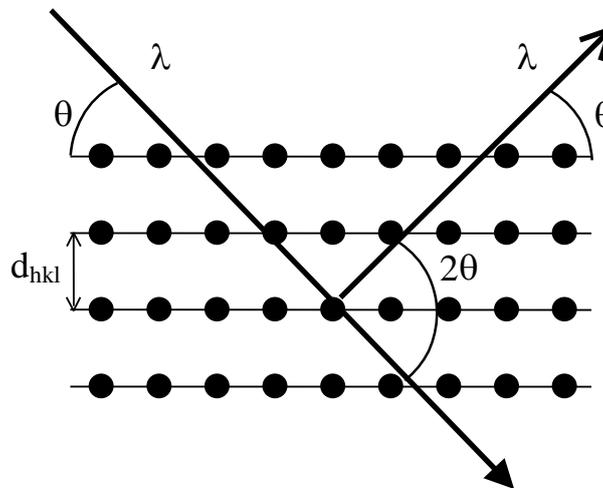


Figure.II.5. Principe de la diffraction des rayons X.

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

$$2d_{hkl} \sin(\theta) = n\lambda \quad (II.1)$$

où :

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

### **c- Configuration Bragg-Brentano**

En diffraction X, la configuration Bragg-Brentano (Figure.II.6), appelée aussi  $\theta/2\theta$  est la plus utilisée. L'angle d'incidence  $\theta$  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. L'échantillon tourne autour de l'axe du goniomètre à une vitesse  $\omega = d\theta/dt$  constante. Le détecteur placé sur le même cercle que la source X se déplace avec une vitesse double  $\omega' = 2\omega$ . Avec cette géométrie, la technique de diffraction X est de moins en moins

sensible quand l'épaisseur des couches minces devient de plus en plus faible, et ce, à cause de la pénétration des rayons X dans la matière qui augmente avec l'angle d'incidence. Dans le cadre de mes travaux j'ai utilisé un diffractomètre « SIEMENS modèle D500/501 » avec une anticathode de cobalt ( $\text{CoK}_\alpha$ , 1,78Å).

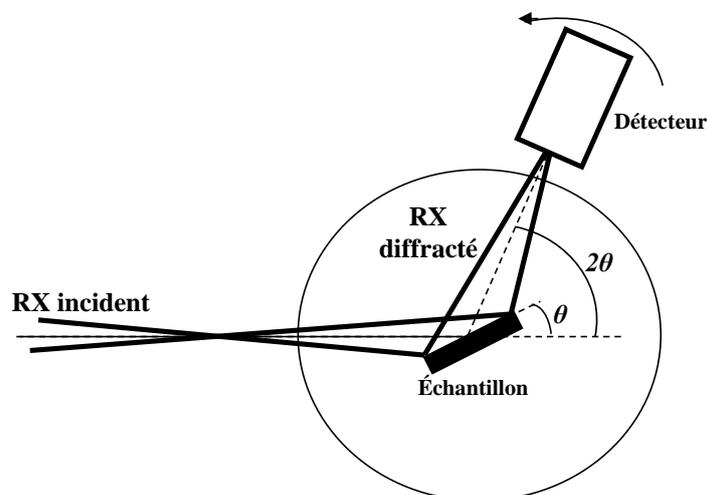


Figure.II.6. Configuration Bragg-Brentano.

### **II.3.1.2. 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 Spectroscopie de photoélectrons X appelée XPS ou ESCA (Electron Spectroscopy for Chemical Analysis). C'est une technique qui permet d'obtenir la composition chimique d'un matériau sur une profondeur de quelques dizaines de nm. Ainsi, nous pouvons vérifier si la surface est oxydée, mais aussi la nature et la proportion 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 cette technique réside dans la variation des énergies de liaison des électrons. Depuis deux décennies, cette méthode s'est imposée comme l'un des outils principaux en analyse de surface, en raison notamment de ses deux atouts majeurs: l'analyse quantitative et l'information sur la nature chimique des éléments.

Les analyses se sont déroulées au L.I.C.B (Laboratoire Interdisciplinaire Carnot de Bourgogne) de l'Université de Bourgogne à Dijon à l'aide d'un spectromètre «Riber SIA 100» avec la raie  $\text{K}_\alpha$  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.3.1.3. Microscopie électronique à balayage (MEB)**

Le principe de fonctionnement du MEB est basé sur l'interaction rayonnement/matière [124]. 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, ...etc. 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 d'images avec une grande résolution (d'un ordre de grandeur de 4 nm) et une bonne profondeur de champ.

Le MEB « Jeol-JSM 5900 LV » du LaBoMaP nous a permis de réaliser des observations de surface sur les couches obtenues. Des mesures d'épaisseur ont été faites en prenant des images de la coupe transverse (les échantillons sont découpés en utilisant une pointe diamant) des couches obtenues sur des substrats de silicium. De plus, ces images nous ont permis de déterminer l'effet des paramètres de dépôts sur la morphologie et la structure des films. La figure.II.7 donne des exemples d'images MEB d'une couche mince de CrAlN (A), de l'arête d'une plaquette de WC-Co (B et C) et d'un échantillon de MDF (D).

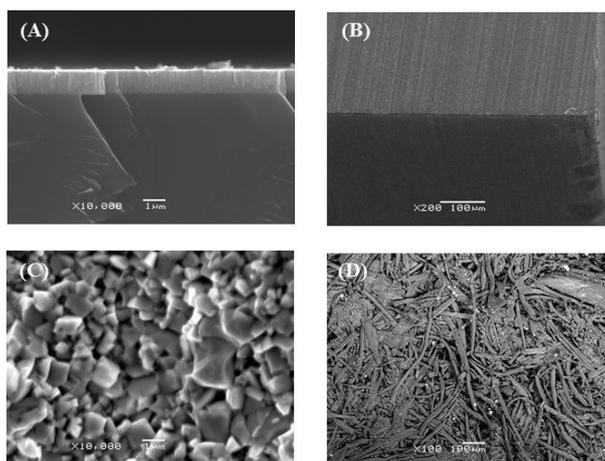


Figure.II.7. Exemples d'images MEB d'une couche mince de CrAlN (A), de l'arête d'une plaquette de WC-Co à faible (B) et à fort grossissement (C) et d'un échantillon de MDF (D).

#### **II.3.1.4. Microanalyse X**

Le spectre X émis par un échantillon bombardé par un faisceau d'électrons peut être analysé grâce à deux techniques : la spectrométrie à dispersion de longueur d'onde WDS (Wavelength Dispersive Spectroscopy) et la spectrométrie à dispersion d'énergie EDS (Energie Dispersive Spectroscopy) [124].

Couplés au MEB, les détecteurs WDS et EDS permettent de faire des analyses chimiques des surfaces, qualitatives et quantitatives avec une pénétration d'environ 1 μm variant selon l'énergie du faisceau d'électrons incident et la densité du matériau. Les détecteurs positionnés d'une façon adéquate (dans notre cas, en croisant la surface de l'échantillon à une distance de 10 mm de la sortie de la colonne) permettent de récolter un maximum de photons X caractéristiques de chaque élément, émis lors du changement de niveau d'énergie des électrons (désexcitation).

Chaque raie d'émission étant caractéristique de l'élément excité, un logiciel permet de traiter le spectre obtenu et de déterminer les proportions massiques et atomiques. Ainsi avec ces analyses, la composition des films a pu être déterminée. Des analyses par EDS et WDS ont été systématiquement réalisées après chaque dépôt. La figure.II.8 présente deux spectres EDS issus de l'analyse d'échantillons revêtus de CrAlN. Compte tenu des profils obtenus, nous avons constaté la présence des trois éléments Cr, Al et N. De faible quantité de carbone et d'oxygène ont été détectées, ce qui montre la pureté des couches.

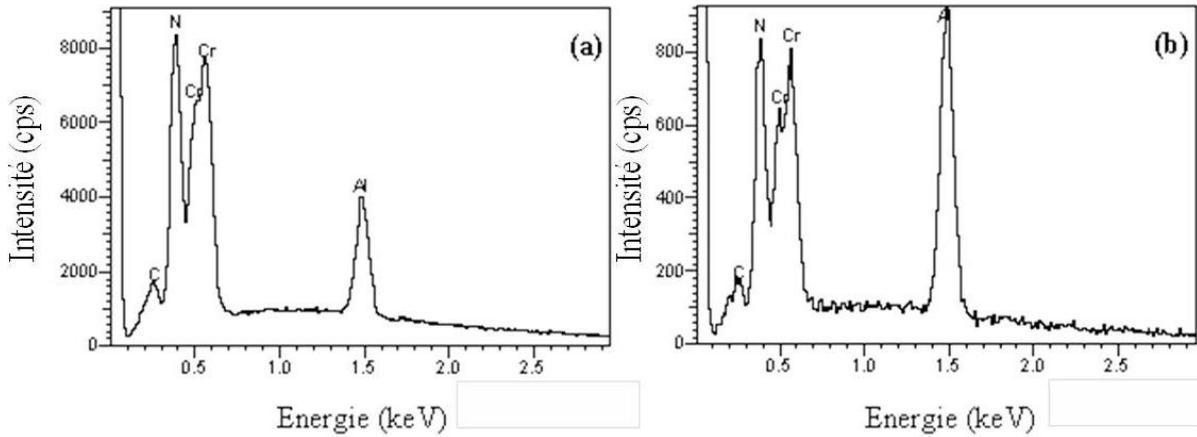


Figure.II.8. Spectres EDS de dépôts de CrAlN obtenus avec une tension appliquée à la cible d'Al de (a) -500 V et (b) -700 V.

### II.3.2. Techniques de caractérisations mécaniques

#### II.3.2.1. Contraintes résiduelles

##### a- Origine des contraintes résiduelles

La connaissance des contraintes mécaniques dans les couches minces est indispensable pour déterminer leurs applications possibles en tant que revêtements de protection ou bien en mécanique. En effet, les états de contraintes constituent des paramètres limitatifs pour l'adhérence des couches sur les substrats [125].

Les contraintes résiduelles peuvent être générées lors de l'élaboration des couches minces, la mise en forme, l'usinage, l'assemblage ou par sollicitations mécaniques, thermiques ou chimiques [126].

Dans le cas des couches minces, le matériau déposé peut être soumis à des contraintes résiduelles de traction ou de compression. Ces contraintes sont parfois élevées et atteignent les limites de rupture du matériau. Dues à l'élaboration du dépôt lui-même, elles sont constituées globalement de deux parties (Figure.II.9) ; les contraintes d'origine thermique et les contraintes intrinsèques. La contrainte totale est donnée par :

$$\sigma_m = \sigma_{int} + \sigma_{th} \quad (II.2)$$

où  $\sigma_m$ ,  $\sigma_{int}$ ,  $\sigma_{th}$ , sont respectivement la contrainte moyenne mesurée, la contrainte intrinsèque et la contrainte thermique.

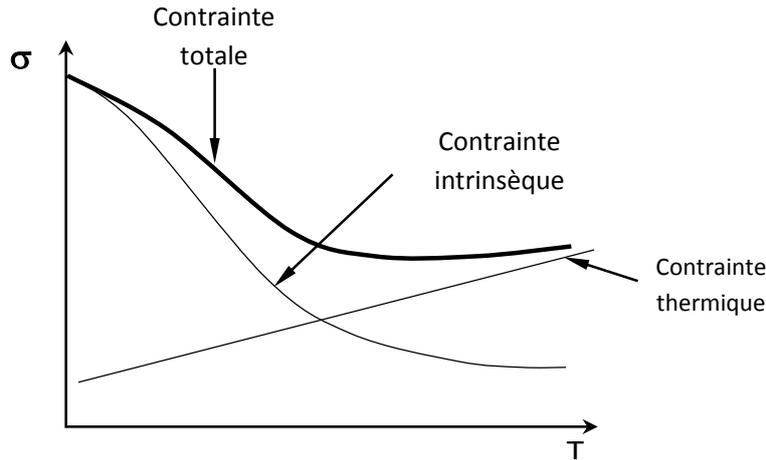


Figure.II.9. Schéma de la contribution des contraintes thermique et intrinsèque.

La contrainte intrinsèque résulte de la contrainte de croissance et la contrainte de changement de phase. Par conséquent on peut écrire la contrainte résiduelle sous la forme suivante [127] :

$$\sigma_m = \sigma_{th} + \sigma_c + \sigma_\phi \quad (II.3)$$

où  $\sigma_c$ ,  $\sigma_\phi$  sont respectivement la contrainte de croissance et la contrainte de changement de phase.

- **Contrainte de croissance** : on distingue les contraintes d'interface film/substrat où la formation des îlots et leur coalescence provoque une contrainte en tension, et la contrainte en volume où la couche en croissance est bombardée par des espèces de la pulvérisation cathodique (c'est le martèlement ionique). Les modèles de Windischmann [128] et Davis [129] donnent une bonne approximation de la contrainte des couches obtenue sous bombardement ionique.

- **Contrainte de changement de phase** : la précipitation ou le changement de phase dans un film provoquent une variation de volume et une contrainte résiduelle.

- **Contrainte thermique** : elle provient de la différence entre les coefficients de dilatation thermique du film et du substrat lors du refroidissement de dépôt [125]. La contrainte thermique est donnée par la relation suivante :

$$\sigma_{th} = \frac{\alpha_s - \alpha_f}{T_d - T_0} \frac{E_f}{1 - \nu_f} \quad (II.4)$$

avec  $\alpha_s$  et  $\alpha_f$  les coefficients de dilatation thermique du substrat et du film,  $T_d$  et  $T_0$  la température de dépôt et la température ambiante,  $E_f$  et  $\nu_f$  le module d'Young et le coefficient de Poisson du film.

**b- Détermination des contraintes résiduelles par interférométrie, méthode des « Anneaux de Newton »**

Dans les ouvrages d'optique actuels l'expérience des anneaux de Newton est brièvement citée en raison de son caractère historique. Un schéma, quelques lignes de texte et de calcul suffisent pour décrire l'expérience. Isaac Newton (1642-1727) a utilisé une lentille plane convexe posée sur une lame plane. Il observe les anneaux en lumière blanche, mais également en lumière monochromatique, isolée à l'aide d'un diaphragme placé dans un faisceau de lumière solaire dispersée par un prisme. Les anneaux sont plus nombreux, les rayons de ceux-ci croissent comme la racine carrée de leur numéro d'ordre. En lumière jaune, les anneaux sombres se situent dans des zones où l'épaisseur de lame d'air est un multiple d'une valeur donnée (1/89000 de pouces ou 285 nm). Il remarque également que lorsque les anneaux sont observés par réflexion, la tache centrale est sombre. Par transmission, les anneaux sont moins contrastés et la tache centrale est claire.

### c- Dispositif d'observation des anneaux de Newton

La mesure de la contrainte résiduelle dans les films élaborés est basée sur le principe émis par Stoney [130]. 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  $\sigma_z$  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 suivante :

$$\sigma = \pm \frac{E_s}{6(1-\nu_s)} \times \frac{e_s^2}{e_f} \left( \frac{1}{R} - \frac{1}{R_0} \right) \quad (II.5)$$

où :

- $E_s$  : Module d'Young du substrat,
- $\nu_s$  : 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.

Le dispositif des anneaux de Newton (Figure.II.10) est un simple appareil optique composé de :

- Une source à vapeur de sodium ( $\lambda = 589,3nm$ ) ;
- Une lame semi-transparente ;
- Un porte-échantillons ;
- Des lentilles de focalisation et de projection.

On forme entre la surface courbe de la lentille et le miroir plan, une lame d'air dont l'épaisseur augmente du centre vers la périphérie, c'est le coin d'air. L'image des anneaux est formée au niveau de la lame semi-transparente, un appareil photo numérique nous facilite la transmission de cette image à un ordinateur afin de mesurer les diamètres des différents anneaux en utilisant un logiciel d'acquisition « Analysis ». Les mesures des diamètres des anneaux nous permettent de calculer le rayon de courbure de l'échantillon en utilisant la relation suivante :

$$d^2 = 4R\lambda m \quad (II.6)$$

avec

$d$  : Le diamètre de l'anneau,

$R$  : Le rayon de courbure de l'échantillon,

$\lambda$  : La longueur d'onde de la source à vapeur de sodium ( $\lambda = 589,3nm$ )

$m$  : Numéro de l'anneau.

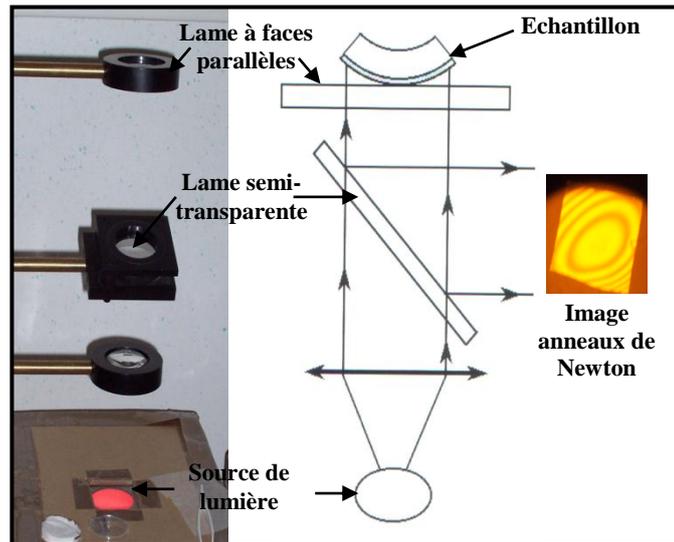


Figure.II.10. Dispositif des anneaux de Newton.

La fonction  $d^2 = f(m)$  est linéaire, le calcul de la pente de cette fonction nous permet de calculer le rayon de courbure de l'échantillon. On peut alors écrire :

$$R = \frac{\Delta d^2}{4\lambda\Delta m} \quad (II.7)$$

Le remplacement de la valeur du rayon de courbure dans la relation de Stoney permet de déterminer la contrainte résiduelle dans le film.

Dans le cas où la courbure de la couche produite est de forme concave, elle traduit alors une contrainte en tension (Figure.II.11). 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.

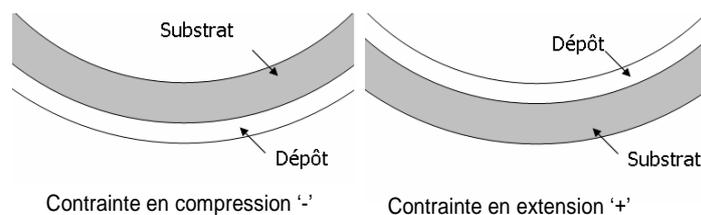


Figure.II.11. Déformation de l'ensemble film/substrat en fonction du type de contrainte.

### **II.3.2.2. 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 :

$$H = \frac{P_{\max}}{A} \quad (II.8)$$

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 types d'essais : essai Rockwell 'HRC', Brinell 'HB' et Vickers 'HV'. Chaque géométrie des indenteurs induit une 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 la 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 deuxième 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 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.12) localisé et d'observer sa réponse, à la fois plastique et élastique.

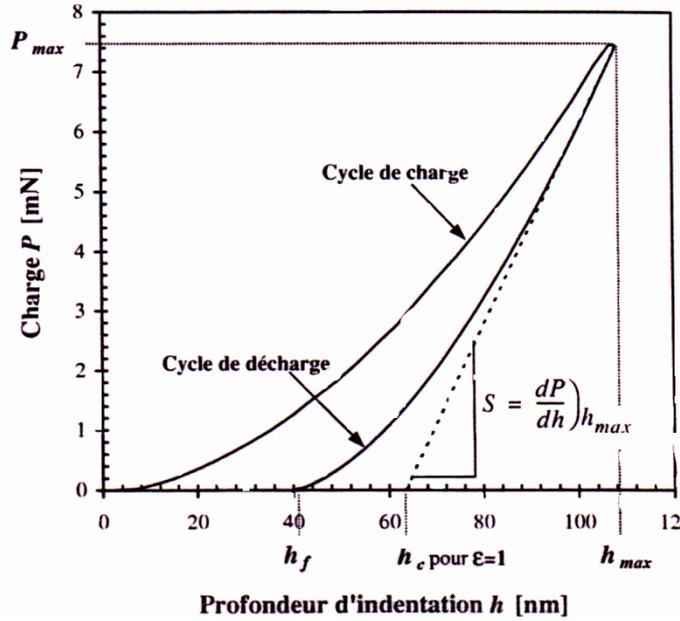


Figure.II.12. Courbe charge/décharge après nanoindentation.

La transposition de cet essai à l'échelle nanométrique, la nanoindentation, permet, grâce à une méthode développée par Oliver et al [131] la mesure à l'échelle locale du module élastique réduit et de la dureté d'un matériau.

Après un cycle charge/décharge (Figure.II.12), 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 suivante :

$$E_r = \frac{s \cdot \sqrt{\pi}}{2 \cdot \sqrt{A}} \quad (II.9)$$

De plus,  $E_r$  est fonction des modules d'Young et des coefficients de Poisson  $E$  et  $\nu$  de l'échantillon et  $E_i$  et  $\nu_i$  de ceux de l'indenteur selon la relation suivante :

$$\frac{1}{E_r} = \frac{1 - \nu^2}{E} + \frac{1 - \nu_i^2}{E_i} \quad (II.10)$$

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.13).  $h_s$  varie en fonction de la géométrie de l'indenteur et peut être exprimée par :

$$h_s = \varepsilon \cdot \frac{P_{\max}}{S} \quad (II.11)$$

où  $\varepsilon$  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  $S$ .

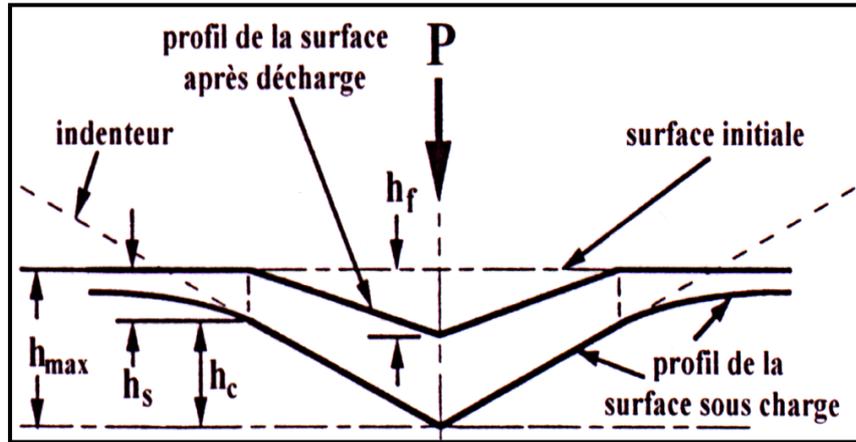


Figure.II.13. Section d'une indentation [131].

Pour réaliser nos tests de nanoindentation, deux appareils avec des pointes Berkovich (diamant sous forme pyramide à base triangulaire) ont été utilisés, un NHT du Laboratoire de Microanalyse des Surfaces (LMS) de l'ENSSM de Besançon (Figure.II.14-a) et un XP MTS du CER Arts et Métiers ParisTech de Lille (Figure.II.14-b). Tous les tests ont été effectués en mode CSM. Dans ce mode, 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 plusieurs indentations (de 5 à 10) effectuées sur chaque échantillon.

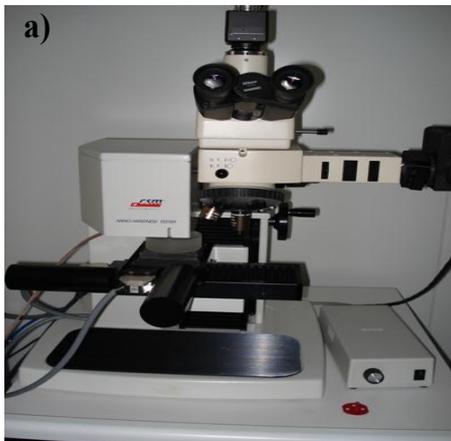


Figure.II.14 : a) Nanoduromètre NHT, b) Nanoduromètre XP MTS.

### **II.3.3. Techniques de caractérisations tribologiques**

#### **II.3.3.1. Tribométrie**

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, de l'abrasion...etc. D'une manière générale, le frottement apparaît lorsque l'on déplace deux corps en contact l'un par rapport à l'autre comme c'est le cas par exemple en usinage. Par conséquent, 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 est liée aux propriétés des matériaux et est une conséquence du frottement. Elle se caractérise par une perte de cote, de forme et de poids par émission de débris. Expérimentalement, on effectue souvent, soit la mesure de la perte de poids, soit la mesure de variations dimensionnelles, soit la mesure de la modification géométrique de la trace d'usure.

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.

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 d'un solide antagoniste. On ne rencontre pas ce type d'usure dans le cas de l'usinage du bois.
- L'usure abrasive quant à elle est produite par l'action de corps étrangers (cas intrinsèque du bois), durs et pulvérulents, présents entre deux surfaces en mouvement relatif ou encastrés dans l'une des deux surfaces. En fonction de la nature et de la granulométrie des corps étrangers ainsi que de la rugosité et du module d'élasticité des matériaux en frottement, les surfaces se déforment soit élastiquement, soit plastiquement. De plus, en fonction des angles d'attaque des particules, on distingue l'usure abrasive par déformation et celle par coupe. L'usure abrasive se manifeste donc par la formation de sillons et la création de micro copeaux.

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 d'usure ont été réalisés à l'aide de deux tribomètres en configuration pion-plan ; l'un au LMS de l'ENSSM de Besançon (Figure.II.15-a) et le second au CER Arts et Métiers ParisTech de Lille (Figure.II.15-b). Le pion est une bille en acier (100Cr6) et le plan est animé d'un mouvement alternatif. Cette configuration entraîne une expulsion des débris d'usure en dehors de la zone de frottement. La charge appliquée au contact est de 5 N avec un frottement alternatif toutes les 8 s. Le temps de frottement est de 10 minutes ce qui correspond à une distance linéaire de 0,3 m.

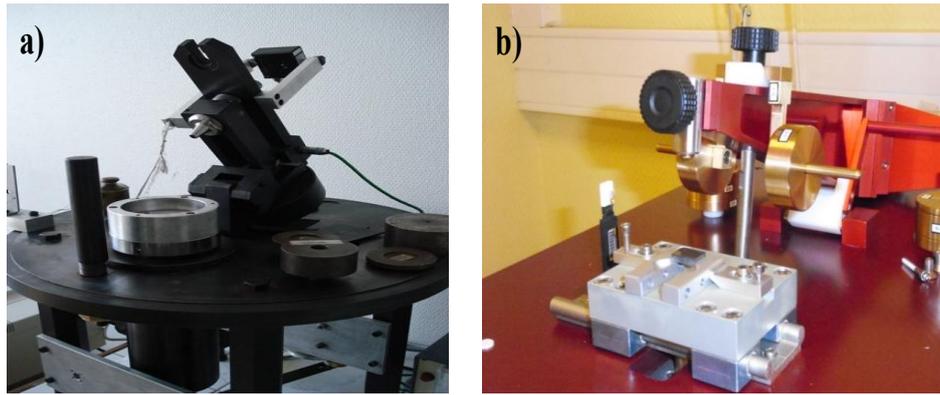


Figure.II.15. Tribomètre en configuration pion plan : a) appareil de l'ENSSM, b) celui du CER Arts et Métiers ParisTech de Lille.

De plus, grâce au tribomètre, nous pouvons avoir une idée qualitative de l'adhérence de la couche sur le substrat. En effet, si lors d'un essai la couche ne résiste pas au frottement et qu'elle se désagrège, ou si des fissures apparaissent ainsi que des arrachements le long de la trace d'usure, c'est qu'elle n'a pas une bonne adhérence.

Les tests de tribométrie ont été effectués dans le but d'étudier l'effet du pourcentage d'Al et de V sur le coefficient de frottement des couches de CrAlN et de CrVN. Ces essais nous permettront seulement de comparer les couches les unes avec les autres car les sollicitations auxquelles ces dernières sont soumises lors des tests de tribométrie ne représentent pas celles rencontrées en usinage des panneaux de MDF.

### II.3.3.2. Scratch test

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 usinage des matériaux revêtus. 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.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.

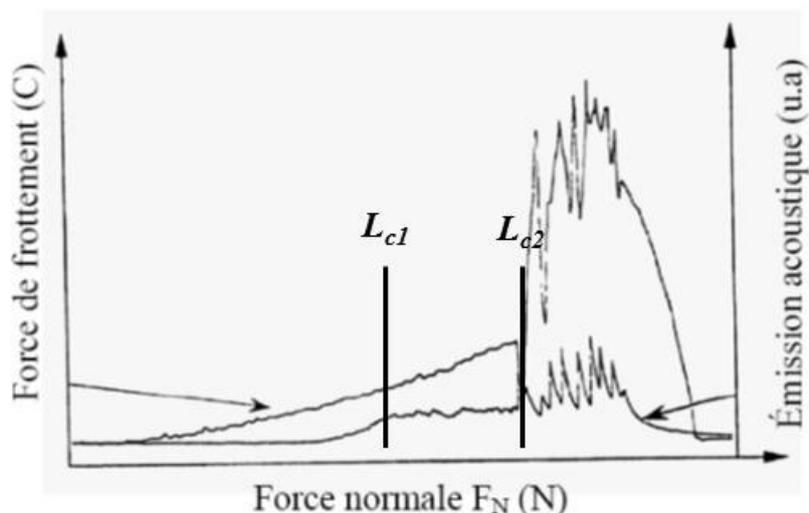


Figure.II.16. Courbes obtenues pour une couche après scratch-test.

La rupture de la pente de la courbe de la figure.II.16 correspond à l'arrachage de la couche et 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 entre la couche et l'indenteur, l'état de surface du film, 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 d'une couche correspondant à cette valeur  $L_{c2}$  est montrée sur la figure.II.17.

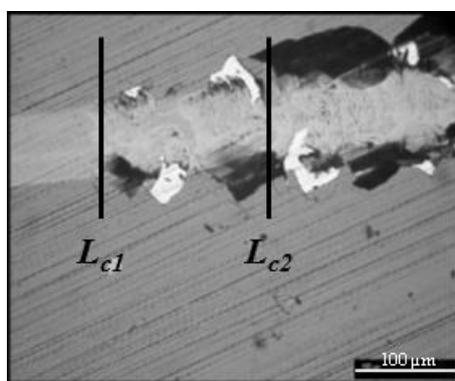


Figure.II.17. Micrographie de l'endommagement d'un film.

Les scratch-tests ont été réalisés au CER des Arts et Métiers ParisTech de Lille avec un appareil de type « Scratch Tester Millenium 200 » équipé d'un microscope optique, d'un système de détection de l'émission acoustique et d'un capteur de force tangentielle (Figure.II.18). La force normale est appliquée par l'intermédiaire d'un moteur électrique. La charge minimale est de 0,1 N et la charge maximale est de 200 N. Tous les essais ont été effectués avec une pointe conique en diamant de type Rockwell C de 200  $\mu\text{m}$  de rayon et d'angle au sommet de 120°. L'appareil permet de faire des essais sur une longueur de rayage maximale de 30 mm. Nous avons calibré la sensibilité acoustique entre 5 et 16 et sélectionné manuellement avec le microscope la zone de départ de la rayure. La fréquence d'acquisition des données est de 5 kHz. Pour nos tests de scratch-test nous avons appliqué un effort progressif de 200 N sur une longueur de 8 mm.



Figure.II.18. Scratch Tester Millenium 200 du CER Arts et Métiers ParisTech de Lille.

## **II.4. Méthodes de caractérisation et usinage des panneaux de MDF**

### **II.4.1. Densité des panneaux par tomodynamétrie**

La tomodynamétrie est un scanner médical qui permet de réaliser des images du corps en mesurant l'absorption d'un faisceau de rayons X qui balaye le patient dans différentes directions. Les données sont traitées par un ordinateur qui recompose des vues en coupe du corps.

En 2007, les techniciens de General Electric Healthcare France installent dans les locaux de l'équipe de recherche sur la Qualité des Bois de l'INRA de Nancy le premier scanner médical dédié à la recherche forestière sur notre territoire.

### **Principe**

L'appareil se compose d'un générateur de rayons X qui tourne de façon continue autour de l'échantillon en même temps qu'un détecteur linéaire qui va mesurer à tout moment l'intensité des rayons X après leur passage au travers de l'échantillon (Figure.II.19).

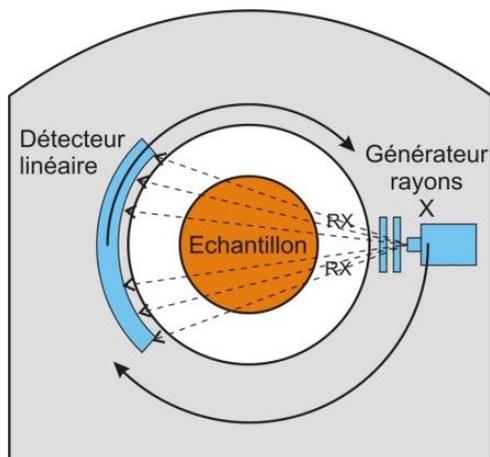


Figure.II.19. Principe du tomodynamètre.

L'échantillon se déplace de façon synchrone à cette acquisition de données (simultanément ou non) au travers du statif ou anneau. Les données collectées sont alors analysées par l'informatique qui permettra la mesure de la densité de l'échantillon et de recomposer entre autres ces vues en coupes ou en trois dimensions.

### **Description de l'appareil**

Le scanner utilisé pour mesurer la densité de nos panneaux de MDF est un BrightSpeed Exel (Figure.II.20) du Laboratoire d'Etude des Ressources Forêt - Bois (Lerfob) de l'Institut National de la Recherche Agronomique (INRA) de Nancy. Il se compose d'un statif (anneau) solidaire de sa table où est déposé l'échantillon. La console informatique de contrôle est équipée de 4 processeurs dont deux sont dédiés à l'acquisition des données. S'agissant d'un modèle de série, la masse de l'échantillon n'excédera jamais 180 kg. Le diamètre de passage dans la machine est de 700 mm pour un diamètre de champ de vision allant d'environ 100 à 500 mm. Le scanner médical est avant tout prévu pour étudier des échantillons de grandes dimensions, à savoir jusqu'à 160 cm de longueur.



Figure.II.20. Scanner BrightSpeed Exel de l'INRA de Nancy.

Les paramètres d'utilisation sont nombreux et dépendent de l'échantillon et de ses caractéristiques. Il est possible de réaliser, ponctuellement, des coupes le long de l'échantillon en mode axial ou bien de l'explorer en totalité en mode hélical ou hélicoïdal. Le scanner dispose de 16 détecteurs qui, en fonction de leur configuration, lui permettent d'acquérir en une seule rotation de 1 à 4 coupes allant de 0.625 à 100 mm d'épaisseur. Pour nos échantillons, seules les mesures de la densité ont été réalisées sur ce scanner.

Ce scanner nous a permis de vérifier la densité des panneaux de MDF ainsi que son évolution le long de l'épaisseur de ces derniers. La figure.II.21 représente un exemple des mesures de densité effectuées le long de l'épaisseur de panneaux de MDF Hydrofuge H de 16, 19 et 22 mm.

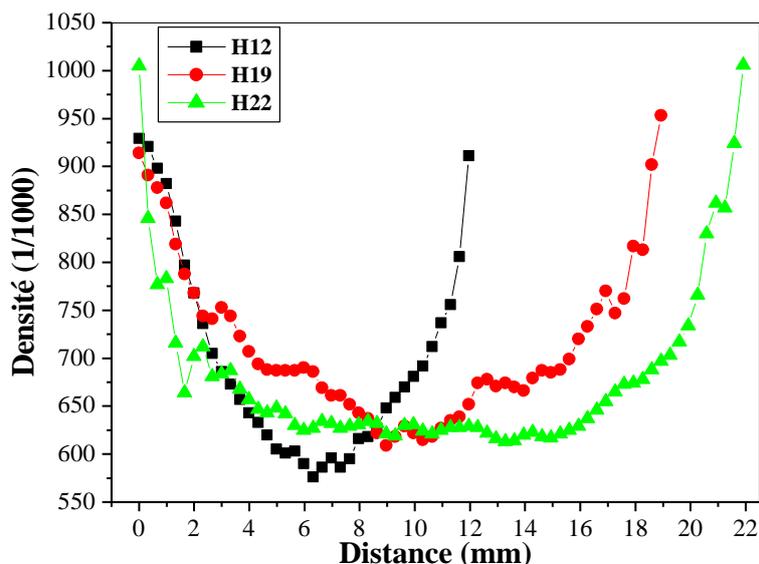


Figure.II.21. Evolution de la densité le long de l'épaisseur de panneaux de MDF Hydrofuge de 12,19 et 22 mm.

#### II.4.2. Procédé d'usinage

Les couches optimisées ont été réalisées sur des plaquettes en carbure de tungstène (LEITZ, WC, 6% Co), destinées au fraisage (ou défonçage) des panneaux de MDF dans le but de tester leur résistance à l'usure. La machine que nous avons utilisée est une défonceuse à commande numérique RECORD1 de la société Italienne SCM S.p.A. (Figure.II.22). C'est une machine 3 axes équipée d'un système à commande numérique classique de type NUM1020. L'axe Z portant la broche est réalisé par un système de potence.



Figure.II.22. 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 18000 tr/min.
- ✓ un déplacement en X de 2135 mm
- ✓ un déplacement en Y de 985 mm
- ✓ un déplacement en Z de 250 mm.

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

#### II.4.2.1. Géométrie de l'outil

L'outil (Figure.II.23-a) est une fraise deux dents formée de deux plaquettes carbure de 50 mm de longueur et de deux araseurs permettant la finition de la surface. Les plaquettes (Figure.II.23-b) sont en carbure de tungstène fritté industriel (LEITZ Corp.) avec un angle d'arête de 55°.

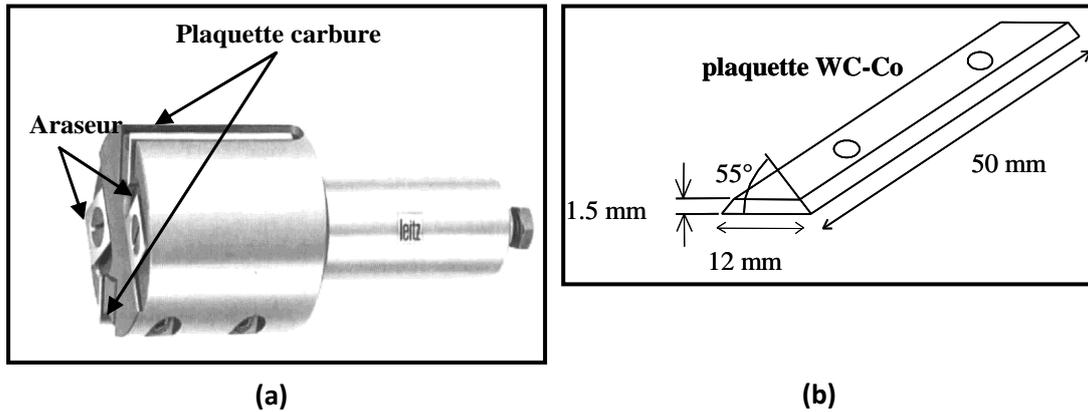


Figure.II.23 : (a) outil de fraisage (défonçage), (b) géométrie des plaquettes carbures.

#### II.4.2.2. Conditions de coupe

Les paramètres de coupe ont été fixés de manière à obtenir une usure rapide. Les capacités de la machine sont limitées à une vitesse de rotation de 18000 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 utilisée dans les travaux de Costes [132], sachant que nous voulions obtenir une épaisseur de copeau moyenne de l'ordre de 0,83 mm.

$$e_m = \frac{V_f}{N \cdot z} \cdot \sqrt{\frac{a_e}{D}} \quad (II.12)$$

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 (40 mm). D'après cette relation nous avons donc choisi une vitesse de rotation maximale de 18000 tr/min et une vitesse d'avance de 15 m/min. Un programme permettant d'usiner le maximum de longueur d'usinage en un temps minimum a été réalisé tout en prenant en compte les dimensions des éprouvettes de MDF qui sont de 600×200×19 mm<sup>3</sup>.

Dans le tableau.II.2 sont résumées les conditions que nous avons choisies pour réaliser les essais d'usinage des panneaux de MDF en utilisant des plaquettes de WC-Co standards ou revêtues. Ces conditions avaient déjà été définies par Nouveau [99] et permettaient d'avoir une usure visible dans un temps relativement rapide tout en consommant un minimum de bois. Les configurations d'usinage des panneaux de MDF seront détaillées dans le chapitre.V.

Nombre de dents	Vitesse de rotation	Avance par dent	Vitesse d'avance	Vitesse de coupe	Engagement latéral
1	18000 tr/min	0,83 mm	15 m/min	36,5 m/s	2 mm

Tableau.II.2. Conditions utilisées pour réaliser nos essais d'usinage.

### II.4.3. Quantification de l'usure

Plusieurs paramètres caractérisant l'endommagement de l'arête de l'outil utilisé en usinage des panneaux de fibres et de particules de bois ont été décrits dans la littérature, mais aucun d'eux n'a été choisi comme le facteur le plus représentatif de la valeur réelle de l'usure [133]. Parmi ces paramètres, on peut citer (Figure.II.24) : le recul de l'arête sur la face d'attaque RR (Rake Recession), ou sur la face de dépouille CR (Clearance Recession), l'usure mesurée parallèlement à la face d'attaque LR (Land Rake), ou la face de dépouille LC (Land Clearance) et l'usure en dépouille  $V_b$  (Flank wear Land) mesurée parallèlement à la bissectrice de l'angle de coupe.

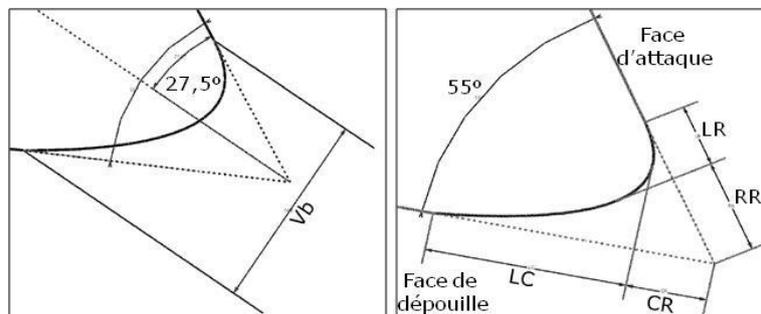


Figure.II.24. Les différents paramètres caractérisant l'usure de l'arête de l'outil lors de l'usinage de panneaux de MDF [133].

Sheikh-Ahmad et McKenzie [133] ont étudié l'évolution de l'usure le long de l'arête de l'outil lors de l'usinage de panneaux de MDF et de particules de bois. Ils ont constaté que l'usure n'était pas homogène ce qui a posé plusieurs problèmes concernant : le choix du paramètre, l'endroit où il faut effectuer les mesures ainsi que le nombre de ces dernières pour bien évaluer l'endommagement de l'outil de coupe.

Concernant le paramètre à mesurer, Sheikh-Ahmad et McKenzie [133] ont comparé l'évolution de l'usure de dépouille  $V_b$  et le recul de l'arête de l'outil mesuré sur la face d'attaque RR et ils ont remarqué que les deux facteurs variaient d'une façon similaire, ce qui rendait le choix du paramètre représentant l'usure plus difficile. Dans plusieurs applications, ce choix dépend d'une manière générale de l'accessibilité et de la simplicité des observations et des mesures à réaliser.

L'usure des outils de coupe n'est pas constante le long de l'arête de l'outil, comme rapporté dans les paragraphes précédents, elle est plus élevée sur les côtés (correspondant aux zones de forte densité) qu'au milieu (relatif à celle de faible densité) (Figure.II.25). De ce fait, nous devons faire attention aux endroits où nous allons effectuer nos mesures afin de bien exprimer la durée de vie réelle de l'outil. Selon Sheikh-Ahmad et McKenzie [133], l'endommagement des plaquettes en WC-Co est mieux représenté par les mesures réalisées dans les zones de forte densité de bois, vu que l'usure est plus élevée dans ces endroits-là, que par celles effectuées dans la zone de faible densité. Ce jugement a été fait dans le but de garder toujours

une bonne qualité de bois usiné en changeant l'outil une fois que l'usure atteint sa valeur critique.

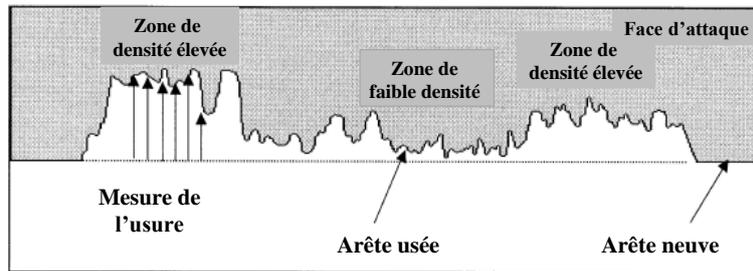


Figure.II.25. Exemple d'évolution de l'usure le long de l'arête de l'outil dans le cas d'usinage de MDF [133].

Dans un deuxième temps, Sheikh-Ahmad et McKenzie [133] se sont intéressés au nombre des mesures nécessaires pour mieux évaluer l'usure de l'arête de l'outil. Pour cela, les moyennes de 7, 11 et 41 mesures de  $V_b$  effectuées dans la zone de forte densité ont été calculées, une légère différence entre les résultats a été observée. Cependant plus le nombre des valeurs augmente, mieux l'usure est estimée.

L'évaluation de l'usure de l'arête de nos outils a été réalisée à l'aide d'une binoculaire équipée d'une caméra digitale (Figure.II.26).



Figure.II.26. Binoculaire utilisée pour mesurer l'usure des plaquettes WC-Co.

Après chaque test d'usinage des observations de la largeur du plateau (appelée  $V_b$ ) de l'arête de l'outil ont été effectuées, le principe de mesure est représenté sur la figure.II.27. Cette méthode a été utilisée par plusieurs chercheurs pour quantifier l'usure de l'arête de l'outil lors de l'usinage du bois [70,134]. En effet, elle est adaptée à notre cas où on est obligé de garder la plaquette de WC-Co sur le porte-outils et on ne peut l'enlever qu'une fois les tests d'usinage terminés. Après chaque test d'usinage, on calcule la valeur moyenne de plus de 30 mesures puis on trace la variation de la largeur du plateau de l'arête de l'outil en fonction de la longueur de coupe.

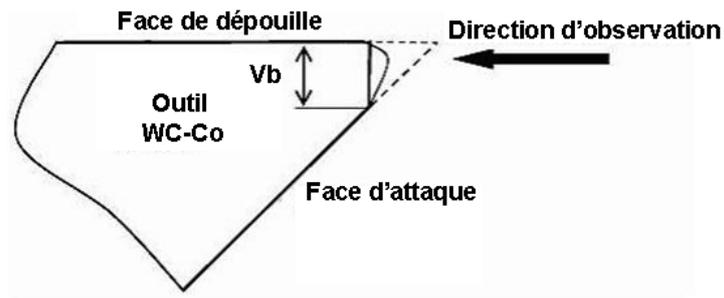


Figure.II.27. Quantification de l'usure de l'arête de l'outil de coupe par la mesure de  $V_b$ .



## **Chapitre III. Revêtements de CrAlN**

### III.1. Introduction

Dans ce chapitre nous nous sommes intéressés au développement des couches minces de CrAlN de différents pourcentages d'Al, obtenues par pulvérisation magnétron. Le but est d'étudier l'effet du taux d'Al sur les propriétés stœchiométriques, structurales, mécaniques et tribologiques des films de CrAlN afin d'optimiser son pourcentage dans ces revêtements destinés à être utilisés comme couches de protection contre l'usure de plaquettes de WC-Co pour l'usinage de panneaux de MDF. Le choix du système CrAlN rentre dans le cadre de la continuité des travaux menés par notre équipe de recherche où des couches minces dures de CrN ont été optimisées en vue d'une application en usinage d'OSB [99] et où des revêtements de CrAlN ont été développés pour l'usinage de MDF [100].

Dans les travaux de Labidi [100], les effets de différents paramètres tels que le pourcentage d'azote dans le plasma, la pression partielle de dépôt, l'épaisseur des couches et la tension appliquée à la cible sur les propriétés et la résistance à l'usure du système CrAlN ont été étudiés. Cependant, le pourcentage d'Al était constant pour toutes les couches déposées, car on utilisait une cible composée Al/Cr avec un pourcentage fixe (25/75%.at). Cela n'a pas permis d'étudier l'effet du pourcentage d'Al sur les différentes propriétés des revêtements de CrAlN. Le fait d'avoir deux porte-cibles sur le système de dual magnétron de notre laboratoire nous a permis de surmonter ce problème. Pour cela il suffisait d'utiliser deux cibles, une de Cr et la deuxième d'Al, puis de contrôler les paramètres de dépôt afin d'avoir des couches de différents pourcentages d'Al.

### III.2. Dépôt de couches minces de CrAlN

Pour synthétiser les couches de CrAlN nous avons gardé les mêmes conditions optimales (pression partielle, pourcentage d'azote dans le plasma et temps de dépôt) obtenues lors des travaux de Labidi [100] en utilisant notre machine de pulvérisation dual-magnétron. Deux cibles, l'une de chrome pur (99,99%) et la deuxième d'aluminium pur (99,99%) ont été fixées sur les cathodes, puis nous avons fait varier les tensions appliquées sur les deux cibles dans le but de changer la vitesse de pulvérisation et par conséquent le taux d'Al dans les films. Nous avons d'abord fixé la tension appliquée à la cible de chrome à -900 V et fait varier celle appliquée à la cible d'aluminium de 0 jusqu'à -900 V (tension maximale pouvant être atteinte). Puis, nous avons fixé la tension appliquée à la cible d'aluminium et nous avons fait varier celle appliquée à la cible de chrome (-500 et -700 V). Le tableau III.1 résume les conditions de dépôt des films de CrAlN.

	Pression de travail (μbar)	Pourcentage de N <sub>2</sub> dans le plasma (%)	Tension appliquée à la cible d'Al (-V)	Tension appliquée à la cible de Cr (-V)	Temps de dépôt (mn)
CrAlN	4	20	300	900	90
			500		
			700		
			900	500	
				700	

Tableau.III.1. Conditions de dépôts des films de CrAlN

Une analyse de composition par EDS a été effectuée à la fin de chaque dépôt pour vérifier le taux d'Al et contrôler les paramètres de la machine en vue d'avoir les pourcentages souhaités.

### III.3. Propriétés physico-chimiques

#### III.3.1. Analyses chimiques par EDS (Energy Dispersive Spectroscopy)

Les spectres EDS obtenus après analyse des échantillons sont résumés sur la figure.III.1. Ils montrent clairement la présence des éléments Cr, N et Al. En effet, nous avons observé la raie  $K_{\alpha}$  de l'azote à 0,3924 keV, les raies  $L_{\alpha,2}$  du chrome à 0,573 et à 0,5 keV et la raie  $K_{\alpha}$  de l'aluminium à 1,486 keV. Aucun pic d'oxygène n'a été observé et le taux de carbone est très faible et ne dépasse pas 1 % en pourcentage atomique ce qui montre que les couches étaient non polluées.

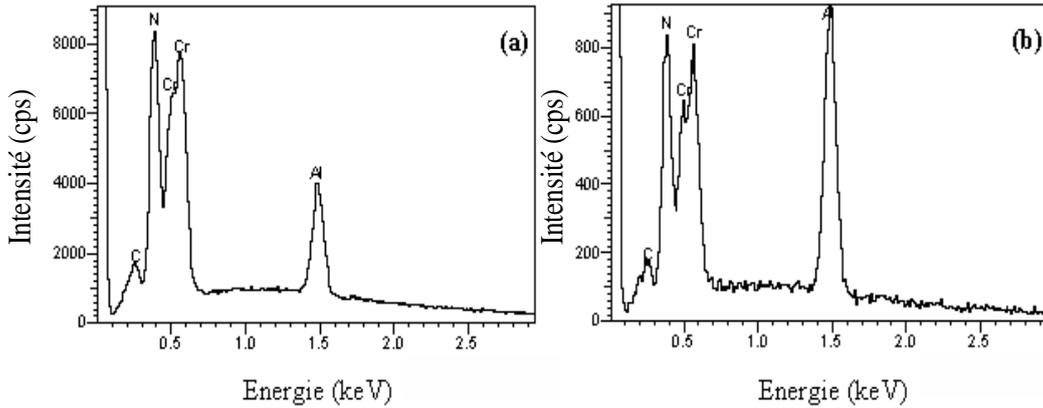


Figure.III.1. Spectres EDS des films de CrAlN obtenus sous différentes tensions appliquées à la cible d'aluminium : (a) -500 et (b) -900 V.

Afin de bien visualiser l'effet de la tension appliquée aux deux cibles sur la composition des films de CrAlN, nous avons réalisé des analyses EDS sur tous les échantillons de la série (Figure.III.2).

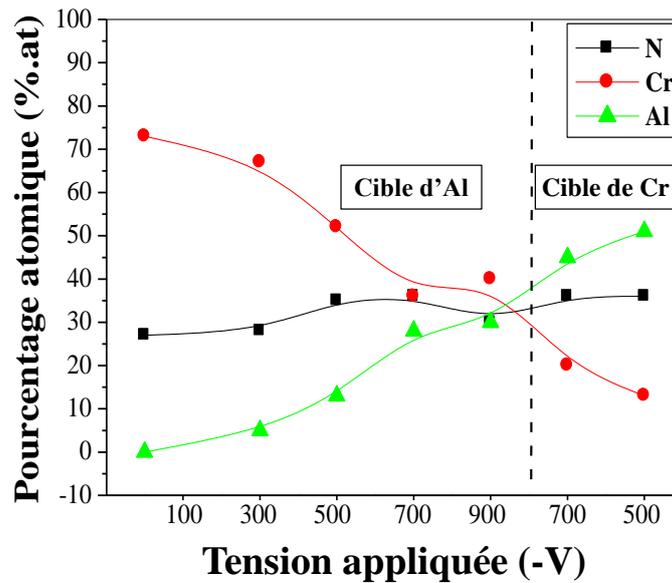


Figure.III.2. Composition des différents éléments en fonction de la tension appliquée sur la cible de Cr et d'Al obtenue par analyse EDS.

Nous avons remarqué que le pourcentage d'Al augmente avec la tension appliquée à la cible d'Al de 0 à 30%. Cela peut s'expliquer par l'augmentation de la vitesse de pulvérisation de la cible d'Al. A -900 V appliqués aux deux cibles, nous remarquons une légère augmentation du pourcentage d'Al (on passe de 28 à 30%), en plus, le pourcentage de Cr est toujours supérieur à celui d'Al. Selon Ding et Zeng. [106] pour une même tension appliquée aux deux cibles, le chrome a un plus grand taux de pulvérisation que l'aluminium, ce qui explique l'augmentation du chrome par rapport à l'aluminium. Pour cette série de dépôts, le pourcentage maximal d'Al dans les films est de 30% et correspond à la tension maximale (-900 V) atteinte par notre générateur R.F.

Afin de compléter la série, nous avons décidé de maintenir la tension de l'aluminium à -900 V et de faire varier celle de la cible de chrome. Deux dépôts ont été réalisés (à -500 et -700 V) (Figure.III.2). Nous avons alors atteint une valeur de 51% en Al pour une tension de -500 V appliquée à la cible de Cr alors qu'avec -900 V sur les deux cibles, nous avons obtenu au maximum 30%. Le pourcentage d'azote augmente en ajoutant de l'Al, ce qui montre que l'addition de ce dernier améliore la stœchiométrie du système Cr-N. En effet après avoir été de l'ordre de 27% pour la couche de CrN, il évolue légèrement avant de se stabiliser à 36% pour presque tous les films de CrAlN. Ceci nous laisse penser que son effet sur les propriétés des revêtements de CrAlN est négligeable par rapport à celui de l'Al.

Au début de notre étude, nous avons d'abord fait varier la tension sur la cible d'aluminium pensant qu'elle influencerait plus sur son pourcentage atomique dans les couches ; mais suite aux résultats obtenus, il s'avère que c'est la variation de la tension sur la cible de chrome qui est le paramètre prépondérant. Ceci peut être expliqué par le fait que le taux de pulvérisation du chrome est supérieur à celui de l'aluminium. Cela est confirmé par la concentration d'Al qui est restée supérieure à celle d'Al pour une même tension appliquée sur les deux cibles (-900 V).

### **III.3.2. Analyses structurales par DRX (Diffraction des Rayons X)**

Les analyses DRX ont été réalisées sur des substrats de silicium (100) en utilisant une anticathode de cobalt ( $\lambda_{K\alpha}(\text{Co}) = 1.78 \text{ \AA}$ ) en configuration Bragg-Brentano ( $\theta/2\theta$ ), le but était de voir l'effet du taux d'Al sur la structure cristalline du système CrAlN. La figure.III.3, présente les diffractogrammes des films de CrAlN de différents pourcentages d'Al et celui du substrat de silicium. Ce dernier a été ajouté afin de faciliter l'identification des pics en se concentrant seulement sur ceux correspondant aux couches et non au substrat.

Sur le diffractogramme de la couche de CrN (0% d'Al), un large pic montrant que la couche est quasiment amorphe, ce pic est peut-être le résultat de la contribution de plusieurs autres tels que : le Cr<sub>2</sub>N (111) observé à 50,42°, Cr<sub>2</sub>N (200) observé à 50,58° de la phase Cr<sub>2</sub>N hexagonale (hcp) et CrN (200) observé à 51,20° de la phase cubique à faces centrées de CrN (fcc). Les analyses EDS de ce film donnent un rapport Cr/N de 2,5 ce qui nous laisse penser que dans ces conditions de dépôt nous obtenons du Cr<sub>2</sub>N au lieu de CrN ou un mélange biphasé.

Nous avons remarqué ainsi que l'ajout de l'Al améliore la cristallisation des couches de CrAlN et favorise la formation de différentes phases cristallines. En effet, plusieurs pics ont été observés relatifs au CrN cubique (c-CrN (110) à 43,58° et (200) à 51,20°), Cr<sub>2</sub>N hexagonal (h-Cr<sub>2</sub>N (110) à 44,15°, (111) à 50,42° et (200) à 50,58°), AlN cubique (c-AlN

(111) à 45,05° et (200) à 52,49° et (400) à 53,71°) et AlN hexagonal (h-AlN (002) à 42,10° et (101) à 44,45°). Les mêmes résultats ont été obtenus dans d'autres travaux [106,108].

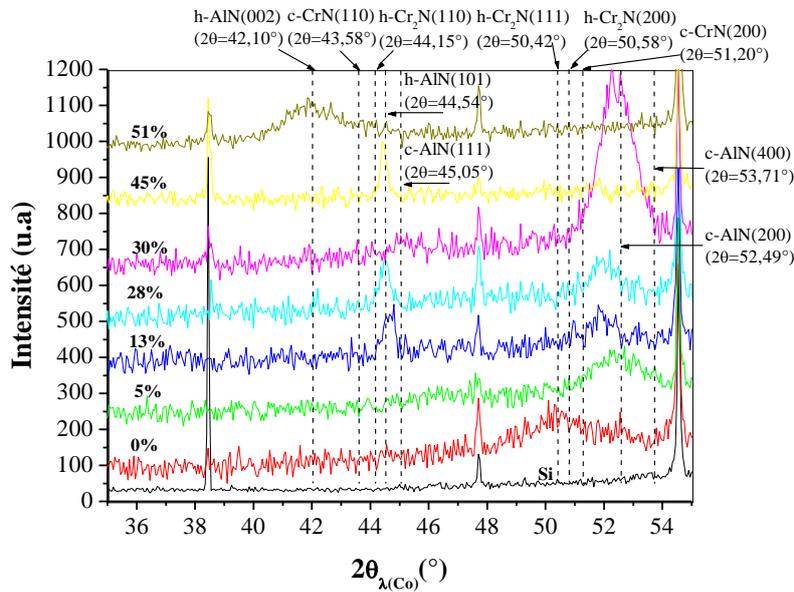


Figure.III.3. Diffractogrammes des films de CrAlN obtenus avec différents pourcentages d'Al.

Une translation de ces pics vers les grands angles a été observée ce qui montre que les films de CrAlN contiennent des contraintes en compression, résultat déjà observé dans d'autres études [105]. A 45% d'Al un seul un pic d'AlN (101) est présent à 44,45°, ce dernier disparaît à 51% d'Al pour laisser place à un large pic d'AlN (002) détecté à 42,10°, montrant que les films de CrAlN deviennent, de nouveau, amorphes. Ces deux derniers pics sont relatifs à la phase d'AlN hexagonale (hcp), ce qui montre qu'il y a eu un changement cristallin d'une phase cubique (c-AlN) à une phase hexagonale (h-AlN).

Les diagrammes d'équilibre de Cr-N et Al-N (Figure.I.22) ont montré que la formation de CrN cubique et d'AlN cubique n'est possible qu'à 50% d'azote. Cependant, selon les analyses EDS (Figure.III.2) le taux d'azote dans les couches de CrAlN varie entre 28 et 33%, ces faibles taux d'azote permettraient donc plutôt la formation de Cr<sub>2</sub>N et AlN hexagonales et pas celle de CrN et AlN cubiques. Il est donc probable que nos couches soient sous forme de multiphases où lorsque les rapports stœchiométriques Cr/N et Al/N sont proches de 1 on a formation de CrN et AlN cubiques et s'ils sont proches de 2 ce sont les phases hexagonales Cr<sub>2</sub>N et AlN qui se forment.

### III.3.3. Analyses par XPS (X-Ray Photoelectron Spectroscopy)

Afin de compléter les analyses chimiques par EDS et structurales par DRX nous avons effectué des caractérisations par XPS pour avoir plus de précision sur la composition et la structure chimique de nos revêtements. A cause d'une disponibilité faible du spectromètre, seuls deux dépôts ont été choisis pour ces analyses : celui contenant 5% d'Al et celui en contenant 51% (Figure.III.4).

Les résultats XPS confirment la qualité des couches de CrAlN observée après les analyses EDS. En effet, aucune trace d'oxygène ni de carbone n'est détectée. Ils montrent que la

composition reste relativement stable le long de l'épaisseur (temps de pulvérisation) sauf après 20 minutes de pulvérisation du CrAlN contenant 5% d'Al (Figure.III.4-(A)) où nous avons observé une légère augmentation du pourcentage d'Al et d'azote et une diminution de celui de Cr. Cela est peut-être dû à l'instabilité des conditions de dépôt qui peut entraîner dans certains cas la variation des tensions appliquées sur les deux cibles. Globalement, les analyses XPS donnent 33% d'azote, 65% de Cr et peu d'Al (de 2 à 3 %) pour la couche de CrAlN de faible pourcentage en Al (Figure.III.4-(A)) ; et 43% d'azote, 16% de Cr et 39% d'Al pour celle de forte concentration en Al (Figure.III.4-(B)).

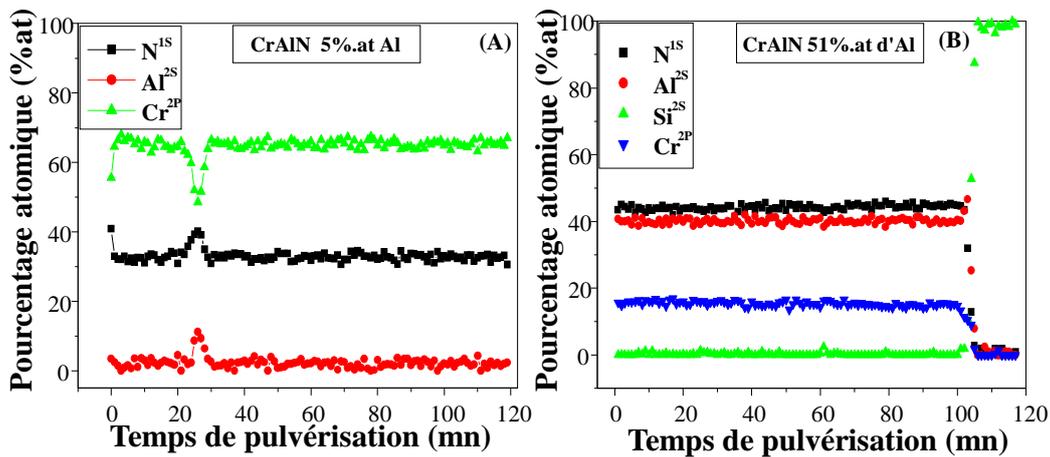


Figure.III.4. Analyses XPS des revêtements de CrAlN contenant : (A) 5% et (B) 51% d'Al.

Une nette différence a été remarquée entre les valeurs données par EDS et XPS. Cela peut être expliqué par une pulvérisation préférentielle des éléments légers tels que l'azote (N) ce qui risque d'introduire des erreurs de quantification lors des analyses XPS.

En plus de la composition, les spectres XPS des éléments (Cr, N, Al) nous permettent d'avoir une idée sur les différents composés qui peuvent être formés dans les couches de CrAlN. La figure.III.5 montre les trois spectres XPS obtenus pour le revêtement CrAlN contenant 5% d'Al.

Le spectre du Cr (Figure.III.5-(A)) donne deux pics à 574,38 et 583,77 eV relatifs à Cr2p<sup>3/2</sup> et Cr2p<sup>1/2</sup> respectivement, ces deux valeurs d'énergie sont probablement celles du Cr métallique (574,3 eV) ou de Cr<sub>2</sub>N (574,5 eV). Ces résultats vont à l'encontre de ceux obtenus par Barshilia et *al.* [135] et Wang et *al.* [136], où ces deux pics n'étaient pas présents sur le spectre XPS du Cr. Le spectre d'azote donne un seul pic à 397,75 eV (Figure.III.5-(B)) relatif au N1s qui correspond, probablement à l'azote dans Cr<sub>2</sub>N (397,4 eV) selon Lin et *al.* [137]. Ces résultats sont en corrélation avec les analyses de composition obtenues par EDS et XPS qui ont donné un rapport Cr/N de l'ordre de 2,4. Le spectre DRX de cette couche (Figure.III.3) montre la présence d'une couche peu cristallisée avec un pic très large relatif à la contribution de Cr<sub>2</sub>N, CrN et AlN. De ce fait, nous pouvons dire que le Cr présent dans ce film est lié à l'azote et forme du Cr<sub>2</sub>N.

Concernant le spectre d'Al, à cause de son taux très faible (5% au maximum), seul un large pic d'Al2s a été obtenu à 118,77 eV (Figure.III.5-(C)) relatif peut être à l'AlN (à 119,2 eV). En effet, l'analyse par DRX (Figure.III.3) montre la contribution de la phase AlN cubique dans le large pic observé à 5% d'Al. Il est donc possible que la couche de CrAlN de 5% d'Al soit multiphasée et constituée de Cr<sub>2</sub>N, CrN et d'AlN.

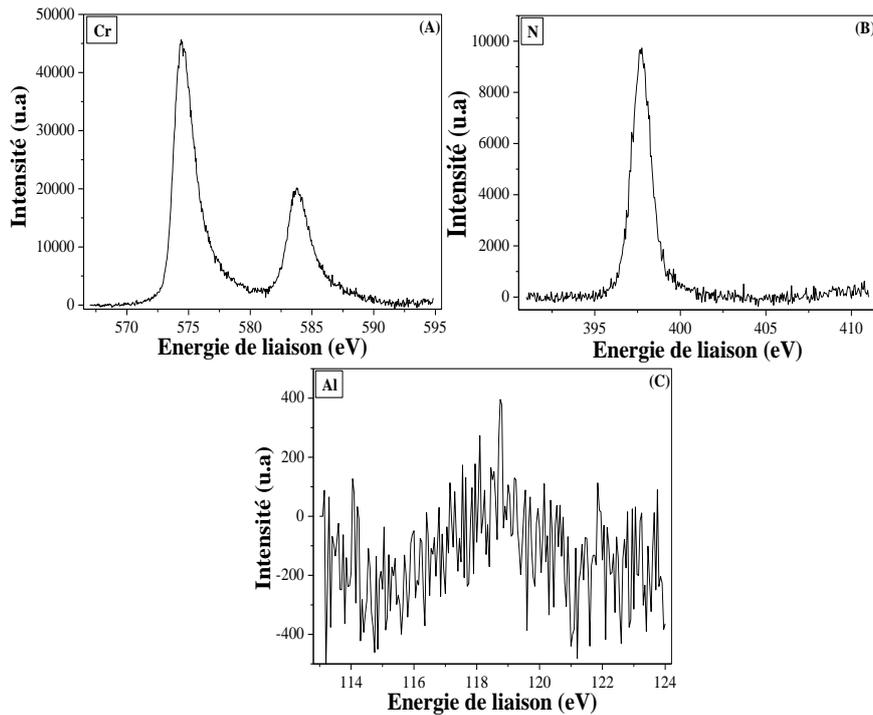


Figure.III.5. Spectres XPS des éléments : Cr (A), N (B) et Al (C) pour un revêtement de CrAlN contenant 5% d'Al.

Pour le revêtement CrAlN de fort pourcentage d'Al (51%) (Figure.III.6), les deux pics de Cr sont obtenus à 574,76 et 583,66 eV (Figure.III.6-(A)) relatifs à Cr2p<sup>3/2</sup> et Cr2p<sup>1/2</sup> respectivement, ces deux valeurs d'énergie correspondent au Cr<sub>2</sub>N (574,8 eV) selon Lin et al [137].

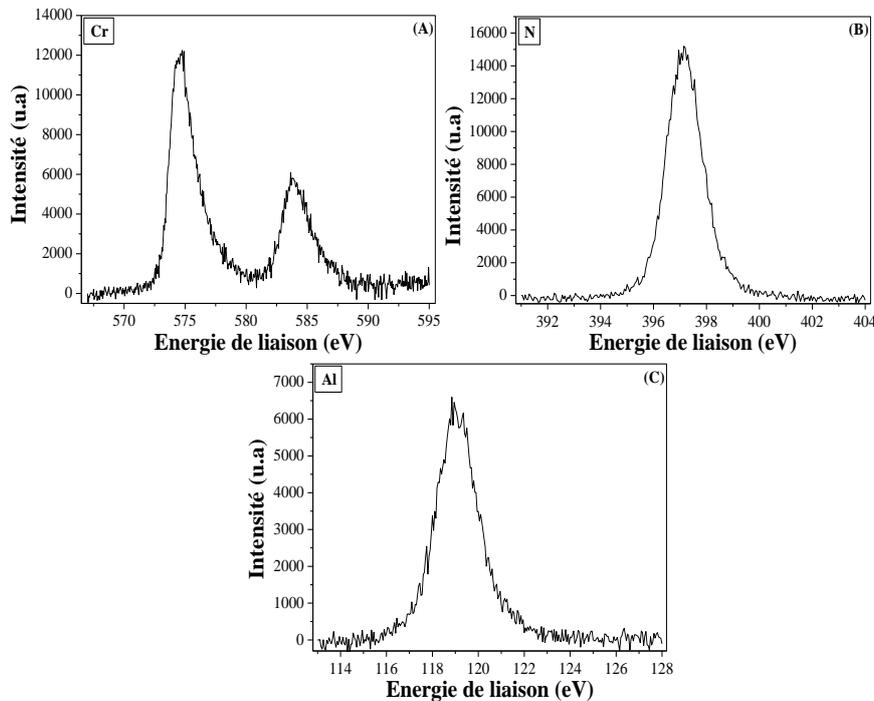


Figure.III.6. Spectres XPS des éléments : Cr (A), N (B) et Al (C) pour un revêtement CrAlN contenant 51% d'Al.

Le spectre d'azote donne un pic de N1s à 397,16 eV (Figure.III.6-(B)) qui correspond, probablement à l'azote dans le CrN (397,0 eV) selon Barshilia et *al.* [135]. Celui de l'Al présente un pic d'Al2s à 118,85 eV (Figure.III.6-(C)) à l'AlN (à 119,2 eV).

Le spectre DRX (Figure.III.3) de cette couche montre la présence d'un seul pic amorphe probablement relatif à AlN (200) et aucun pic de CrN n'a été observé. Ceci est en contradiction avec les résultats XPS qui montrent la présence de Cr<sub>2</sub>N. Il est donc probable que cette couche soit aussi sous forme de multiphases majoritairement constituées d'AlN et minoritairement de Cr<sub>2</sub>N et CrN.

### III.3.4. Variation de l'épaisseur

L'épaisseur des films de CrAlN a été mesurée par microscope électronique à balayage en observant des coupes transverses sur des échantillons clivés (Figure.III.7). De plus, ces observations transversales nous permettent d'étudier l'effet de l'ajout de l'Al sur la morphologie des couches obtenues.

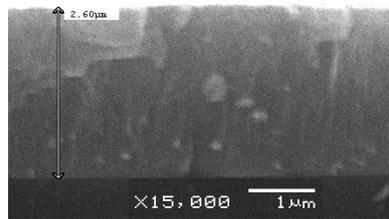


Figure.III.7. Mesure de l'épaisseur d'une couche de CrAlN par observation de sa coupe transverse au MEB.

La figure.III.8 montre la variation de l'épaisseur des films de CrAlN en fonction de la tension appliquée aux deux cibles. Nous avons constaté que l'épaisseur des films varie entre 2 et 3 µm et augmente linéairement avec la tension appliquée à la cible d'Al. En effet, la vitesse de dépôt passe de 23 nm/mn (à -300 V) à 33 nm/mn (à -900 V). Ceci peut être expliqué par l'augmentation de la vitesse de pulvérisation de la cible d'Al et par conséquent de la vitesse de dépôt en fonction de la tension appliquée.

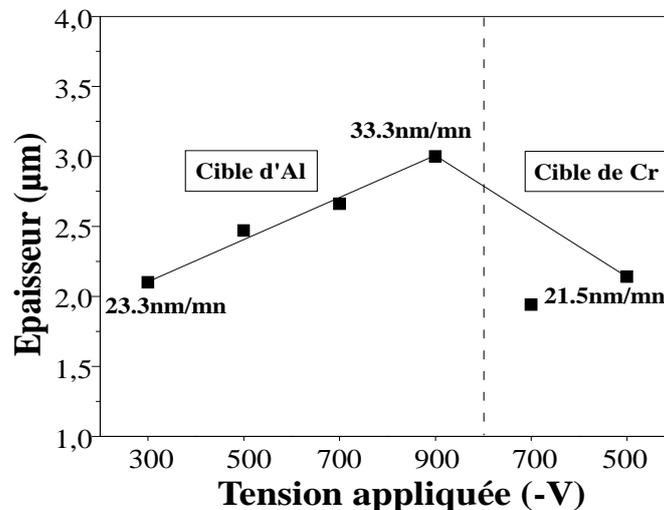


Figure.III.8. Variation de l'épaisseur des films de CrAlN en fonction de la tension appliquée aux cibles de Cr ou d'Al.

Pour les films obtenus en changeant la tension appliquée à la cible de Cr, la vitesse de dépôt passe de 21 nm/mn (à -500 V) à 33 nm/mn (à -900 V). Il est important de noter que les épaisseurs des films obtenus en faisant varier la tension appliquée à la cible d'Al sont plus importantes que celles des films réalisés en faisant varier la tension appliquée à la cible de Cr pour les mêmes valeurs de la tension appliquée (-500 et -700 V) ce qui confirme que la vitesse de pulvérisation du Cr est supérieure à celle de l'Al.

### III.3.5. Morphologie

L'observation de la morphologie des couches a été réalisée au Microscope Electronique à Balayage (MEB) sur des échantillons de Si revêtus puis clivés grâce à une pointe diamant. La figure.III.9 montre l'effet du pourcentage d'Al sur la structure des revêtements de CrAlN.

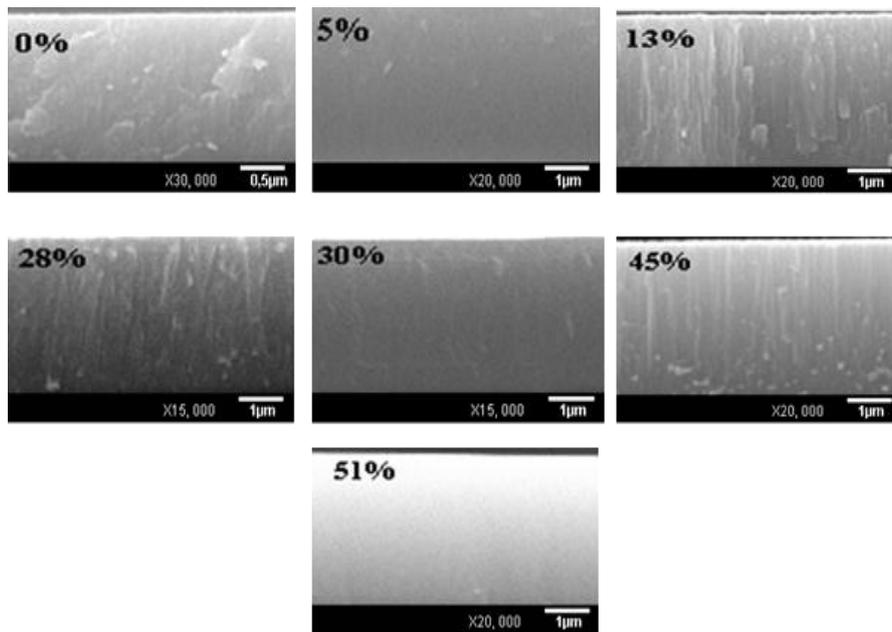


Figure.III.9. Morphologie des films de CrAlN selon le taux d'Al.

Nous observons clairement que le film de CrN (0% d'Al) est dense et amorphe, ce qui est en corrélation avec les analyses DRX (Figure.III.3) où nous avons obtenu un pic large montrant que la couche est peu cristallisée. En ajoutant de l'Al, les films présentent une structure dense et colonnaire, cette structure étant clairement visible pour un pourcentage d'Al de 13, 28 et 45%. D'après l'analyse DRX (Figure.III.3), nous avons noté la présence de l'orientation AlN (101) pour ces films, ce qui nous laisse penser que cette morphologie est due, peut-être, à la formation de la phase AlN. A 30% d'Al nous avons remarqué la disparition du pic AlN (101) et la présence d'un pic intense et large, ce qui explique la morphologie différente des films de CrAlN obtenus avec ce pourcentage d'Al. Cette couche a été obtenue à -900 V appliquée sur les deux cibles, l'énergie cinétique des atomes arrivés sur la surface de dépôt est alors maximale, ce qui peut expliquer sa morphologie différente des autres couches. La morphologie des films de CrAlN obtenus avec 51% d'Al est dense et amorphe ce qui est en corrélation avec le spectre DRX (Figure.III.3) qui montre la présence d'un large pic d'AlN (002) indiquant que la couche est à nouveau peu cristallisée.

En plus des observations en coupe transverse, des images au MEB haute résolution des surfaces de deux échantillons (à 5 et 51% d'Al) ont été réalisées (Figure.III.10). Nous avons

constaté que les deux couches sont denses, présentent des colonnes de petites tailles (quelques dizaines de nanomètres), le diamètre de ces dernières étant relativement plus grand pour le revêtement de 51% d'Al que celui des colonnes de la couche contenant 5% d'Al.

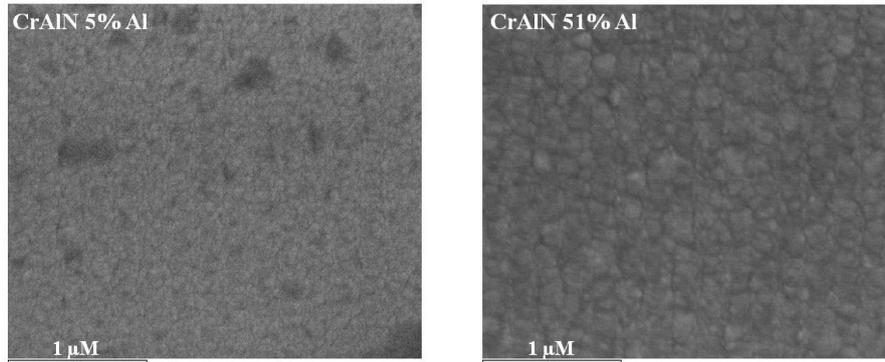


Figure.III.10. Etat de surface et effet de l'Al sur la taille des grains des revêtements de CrAlN contenant 5 et 51% d'Al.

Kim et Lee. [138] ont obtenu des couches de CrAlN colonnaires ayant des colonnes de 150 à 200 nm de diamètre pour différents pourcentages d'Al (15, 17, 20, 22, 27, 32 et 43%), contrairement aux résultats obtenus par Reiter et *al.* [104] où une morphologie dense et granulaire a été observée pour des films de CrN et CrAlN, l'ajout de l'Al faisant augmenter la densité des couches et diminuer la taille des grains. Lin et *al.* [112] ont constaté que toutes les couches obtenues ont une structure colonnaire et que la taille de cette dernière diminue de 100 nm (pour le CrN) à 40 nm pour le CrAlN (58,5% d'Al), par contre elle commence à augmenter à partir de 64% d'Al. L'effet du pourcentage d'Al sur la taille des colonnes est dû, probablement au changement cristallin d'une structure cubique de CrN à une structure hexagonale d'AlN. La densité des revêtements a été expliquée, dans la plupart des cas, par le bombardement ionique intense sous l'effet des tensions très élevées appliquées aux deux cibles.

Pour ces deux revêtements, nous avons remarqué que le diamètre des colonnes a augmenté avec le pourcentage d'Al. En effet, les colonnes de la couche de CrAlN contenant 5% d'Al sont plus minces que ceux du revêtement contenant 51% d'Al. Selon les spectres DRX de ces deux couches (Figure.III.3), nous avons noté que le film à 5% d'Al contenait des phases CrN et AlN cubiques, tandis que celui de 51% d'Al présentait un seul pic d'AlN (002) relatif à une phase hexagonale d'AlN. Nous avons dans ce cas, un changement de phase d'une structure cubique à une structure hexagonale d'AlN, ce qui peut expliquer, selon Lin et *al.* [112], l'augmentation de diamètre des colonnes avec le taux d'Al. Cependant, il à noter qu'il se peut que la taille des colonnes diminue pour les films à 13, 28, 30 et 45% d'Al. Par manque de temps et suite à l'indisponibilité du microscope nous n'avons pas pu aller au-delà de nos analyses mais il semble nécessaire de le faire afin de compléter ces résultats.

### III.3.6. Analyse par MET (Microscopie Electronique à Transmission)

La microscopie électronique à transmission est une technique très précise qui donne des informations plus claires sur le mode de croissance des couches minces, leur morphologie ainsi que leur structure. Par contre, elle coûte très chère et la durée de préparation des échantillons est très longue, ce qui nous a obligés à ne passer qu'un seul dépôt de CrAlN (5% d'Al). Le choix de ce dernier a été fait par rapport à ces bons résultats obtenus en usinage des

panneaux de MDF (voir ultérieurement, chapitre V). La figure.III.11 représente une image prise sur la section transversale du film (Fig.III.11-(A)) et celle de la diffraction des électrons de ce même film (Fig.III.11-(B)).

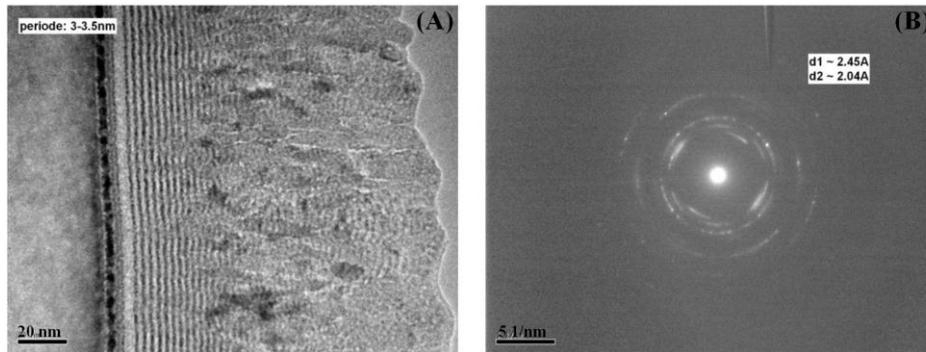


Figure.III.11 : (A) Image MET et (B) Spectre de diffraction des électrons d'une couche de CrAlN contenant 5% d'Al.

Nous avons remarqué que la couche est nanostructurée sur 25 nm à l'interface substrat/dépôt, avec une période de 3 à 3,5 nm. La croissance se poursuit ensuite par une structure colonnaire sous forme de grains entourés d'une matrice amorphe (Figure.III.11-(A)). Ces observations sont en corrélation avec les analyses DRX (Figure.III.3) qui ont montré un large pic pour la couche de CrAlN (5% d'Al) prouvant qu'elle est amorphe.

Wang *et al.* [136] ont montré que l'addition de l'Al permet la formation de nanocomposites amorphes/nanocristallins et ont remarqué la présence de plusieurs particules nanocristallines, sous forme de super-réseaux, de plus de 20 nm de taille de grains et de 0,20 nm de période, entourées par une structure amorphe. Cette phase cristalline a été attribuée à du CrN (111) tandis que l'Al se trouvait implanté dans la phase amorphe. Les résultats que nous avons obtenus ne sont pas en adéquation avec ceux d'Ulrich *et al.* [139] où seule une phase cristalline attribuée à une structure métastable de CrAlN (200) a été observée.

La figure.III.11-(B) représente une image de diffraction des électrons de la couche de CrAlN (5% d'Al), les anneaux obtenus sont discontinus ce qui confirme l'inhomogénéité de la structure du film obtenu. Deux distances inter-réticulaires ont pu être mesurées, la première de 2,45 nm et la deuxième de 2,04 nm. Il était difficile d'identifier la première distance, tandis que la deuxième valeur est, selon Ulrich *et al.* [139], relative à une nouvelle structure cubique de (Cr,Al)N ayant une distance inter-planaire de 2,03 nm. Ulrich *et al.* [139] ont réalisé une analyse Gaussienne du pic de diffraction obtenu pour une couche de CrAlN de 29,6% de Cr, 12,5% d'Al, 54,5% d'azote et des traces de carbone et d'oxygène, et ont montré que le pic de DRX de cette nouvelle phase se trouve à un angle de 43°, entre celui de Cr<sub>2</sub>N (111) et de CrN (200), en utilisant une cathode de cuivre ( $\lambda_{Cu\ K\alpha} = 0,153$  nm). La comparaison des résultats obtenus par microscopie électronique à transmission (MET) figure.III.11-(B) avec ceux de DRX (Figure.III.3), nous laisse penser que la couche de CrAlN à 5% d'Al est un composite multiphasé (Cr<sub>2</sub>N, CrN et AlN).

### III.4. Propriétés mécaniques

#### III.4.1. Contraintes résiduelles

Afin d'étudier l'effet de pourcentage d'Al sur les contraintes résiduelles dans les couches de CrAlN, nous avons tracé l'évolution de ces dernières en fonction de la tension appliquée sur les deux cibles (de Cr et d'Al) (Figure.III.12). Les mesures ont été effectuées sur les revêtements réalisés sur des substrats de silicium. De ce fait, il a été important de vérifier leur état de contraintes avant chaque dépôt afin d'éviter l'utilisation d'échantillons trop précontraints.

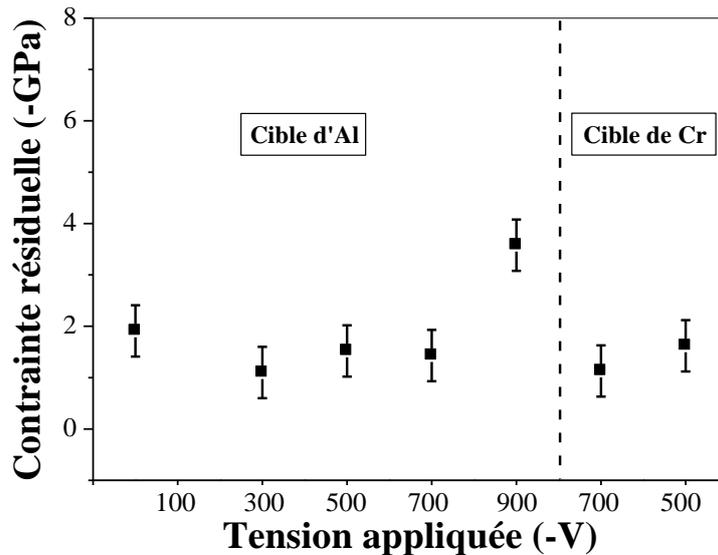


Figure.III.12. Contraintes résiduelles en fonction de la tension appliquée.

Nous avons constaté que les films de CrAlN présentent des contraintes résiduelles faibles, compressives et variant entre -1 et -3,6 GPa. La contrainte résiduelle du CrN est supérieure à celle du CrAlN sauf à -900 V appliquée aux deux cibles (30% d'Al). De plus, elles augmentent légèrement avec la tension appliquée pour atteindre -3,6 GPa, puis diminuent quand nous avons changé la tension appliquée à la cible de Cr. Des valeurs similaires ont été obtenues dans des études antérieures [104,112].

Selon les résultats obtenus en DRX sur la couche de CrN (0% d'Al) (Figure.III.3) nous avons remarqué qu'il y avait un large pic indiquant que le revêtement est peu cristallisé. Nous avons constaté aussi que l'ajout de l'Al améliore la stœchiométrie (Figure.III.2) et la cristallisation (Figure.III.3 et Figure.III.9) du système Cr-N, ce qui explique la diminution de la contrainte résiduelle à -300 V (5%), -500 V (13%) et -700 V (28% d'Al) appliquée sur la cible d'Al, du fait que les couches cristallines sont mieux organisées et par conséquent moins contraintes que les couches amorphes. Cependant, la contrainte résiduelle augmente légèrement à -500 V et à -700 V, cela est dû à l'augmentation de la contrainte de changement de phase suite à la formation de la phase d'AlN (voir équation (II.3)). En effet, selon les spectres DRX de deux couches (Figure.III.3) les deux phases CrN et AlN coexistent, cela explique pourquoi les deux couches présentent des valeurs de contrainte résiduelle très proches. Le revêtement de CrAlN contenant 30% d'Al a été obtenu à une tension de -900 V (tension maximale fournie par le générateur) appliquées aux deux cibles et par conséquent, la distorsion du réseau CrN provoquée par la très forte énergie cinétique des atomes de Cr et d'Al arrivant sur la surface

de dépôt est au maximum, ce qui peut engendrer par la suite une contrainte résiduelle élevée et expliquer sa valeur maximale observée pour cette couche. A -700 V (45% et -500 V (51% d'Al) appliquée sur la cible de Cr, la phase CrN disparaît complètement et seule la phase AlN existe (Figure.III.3), il a eu une relaxation des contraintes résiduelles provoquée par la diminution de la contrainte de changement de phase (voir équation (II.3)) suite à la disparition de la phase de CrN, ce qui peut expliquer la diminution des contraintes résiduelles pour ces deux revêtements.

Reiter *et al.* [104] et Lin *et al.* [112] ont montré que les contraintes résiduelles augmentent en fonction du pourcentage d'Al puis diminuent à partir de 46% [104] et à partir de 58,5% [112]. Cette augmentation a été expliquée par la dissolution des atomes d'Al dans la structure cubique de CrN qui provoque la distorsion et la déformation de cette dernière à cause de la différence de rayon atomique entre le Cr et l'Al. Quant à la diminution des contraintes, elle est due à l'augmentation du taux de la phase AlN, qui présente des contraintes plus faibles dans les couches obtenues.

L'addition d'Al a tendance à augmenter la contrainte résiduelle jusqu'à une valeur maximale à partir de laquelle la contrainte commence à diminuer, ce qui est en adéquation avec la littérature [104,112]. Cependant, la valeur de la contrainte maximale varie d'une étude à autre, car la technique ainsi que les conditions de dépôt ne sont pas les mêmes d'un travail à un autre.

#### III.4.2. Dureté et module d'Young

Des essais de nano-indentation ont été réalisés sur des couches de CrAlN obtenues sur des substrats en acier 90CrMoV8 utilisé habituellement pour la fabrication des outils de déroulage du bois. La figure.III.13 montre l'effet de la tension appliquée aux deux cibles (Cr et Al) sur la dureté et le module d'Young des films de CrAlN.

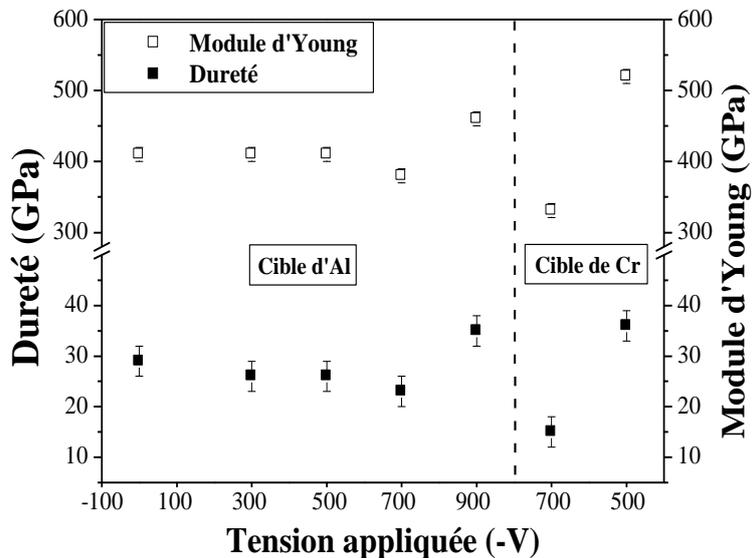


Figure.III.13. Dureté et module d'Young en fonction de la proportion d'Al dans les films de CrAlN.

La dureté et le module d'Young évoluent de la même manière que les contraintes résiduelles en fonction de la tension appliquée (pourcentage d'Al), comme cela a déjà été observé lors

d'une précédente étude [104]. Tous les films de CrAlN montrent une forte dureté et un module d'Young important qui varient respectivement de 15 à 36 GPa et de 331 à 520 GPa. Des valeurs similaires ont déjà été obtenues [104,106,112,138,140]. De plus, celles-ci sont supérieures à la dureté et au module d'Young du système Cr-N [140] et à celles obtenues avec une seule cible (CrAl 75/25% atomique) [141]. Les valeurs maximales de la dureté et du module d'Young sont obtenues à -900 V appliqués aux deux cibles et à -500 V appliqués à la cible de Cr. Cela peut s'expliquer par la formation de solutions solides résultant de la substitution d'atomes de Cr par des atomes d'Al [140].

La couche de CrN (0% d'Al) se montre plus dure que celles de CrAlN de faibles pourcentages d'Al (< 30%). A -300 (5%), -500 (13%) et -700 V (28% d'Al) appliqués sur la cible d'Al, la dureté et le module d'Young diminuent légèrement, ceci est probablement dû à la relaxation des contraintes résiduelles (Figure.III.12). A -900 V (30% d'Al) appliqués sur les deux cibles, la dureté et le module d'Young sont maximaux. En effet, le bombardement ionique intense fait augmenter la contrainte résiduelle (Figure.III.12) et par conséquent la dureté de la couche augmente. De plus, le diffractogramme de DRX (Figure.III.3) de cette couche montre la présence de deux phases cristallines de CrN et AlN, ce qui peut expliquer ainsi l'augmentation de la dureté et du module d'Young. A -700 V (45% d'Al) appliqués à la cible de Cr, seule la phase AlN existe ce qui explique, probablement, la diminution des propriétés mécaniques du système CrAlN suite à la relaxation de la contrainte résiduelle. A -500 V (51% d'Al) appliqués sur la cible de Cr, la contrainte résiduelle augmente légèrement dans la couche de CrAlN, ce qui cause l'augmentation de la dureté et du module d'Young de ce revêtement.

L'évolution de la dureté et du module d'Young des films de CrAlN en fonction du pourcentage d'Al a été rapportée dans plusieurs études [104,106,112] où il a été constaté que l'addition de l'Al améliore les propriétés mécaniques du système Cr-N par formation de solutions solides de CrN et AlN ou d'une nouvelle structure cubique de CrAlN. A partir de certains taux d'Al, la phase AlN se trouve dominante dans les couches de CrAlN, ce qui fait diminuer la dureté et le module d'Young de ces dernières à cause de la différence de propriétés mécaniques des phases CrN et AlN [104].

### **III.5. Propriétés tribologiques**

#### **III.5.1. Coefficient de frottement**

Pour étudier l'effet du pourcentage d'Al sur le coefficient de frottement, nous avons effectué des essais de tribométrie en configuration pion-plan. La figure.III.14 donne l'évolution du coefficient de frottement en fonction du taux d'Al pour des revêtements de CrAlN obtenus sur des substrats en acier 90CrMoV8 d'une rugosité  $R_a = 0,5 \mu\text{m}$ . Seules les couches obtenues en faisant varier la tension sur la cible d'aluminium ont été testées.

Le coefficient de frottement des films CrAlN varie entre 0,6 et 0,7 et reste supérieur à celui de CrN (0,55), des valeurs similaires ont été obtenues dans des études antérieures [106,136]. Le coefficient de frottement augmente en fonction de la tension appliquée (ou pourcentage d'Al) puis diminue à partir de -700 V (28% d'Al). Nous n'avons pas réussi à analyser les échantillons obtenus en faisant varier la tension appliquée sur la cible de Cr (-700 (45%) et -500 V (51% d'Al)). De ce fait, nous ne pouvons pas nous prononcer par rapport à l'effet du pourcentage d'Al sur le coefficient de frottement. Ces résultats sont en corrélation avec ceux obtenus par Lin et *al.* [112] et Brizuela et *al.* [113], contrairement aux valeurs obtenues par

Ding et Zeng. [106] et Lin et *al.* [142] où il a été remarqué que le coefficient de frottement continue à augmenter en fonction du pourcentage d'Al.

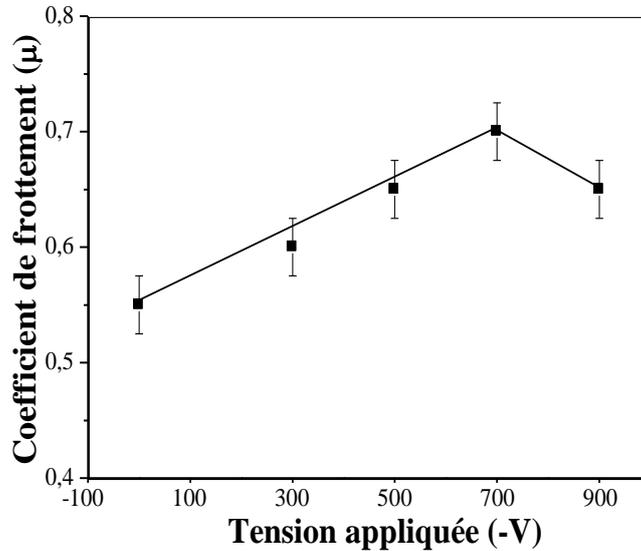


Figure.III.14. Coefficient de frottement  $\mu$  en fonction de la tension appliquée sur la cible d'Al pour des revêtements de CrAlN obtenus sur des substrats en acier.

Cette augmentation du coefficient de frottement est peut être due à l'augmentation de taux d'AlN avec l'addition de l'Al dans les films de CrAlN. En effet, la phase AlN présente un coefficient de frottement supérieur à celui de CrN [143]. Les analyses DRX de ces films (Figure.III.3) montrent bien l'apparition des pics d'AlN (101) et AlN (200) confirmant la formation de la phase AlN dans les couches de CrAlN.

La morphologie des surfaces après les tests de frottement a été observée par microscope optique (Figure.III.15). Nous avons observé les traces de la bille sur la surface des films elles confirment bien que les couches ayant un taux d'Al de 5 à 28% ont un coefficient de frottement important et une bonne dureté. Nous avons remarqué aussi l'augmentation de volume de la trace laissée par la bille avec le pourcentage d'Al ce qui est en corrélation avec la variation du coefficient de frottement obtenue sur la figure.III.14. De plus, une trace peu profonde a été observée sur l'échantillon de 30% d'Al ce qui montre la diminution du coefficient de frottement pour cette couche.

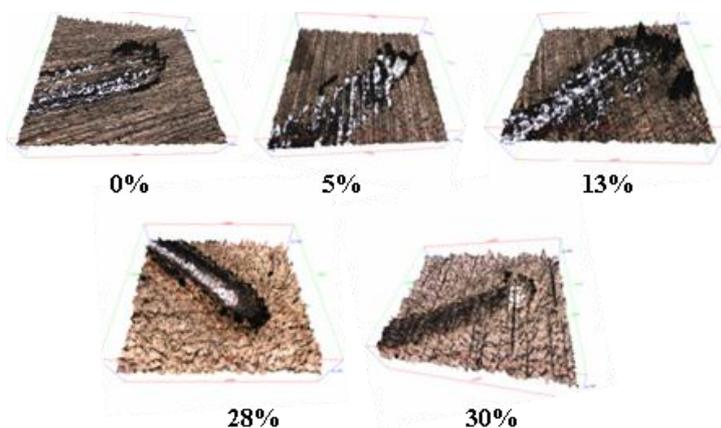


Figure.III.15. Morphologie des surfaces après tests de pion-disque.

Par la suite, nous avons voulu avoir une idée de l'ordre de grandeur du coefficient de frottement des couches de CrAlN réalisées sur des plaquettes en WC-Co d'une rugosité  $R_a$  de  $0,9 \mu\text{m}$ . Le fait que les outils carbures ne soient pas de la même nature que les aciers peut avoir un effet sur l'adhérence de la couche et par conséquent sur son coefficient de frottement. La figure.III.16 donne l'évolution du coefficient de frottement d'une couche de CrAlN contenant 5% d'Al, en fonction de la distance parcourue par la bille.

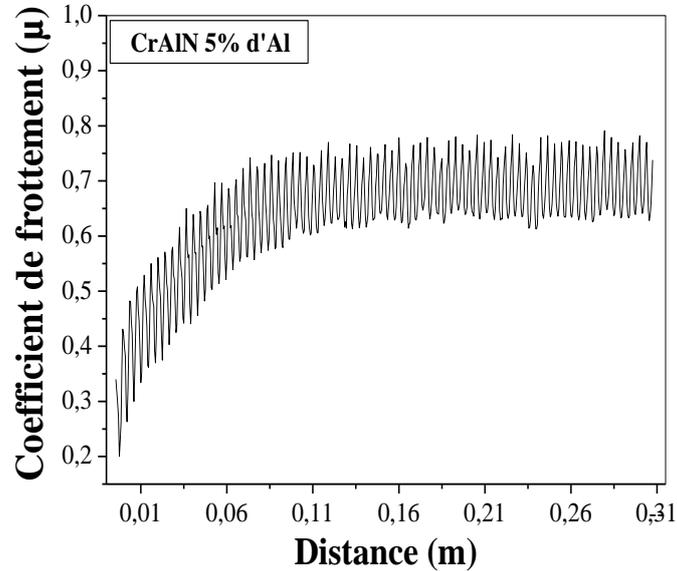


Figure.III.16. Evolution du coefficient de frottement en fonction de la distance parcourue par la bille pour une couche de CrAlN contenant 5% d'Al.

Nous avons remarqué qu'au début le coefficient de frottement est de l'ordre de 0,2 puis il augmente en fonction de la distance pour se stabiliser à 0,63 après 0,1 m de frottement. Ce résultat est relatif, généralement, aux essais de tribométrie et en corrélation avec les travaux de Bobzin *et al.* [143] ou Brizuela *et al.* [113]. En effet, à la fin du test deux phases distinctes ont été observées. Le coefficient de frottement est faible lors du premier contact de la bille avec la couche puis augmente progressivement pour se stabiliser à une valeur maximale.

Pour bien visualiser l'effet du pourcentage d'Al sur le coefficient de frottement, nous avons récupéré la valeur minimale, moyenne et maximale à la fin de chaque essai de tribométrie pour toutes les couches de CrAlN. Les valeurs moyennes ont été calculées en utilisant la courbe représentée sur la figure.III.16 en prenant en compte seulement les valeurs à partir desquelles le coefficient de frottement se stabilise, c'est-à-dire après 0,11 m de distance parcourue par la bille. Sur la figure.III.17 nous avons tracé la variation de ces trois valeurs en fonction de la tension appliquée aux deux cibles (Cr et Al).

Nous avons remarqué que la valeur moyenne du coefficient de frottement des couches de CrAlN augmente légèrement en fonction de la tension appliquée (pourcentage d'Al), elle varie entre 0,68 et 0,72 et reste supérieure à celle de CrN (0,54). Ces résultats sont très proches de ceux obtenus pour les revêtements obtenus sur des substrats en acier et sont ainsi en corrélation avec les travaux de Ding et Zeng. [106] et Lin *ou al.* [142]. En outre, l'effet du pourcentage d'Al sur le coefficient de frottement des couches de CrAlN n'est pas visible sur les valeurs moyennes et maximales contrairement aux valeurs minimales où nous avons remarqué une diminution du coefficient de frottement pour une tension de -500 V appliquée sur la cible de Cr (soit pour 51% d'Al).

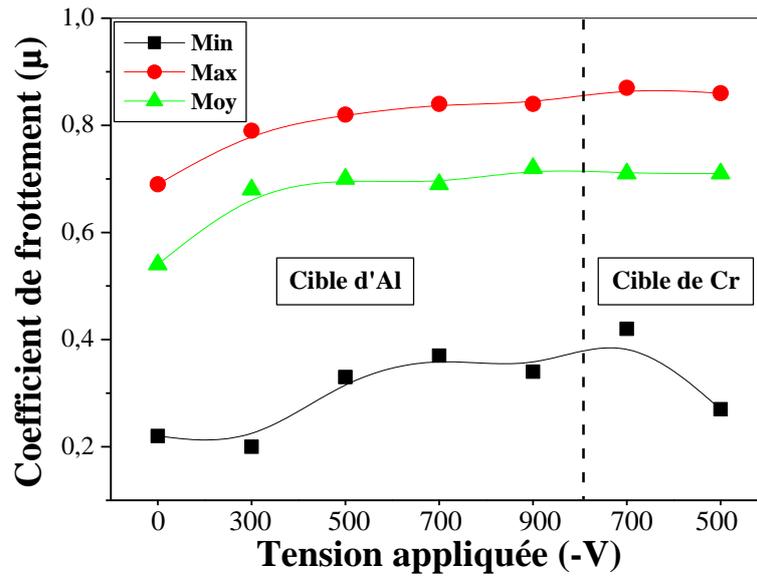


Figure.III.17. Coefficient de frottement  $\mu$  en fonction de la tension appliquée des revêtements de CrAlN obtenus sur des plaquettes en WC-Co.

La légère augmentation des valeurs moyennes et maximales du coefficient de frottement est due probablement à l'augmentation de taux d'AlN dans les couches de CrAlN comme indiqué précédemment. Cependant la diminution du coefficient de frottement obtenu à -500 V (51% d'Al) appliquée sur la cible de Cr peut-être due à l'état de surface de la couche plus lisse que les autres revêtements.

Nous avons ainsi constaté que les couches de CrAlN, obtenues sur des substrats d'acier ou de WC-Co, présentent un coefficient de frottement similaire. Par contre, nous ne pouvons pas conclure de même pour les autres propriétés mécaniques (dureté et module d'Young) et tribologiques (adhérence). Malgré le fait que les substrats en acier aient été préparés pour avoir un état de surface proche de celui des carbures, la nature chimique différente des deux substrats peut influencer les propriétés des couches. En effet, ces dernières dépendent fortement de la nature de la couche de transition, à l'interface couche/substrat, de l'orientation préférentielle des grains ainsi que du mode de croissance du revêtement lui-même.

### III.5.2. Tests d'adhérence

L'adhérence des couches minces sur les outils de coupe est un facteur important qui peut limiter leur durée de vie. De ce fait il était impératif de réaliser des essais de scratch-test afin de déterminer l'ordre de grandeur de l'adhérence de nos couches et de sa variation en fonction du pourcentage d'Al. Après chaque essai nous avons noté la valeur de l'effort correspondant au développement des fissures dans la couche ( $L_{C1}$ ) et celle relative à l'arrachement de cette dernière du substrat ( $L_{C2}$ ). Seuls les revêtements obtenus sur des substrats en WC-Co ont été testés dans le but d'avoir une idée claire sur l'adhérence réelle des couches sur les plaquettes destinées à l'usinage des panneaux de MDF.

Nous avons représenté sur la figure.III.18 l'évolution de  $L_{C1}$  et  $L_{C2}$  en fonction de la tension appliquée sur les deux cibles pour pouvoir bien étudier l'effet du pourcentage d'Al sur l'adhérence des différents revêtements de CrAlN.

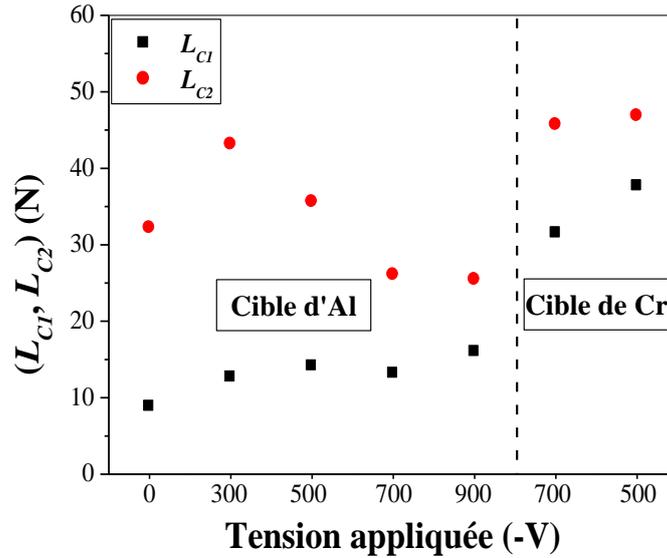


Figure.III.18. Variation de  $L_{C1}$  et  $L_{C2}$  en fonction de la tension appliquée.

Nous avons remarqué que l'addition de l'Al augmente l'effort nécessaire à la fissuration des couches ( $L_{C1}$ ), ce dernier étant beaucoup plus élevé (31 et 37 N) pour les revêtements réalisés en faisant varier la tension appliquée à la cible de Cr (à -700 et -500 V respectivement) que ceux obtenus en changeant la tension de la cible d'Al ( $L_{C1}$  entre 12 et 16 N). Li et al. [144] ont obtenu des valeurs de  $L_{C1}$  inférieures à 10 N et ont montré que l'adhérence augmente légèrement en fonction du pourcentage d'Al. Cela a été expliqué par la formation d'une phase cubique d'AlN dans les couches de CrAlN.

Concernant l'effort nécessaire à l'arrachement de la couche de son substrat ( $L_{C2}$ ), il est de l'ordre de 32 N pour le CrN, il augmente pour atteindre 43 N à -300 V (5% d'Al) appliqués sur la cible d'Al puis diminue successivement avec la tension appliquée jusqu'à 25 N à -900 V. En variant la tension appliquée à la cible de Cr,  $L_{C2}$  atteint une valeur de 45 et 46 N à -700 et -500 V respectivement. Li et al. [144] ont remarqué que  $L_{C2}$  varie entre 10 et 40 N et qu'elle augmente significativement avec le taux d'Al puis diminue à partir de 40% d'Al. Par contre, Lin et al. [112] ont montré que le CrN ( $L_{C2} = 47$  N) est plus adhérent que le CrAlN ( $L_{C2}$  variant entre 20 et 32 N) et que l'effet de l'Al n'est pas très bien défini sur les valeurs de  $L_{C2}$ . Selon Kim et Lee. [138],  $L_{C2}$  est inversement proportionnelle à la contrainte résiduelle, ce qui peut expliquer la faible valeur obtenue à -900 V car c'est là où la contrainte est maximale. En plus, les échantillons les moins contraints ont une meilleure adhérence que ceux qui présentent des contraintes élevées.

En effet, selon l'explication de Kim et Lee. [138], la figure.III.12 montre que l'addition de l'Al fait diminuer la contrainte résiduelle, ce qui peut expliquer l'augmentation de  $L_{C2}$  à -300 V (5% d'Al) appliqués sur la cible d'Al. Puis la contrainte augmente légèrement à -500 (13%) et -700 V (28% d'Al), appliqués sur la cible d'Al, et par conséquent  $L_{C2}$  diminue. A -900 V (30% d'Al) nous avons obtenu la couche la moins adhérente car la contrainte résiduelle de ce revêtement est maximale. Pour les deux films obtenus à -700 (45%) et -500 V (51% d'Al)  $L_{C2}$  augmente considérablement car leurs contraintes résiduelles respectives diminuent.

Pour avoir plus de détails sur l'endommagement des revêtements lors des essais d'adhérence nous avons comparé les images optiques pendant le scratch-test de couches de CrN, de CrAlN (-900 V (30% d'Al) appliqués aux deux cibles) et de CrAlN (-500 V (51% d'Al) appliqués sur

la cible de Cr) (Figure.III.19) correspondant à la valeur la plus élevée et la plus faible de  $L_{C2}$  respectivement.

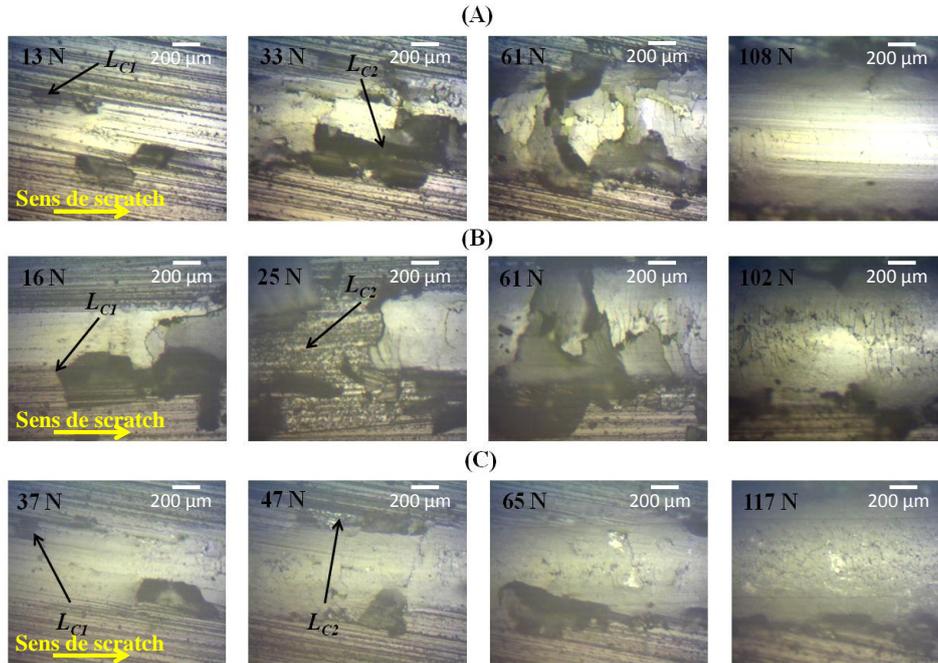


Figure.III.19. Images optiques prises pendant les tests d'adhérence : (A) CrN, (B) CrAlN (-900 V appliqués sur les deux cibles) et (C) CrAlN (-500 V appliqués à la cible de Cr).

Nous avons remarqué que le CrN se fissure plus tôt que le CrAlN. Cependant, il reste accroché au substrat jusqu'à 33 N contrairement au CrAlN de 30 % d'Al (-900 V appliqués sur les deux cibles) qui se sépare totalement de la plaquette de WC à 25 N. Le CrAlN de 51% d'Al (-500 V appliqués sur la cible de Cr) se montre beaucoup plus adhérent et se détache généralement sur les côtés sans qu'il ne se sépare d'une façon complète du substrat comme dans le cas de CrN ou de l'autre couche de CrAlN.

A des efforts élevés (entre 61 et 65 N) les trois couches sont toujours présentes. Le CrN et le CrAlN (30% d'Al) montrent beaucoup de fissures et se tassent de plus en plus, par ailleurs le CrAlN (51% d'Al) reste adhérent. Entre 102 et 117 N, les trois couches présentent la même morphologie et présentent des débris qui restent collés au substrat.

### III.6. Tableau récapitulatif et synthèse

Dépôt	Tensions appliquées (-V)		at.% d'Al	Propriétés mécaniques			Propriétés tribologiques		
				Contraintes résiduelles (-GPa)	Dureté (GPa)	Module d'Young (GPa)	Coefficient de frottement ( $\mu$ )	Adhérence	
								$L_{C1}$ (N)	$L_{C2}$ (N)
CrN	Cr (900)	0	0	1,9	28	410	0,54	8,8	32,1
CrAlN		300	5	1,1	26	412	0,68	12,6	43,1
		500	13	1,4	26	412	0,7	14,1	35,6
		700	28	1,3	24	380	0,69	13,1	26
		900	30	3,6	35	466	0,72	16	25,4
	Al (900)	700	45	1,1	15	331	0,71	31,5	45,6
500		51	1,5	36	520	0,71	36,6	46,8	

Tableau.III.2. Récapitulatif des propriétés mécaniques et tribologiques des revêtements de CrAlN.

Nous avons remarqué que l'addition de l'aluminium améliore la cristallisation des couches de CrAlN où trois phases de Cr<sub>2</sub>N, CrN et AlN ont été détectées par DRX. En outre, les couches sont devenues cristallines après avoir été amorphes. La formation des revêtements de CrAlN sous forme de solutions solides de CrN et AlN permet d'améliorer significativement leurs propriétés. En effet, nous avons atteint une dureté de 36 GPa supérieure à celle des WC-Co (15 GPa), une adhérence de 46 N et de faibles contraintes résiduelles (-3,6 GPa au maximum). Cela peut permettre d'augmenter la résistance à l'usure des outils de WC-Co utilisés en usinage des panneaux de MDF. Cependant, les films de CrAlN présentent un coefficient de frottement relativement élevé (entre 0,68 et 0,72), ce qui risque d'augmenter les efforts de coupe et par conséquent l'usure des outils revêtus CrAlN.

### **III.7. Conclusion**

Dans ce chapitre nous nous sommes intéressés à l'étude de l'influence du taux d'Al dans des revêtements de CrAlN, obtenus par pulvérisation dual magnétron RF, afin de les appliquer sur des plaquettes de WC-Co destinées à l'usinage de panneaux de MDF. Le but était d'étudier l'influence du pourcentage d'Al sur les propriétés physicochimiques, structurales, mécaniques et tribologiques du système Cr-N. Le travail que nous avons réalisé nous a permis de relever les points suivants :

- L'addition d'Al fait augmenter le taux d'azote dans les couches et par conséquent améliore la stœchiométrie du système Cr-N. En effet, les analyses EDS ont montré que le pourcentage d'azote évolue légèrement pour se stabiliser à 36%. Cela a été aussi visible sur les diffractogrammes de DRX où le passage d'une phase de Cr<sub>2</sub>N amorphe à des structures CrN et AlN cristallisées a été observé montrant l'effet bénéfique de l'addition de l'Al sur les propriétés structurales des films de CrAlN, mais également sur la morphologie des revêtements suite à l'obtention d'une structure colonnaire pour le CrAlN alors que le CrN était amorphe.
- Les films de CrAlN présentent de bonnes propriétés mécaniques : une dureté et un module d'Young qui atteignent des valeurs maximales de 36 et 520 GPa respectivement pour un taux de 51% d'Al, tandis que les contraintes résiduelles restent relativement faibles (entre -1 et -3,6 GPa) et sont de nature compressive. Cela leur confère un large domaine d'applications surtout comme couches de protection pour des domaines tels que l'usinage, l'automobile, l'aéronautique etc.
- Concernant les propriétés tribologiques des couches, l'addition d'Al fait augmenter le coefficient de frottement qui est de l'ordre de 0,7 pour toutes les couches de CrAlN. Cette valeur relativement élevée peut générer des efforts de coupe importants lors de l'usinage des panneaux de MDF. Cependant, les films de CrAlN présentent une bonne adhérence sur les plaquettes en WC-Co et les valeurs maximales de l'effort nécessaire à l'arrachement de ces couches (43.1, 45.6, 46.8 N) ont été obtenues pour les revêtements de faibles et de très grands taux d'Al (5, 45 et 51%) respectivement.

Les revêtements de CrAlN seront ensuite testés en usinage des panneaux de MDF afin d'étudier l'effet du pourcentage d'Al sur leur résistance à l'usure. Les résultats de ces tests seront traités dans le chapitre.V.



## **Chapitre IV. Revêtements de CrVN**

### IV.1. Introduction

Le vanadium a été utilisé ainsi que l'aluminium pour améliorer les propriétés mécaniques et tribologiques des systèmes binaires. Bien que les couches binaires de CrAlN aient été bien étudiées, peu de recherches ont été effectuées sur les couches minces ternaires de CrVN.

Dans ce chapitre nous nous sommes intéressés à l'étude de l'effet du pourcentage de V dans les couches de CrVN obtenues par pulvérisation dual magnétron. Pour cela, nous avons étudié son influence sur les propriétés stœchiométriques, structurales, mécaniques et tribologiques des films de CrVN. Les couches ainsi obtenues ont par la suite été réalisées sur des plaquettes en WC-Co destinées à l'usinage de panneaux de MDF afin de tester leur résistance à l'usure.

### IV.2. Dépôt de couches minces de CrVN

Pour réaliser les couches de CrVN nous avons gardé les mêmes conditions (pression de travail, pourcentage d'azote dans le plasma et temps de dépôt) utilisées pour les revêtements de CrAlN. Ce choix a été fait dans le but de comparer l'effet du pourcentage de V avec celui de l'Al. De ce fait, nous avons juste changé la cible d'Al par celle de V pur à 99,99% dans la chambre de dépôts. Puis, nous avons fait varier la tension appliquée sur les deux cibles (Cr et V) pour pouvoir modifier le taux de V dans les couches obtenues. Le tableau IV.1 résume les conditions de dépôt des films de CrVN.

	Pression de travail (μbar)	Pourcentage de N <sub>2</sub> dans le plasma (%)	Tension appliquée à la cible de V (-V)	Tension appliquée à la cible de Cr (-V)	Temps de dépôt (mn)
CrVN	4	20	300	900	90
			500		
			700		
			900	700	
			500		
			300		
			0		

Tableau.IV.1. Conditions de dépôts des films de CrVN.

Du silicium poli deux faces, de l'acier de type 90CrMoV8 et du verre ont été utilisés comme substrats pour l'optimisation des revêtements de CrVN.

### IV.3. Propriétés physico-chimiques

#### IV.3.1. Analyses chimiques par EDS et WDS

Sur la figure.IV.1, nous avons représenté le spectre EDS relatif au CrVN (-300 V appliqués à la cible de V) et celui du VN (0 V appliqué à la cible de Cr). Toutes les raies relatives aux éléments constituant le revêtement de CrVN sont présentes : de l'azote a été observé à 0,39 keV, du chrome à 0,57 keV, du vanadium à 0,51 keV. Toutefois, on observe également la raie de l'oxygène à 0,52 keV, indiquant que les revêtements sont peut-être contaminés.

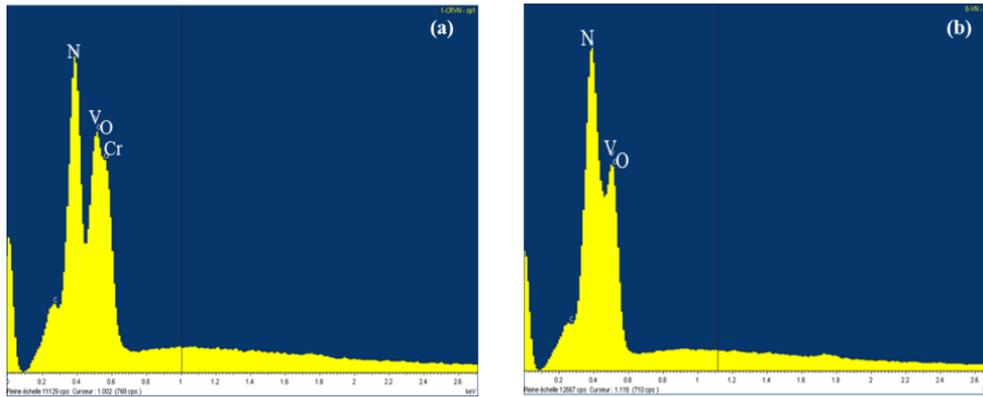


Figure.IV.1. Spectres EDS de : (a) CrVN (-300 V) et (b) VN.

Nous avons ensuite tracé l'évolution des pourcentages atomiques des différents éléments en fonction de la tension appliquée sur les deux cibles (Cr et V) (Figure.IV.2). Les couches de CrVN présentent un taux d'azote de 55% ce qui signifie qu'elles sont sur-stœchiométriques en azote. De plus, aucune trace de carbone n'a été détectée et le pourcentage atomique d'oxygène présent dans les revêtements est inférieur à 5% montrant que celui-ci bien que non négligeable, n'est pas assez significatif pour des applications mécaniques. En effet, nous pensons que ce taux d'oxygène n'aura pas d'influence sur les propriétés des revêtements obtenus du fait de sa valeur faible et constante.

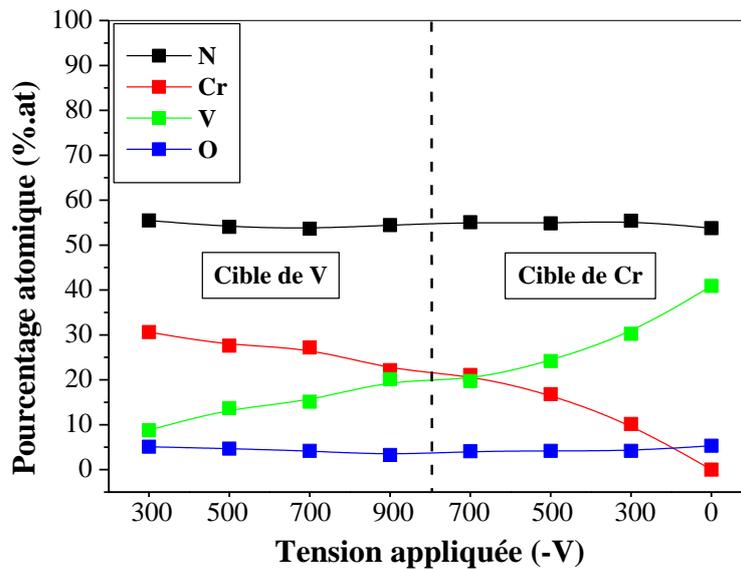


Figure.IV.2. Pourcentages atomiques des différents éléments en fonction de la tension appliquée donnés par analyse EDS.

En outre, le pourcentage de vanadium présente une évolution presque linéaire en fonction de la tension appliquée sur les deux cibles de V et de Cr. Cela est dû à l'augmentation de la vitesse de pulvérisation de la cible de V. La valeur maximale du taux de V dans les couches de CrVN est de l'ordre de 30% obtenue à -900 V appliqués à la cible de V et -300 V sur celle de Cr. A une tension de -900V appliquée aux deux cibles, nous avons presque les mêmes pourcentages de Cr et de V (22 et 20% respectivement), le taux de V reste relativement inférieur à celui du Cr. Cela peut être expliqué par le fait que la vitesse de pulvérisation de ce dernier est légèrement supérieure à celle du V [145]. Par ailleurs, du même que pour les

couches de CrAIN (Figure.III.2), nous avons observé que le pourcentage de V augmente considérablement avec la variation de la tension de la cible de Cr, et varie peu quand nous avons changé la tension appliquée à la cible de V. Cela est dû à la différence de vitesses de pulvérisation du Cr et du V.

Vu que les raies de vanadium et d'oxygène sont très proches l'une de l'autre (Figure.IV.1), il a été difficile de les séparer lors de la quantification de la composition. De ce fait, nous avons réalisé de la WDS (Wavelength Dispersive Spectroscopy) sur les éléments légers (O et N) en la combinant à une analyse par EDS sur les éléments lourds (Cr et V). Cela nous a permis de remonter à la composition réelle des différentes couches analysées (Figure.IV.3).

En effet, nous avons observé une légère différence entre les deux analyses (EDS et combinée EDS+WDS). Le pourcentage d'azote donné par WDS+EDS est de l'ordre de 40% au lieu des 55% par EDS seule. Il reste relativement constant pour tous les revêtements de CrVN sauf à -300 V appliqués sur la cible de Cr où nous avons obtenu 26% d'azote. Cela peut être dû à l'instabilité des conditions de dépôt. De plus, le taux de Cr varie moins rapidement que dans le cas des analyses EDS, il diminue de 47 à 0%. La même remarque a été observée pour le pourcentage de V qui augmente moins rapidement qu'en analyse EDS seule: il varie entre 2,4 et 51,8% et reste plus faible que celui de Cr sauf à -300V appliqués à la cible de Cr. Par ailleurs, le même résultat qu'en EDS a été obtenu, pour la même tension appliquée sur les deux cibles, le pourcentage de Cr reste supérieur à celui de V mais alors qu'ils étaient en quantité similaire avec l'EDS, ici on a deux fois plus de Cr que de V.

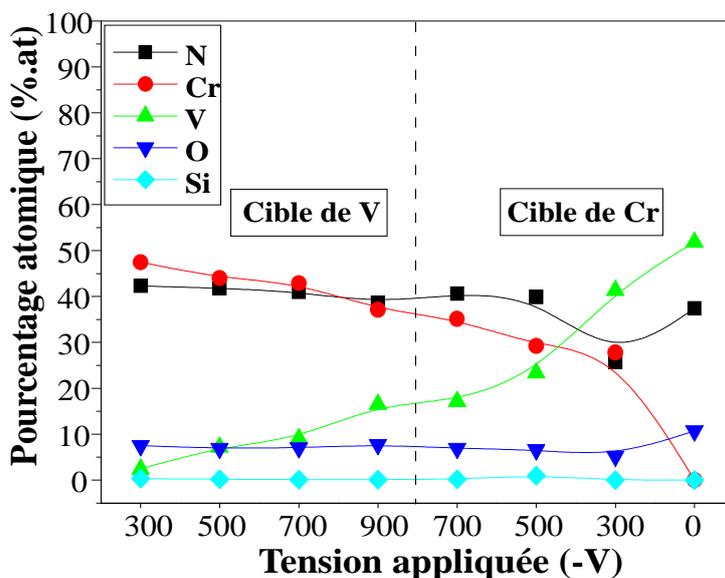


Figure.IV.3. Pourcentages atomiques des différents éléments en fonction de la tension appliquée donnés par analyse combinée EDS+WDS.

Nous avons constaté aussi que le pourcentage d'oxygène est relativement supérieur à celui déterminé par EDS, et qu'il varie entre 5,2 et 10,7%. Dans ce cas-là, il peut y avoir des couches d'oxydes superficiels de Cr ou de V formées à la surface des revêtements de CrVN. Pour confirmer cela, nous aurons besoin des analyses par XPS afin de remonter aux différentes structures constituant nos dépôts de CrVN.

Cette différence entre les deux analyses (EDS et EDS+WDS) vient du fait que les deux raies du V et de l'O sont presque à la même énergie, ce qui complique leur dissociation et la

désommission nécessaire à leur quantification. De plus, avec l'EDS il est plus facile de détecter les éléments lourds contrairement à la WDS où nous avons une meilleure quantification des éléments légers. De ce fait, nous avons opté pour une combinaison des deux méthodes afin d'avoir une bonne quantification globale des éléments présents dans les couches de CrVN.

### IV.3.2. Analyses structurales par DRX

Les analyses DRX ont été réalisées sur des substrats de silicium (100) en utilisant une anticathode de cobalt ( $\lambda_{K\alpha}(\text{Co}) = 1.78 \text{ \AA}$ ) en configuration Bragg-Brentano ( $\theta/2\theta$ ), le but était de voir l'effet du taux de V sur la structure cristalline du système CrVN. La figure.IV.4 présente les diffractogrammes des films de CrVN pour différents pourcentages de V donnés par EDS+WDS.

Nous avons remarqué que l'addition du V a amélioré significativement la cristallisation du système Cr-N. En effet, après avoir obtenu une couche amorphe à 0% de V, l'ajout de faibles quantités de V permet d'obtenir des pics intenses ce qui montre que les revêtements de CrVN sont bien cristallisés. A 2,4% de V, un pic large probablement relatif au CrN (001) de la phase CrN orthorhombique (o-CrN) ou au CrVN (001) de la phase CrVN orthorhombique (o-CrVN) a été observé. Vu que le pourcentage de V est très faible (2,4%), il est probable que ce pic soit relatif à la phase CrN et non pas à celle de CrVN. A partir de 7,2% de V, la phase CrN a disparu complètement et seule la phase VN est présente. Cela est confirmé par l'apparition de plusieurs pics relatifs à la phase hexagonale de  $V_2N$  (h- $V_2N$  (001) à  $22,57^\circ$  et (100) à  $24,27^\circ$ ) ou à la phase tétraédrique de VN (t-VN (200) à  $23,39^\circ$ , (002) à  $25,47^\circ$ , (210) à  $26,19^\circ$ , (201) à  $28,53^\circ$ , (211) à  $31,32^\circ$  et (220) à  $33,31^\circ$ ). A 23,3, 41,3 et 51,8% de V nous avons remarqué la présence de pics larges indiquant que les couches sont moins bien cristallisées.

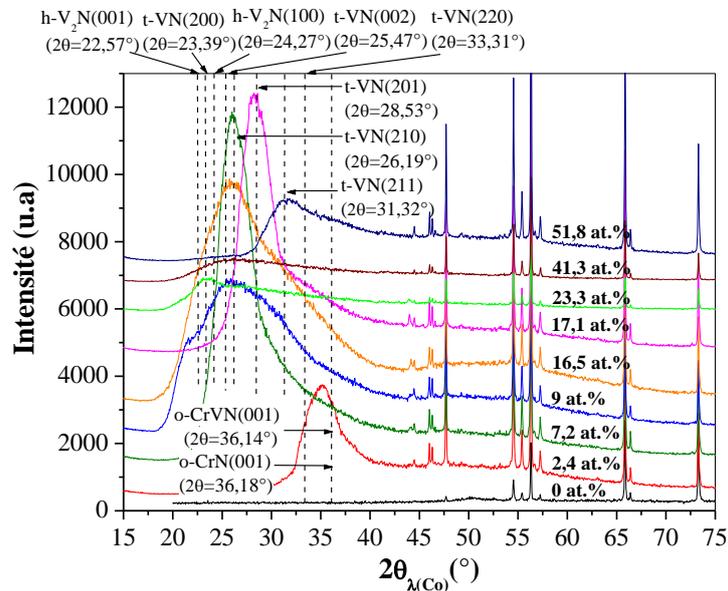


Figure.IV.4. Diffractogrammes des films de CrVN obtenus avec différents pourcentages de V.

Sur les diffractogrammes des films de CrVN nous avons remarqué la présence de la phase de VN et l'absence de celle de CrN même pour les faibles pourcentages de V. Il se peut que l'intensité des pics de CrN soit tellement faible par rapport à celle des pics de VN que ces derniers empêchent l'observation de ceux de CrN. De ce fait, nous avons réduit l'intensité

pour pouvoir visualiser ces éventuels pics (Figure.IV.5). En effet, nous avons alors remarqué la présence de deux pics sur tous les diffractogrammes des couches de CrVN sauf pour ceux de fortes concentrations en V (41 et 51,8%). Ces pics sont relatifs au CrN cubique (c-CrN (111) à 43,76° et (011) à 44,52°), CrVN cubique (c-CrVN (111) à 43,96°) et au Cr<sub>2</sub>N hexagonal (h-Cr<sub>2</sub>N (110) à 44,15°). Ce phénomène a été observé par Ouyang et Sasaki [118,119] où des pics de TiN n'avaient pas été détectés à cause des grandes intensités de ceux de VN lors des analyses par DRX de films de TiVN.

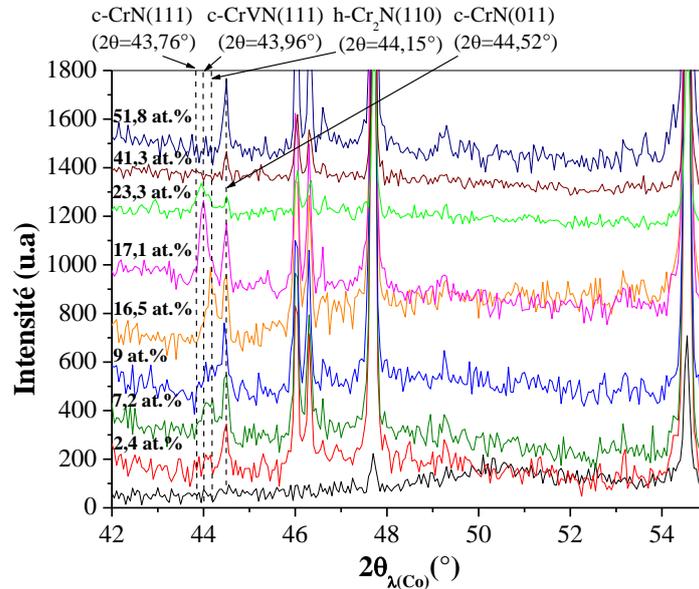


Figure.IV.5. Diffractogrammes des films de CrVN obtenus avec différents pourcentages de V.

Les analyses par DRX des revêtements CrVN nous permettent de dire que l'ajout de V permet la formation de plusieurs phases cristallisées, il s'agit de CrN, VN et de CrVN. Cela, peut en effet avoir un effet positif sur les propriétés des films de CrVN.

Toutefois, les analyses EDS (Figure.IV.2) ont montré que le taux d'azote est de l'ordre de 55% dans les couches de CrVN, ce qui favorise la formation des phases cubiques de CrN et VN. En effet, selon les diagrammes d'équilibre de Cr-N (Figure.I.22-(A)) et V-N (Figure.I.23-(A)) l'obtention des phases cubiques de CrN et VN est possible pour un pourcentage de 50% d'azote tandis que la formation des phases de Cr<sub>2</sub>N et V<sub>2</sub>N nécessite un taux d'azote entre 30 et 33%. Il est donc probable que nos couches de CrVN sont sous forme de multiphases de CrN, Cr<sub>2</sub>N, VN, V<sub>2</sub>N et de CrVN.

### IV.3.3. Analyses par XPS

Afin de compléter les analyses chimiques par EDS et/ou WDS et structurales par DRX nous avons effectué des caractérisations par XPS pour avoir plus de précision sur la composition et la structure chimique de nos revêtements. Seuls deux dépôts de 2,5 et 23% de V ont été choisis pour ces analyses (Figure.IV.6). Le choix de ces deux revêtements a été fait pour nous permettre de comparer le système CrVN avec celui de CrAlN.

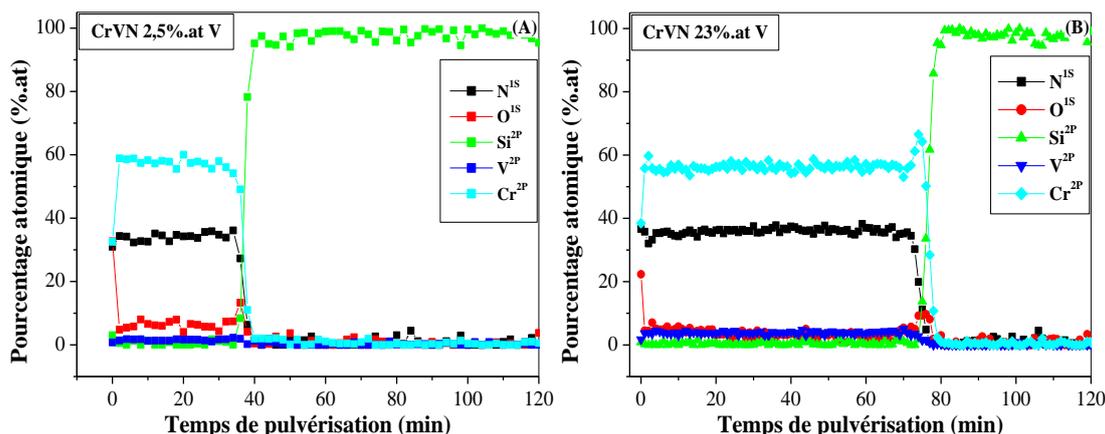


Figure.IV.6. Analyses XPS des revêtements de CrVN contenant: (A) 2,5% et (B) 23% de V.

Les résultats XPS ont confirmé que les couches de CrVN contiennent de l'oxygène. Par contre aucune trace de carbone n'a été détectée. Nous avons constaté que la composition est constante le long de l'épaisseur des couches. De plus, nous avons atteint le substrat de silicium juste après 40 mn de pulvérisation pour le dépôt de CrVN contenant 2,5% de V (Figure.IV.6-A) contrairement à celui contenant 23% de V (Figure.IV.6-B) où nous avons détecté le silicium après, presque, 80 mn de pulvérisation. Cela nous indique que l'épaisseur de cette dernière couche (23% de V) est bien supérieure à celle contenant 2,5% de V.

Par ailleurs, le pourcentage atomique des différents éléments obtenus pas XPS ne correspond pas à celui donné par les analyses EDS ou EDS+WDS. En effet, nous avons remarqué que le taux de Cr est presque de 60% pour les deux couches, cependant les analyses EDS+WDS donnent 47,5 et 29 % de Cr pour les deux revêtements, respectivement. La même remarque peut être faite pour le V où son pourcentage reste inférieur à 5% pour les deux couches, contrairement à ce qui a été donné par EDS+WDS (2,5 et 23% respectivement). Toutefois, le taux d'azote donné par XPS (< à 40%) reste proche de celui obtenu par EDS+WDS.

En plus des analyses de composition, nous avons utilisé les spectres XPS des éléments (Cr, N, V et O) dans le but d'identifier les différents composés constituant les revêtements CrVN. La figure.IV.7 montre les quatre spectres XPS obtenus pour le CrVN contenant 2,5% de V. Nous avons pris en considération le spectre d'oxygène car son pourcentage (7,5%) dans cette couche est supérieur à celui du V (2,5%), ce qui peut influencer la nature des composés formés.

Le spectre XPS de Cr (Figure.IV.7-A) présente deux pics à 574,72 et à 584,13 eV relatifs aux Cr2p<sup>3/2</sup> et Cr2p<sup>1/2</sup>, respectivement. Ces deux pics sont probablement ceux de Cr<sub>2</sub>N (à 574,5 eV). Ces résultats contredisent ceux obtenus par Barshilia *et al.* [135] et Wang *et al.* [136] où ces deux pics n'étaient pas présents sur leurs spectres XPS du Cr. Selon Conde *et al.* [146], cette valeur d'énergie peut correspondre à CrN (574,4 eV). Par ailleurs Chang *et al.* [147] donnent la valeur d'énergie de liaison du CrN à 574,5 eV, contrairement à Vyas *et al.* [148] qui ont indiqué que ce pic est plus proche du Cr métallique (à 574,1 eV) et loin de celui des nitrures de chrome (à 575 eV) et de CrN (à 575,8 eV). Ces résultats nous permettent de supposer que le Cr existant dans la couche de CrVN contenant 2,5% de V est sous forme de Cr<sub>2</sub>N.

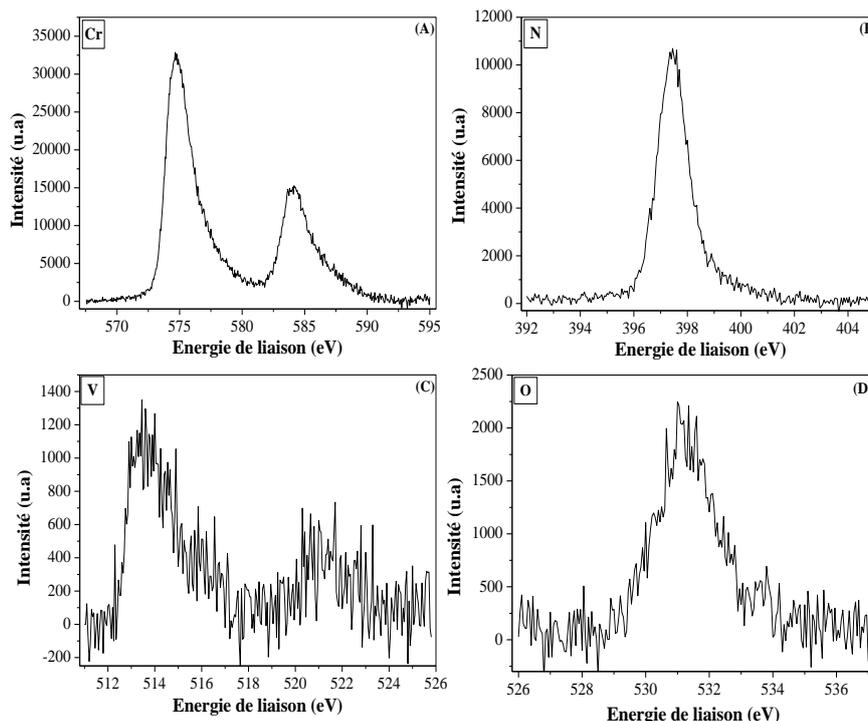


Figure.IV.7. Spectres XPS des éléments : Cr (A), N (B), V (C) et O (D) pour un revêtement de CrVN contenant 2,5% de V.

Le spectre d'azote (Figure.IV.7-B) donne un pic à 397,44 eV relatif à N1s et correspondant probablement au Cr<sub>2</sub>N (397,4 eV) [137], (397,5 eV) [148], (397,6 eV) [146] ou au VN (397,1 eV) [149] et (397,25 eV) [150]. Cependant la faible quantité de V ne permet pas de générer un pic d'azote si intense. De ce fait, il est probable que ce pic est relatif au Cr<sub>2</sub>N.

Concernant le spectre de V (Figure.IV.7-C), à cause de son taux très faible (< 5%), deux larges pics ont été observés à 513,44 et 521,71 eV. Ces deux valeurs d'énergie sont respectivement relatives à V2p<sup>3/2</sup> et V2p<sup>1/2</sup>. Ces deux valeurs d'énergie sont probablement celles de nitrures de vanadium VN<sub>x</sub> (513,4 eV) [149] et (513,5 eV) [151]. Selon Yang et al. [150], ces deux pics correspondent à la phase VN (à 513,52 et à 521,26 eV). Finalement, le spectre d'oxygène (Figure.IV.7-D) présente un large pic à 531 eV relatif à O1s qui correspond, probablement, à l'oxygène (à 530,7 eV) [146] ou aux oxydes de vanadium (à 530,4 eV) [152].

L'analyse EDS+WDS de cette couche (Figure.IV.3) donne un rapport N/Cr de 1 ce qui signifie la présence de CrN. Cependant, il se peut que cette couche contienne du Cr<sub>2</sub>N, du VN ou du CrVN où le Cr est remplacé par les atomes de V par substitution. En se basant sur les résultats EDS+WDS, DRX et XPS nous pouvons supposer que les couches de CrVN sont sous forme de plusieurs phases cristallines, donc multiphasées (Cr<sub>2</sub>N, CrN, VN et CrVN).

Concernant la couche de CrVN contenant 23% de V (Figure.IV.8), presque les mêmes résultats ont été obtenus pour les quatre spectres. Les deux pics de Cr (Figure.IV.8-A) ont été observés à 574,71 et 583,98 eV relatifs à Cr2p<sup>3/2</sup> et Cr2p<sup>1/2</sup> respectivement. Comme rapporté dans les paragraphes précédents, ces deux pics sont relatifs à Cr<sub>2</sub>N (à 574,5 eV) [135,136].

Le pic d'azote (Figure.IV.8-B) a été observé à 397,49 eV, presque dans la même position que pour la couche de CrVN contenant 2,5% de V. Ce pic est relatif à N1s et correspond,

probablement, à la formation de  $\text{Cr}_2\text{N}$  (à 397,4 eV) [137]. Les deux pics de V (Figure.IV.8-C) ont été obtenus, exactement, dans les mêmes positions que précédemment (à 513,44 et 521,71 eV) relatives à  $\text{V}2\text{p}^{3/2}$  et  $\text{V}2\text{p}^{1/2}$ , respectivement, et correspondant à  $\text{VN}_x$  (à 513,4 eV) [149], (à 513,5 eV) [151] ou au VN (à 513,52 et à 521,26 eV) [150]. De même, on retrouve le pic d'O1s à 531 eV et relatif à l'oxygène (à 530,7 eV) [146] ou aux oxydes de vanadium (à 530,4 eV) [152].

Malgré le fait que le pourcentage atomique du V ait augmenté (Figure.IV.3) nous n'avons constaté aucune différence entre les deux analyses XPS des deux couches CrVN de 2,5 et 23% de V. En effet, les spectres XPS de Cr, V et N montrent que l'azote est en liaison avec le Cr pour former du  $\text{Cr}_2\text{N}$  et avec le V pour former du VN.

Ces résultats nous permettent de dire que la couche de CrVN contenant 23% de V est aussi multiphasée ( $\text{Cr}_2\text{N}$ , CrN, VN et CrVN).

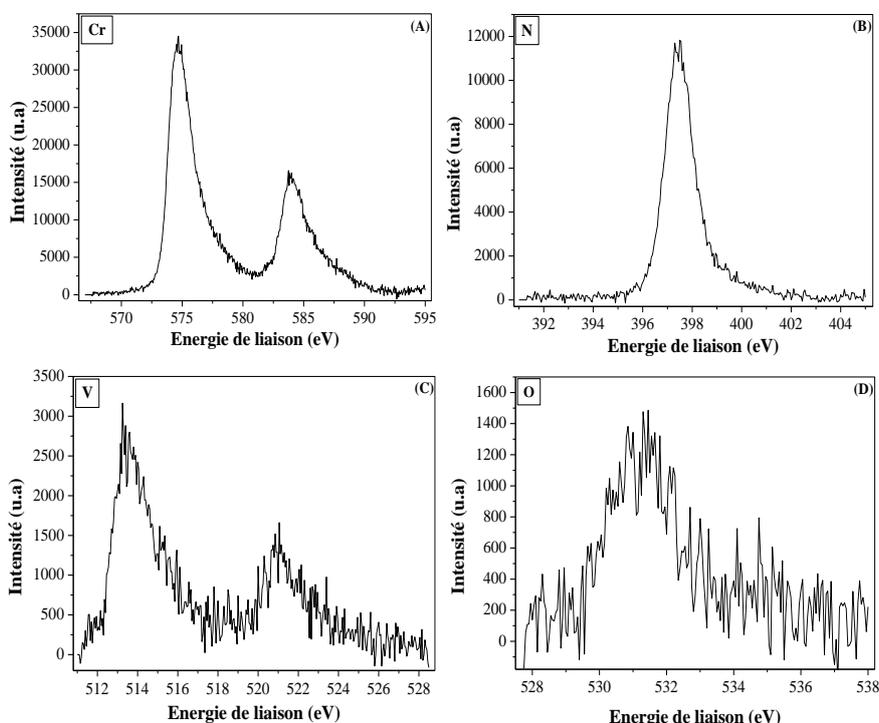


Figure.IV.8. Spectres XPS des éléments : Cr (A), N (B), V (C) et O (D) pour un revêtement de CrVN contenant 23% de V.

#### IV.3.4. Variation de l'épaisseur

L'épaisseur des films de CrVN a été mesurée par microscope électronique à balayage en faisant des observations en coupe transverse sur des échantillons clivés (Figure.IV.9). En plus, nous avons vérifié l'effet du pourcentage de V sur la morphologie des couches de CrVN mais nous avons été limités par les faibles épaisseurs de ces dernières qui ne nous ont pas permis d'avoir des images de bonne qualité.

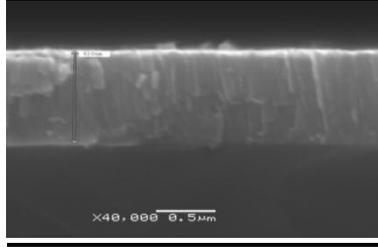


Figure.IV.9. Mesure de l'épaisseur d'une couche de CrVN contenant 16,5% de V par MEB.

Sur la figure.IV.10, nous avons représenté l'évolution de l'épaisseur des revêtements de CrVN en fonction de la tension appliquée sur les deux cibles (Cr et V). D'une manière générale, l'épaisseur des films CrVN est inférieure à 1  $\mu\text{m}$  et varie entre 0,27 et 0,96  $\mu\text{m}$ . Ces valeurs restent plus faibles que celles obtenues pour les couches de CrAlN, réalisées dans les mêmes conditions, où nous avons obtenus des épaisseurs variant entre 2 et 3  $\mu\text{m}$ . Cela peut être expliqué par le taux de pulvérisation de V qui reste inférieur à celui de l'Al [145].

L'épaisseur des couches de CrVN obtenues en faisant varier la tension appliquée à la cible de V augmente de 0,77  $\mu\text{m}$  (à -300 V) à 0,97  $\mu\text{m}$  (à -700 V). A -900 V appliqués sur les deux cibles, nous avons remarqué que l'épaisseur diminuait légèrement pour atteindre 0,91  $\mu\text{m}$ . Cela est dû probablement au phénomène de re-pulvérisation de la couche pendant le dépôt. En effet, l'énergie ainsi que la vitesse d'éjection des atomes sont élevées à cette valeur de tension (-900 V) car c'est la tension maximale que le générateur puisse fournir. L'arrivée des atomes de Cr et de V avec une vitesse élevée peut provoquer l'éjection des atomes ayant déjà été déposés sur le substrat.

Nous avons constaté aussi que l'épaisseur des revêtements réalisés en faisant varier la tension appliquée sur la cible de Cr diminue presque linéairement avec celle-ci. De plus, pour les mêmes tensions appliquées sur les deux cibles, nous avons noté que les épaisseurs des films obtenus en faisant varier la tension de V sont supérieures à celles des films obtenus en faisant varier la tension de Cr, ce qui confirme que la vitesse de pulvérisation de Cr est supérieure à celle de V [145].

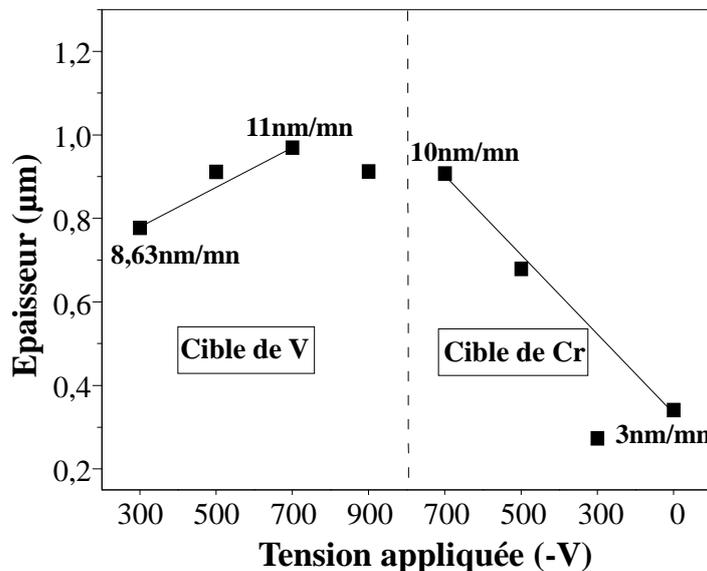


Figure.IV.10. Variation de l'épaisseur des films de CrVN en fonction de la tension appliquée.

### **IV.3.5. Morphologie**

Afin de définir l'effet du pourcentage de V sur la morphologie des couches de CrVN, nous avons réalisé des observations par microscopie électronique à balayage (MEB) à haute résolution au L.I.C.B. (Laboratoire Interdisciplinaire Carnot de Bourgogne) de l'Université de Bourgogne à Dijon, sur des coupes transversales de nos revêtements obtenus sur des substrats de silicium clivés (Figure.IV.11). Cependant, l'indisponibilité de l'appareillage ne nous a pas permis de passer tous nos dépôts. De ce fait seule la couche de CrVN contenant 2,5% de V a été observée en coupe transversale. L'image MEB montre bien que la couche est cristallisée, ce qui est en accord avec les analyses DRX (Figure.IV.4). Le revêtement présente une couche dense et colonnaire typique des dépôts obtenus par PVD.

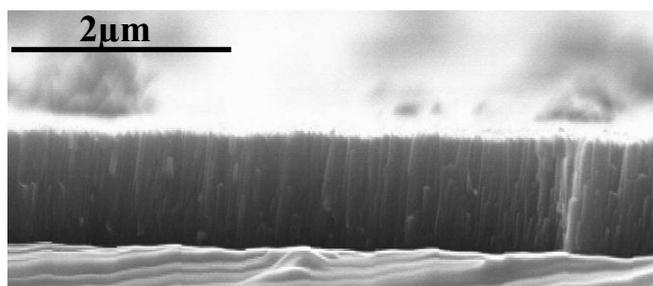


Figure.IV.11. Coupe transversale d'un dépôt de CrVN contenant 2,5% de V.

En outre, nous avons observé les surfaces de deux échantillons (à 2,5 et à 23% de V) au MEB à haute résolution (ie. à effet de champ) (Figure.IV.12). Nous avons constaté que les deux couches de CrVN sont denses, cristallisées et présentent des colonnes de petites tailles (quelques dizaines de nanomètres), ces derniers étant plus gros pour le revêtement contenant 23% de V que celui n'en contenant que 2,5. Ces images sont en parfaite concordance avec les analyses DRX (Figure.IV.4) où les pics de diffraction relatifs aux différents revêtements sont visibles et intenses montrant que les couches obtenues sont bien cristallisées. Le même résultat a été obtenu en ajoutant de l'Al au système CrN (Figure.III.10).

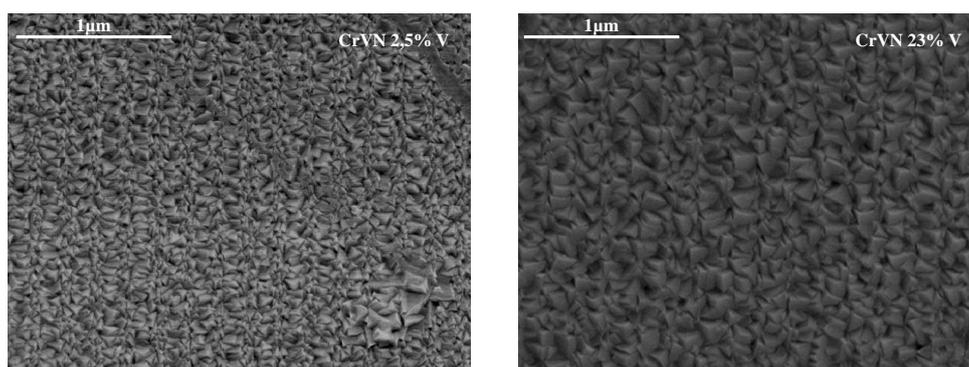


Figure.IV.12. Etat de surface et effet du pourcentage de V sur la taille des grains des revêtements de CrVN contenant 2,5 et 23% de V.

En se basant sur les images MEB en coupe transversale et en surface, nous pensons que les couches de CrVN croissent en colonne sous forme prismatique. De plus, nous avons remarqué que la taille des colonnes de CrVN contenant 23% de V est supérieure à celle du dépôt en contenant 2,5. Il se peut que l'ajout de V favorise la formation de plusieurs solutions solides

telles que le CrN, VN et CrVN comme le montrent les analyses DRX (Figures.IV.4 et IV.5), cela peut être la raison pour laquelle la taille des colonnes et des grains augmente.

Cette structure a été obtenue pour des multi-couches de TiAlN/VN [153] où il a été observé que la sous-couche de VN présentait une structure colonnaire. Par ailleurs, le travail mené par Wuhrer et Yeung [154] a montré une structure prismatique de films de CrAlN réalisés par pulvérisation magnétron.

#### IV.4. Propriétés mécaniques

##### IV.4.1. Contraintes résiduelles

Afin d'étudier l'effet du pourcentage de V sur les contraintes résiduelles nous avons tracé leur évolution en fonction de la tension appliquée sur les deux cibles (Cr et V) (Figure.IV.13).

D'une manière générale, les revêtements de CrVN présentent des contraintes résiduelles compressives et faibles (entre -0,35 et -1,30 GPa). Par ailleurs, ces valeurs restent plus faibles que celles obtenues pour les couches de CrAlN (entre -1 et -3,6 GPa) (Figure.III.12). De plus, nous avons remarqué que l'ajout de vanadium fait diminuer légèrement la contrainte résiduelle avant qu'elle ne se stabilise à -700 V appliqués sur la cible de V (correspondant à 9% de V). En outre, la contrainte résiduelle du VN est supérieure à celle des couches de CrVN sauf pour la couche contenant 2,5% de V où la valeur maximale a été obtenue. Ces valeurs restent très proches de celles déterminées par Weng et *al.* [121] (-2,45 GPa) pour des revêtements de CrVN obtenus par implantation ionique de V dans le CrN, et beaucoup plus faibles que celles de TiVN (entre - 3,63 et -7,20 GPa) obtenues par évaporation par arc pulsé [120].

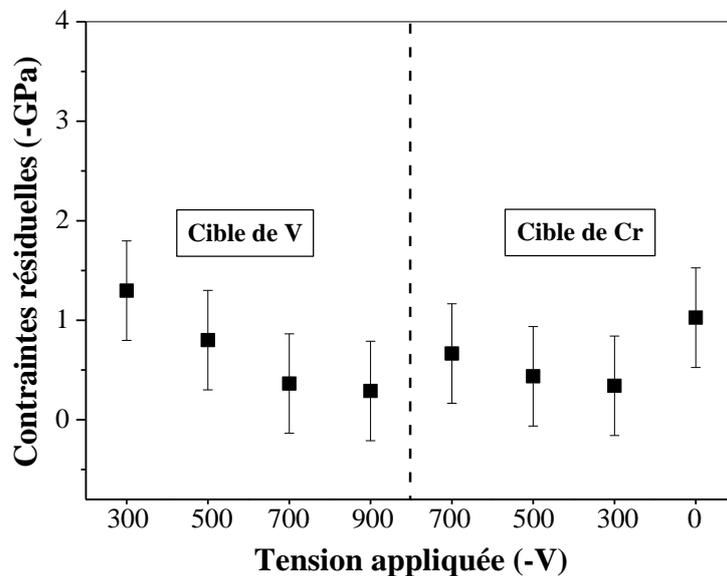


Figure.IV.13. Contraintes résiduelles des couches de CrVN en fonction de la tension appliquée.

La diminution des contraintes résiduelles est due probablement à la cristallisation des couches de CrVN après avoir ajouté de V.

L'effet du pourcentage de V sur les contraintes résiduelles de couches de TiVN a été étudié par Latella *et al.* [120] où il a été constaté que l'addition de V fait diminuer légèrement les contraintes résiduelles dans les films de TiVN. Selon ces auteurs, la contrainte résiduelle de TiN (-6,56 GPa) est supérieure à celle de VN (-3,6 GPa). Alors, le pourcentage de la phase de VN dans les couches de TiVN augmente avec le taux de V, ce qui fait diminuer les contraintes résiduelles. Dans cette étude, nous avons remarqué que la contrainte résiduelle de la couche de CrN (-2 GPa) (Figure.III.12) est supérieure à celle de VN (-1 GPa) (Figure.IV.13). En se basant sur l'explication précédente donnée par Latella *et al.* [120], il est probable que la diminution des contraintes résiduelles soit due aussi à l'augmentation du pourcentage de VN dans les couches de CrVN.

#### IV.4.2. Dureté

Pour déterminer la dureté des couches de CrVN, nous avons effectué des essais de nano-indentation sur des revêtements faits sur substrats en acier (90CrMoV8). Sur la figure.IV.14 nous avons représenté l'effet de la tension appliquée sur les deux cibles sur la dureté des couches de CrVN. Nous avons constaté que les revêtements de CrVN présentaient des duretés très faibles (entre 7 et 10,5 GPa) par rapport à celles des dépôts de CrAlN (entre 15 et 36 GPa). D'autre part, l'évolution de la dureté en fonction de la tension appliquée est semblable à celle des contraintes résiduelles. En effet, elle diminue légèrement quand la tension appliquée sur les deux cibles (Cr et V) augmente. La valeur maximale est de 10,5 GPa et a été observée pour la couche de VN.

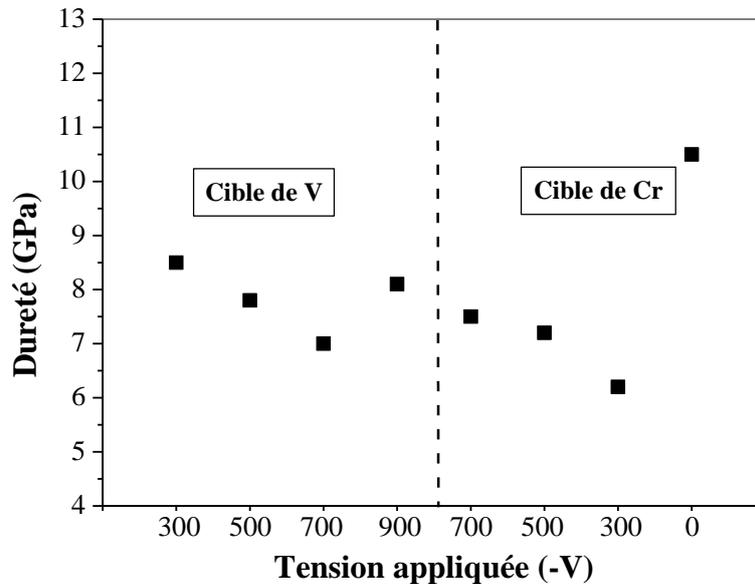


Figure.IV.14. Dureté en fonction de la proportion de V dans les films de CrVN.

Ces valeurs de dureté restent plus faibles que celles obtenues par Weng *et al.* [121] (41,58 GPa) pour des couches de CrVN ainsi que celles obtenues par Kutschej *et al.* [115] (entre 22,5 et 24 GPa) pour des revêtements de VN. Il se peut que les mesures de dureté aient été affectées par la rugosité des substrats d'acier qui reste relativement élevée ( $R_a = 0,5 \mu\text{m}$ ) par rapport aux épaisseurs faibles des couches de CrVN (1  $\mu\text{m}$  au maximum). En effet, nous avons remarqué une large différence entre les cinq essais d'indentation que nous avons effectués sur chaque échantillon.

La diminution de la dureté des films de CrVN est probablement due à la relaxation des contraintes résiduelles (Figure.IV.13). A -900 V (soit 16,5% de V) appliqués sur les deux cibles, nous avons remarqué que la dureté augmentait légèrement pour atteindre 8 GPa, cela pouvant être expliqué par l'énergie élevée des espèces arrivant sur le substrat qui peuvent augmenter la densité et par conséquent la dureté des couches obtenues.

L'effet du pourcentage de V sur la dureté des couches de TiVN a été étudié par Latella et al. [120] où des valeurs variant entre 5,6 et 32 GPa avaient été obtenues. Il a été constaté que l'ajout de V faisait augmenter légèrement la dureté puis diminuait à partir de 23% de V. Cette augmentation de la dureté avait été expliquée par la formation de solutions solides de TiN et VN, tandis que sa diminution était probablement due à la relaxation des contraintes résiduelles.

Selon les analyses DRX (Figure.IV.4 et IV.5) nous avons remarqué la présence des phases CrN, VN et CrVN dans presque, tous les revêtements de CrVN sauf celui contenant 2,5% de V. L'hypothèse de Latella et al. [120] ne peut expliquer la diminution de la dureté car la couche contenant 2,5% de V présente la valeur la plus élevée sur l'ensemble des revêtements de CrVN. Cependant, nous avons aussi remarqué que la taille des grains augmente avec le pourcentage de V (Figure.IV.12) ce qui fait diminuer probablement la dureté des couches de CrVN.

## IV.5. Propriétés tribologiques

### IV.5.1. Coefficient de frottement

Afin d'étudier l'effet du pourcentage de V sur le coefficient de frottement du système CrVN, nous avons effectué des tests de tribométrie en configuration pion-plan en utilisant une bille en acier (100Cr6). Nous avons gardé les mêmes conditions utilisées pour les revêtements de CrAlN afin de comparer les deux systèmes l'un avec l'autre. La figure.IV.15 donne l'évolution du coefficient de frottement en fonction de la distance parcourue par la bille d'un revêtement de CrVN contenant 9% de V.

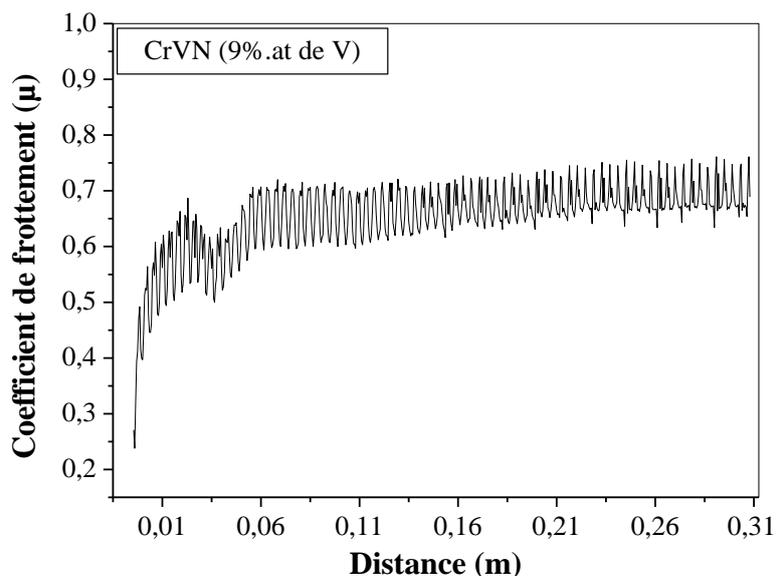


Figure.IV.15. Evolution du coefficient de frottement en fonction de la distance parcourue par la bille pour une couche de CrVN contenant 9% de V.

Nous avons constaté que le coefficient de frottement est de l'ordre de 0,25 et qu'il augmente rapidement pour se stabiliser à 0,65. Cette courbe est relative aux essais de tribométrie et en cohérence avec les résultats de Weng *et al.* [121].

Pour vérifier l'effet du pourcentage de V sur l'évolution du coefficient de frottement des couches de CrVN obtenues sur 90CrMoV8, nous avons tracé la variation de ce dernier en fonction de la tension appliquée sur les deux cibles (Cr et V) (Figure.IV.16). Nous avons choisi de représenter le coefficient de frottement par ses valeurs maximale, moyenne et minimale, car ces grandeurs ne sont pas constantes sur toute la distance du test.

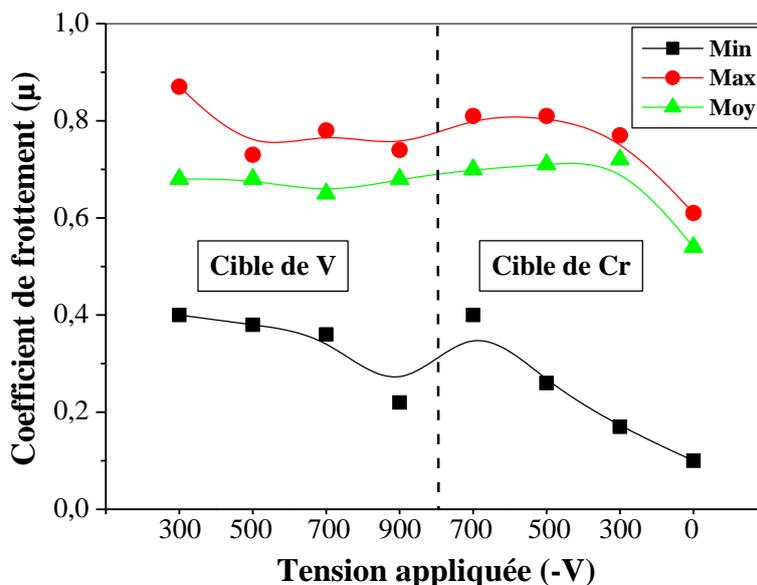


Figure.IV.16. Coefficient de frottement  $\mu$  des couches de CrVN obtenues sur un substrat en acier en fonction de la tension appliquée.

La valeur moyenne de coefficient de frottement varie entre 0,65 et 0,72, ces valeurs sont légèrement supérieures à celles obtenues par Weng *et al.* [121] (entre 0,5 et 0,6) pour des couches de CrVN, et restent du même ordre de grandeur que celles obtenues par Ouyang et Sasaki. [119] (entre 0,6 et 0,8) pour des couches de TiVN.

Nous avons remarqué que la valeur moyenne du coefficient de frottement augmente légèrement avec la tension appliquée (pourcentage de V) pour atteindre une valeur de 0,72 à -300 V appliquée sur la cible de Cr (41,3% de V). La couche de VN donne une valeur de 0,54 et reste inférieure à celles des revêtements de CrVN et de CrN (0,55) (Figure.III.14). Selon Weng *et al.* [121], le coefficient de frottement du système CrVN (0,5), obtenu par implantation ionique de V dans des couches de CrN, est inférieur à celui de CrN (0,7) alors qu'en augmentant le pourcentage de V dans les couches de CrVN, on favorise la formation de la phase CrVN et par conséquent le coefficient de frottement diminue. Alors que dans notre cas, les revêtements de CrVN présente un coefficient de frottement supérieur à celui de CrN (0,55) (Figure.III.14) et de VN (0,54) (Figure.IV.16). En effet, nous nous attendions à ce que le coefficient de frottement diminue avec l'augmentation du taux de V. Car l'ajout de ce dernier favorise la formation de VN qui présente un coefficient de frottement plus faible que le CrN. Cela est valable pour la valeur minimale de coefficient de frottement où nous avons remarqué qu'elle diminue avec la tension appliquée (taux de V) sauf à -700 V appliqués sur la cible de Cr.

Cependant, cette hypothèse n'explique pas la légère augmentation des valeurs moyennes du coefficient de frottement. Il se peut, dans ce cas, que la morphologie des revêtements obtenus ait une influence sur le coefficient de frottement. En effet, comme vu précédemment, la taille des grains augmente avec le pourcentage de V (Figure.IV.12) ce qui peut faire augmenter légèrement la rugosité des couches et par conséquent leur coefficient de frottement.

Nous nous sommes ensuite intéressés à l'ordre de grandeur du coefficient de frottement des couches réalisées sur des plaquettes carbures (WC-Co) destinées à l'usinage des panneaux de MDF, sachant que les essais que nous avons effectués en utilisant une bille en acier de type 100Cr6 ne représentent pas les types et niveaux de sollicitations que l'on rencontre lors du contact de la plaquette carbure avec le panneau de bois. Toutefois, ces essais peuvent nous donner une idée de l'effet du pourcentage de V sur l'évolution du coefficient de frottement. Pour cela nous avons tracé la variation de ce dernier en fonction de la tension appliquée sur les deux cibles (Cr et V) (Figure.IV.17).

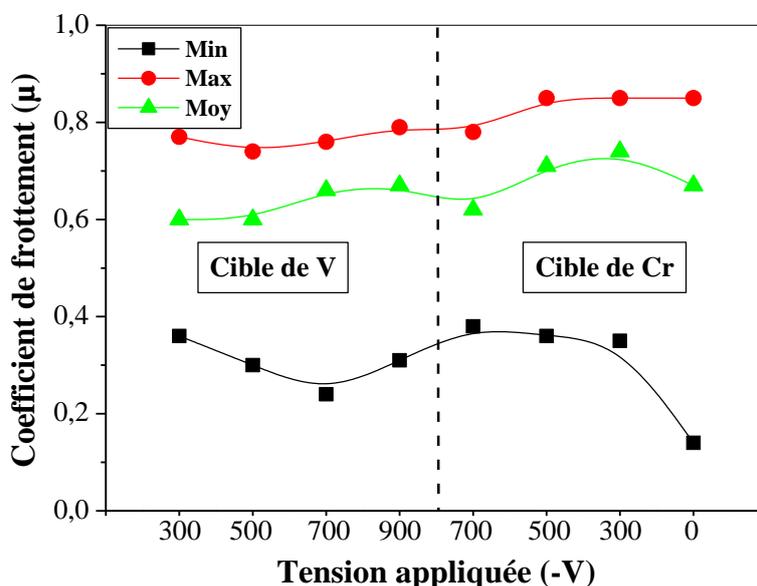


Figure.IV.17. Coefficient de frottement  $\mu$  des couches de CrVN réalisées sur des plaquettes en WC-Co en fonction de la tension appliquée.

Nous avons constaté que la valeur moyenne du coefficient de frottement des couches de CrVN varie entre 0,6 et 0,74 et reste du même ordre de grandeur que celui des couches obtenues sur substrats acier. De plus, elle augmente légèrement avec le pourcentage de V. Cela est peut être dû à la même raison expliquée dans le paragraphe précédent. Cependant, nous notons que la valeur moyenne du coefficient de frottement de la couche de VN (0,67) est du même ordre de grandeur que celle des revêtements de CrVN. Ceci est probablement dû à l'effet de la rugosité des substrats de WC-Co ( $R_a = 0,9 \mu\text{m}$ ) qui peut affecter le résultat final.

Nous avons toutefois remarqué que malgré le fait que les deux substrats soient différents (acier et WC-Co) et présentent des rugosités différentes ( $R_a = 0,5$  et  $0,9$  pour l'acier et WC-Co respectivement) nous avons obtenu presque les mêmes résultats. La même observation a été faite pour les couches de CrAlN (Figure.III.14 et III.17). Cependant, cela ne nous permet pas de supposer que les couches de CrVN réalisées sur des substrats d'acier ou de WC-Co présentent les mêmes propriétés physicochimiques et mécaniques.

### IV.5.2. Tests d'adhérence

Des essais de scratch-test ont été effectués afin d'étudier l'effet du pourcentage de V sur l'adhérence des couches de CrVN. Nous avons gardé des paramètres similaires utilisés pour tester les revêtements de CrAlN afin de pouvoir comparer les deux systèmes (CrAlN et CrVN). A la fin de chaque test, nous avons noté la valeur de l'effort correspondant au développement des fissures dans la couche ( $L_{C1}$ ) et celle relative à l'arrachement de cette dernière de son substrat ( $L_{C2}$ ). Seuls les revêtements obtenus sur des substrats en WC-Co ont été testés dans le but de déterminer l'adhérence réelle des couches sur les plaquettes destinées à l'usinage des panneaux de MDF. La figure.IV.18 donne l'évolution de  $L_{C1}$  et  $L_{C2}$  en fonction de la tension appliquée sur les deux cibles (Cr et V).

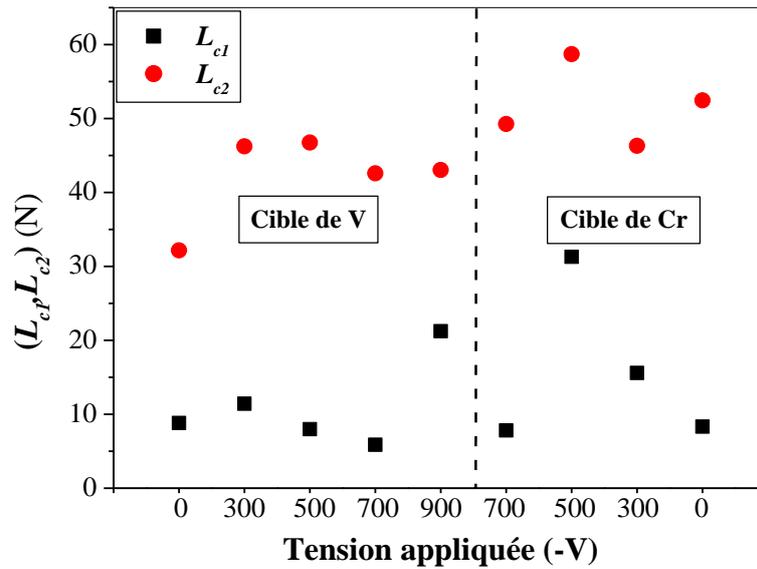


Figure.IV.18. Variation de  $L_{C1}$  et  $L_{C2}$  en fonction de la tension appliquée pour des couches de CrVN.

Nous avons constaté que l'effort nécessaire à la fissuration des couches de CrVN ( $L_{C1}$ ) varie entre 5,87 et 31,29 N, et celui relatif au détachement du substrat varie entre 32,17 et 58,71 N. En outre, l'addition du V améliore légèrement l'adhérence des couches de CrVN. En effet, cette amélioration est plus visible sur  $L_{C2}$  que sur  $L_{C1}$ . Pour avoir une idée plus claire sur l'endommagement des revêtements lors des tests d'adhérence nous avons comparé les images optiques relatives au CrVN contenant 9% de V (soit à -700V appliqués sur la cible de V) à celles relatives au CrVN contenant 23% de V (soit -500V appliqués sur la cible de Cr) et à celles relatives au VN (Figure.IV.19).

Nous avons remarqué que presque toutes les couches de CrVN adhèrent bien aux plaquettes en WC-Co, bien que certains revêtements se fissurent très tôt ( $L_{C1} < 10$  N), cela étant dû probablement à leurs faibles épaisseurs ( $< 1 \mu\text{m}$ ). D'une façon générale, l'ajout du V améliore l'adhérence des couches de CrVN, les meilleurs résultats ayant été obtenus par le revêtement contenant 23% de V (soit -500 V appliqués sur la cible de Cr). Ceci est dû, peut-être, à la formation des solutions solides qui peuvent avoir une bonne adhérence sur les plaquettes de WC-Co.

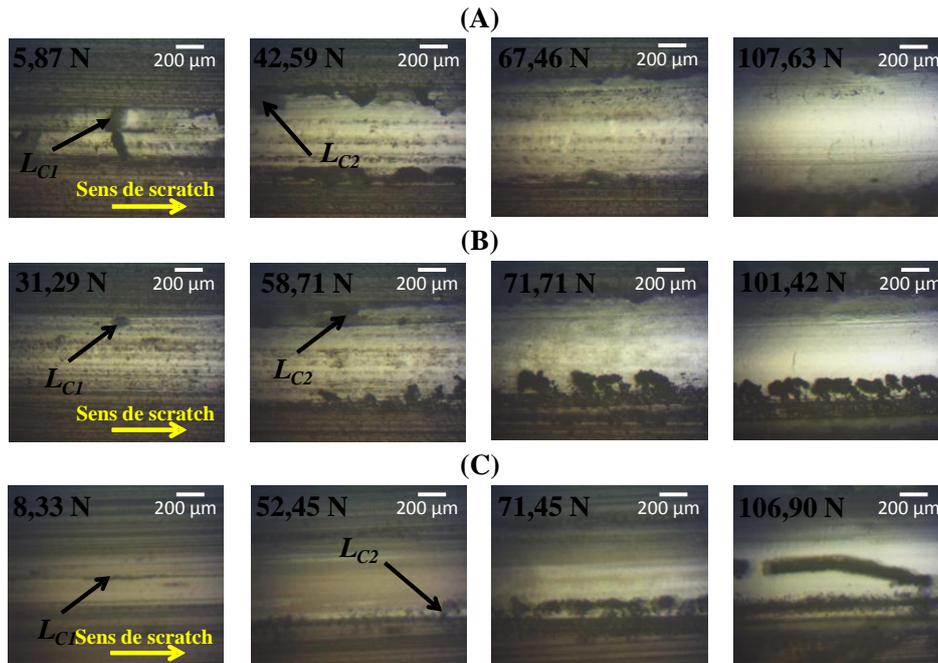


Figure.IV.19. Images optiques des couches de CrVN après les tests d'adhérence : (A) CrVN (-700 V appliqués sur la cible de V), (B) CrVN (-500 V appliqués sur la cible de Cr) et (C) VN.

#### IV.6. Tableau récapitulatif et synthèse

Dépôt	Tensions appliquées (-V)		at.% de V	Propriétés mécaniques			Propriétés tribologiques		
				Contraintes résiduelles (-GPa)	Dureté (GPa)	Module d'Young (GPa)	Coefficient de frottement ( $\mu$ )	Adhérence	
								$L_{C1}$ (N)	$L_{C2}$ (N)
CrVN	Cr (900)	300	2,4	1,29	8,5	-	0,6	11,43	46,24
		500	7,2	0,8	7,8	-	0,6	7,98	46,74
		700	9	0,36	7	-	0,66	5,87	42,59
		900	16,5	0,28	8,1	-	0,67	21,24	43,04
	V (900)	700	17,1	0,66	7,5	-	0,62	7,82	49,26
		500	23,3	0,43	7,2	-	0,71	31,29	58,71
		300	41,3	0,34	6,2	-	0,74	15,58	46,32
VN		0	51,8	1,02	10,5	-	0,67	8,33	52,45

Tableau.IV.2. Récapitulatif des propriétés mécaniques et tribologiques des revêtements de CrVN.

L'addition de vanadium a permis la formation de plusieurs phases cristallines ( $Cr_2N$ , CrN, VN et CrVN) qui croissent en structure colonnaire. Ce mélange de phases présente des contraintes résiduelles très faibles (-1,29 GPa) et une bonne adhérence (58,71 N). Par contre le coefficient de frottement de ces couches multiphasées reste relativement élevé (entre 0,6 et 0,74). En outre, leurs faibles épaisseurs (1  $\mu m$ ) ne nous permettent pas de les comparer avec les films de CrAlN ayant des épaisseurs entre 2 et 3  $\mu m$ .

#### IV.7. Conclusion

Dans ce chapitre nous nous sommes intéressés à étudier l'effet du taux de V sur les propriétés physicochimiques, structurales, mécaniques et tribologiques des revêtements de CrVN

obtenus par pulvérisation dual magnétron RF, afin de les appliquer par la suite sur des plaquettes en WC-Co destinées à l'usinage des panneaux de MDF. Le travail que nous avons réalisé nous a permis de tirer les conclusions suivantes :

- L'addition de V améliore la cristallisation du système Cr-N. En effet, les couches CrVN sont bien cristallisées et croissent en structure colonnaire sous forme prismatique, contrairement à la couche de CrN qui présente une structure amorphe et dense.
- Les analyses DRX ont montré que trois phases coexistent: CrN, VN et CrVN, ce qui peut augmenter les propriétés mécaniques et tribologiques des monocouches.
- Les couches de CrVN présentent des contraintes résiduelles compressives et faibles. Cela peut avoir un effet positif sur l'adhérence des revêtements et nous permettre ainsi de réaliser des films d'épaisseurs importantes. Cependant, leur dureté est très faible par rapport aux revêtements obtenus par PVD, cela étant probablement dû à leur faible épaisseur.
- Les revêtements de CrVN présentent un coefficient de frottement relativement élevé (entre 0,6 et 0,87) mais une bonne adhérence sur les plaquettes en WC-Co malgré leur résistance à la fissuration relativement faible.

L'effet du pourcentage de V sur la résistance à l'usure des revêtements de CrVN a été étudié et les résultats obtenus seront traités dans la chapitre.V.



## **Chapitre V. Usinage de MDF**

## **V.1. Introduction**

Les panneaux de fibres de moyenne densité MDF (Medium Density Fiberboard), ayant une densité volumique de 450 à 1000 kg/m<sup>3</sup>, ont été conçus dans les années 1960 pour faciliter la mise en œuvre du bois par enlèvement de matière dans l'industrie de l'ameublement et de la menuiserie intérieure. Les panneaux de MDF sont disponibles dans une grande variété de dimensions et de propriétés physiques, permettant de concevoir un produit final en fonction d'un MDF approprié. Bien que la variabilité ait été minimisée, ces panneaux présentent des taux de silice supérieurs à ceux rencontrés dans le bois massif du fait de la part importante des petits bois d'éclaircie dans les approvisionnements de l'industrie du MDF. La variété dimensionnelle et de propriétés physiques peuvent aussi entraîner une usure sévère des outils de coupe utilisés lors de l'usinage des panneaux de MDF. Cette valeur d'usure peut être fortement influencée par la nature du panneau, sa composition, ses dimensions ainsi que ses propriétés physiques.

Dans ce chapitre, nous nous sommes intéressés à quantifier l'usure induite lors de l'usinage des neuf modalités de MDF définis précédemment (Tableau.I.4), à déterminer les différents mécanismes d'usure, puis à étudier l'effet de la densité et de l'épaisseur sur le profil de l'usure des plaquettes en carbure de tungstène WC-Co standards utilisées lors de l'usinage des panneaux de MDF. Ensuite, et afin d'améliorer la durée de service des plaquettes standards, nous avons utilisé des carbures WC-Co revêtus CrAlN et CrVN, obtenus précédemment, dans le but d'étudier l'effet du pourcentage d'Al et de V sur la résistance à l'usure de ces deux revêtements.

## **V.2. Usinage de MDF avec des plaquettes carbure WC-Co standards**

L'usinage du MDF a fait l'objet de plusieurs études et recherches scientifiques. En effet, malgré l'augmentation de l'utilisation de ces panneaux, le MDF a toujours été considéré comme un matériau abrasif du fait de la présence d'inclusions siliceuses induites par l'exploitation forestière d'approvisionnement. Plusieurs chercheurs [67,11,68-71] se sont intéressés aux différents mécanismes de dégradation de l'arête de coupe, de l'effet de la densité et des paramètres d'usinage sur l'usure des outils, à base d'aciers ou en carbure, lors du fraisage de panneaux de MDF.

La problématique qui a été traitée se résume dans la question suivante : comment un matériau à base de fibres de bois, qui est beaucoup moins dur que les alliages d'aluminium, d'aciers ou de titane, arrive à provoquer une usure importante des outils de coupe à base d'aciers ou de carbure de tungstène, qui sont beaucoup plus durs ? Dans ce chapitre nous allons essayer de répondre à cette question, tout en nous intéressant aux différents mécanismes d'usure et en comparant les trois types de MDF l'un avec les autres.

### **V.2.1. Configuration d'usinage et quantification de l'usure**

Pour cette campagne d'essais nous avons choisi de fixer les panneaux de MDF sur la table de la défonceuse de façon à ce que l'on puisse usiner toute l'épaisseur en une seule passe ( $a_p$  = épaisseur du panneau de MDF). De ce fait, des supports en bois ont été préparés pour maintenir ces derniers à une hauteur de 6 mm de la table. La largeur de ces supports est de 40 mm (même largeur servant à la fixation du panneau). L'ensemble panneau de MDF et support a été fixé sur la table par trois vis (Figure.V.1).

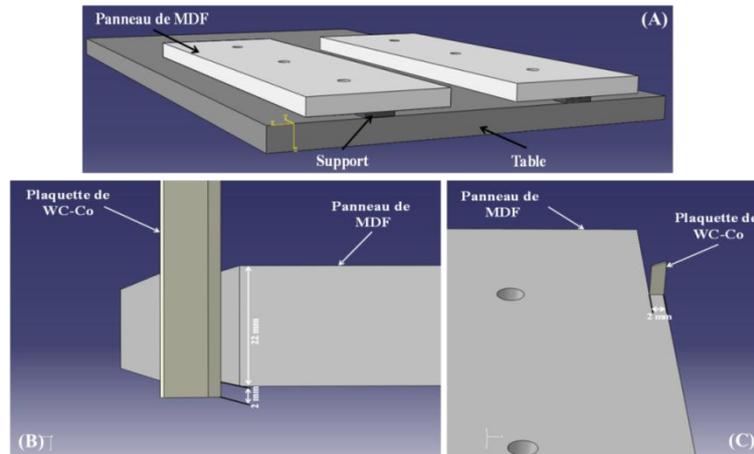


Figure.V.1. (A) Fixation des panneaux de MDF sur la table de la défonceuse, (B) et (C) Configuration d'usinage.

Comme le montre la figure.V.1-(B), nous avons préservé une portion d'arête neuve de 2 mm afin de contenir la partie usée entre deux parties neuves.

Sachant que les panneaux de MDF font 600 mm de longueur et 200 mm de largeur, nous avons usiné environ 100 m de panneau (deux plaques de MDF) entre chaque mesure. La longueur exacte a été calculée en utilisant l'équation suivante :

$$L = \frac{E - e}{a_e} \times l \quad (V.1)$$

Avec :

L : la longueur de coupe

E : la largeur de la plaque de MDF (= 200 mm)

e : la largeur de support (= 40 mm) (Figure.V.1-(A))

$a_e$  : l'engagement latéral (= 2 mm) (Figure.V.1-(C))

l : la longueur de la plaque (= 600 mm)

La figure.V.2 illustre une représentation schématique de l'ensemble outil de coupe et panneau de MDF montrant ainsi le sens d'usinage et l'engagement latéral de 2 mm.

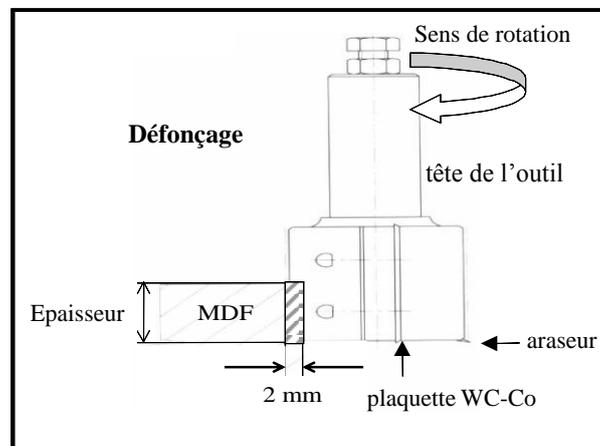


Figure.V.2. Représentation schématique de la configuration de coupe.

Une fois l'usinage des deux plaques terminé, des mesures de l'usure en dépouille  $V_b$  ont été réalisées en utilisant une binoculaire. Plusieurs valeurs ont été prises le long de l'arête de l'outil dans le but de bien visualiser l'effet de la densité du panneau sur le profil de l'usure. Au final, dix séries de mesures, sur 1000 m en longueur de coupe, ont été effectuées pour chaque type de MDF et pour chaque épaisseur de panneau. La fréquence des mesures a été adaptée en fonction de la variation de l'usure, plus celle-ci est homogène plus le nombre des valeurs prises diminue.

Pour des raisons d'accessibilité, nous avons choisi  $V_b$  comme paramètre représentant l'usure (Figure.II.24) en réalisant des observations parallèles à la bissectrice de l'angle de coupe (Figure.II.27). En effet, étant donné que la plaquette en WC-Co est fixée sur l'outil pour une série de dix essais d'usinage (1000 m en longueur de coupe) et que nous avons effectué une série de mesures tous les 100 m, cela nous a obligés à effectuer la mesure d'usure de la plaquette sans démonter celle-ci de son porte-outil pour éviter des erreurs dues au repositionnement. En plus, le maximum de mesures (une centaine par modalité d'usinage) de  $V_b$  a été réalisé dans les trois zones (de forte et de faible densité) (Figure.II.25) dans le but de bien comparer le profil de l'usure en fonction de celui de la densité du panneau.

### V.2.2. Usinage des trois types de MDF

La figure.V.3 représente l'évolution de l'usure en dépouille  $V_b$  le long de l'arête de l'outil, en fonction de la longueur de coupe d'une plaquette utilisée en usinage de MDF Ignifugé M d'une épaisseur de 19 mm. Le même type de figure a été obtenu pour les deux autres types (Standard E et Hydrofuge H) et pour les trois épaisseurs (16, 19 et 22 mm). Sur la figure.V.3, nous avons dix courbes relatives aux dix essais réalisés.

Nous constatons que les dix courbes ont une forme parabolique montrant que l'usure n'est pas homogène le long de l'arête de l'outil. En effet, elle est élevée aux bords du panneau et faible au centre de celui-ci.

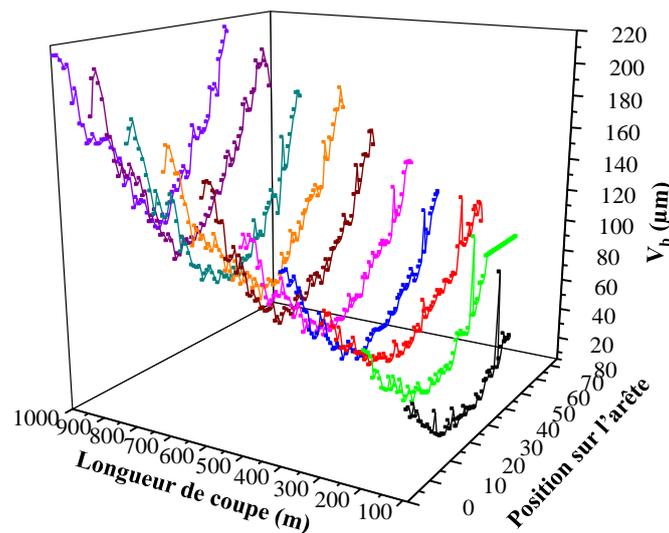


Figure.V.3. Evolution de  $V_b$  le long de l'arête de l'outil en fonction de la longueur de coupe (usinage de MDF M19).

Ce résultat correspond parfaitement à ceux obtenus par Sheikh-Ahmed et *al.* [69,133], Darmawan et *al.* [71] et Chivavibul et *al.* [155] et a été expliqué par l'effet de la densité du

panneau, les zones plus denses provoquent une usure plus élevée que les moins denses. De plus, comme prévu, l'usure augmente en fonction de la longueur de coupe et on atteint une valeur de  $V_b$  d'environ 220  $\mu\text{m}$  aux bords du panneau contre une centaine de  $\mu\text{m}$  en son milieu.

Pour bien comparer les trois types de MDF, nous avons calculé la valeur maximale, minimale et moyenne des mesures effectuées. La figure.V.4 montre l'évolution de  $V_b$  le long de l'arête de la plaquette ayant usiné 400 m de MDF Ignifugé M de 22 mm d'épaisseur (M22). A partir de cette courbe, nous pouvons noter les trois valeurs citées précédemment. Nous avons procédé ainsi pour les différents types de MDF de différentes épaisseurs.

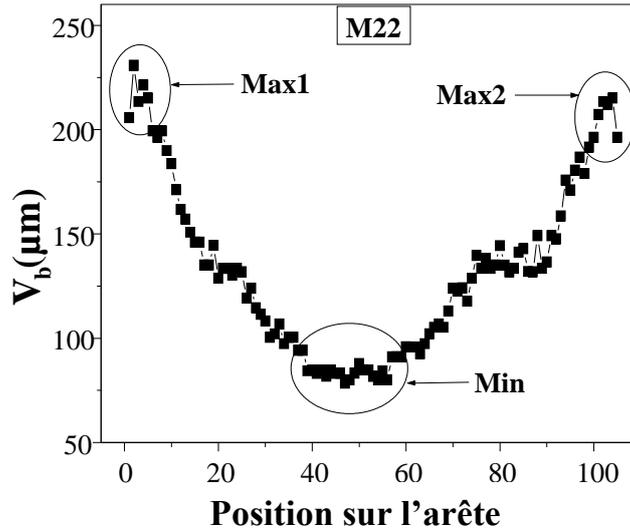


Figure.V.4. Variation de l'usure en dépouille  $V_b$  le long de l'arête d'une plaquette WC-Co après 400 m d'usinage de MDF M22.

Dans le tableau.V.1 nous avons résumé la valeur maximale (Max=maximal des deux valeurs obtenues sur les bords des panneaux), la valeur minimale (Min) et la valeur moyenne (Moy) de chaque courbe après 1000 m d'usinage sauf celles du M22 obtenues après seulement 400 m de coupe car l'usure était tellement élevée que la seconde plaquette, servant à équilibrer l'outil, se mette à usiner ce qui nous a obligé de stopper l'essai. On note que le MDF Hydrofuge H est plus abrasif que le Standard E sauf pour une épaisseur de 19 mm. Par ailleurs, le MDF Ignifugé M est beaucoup plus abrasif que les deux précédents en présentant des valeurs de  $V_b$  3 à 5 fois plus élevées que celles du MDF E ou H et ce, quelle que soit son épaisseur.

	MDF								
	Standard E			Hydrofuge H			Ignifugé M		
Epaisseur (mm)	16	19	22	16	19	22	16	19	22*
$V_b$ (Max) ( $\mu\text{m}$ )	47,1	64,4	62,9	84,9	66	98,9	213,5	266,9	230,8
$V_b$ (Min) ( $\mu\text{m}$ )	22	30,2	29,9	34,6	29,9	37,7	94,3	92,6	78,5
$V_b$ (Moy) ( $\mu\text{m}$ )	34,04	45,89	42,18	52,56	42,04	54,65	148,54	147,08	132,73
$V_b(\text{Max})/V_b(\text{Min})$	2,14	2,13	2,10	2,45	2,20	2,62	2,26	2,88	2,94

\*au bout de 400 m seulement.

Tableau.V.1. Valeurs maximales, minimales et moyennes de  $V_b$  pour les trois types de MDF selon leur épaisseur après 1000 m d'usinage.

Du Tableau.V.1 nous constatons que le MDF Standard E est le moins abrasif des trois types avec un rapport  $V_b(\text{Max})/V_b(\text{Min})$  de l'ordre de 2, suivi par le MDF Hydrofuge présentant un rapport variant entre 2,20 et 2,62, puis le MDF Ignifugé M ayant un rapport que se rapproche de 3.

Pour mieux comprendre ces résultats, nous avons tracé la variation de ces trois valeurs en fonction de la longueur de coupe (Figure.V.5), pour une épaisseur de panneaux choisie de 19 mm, sachant que les mêmes résultats ont été obtenus pour les deux autres épaisseurs (16 et 22 mm).

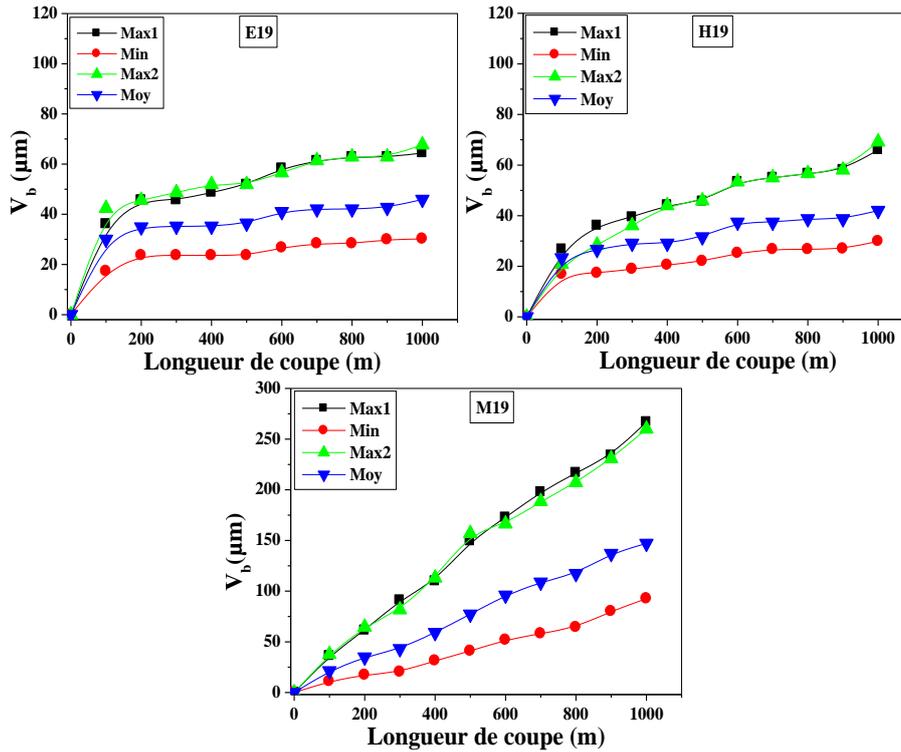


Figure.V.5. Evolution de  $V_b$  sur plaquettes carbure témoin (non revêtues) en fonction de la longueur de coupe pour les trois types de MDF de 19 mm d'épaisseur.

On constate l'excellente superposition de l'usure aux deux bords des panneaux quel que soit le type de MDF. Les courbes du MDF Ignifugé M sont linéaires dès l'origine, le coefficient directeur de cette droite étant supérieur à ceux de la période de rodage obtenue sur les 2 autres panneaux, ce qui signifie que seule la phase d'usure importante de l'outil est représentée confirmant l'abrasivité de ce type de panneau, contrairement aux courbes obtenues pour le MDF Standard E et le MDF Hydrofuge H où les deux phases d'usure de l'outil, rodage et usure stable, sont présentes.

Les pentes des courbes précédentes nous ont permis de calculer la vitesse de progression de l'usure en dépouille  $V_b$  (Tableau.V.2). La vitesse de l'usure lors de l'usinage des panneaux de MDF Ignifugé M est de 7 à 9 fois supérieure à celle obtenue lors de l'usinage des deux autres types de MDF.

MDF	Pentes de progression de l'usure en dépouille $V_b$ (nm/m)			
	$V_b$ (Max1)	$V_b$ (Max2)	$V_b$ (Moy)	$V_b$ (Min)
E19	27,4	27,1	14,3	9,9
H19	35	44	19,3	15,3
M19	252,2	241,5	146,3	93,9

Tableau.V.2. Vitesses de progression de l'usure après l'épisode de rodage des plaquettes utilisées en usinage des trois types de MDF.

Sur la figure.V.6 nous avons comparé les trois types de MDF selon l'épaisseur de panneau. Par soucis de lisibilité, seules les valeurs maximales et minimales ont été représentées. Les courbes montrent, d'une façon claire, que le MDF Ignifugé M est beaucoup plus abrasif que les deux autres MDF (E et H), et ce pour les trois épaisseurs (16,19 et 22 mm). Vient ensuite le MDF Hydrofuge H qui provoque plus d'usure que le MDF Standard E sauf pour une épaisseur de 19 mm où les deux types de panneaux provoquent le même taux d'usure.

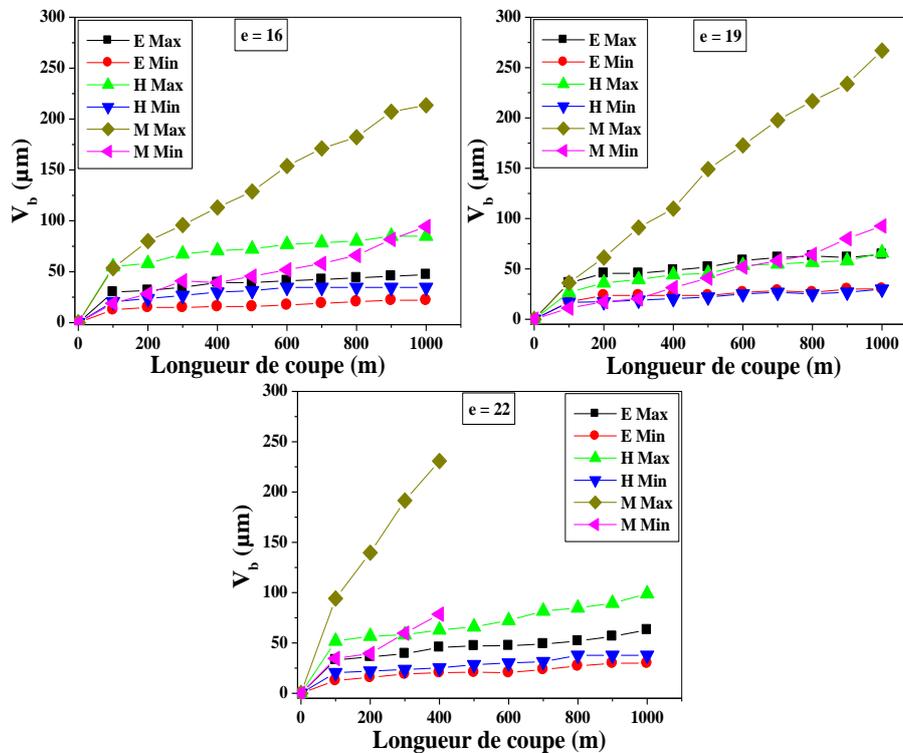


Figure.V.6. Comparaison entre les différentes valeurs de  $V_b$  obtenues pour les trois types de MDF pour différentes épaisseurs.

Pour nos conditions d'usinage, le MDF le plus abrasif reste l'Ignifugé M de 22 mm où nous avons atteint 260  $\mu\text{m}$  de  $V_b$  après seulement 400 m de coupe. A cette valeur d'usure nous étions obligés d'arrêter l'usinage car, l'usure était tellement importante, la deuxième plaquette fixée sur l'outil pour assurer son équilibre commençait à usiner le panneau. Cela changeait complètement les conditions de coupe car on passe de l'utilisation d'une dent (une plaquette) à celle de deux dents (deux plaquettes) ce qui risquait de fausser nos résultats.

Dans le but d'expliquer cette différence d'usure obtenue avec les trois types de MDF, des analyses de composition par EDS (Energy Dispersive Spectroscopy) (Figure.V.7) ainsi que des observations par microscope électronique à balayage (MEB) ont été réalisées sur des

échantillons de chaque panneau. L'analyse globale montre que les trois types de MDF ont la composition chimique élémentaire du bois (C, H et O<sub>2</sub>). Par contre, l'analyse ponctuelle a montré aussi la présence d'éléments étrangers tels que du calcium, du silicium, du phosphore et d'autres éléments métalliques confirmant l'aspect abrasif de ces panneaux.

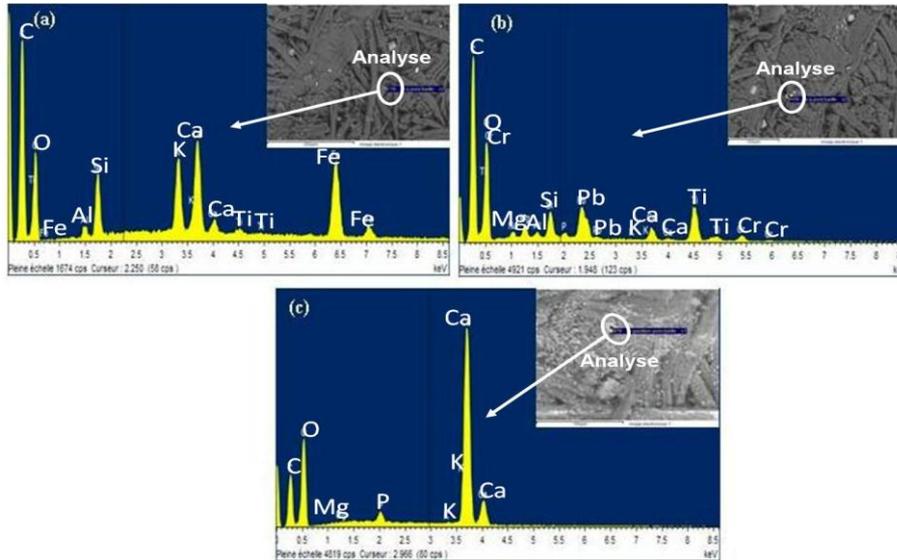


Figure.V.7. Analyse de composition par EDS du MDF: (a) Standard, (b) Hydrofuge et (c) Ignifugé.

Sur les images MEB (Figure.V.8) nous avons constaté que le MDF Standard E et le MDF Hydrofuge H ont pratiquement la même morphologie, ce qui explique en partie la légère différence d'usinabilité de ces deux types de panneaux. Contrairement au MDF Ignifugé M qui présente un taux élevé d'impuretés (P, Ca, Mg,...) probablement à l'origine des valeurs très élevées d'usure.



Figure.V.8. Observations morphologiques obtenues par MEB des trois types de MDF.

Les fiches techniques des trois types de MDF, fournies par l'entreprise ISOROY de Saint-Dizier [62], montrent que le MDF Ignifugé M contient, en plus des fibres de bois, une quantité importante de sels à base de polyphosphates d'ammonium servant à améliorer la résistance au feu de ce matériau et des traces de métaux lourds (Tableau.V.3), ce qui peut expliquer le taux important d'impuretés et l'abrasivité de ce type de panneau.

Constituants		Pourcentage massique (%)
Bois : fibres de bois feuillus durs (chêne exclu)		71,5
Résines aminoplastes (Mélamine urée-formol et urée-formol)		11,8
Eau		6,5
Emulsion de paraffine		0,2
Cire microcristalline		0,5
Démoulant (XP 2003, société Wütz)		0,3
<b>Agent ignifugé (polyphosphates d'ammonium)</b>		<b>9,2</b>
Métaux lourds	Plomb	< 10ppm
	Cadmium	< 1ppm
	Mercur	<10ppm
	Chrome	<3ppm

Tableau.V.3. Composition du MDF Ignifugé M [62].

### V.2.3. Effet de la densité sur le profil de l'usure

Nous avons mesuré la densité des différents panneaux de MDF, en utilisant un scanner médical de type Bright Speed Exel du LERFOB Nancy, dans le but d'étudier son effet sur l'endommagement des outils de coupe. La figure.V.9 montre une comparaison entre le profil de densité et celui de l'usure du MDF Ignifugé M d'une épaisseur de 22 mm. Les deux profils sont quasiment superposables. Les valeurs élevées ainsi que les valeurs faibles de l'usure se situent, respectivement, où la densité est maximale (sur les bords) et minimale (au milieu du panneau).

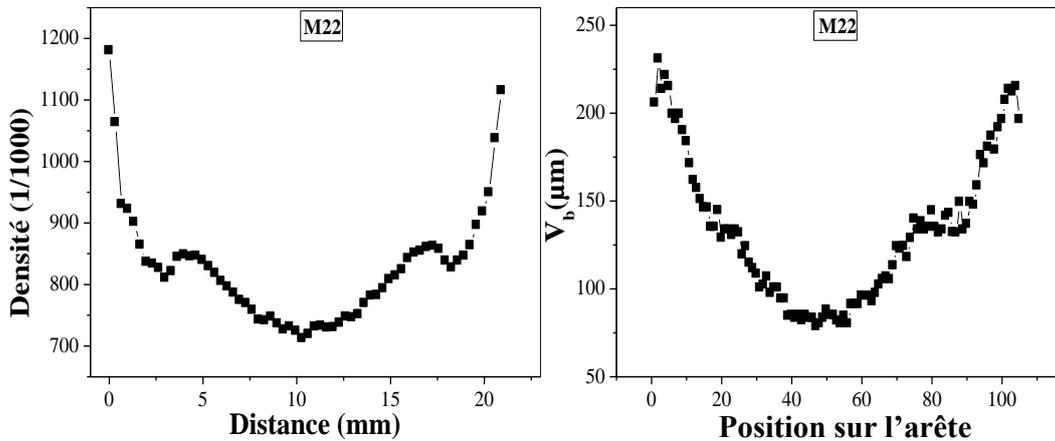


Figure.V.9. Comparaison entre le profil de la densité et celui de l'usure en dépouille  $V_b$  pour un panneau du MDF Ignifugé M d'une épaisseur de 22 mm.

L'effet de la densité des panneaux de MDF sur le profil de l'usure des outils a été cité dans des études antérieures [69,71,133]. Par contre cette corrélation n'a jamais été approfondie les auteurs ne s'intéressaient qu'à l'effet des zones de forte et de faible densité sur le profil de l'usure de l'arête de coupe (Figure.II.25).

Lors de la fabrication des panneaux de MDF, le mat de fibres est pressé en utilisant des plateaux chauffés par vapeur ou huile. Etant donné que les surfaces de panneau sont en contact direct avec les plateaux chauds de la presse, la température et la pression diminuent de la surface vers le milieu du panneau et par conséquent la densité augmente du milieu vers les bords [52]. En effet, la déformabilité du bois augmente avec la température, la densification sera plus importante dans la zone la plus chaude, au contact des plateaux. Les efforts de coupe

étant, généralement, proportionnels à la densité du bois, il est logique d'obtenir cette superposition des profils.

Le fait de réaliser des mesures directes de la variation de la densité le long de l'épaisseur des panneaux nous a permis de vérifier les corrélations usure/densité (Figure.V.10).

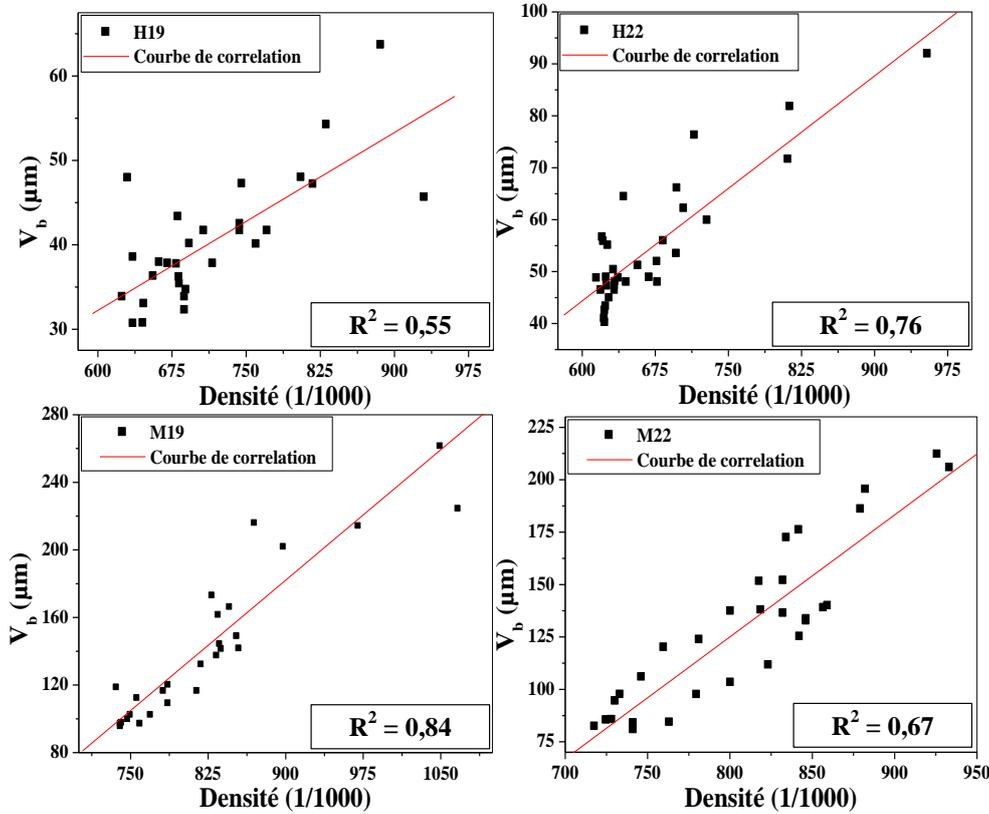


Figure.V.10. Evolution de l'usure en dépouille  $V_b$  en fonction de la densité des panneaux de MDF H (Hydrofuge) et M (Ignifugé) de 19 et 22 mm d'épaisseur.

L'usure de l'arête de coupe a tendance à augmenter linéairement en fonction de la densité du panneau. Les facteurs de corrélations obtenus ( $R^2$ ) sont supérieurs à 0,5 et varient d'un MDF à un autre et d'une épaisseur à une autre. Le MDF Standard E de 19 mm ayant presque la même densité et les mêmes  $V_b$  que le MDF Hydrofuge H, nous ne l'avons donc pas représenté ici. Toutefois nous n'avons pas pu mesurer la densité du MDF Standard E de 22 mm, c'est pourquoi il n'est pas non plus représenté.

#### V.2.4. Effet de l'épaisseur du panneau sur l'usure des outils de coupe

Vu que les panneaux de MDF existent en plusieurs épaisseurs, cela nous a permis de vérifier si celle-ci avait un effet sur l'usure des outils ou non. De ce fait, nous avons choisi trois épaisseurs communes entre les différents types de MDF (16,19 et 22 mm) (Tableau.I.4). Après avoir réalisé les essais d'usinage, nous avons tracé l'évolution de l'usure en dépouille  $V_b$  en fonction de la longueur de coupe pour les trois MDF (Figure.V.11).

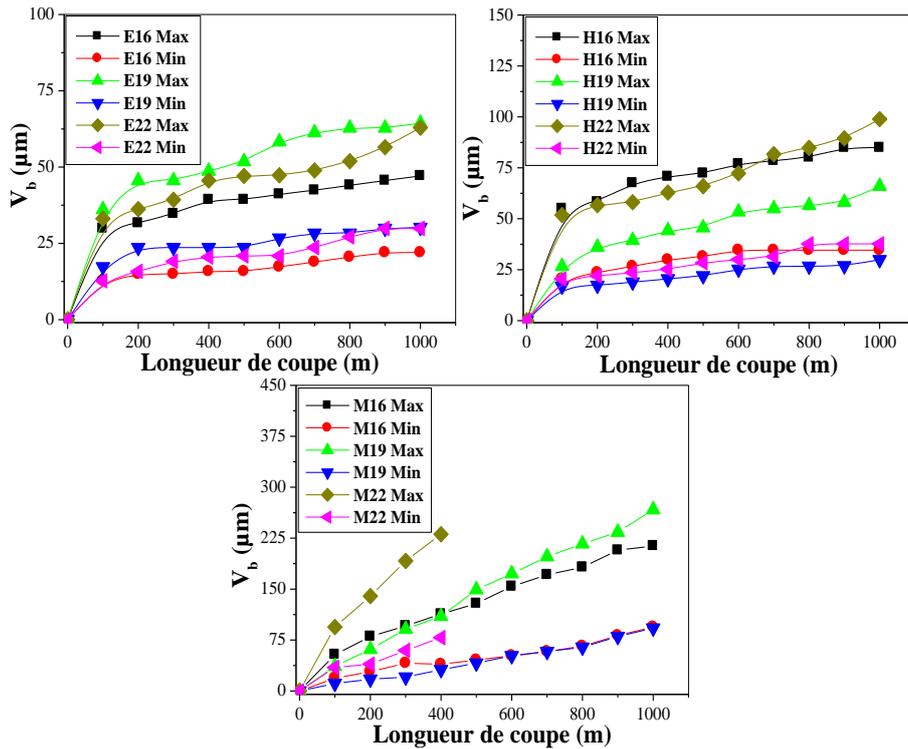


Figure.V.11. Variation de l'usure en dépouille  $V_b$  en fonction de la longueur d'usinage de MDF selon leur épaisseur.

Les résultats diffèrent d'un MDF à un autre. Globalement, nous ne voyons pas d'effet très clair de l'épaisseur sur l'usure minimale et maximale, si ce n'est que le M22 est plus abrasif que le M19 et le M16 tout comme le H19 est moins abrasif que le H22 et le H16. L'effet de l'épaisseur est probablement dû au problème de la variabilité de la matière du bois (type de bois qui ne sont jamais uniformément identique d'un panneau à l'autre). Il est à noter que des résultats du même type ont été obtenus en utilisant les valeurs moyennes de l'usure.

### V.2.5. Mécanismes d'usure

Nous allons à présent nous intéresser aux différents mécanismes d'usure des plaquettes en carbure de tungstène utilisées en usinage des trois types de MDF. La représentation du profil de l'usure tout au long de l'épaisseur du panneau nous a permis de proposer une analyse de leur mécanisme d'usure (Figure.V.12).

Nous avons observé une grande différence sur les courbes obtenues, l'usure n'est pas homogène lors de l'usinage des MDF Standard E et Hydrofuge H. Le détachement des grains de WC survient régulièrement dans la zone centrale de l'arête, par écaillage. Ceci peut expliquer les valeurs élevées représentées par des pics sur le profil d'usure (Figure.V.12-(a) et (b)). On note d'ailleurs beaucoup plus de pics sur la courbe relative au E22 que sur celle du H22, contrairement au MDF Ignifugé M où nous avons remarqué que l'usure est homogène tout au long de l'épaisseur du panneau. Cela est dû au fait que l'abrasion est prédominante lors de l'usinage de ce matériau et masque l'effet des arrachements des grains de WC, d'où une usure qui semble homogène.

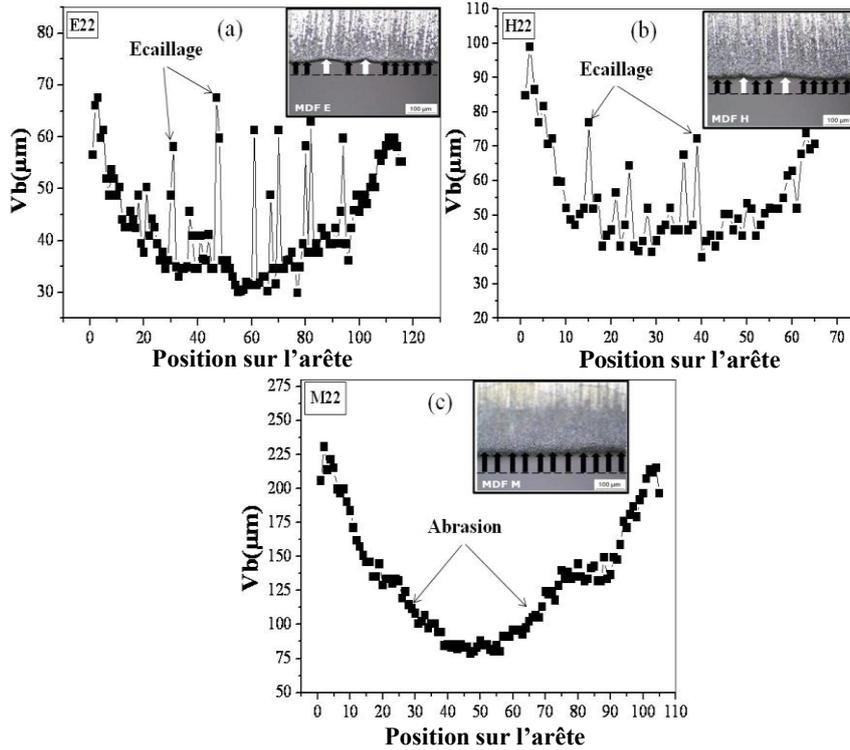


Figure.V.12. Profils de l'usure et images optiques des outils usés après usinage de : (a) MDF E, (b) MDF H et (c) MDF M.

Les images optiques des trois plaquettes confirment l'arrachage de grains de WC. L'état initial de l'arête est représenté par une ligne discontinue, l'usure continue est représentée par des flèches noires (abrasion) et les zones de détachement des grains de WC sont représentées par des flèches blanches.

Afin d'approfondir cette partie de l'étude, des images des arêtes d'outils neufs et après usinage ont été réalisées par microscope électronique à balayage (MEB) (Figure.V.13). Les grains de la plaquette neuve (Figure.V.13-(a)) semblent bien homogènes, intacts et avoir des tailles différentes. Sur les images MEB obtenues sur les arêtes des outils usés (Figure.V.13-(b),(c) et (d)), nous avons remarqué la présence de gros et de petits grains, ces derniers étaient beaucoup plus nombreux que sur la plaquette neuve. De plus, les grains présentent des fissures de tailles différentes, qui pourraient expliquer l'apparition des petits grains par fragmentation des gros grains. L'usure de l'arête d'un outil en carbure de tungstène lors de l'usinage de panneaux de MDF se fait donc initialement par fissuration puis par détachement des grains de l'arête sous l'effet des efforts de coupe, des forces de frottement et des vibrations générées lors du contact de l'outil avec le panneau. Il est à noter que quel que soit le type de MDF, les mêmes résultats ont été observés ce qui signifie que le mécanisme d'usure est du même type pour les trois types de panneaux. Toutefois, ce mécanisme d'usure a été observé après seulement 400 m de coupe lors de l'usinage du MDF Ignifugé M contrairement aux MDF Standard E et Hydrofuge H qui ont été usinés jusqu'à 1000 m, il a donc été accéléré par l'abrasivité de ce matériau.

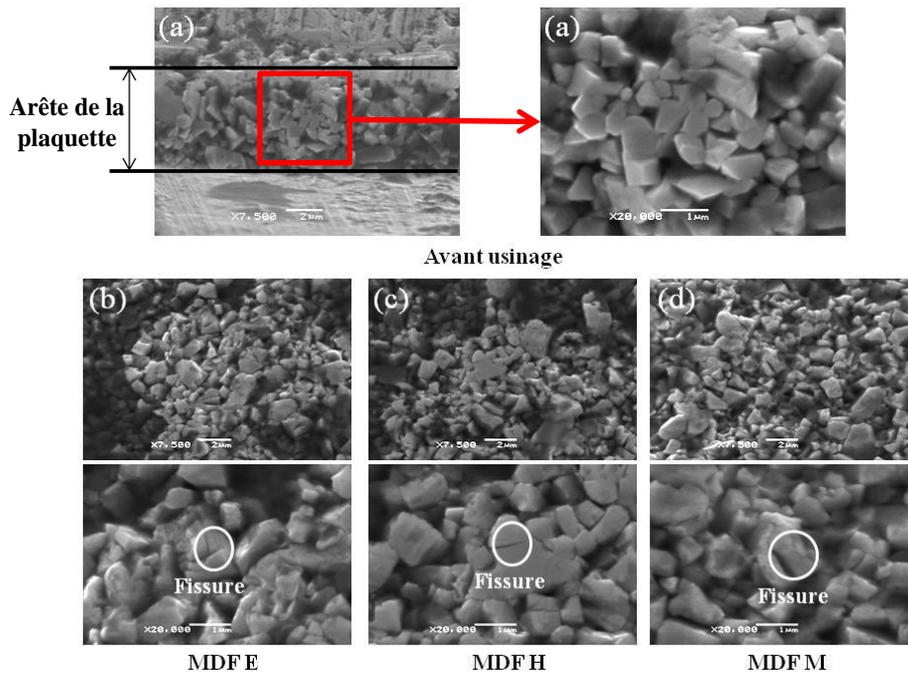


Figure.V.13. Images MEB d'une plaquette neuve (a) et de plaquettes observées après 1000 m d'usinage de (b) MDF E, (c) MDF H et après 400 m d'usinage (d) de MDF M.

Ceci est conforme aux résultats obtenus par plusieurs chercheurs [11,69-71,133] qui ont constaté que l'usure en usinage de MDF était provoquée généralement par micro-abrasion et par élimination de la phase métallique (cobalt) entre les grains de WC par microdéformations et par propagation de microfissures, ce qui engendre le détachement des grains de WC de l'arête de l'outil sous l'effet des forces de frottement. En outre, comme les grains de WC sont durs et rigides, des microfissures conduisent ensuite à leur fragmentation en petits morceaux, sous l'effet des forces de vibration lors de l'usinage.

Sur les plaquettes que nous avons utilisées il était très difficile de vérifier le taux final de cobalt à cause de la présence de colle provenant des panneaux usinés entre les grains de carbure de tungstène. Ces analyses nous ont toutefois permis de déterminer et vérifier les mécanismes d'usure des outils en carbure de tungstène lors de l'usinage des trois types de MDF.

### **V.2.6. Comparaison entre le MDF et d'autres matériaux à base de bois**

Nous avons comparé nos résultats obtenus lors du défonçage de MDF avec ceux obtenus par Nouveau [99] (Figure.V.14). Nous avons remarqué que les trois types de MDF sont plus abrasifs que le Douglas et le LVL de chêne, cependant, l'OSB (Triply) provoque plus d'usure que le MDF Standard E et Hydrofuge H, mais il reste moins abrasif que le MDF Ignifugé M. Il est à noter que seules les valeurs moyennes de l'usure ont été représentées pour les différents types de bois.

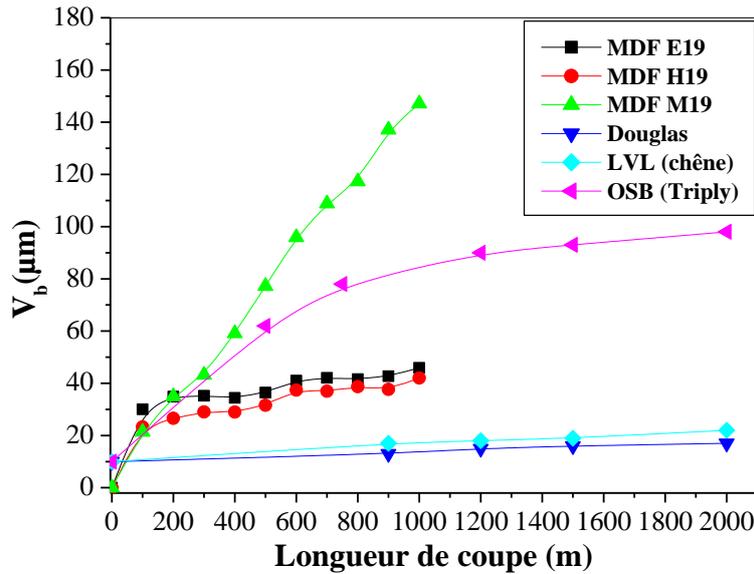


Figure.V.14. Comparaison de l'usure obtenue lors du défonçage de panneaux de MDF, de Douglas, de LVL et d'OSB [99].

### V.3 Usinage de MDF avec des plaquettes carbure WC-Co revêtues

Afin d'améliorer la résistance à l'usure des outils de coupe, des plaquettes de WC-Co ont été revêtues par des couches minces dures de CrAlN et CrVN avec différents pourcentages d'aluminium et de vanadium, puis testées en fraisage de panneaux de MDF Standard E de 19 mm d'épaisseur. L'objectif ici est de déterminer quel dépôt de CrAlN et CrVN protégera le mieux nos plaquettes contre l'usure.

Les films de CrAlN sont utilisés, généralement, en usinage des métaux durs (aciers, alliages de titane...), l'Al étant ajouté pour favoriser la formation des oxydes d'aluminium qui jouent le rôle de barrière de diffusion pour stopper l'usure par oxydation à haute température.

Le système CrVN a été choisi pour son faible coefficient de frottement et sa résistance à l'usure abrasive. Dans une étude réalisée par Uchida et *al.* [108], les revêtements de CrVN sont moins durs que le CrN et le CrAlN mais ils présentent un coefficient de frottement plus faible. Riofano et *al.* [156] ont montré que l'ajout de vanadium aux outils de coupe en acier augmente significativement leur dureté et leur résistance à l'usure abrasive. Cette amélioration est due à la formation de carbures et nitrures de vanadium ; ainsi, plus le pourcentage de V augmente meilleures sont les propriétés des aciers. De ce fait nous avons choisi de réaliser des couches de CrVN avec différents pourcentages de V dans le but d'étudier son effet sur la résistance à l'usure des plaquettes en WC-Co lors de l'usinage de panneaux de MDF.

#### V.3.1. Configuration d'usinage

Les essais d'usinage ont été réalisés en utilisant le même outil de coupe et les mêmes conditions que précédemment (Tableau.II.2). Par contre, nous avons changé l'engagement vertical  $a_p$ , en effet dans ce cas-là nous avons usiné toute l'épaisseur du panneau en trois passages ( $a_p = 5$  mm) (Figure.V.15) au lieu de le faire en une seule fois (par exemple  $a_p = 19$  mm), ce choix a été fait pour économiser nos échantillons de bois. La figure.V.15 représente la configuration que nous avons utilisée pour réaliser ces essais.

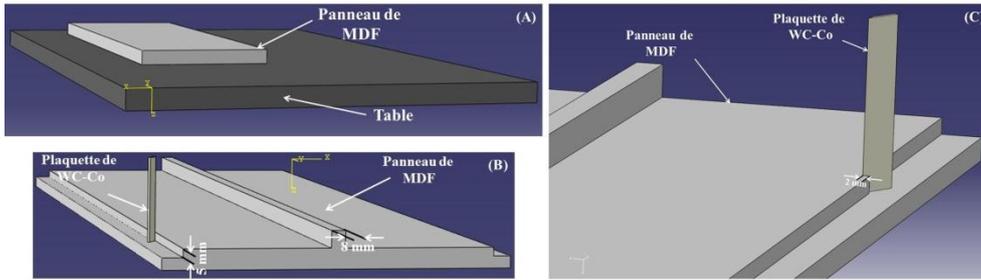


Figure.V.15. (A) Fixation des panneaux de MDF sur la table de la défonceuse, (B) et (C) Configuration d'usinage.

Dans cette nouvelle configuration les panneaux de MDF ont été fixés sur la table de la machine par dépression (Figure.V.15-(A)). Nous avons ainsi gardé le même engagement latéral (2 mm) (Figure.V.15-(C)).

La figure.V.16 illustre une représentation schématique de l'ensemble outil de coupe et panneau MDF montrant ainsi le sens d'usinage et l'engagement latéral de 2 mm.

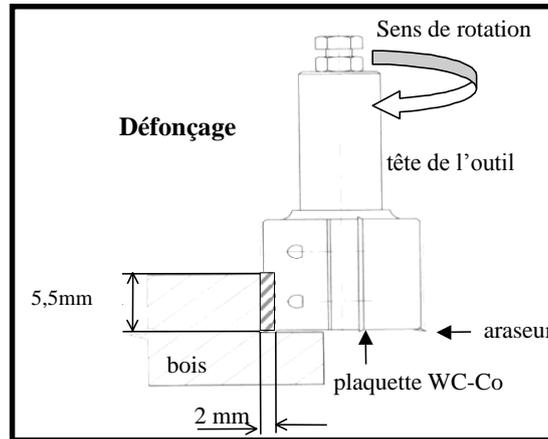


Figure.V.16. Configuration d'usinage utilisée pour tester les outils revêtus.

Au total nous avons réalisé neuf mesures d'usure pour chaque plaquette, ce qui donne une longueur de coupe de près de 1530 m. Cette dernière est donnée par l'équation suivante :

$$L = \frac{E - e}{a_e} \times l \times 3 \quad (V.2)$$

avec :

L : la longueur de coupe

E : la largeur de la plaque de MDF (= 200 mm)

e : la largeur de sécurité nécessaire pour la fixation de la plaque (= 8 mm)

$a_e$  : l'engagement latéral (= 2 mm)

l : la longueur de la plaque (= 600 mm)

Le facteur trois vient du fait que nous avons réalisé trois passages pour usiner toute l'épaisseur.

De la même façon, nous avons effectué plusieurs mesures de l'usure en dépouille  $V_b$  le long de la partie usée après chaque 170 m d'usinage, puis une valeur moyenne a été calculée dans le but de suivre l'évolution de  $V_b$  en fonction de la longueur de coupe. Dans cette partie, nous n'avons pas pris en compte l'effet de la densité, car tous les essais ont été réalisés dans les mêmes conditions ce qui nous permet de comparer les résultats les uns avec les autres et d'étudier l'effet du pourcentage d'aluminium et celui de vanadium sur la résistance à l'usure des revêtements.

### V.3.2. Applications des couches minces de CrAlN et CrVN

La figure.V.17 représente la variation du  $V_b$  en fonction de la longueur de coupe et du pourcentage d'Al pour les revêtements de CrAlN (Figure.V.17-(A)) et en fonction de celui de V pour ceux de CrVN (Figure.V.17-(B)). Globalement, la résistance à l'usure diminue lorsque les pourcentages d'Al et de V augmentent. Pour les films de CrAlN le  $V_b$  varie entre 26 et 55,85  $\mu\text{m}$  et de 28,51 à 46,02  $\mu\text{m}$  pour ceux de CrVN après 1530 m de coupe. En outre, les résultats obtenus en utilisant ces derniers revêtements semblent un peu meilleurs et moins dispersés que ceux obtenus avec les dépôts de CrAlN. Toutefois il est à signaler que le pourcentage maximal en Al et en V est de 51 et 41,3% pour les couches de CrAlN et CrVN respectivement.

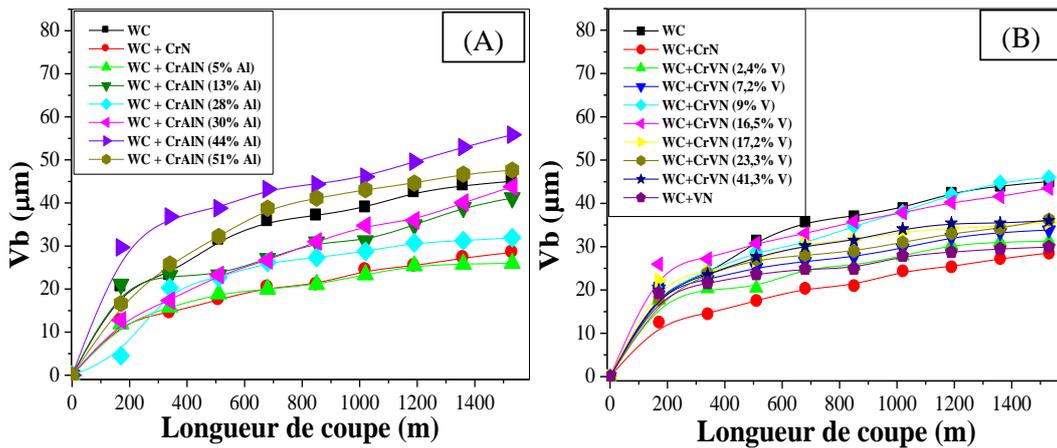


Figure.V.17. Variation de  $V_b$  en fonction de la longueur de coupe d'outils revêtus de CrAlN (A) et CrVN (B) testés en usinage de MDF Standard E19.

Généralement, l'utilisation des revêtements améliore la résistance à l'usure sauf pour les forts pourcentages (44 et 51% en Al du système CrAlN) et les meilleurs résultats sont obtenus pour les faibles quantités en Al (5%) et en V (2,4%). Cependant, selon la figure.V.17 les systèmes CrAlN (5% Al), CrVN (2,4% V) et VN sont de bons candidats pour bien protéger les plaquettes de WC contre l'usure lors de l'usinage des panneaux de MDF. Toutefois, ils semblent moins voire aussi efficaces que le CrN.

Par ailleurs, bien que la résistance ait tendance à diminuer quand le pourcentage d'Al et de V augmente, certains revêtements tels que ceux à 28% d'Al pour le CrAlN et 17,2 et 23,3% de V pour le CrVN se sont montrés plus résistants que ceux de faibles pourcentages (à 13% d'Al pour le CrAlN et 9 et 16,5% de V pour le CrVN). Ceci peut s'expliquer par l'état initial de l'arête qui joue un rôle important sur le résultat final. Nous avons, cependant, bien vérifié les plaquettes avant de les revêtir. De ce fait, il se peut que ce dernier résultat soit dû au taux de

détachement des grains par écaillage qui n'est pas homogène et qui varie d'une plaquette à une autre.

Lors de l'usinage des panneaux de MDF, la température de coupe est de l'ordre de 200°C selon Sheikh-Ahmad et McKenzie. [133] et entre 400 et 650°C selon Reid et *al.* [73], ce qui reste faible pour activer la formation des oxydes d'aluminium dans les couches de CrAlN qui sont stables thermiquement jusqu'à 800°C [135]. Cela devrait limiter le rôle de l'Al dans les couches de CrAlN.

Concernant les revêtements de CrVN, les résultats obtenus ont montré que l'ajout du V au système CrN n'améliore pas significativement sa résistance à l'usure. En effet les couches binaires CrN et VN se comportant mieux que les couches ternaires CrVN. Ceci peut être expliqué par leur faible épaisseur (1µm au maximum) qui joue un rôle très important pour protéger ou non les arêtes en carbure de tungstène.

Pour bien comparer les différents revêtements, nous avons calculé la vitesse d'usure des outils à partir des valeurs contenues dans la figure.V.17. Le tableau.V.4 regroupe les différentes valeurs de la vitesse de progression de l'usure obtenues pour les couches de CrAlN, CrVN, CrN et VN.

	WC	CrN	CrAlN						CrVN						VN	
<b>Pourcentage (%.at) d'Al ou de V</b>	-	-	5	13	28	30	44	51	2,4	7,2	9	16,5	17,1	23,3	41,3	-
<b>Pente de progression de l'usure <math>V_b</math> (nm/m)</b>	18,2	11,9	10	15,2	9,7	22,1	17,4	17,1	10,7	10,2	19,7	10	13,5	11,7	11,7	7,8

Tableau.V.4. Pente de progression de l'usure après rodage pour les plaquettes WC-Co revêtues de CrN, CrAlN, CrVN et VN.

Nous constatons que les couches minces améliorent la résistance à l'usure des plaquettes WC-Co. De plus, les meilleurs résultats ont été obtenus par celles de faibles pourcentages en Al et en V. Toutefois les systèmes binaires CrN et VN se sont montrés très compétitifs. En outre, les couches minces de CrVN ont, globalement, une vitesse d'usure moins élevée que celles de CrAlN et ceci peut être dû au fait que le vanadium est un élément qui améliore la résistance à l'usure abrasive, comme c'est le cas lors de l'usinage des panneaux de MDF, contrairement à l'Al qui est utilisé pour améliorer plutôt la résistance à l'usure par oxydation. Cependant, cette comparaison n'est pas suffisante dans le sens où l'épaisseur des revêtements de CrVN (1 µm au maximum) est inférieure à celle des films de CrAlN qui est comprise entre 2 et 3 µm.

Pour qu'un revêtement puisse jouer son rôle de protection contre l'usure il faut qu'il ait de bonnes propriétés mécaniques et tribologiques. Mais cela ne peut pas être suffisant si l'arête de l'outil est assez vive comme le cas de nos plaquettes (55°). En effet, lors des mesures optiques que nous avons réalisées, les couches minces ne protègent plus l'arête de coupe dès le premier contact de la plaquette avec le panneau de MDF du fait du rodage et par conséquent son rôle de protection est fortement réduit. De ce fait, une modification de la géométrie de l'arête avant dépôt nous est apparue nécessaire pour améliorer l'efficacité des revêtements et bien visualiser l'effet des couches minces sur la durée de vie des outils de coupe.

### V.3.3. Effet du pré-rodage de l'outil

Le pré-rodage consiste à arrondir légèrement, de quelques micromètres, l'arête de l'outil dans le but d'améliorer sa tenue de service et donc aussi l'adhérence des couches minces en évitant une délamination précoce lors du premier contact avec la pièce à usiner. Sheikh-Ahmad et Morita. [11] ont arrondi des plaquettes en WC-Co avec un rayon de 45 à 70  $\mu\text{m}$  (ce qui correspond à un recul de l'arête de l'ordre de 30 à 45  $\mu\text{m}$ ) par micro-abrasion en utilisant une meule en diamant, le but était d'éviter la perte directe de l'arête, de diminuer les contraintes résiduelles générées lors du dépôt de couches minces et par conséquent d'améliorer l'adhérence de ces dernières sur les plaquettes de WC-Co. Les résultats qui ont été obtenus ont montré que l'usure de l'outil pré-rodé revêtu est plus élevée que celle de l'outil non pré-rodé et non revêtu. Par contre ils ont observé que le pré-rodage diminue significativement la vitesse de l'usure et retarde la délamination totale de la couche protectrice.

Nous nous sommes donc intéressés ici à l'effet du pré-rodage des outils sur leur résistance à l'usure. Vu l'absence de procédé de micro-abrasion dans notre laboratoire, ce dernier demandant de surcroît une maîtrise parfaite pour réaliser le pré-rodage, nous avons opté pour un pré-rodage par usinage de MDF pour avoir les valeurs d'usure primaires souhaitées. Pour cela, nous avons commencé par définir la phase de rodage de la courbe d'usure d'une plaquette WC-Co utilisée en usinage de MDF Standard E d'une épaisseur de 22 mm, en réalisant des mesures de  $V_b$  à 20, 40, 60, 80, 100 et 130 m de coupe, dans le but de trouver la longueur de coupe limite à partir de laquelle nous ne sommes plus dans la zone transitoire de rodage.

Sur la figure V.18 nous avons tracé l'évolution de l'usure en dépouille  $V_b$  en fonction de la longueur de coupe. En plus de la zone stable de l'usure, celle du rodage de l'outil est bien visible, ce qui nous permettra de trouver, facilement, les longueurs de pré-rodage à choisir. En effet, nous avons obtenu une usure de 12.8, 16.76, 18.68, 20.58, 24.1 et 27.23  $\mu\text{m}$  pour 20, 40, 60, 80, 100 et 130 m de coupe respectivement. Parmi ces dernières valeurs, seules trois distances ont été retenues : 20, 80 et 130 m correspondant à 12.8, 20.58 et 27.23  $\mu\text{m}$  de  $V_b$ , pour réaliser les pré-rodages. Il est à noter que ces valeurs de  $V_b$  sont des valeurs moyennes du fait que l'effet de la densité est présent sur toutes les plaquettes pré-rodées.

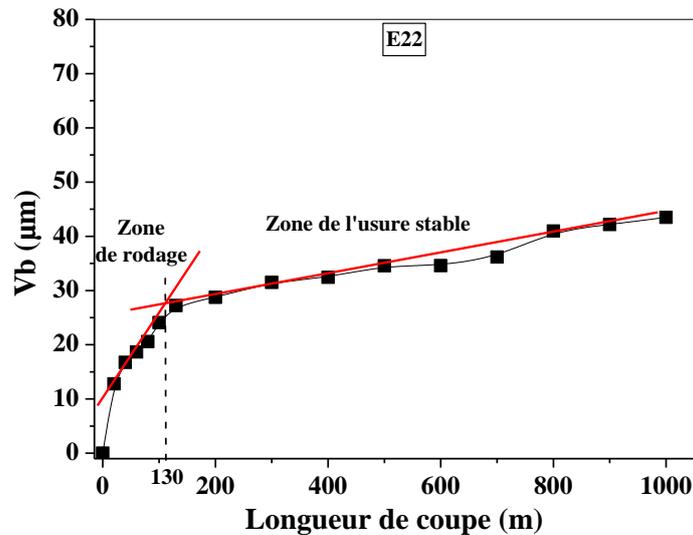


Figure.V.18. Courbe d'usure  $V_b$  du MDF Standard E22 regroupant les deux zones (rodage et usure stable).

Une fois les pré-rodages effectués, les plaquettes ont été nettoyées pour éliminer les fibres et la colle qui sont restées accrochées à l'arête, puis fixées sur le porte-substrats du système PVD pour réaliser les dépôts. Les revêtements choisis sont ceux de faibles pourcentages, 5% en Al et 2,4% en V, pour le CrAlN et CrVN respectivement. Les plaquettes ont ensuite été testées en usinage de MDF Ignifugé M d'une épaisseur de 22 mm. Ce dernier a été choisi par rapport à son abrasivité très élevée qui nous permettra de savoir si le procédé de pré-rodage a un effet sur la résistance à l'usure dans un délai relativement court.

La figure.V.19 donne la variation de  $V_b$  en fonction de la longueur de coupe pour les plaquettes pré-rodées puis revêtues. Les résultats obtenus montrent que le pré-rodage améliore significativement la résistance à l'usure des outils en WC-Co contrairement à ceux rapportés dans l'étude menée par Sheikh-Ahmad et Morita. [11]. Toutes les plaquettes pré-rodées revêtues ou non ont une usure plus faible que celle des plaquettes non pré-rodées, de plus, les couches minces donnent des résultats plus intéressants. L'usure a diminué de plus de moitié en utilisant un revêtement de CrAlN sur une plaquette pré-rodée pendant 80 m.

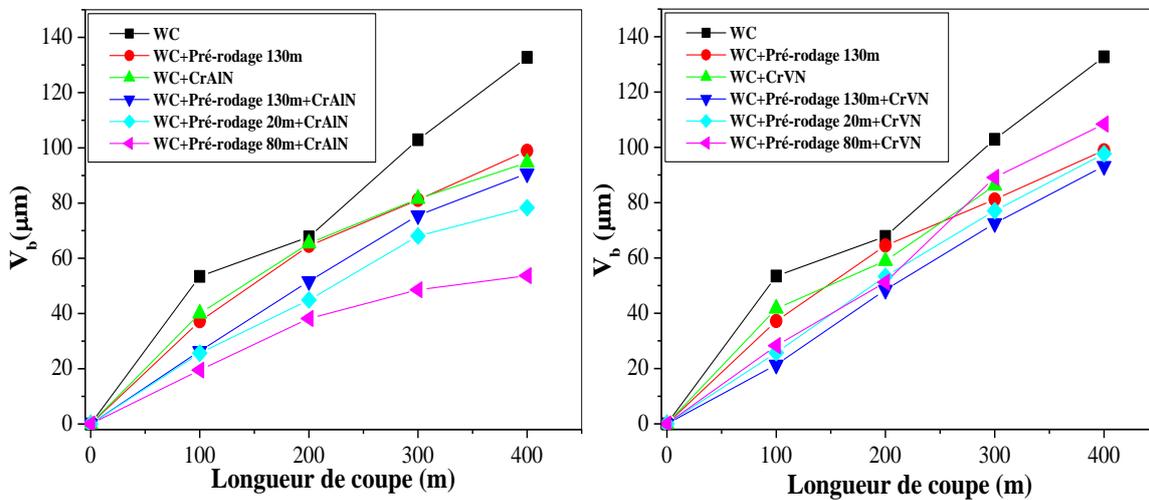


Figure.V.19. Variation de  $V_b$  d'outils pré-rodés puis revêtus de CrAlN (5% d'Al) et CrVN (2,4% de V) lors du défonçage de MDF Ignifugé M22.

L'arrondissement de l'arête peut éviter son émoussement précoce ou encore la délamination de son revêtement lors du premier choc brutal avec le panneau. En outre les couches minces ont pour rôle de protéger les arêtes contre l'élimination de la phase métallique de cobalt et de ralentir le développement des microfissures dans les grains de WC. Ce rôle est fortement réduit si l'arête est très vive car on perd le revêtement dès les premiers mètres d'usinage. Cependant, si l'arête est légèrement modifiée, cela peut permettre d'avoir un petit « plateau » qui peut améliorer l'accrochage de la couche (création possible de sites de nucléation) et par conséquent faciliter son rôle de protection.

Les revêtements CrAlN comme ceux de CrVN réalisés sur des plaquettes pré-rodées se comportent mieux contre l'usure que les outils non pré-rodés revêtus utilisés en usinage de MDF Ignifugé M22. De plus, les films de CrAlN sont plus résistants que ceux de CrVN pour les mêmes distances de pré-rodage, sauf pour un pré-rodage de 130 m où les résultats sont similaires après 400 m de coupe. Toutefois cette comparaison reste qualitative car rappelons que les épaisseurs des couches ne sont pas identiques d'une modalité à l'autre (2 à 3  $\mu\text{m}$  pour le CrAlN et 1  $\mu\text{m}$  pour le CrVN), et nous pensons que ces derniers s'usent plus rapidement que ceux de CrAlN à cause de leurs faibles épaisseurs. Concernant les distances de pré-

rodage, le meilleur résultat a été obtenu en utilisant une plaquette pré-rodée à 80 m de coupe puis revêtue CrAlN (5% Al), pour les couches de CrVN (2,4% V) les valeurs de l'usure sont proches et la meilleure résistance a été observée pour la plaquette pré-rodée pendant 130 m.

Par la suite, nous avons calculé la vitesse de progression de l'usure pour les différents outils pré-rodés et revêtus ou non (tableau.V.5).

	WC		WC + CrAlN				WC + CrVN			
Distance de pré-rodage (m)	-	130	-	20	80	130	-	20	80	130
Pente de progression de l'usure (nm/m)	273	201	180	181	113	216	222	239	278	239

Tableau.V.5. Vitesses d'usure des outils pré-rodés puis revêtus de CrAlN (5% Al) et CrVN (2,4% V)

L'effet du pré-rodage est bien visible sur les vitesses de progression de l'usure des plaquettes revêtues CrAlN mais moins sur celles revêtues CrVN à cause, peut-être de leur faible épaisseur qui ne leur permet pas de bien protéger l'arête. Dans le cas des couches minces de CrAlN, la vitesse d'usure diminue de plus de moitié lors de l'utilisation d'un outil pré-rodé pendant 80 m et revêtu contrairement à celles de CrVN où les vitesses sont plus au moins similaires.

Le choix du MDF Ignifugé M pour réaliser les tests d'usinage avec des plaquettes WC-Co pré-rodées puis revêtues s'est justifié pour nous placer dans la configuration la plus contraignante. Cependant, ce type de panneau est moins usiné que le MDF Standard E et les caractéristiques atypiques de ce panneau peuvent niveler et atténuer les effets des améliorations testées. Nous avons donc souhaité vérifier l'effet du pré-rodage sur la durée de service des outils utilisés en usinage des panneaux standards (Figure.V.20). Par manque de temps, seules deux plaquettes WC-Co ont été testées ; l'une revêtue CrAlN et l'autre pré-rodée 130 m (en longueur de coupe) puis revêtue CrAlN.

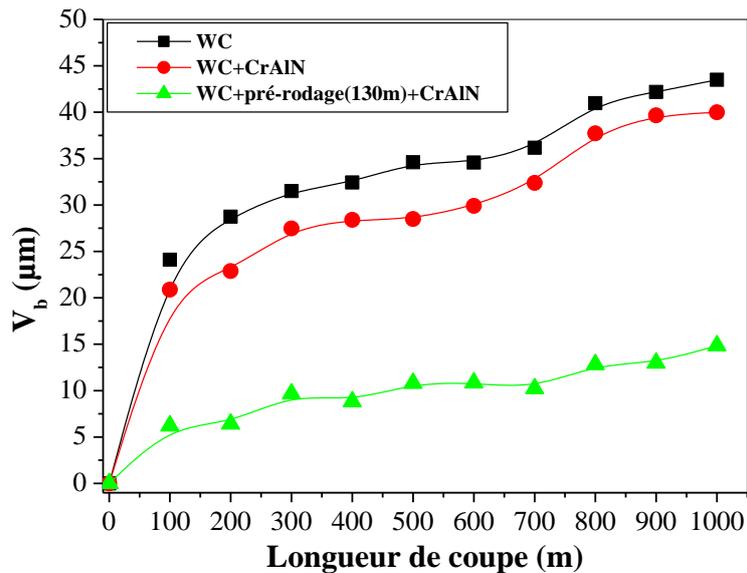


Figure.V.20. Variation de  $V_b$  d'outils pré-rodés puis revêtus de CrAlN (5% d'Al) lors de l'usinage de MDF Standard E22.

Nous avons constaté que le pré-rodage améliore significativement la durée de vie des plaquettes WC-Co. En effet, la valeur d'usure de l'outil pré-rodé puis revêtu CrAlN a diminué de presque trois quarts celle de la plaquette standard et de deux tiers celle de l'outil non pré-rodé revêtu CrAlN.

#### **V.4. Conclusion**

Dans ce chapitre, nous nous sommes intéressés à l'usinage de trois types de MDF dans le but de définir l'usinabilité de chaque type de panneau, puis nous avons étudié l'effet de la densité des panneaux et de leurs épaisseurs sur le profil de l'usure en dépouille  $V_b$  ainsi que l'apport de couches minces et de prérodage sur la limitation de l'usure. Les travaux que nous avons réalisés permettent de tirer les conclusions suivantes :

- Les panneaux de MDF sont très abrasifs du fait de la présence de colle et d'additifs, de leur densité plus élevée que celle du bois massif. De plus, ils contiennent des taux de silice plus importants que le bois massif, car ils sont issus de bois de trituration.
- En comparant les trois types de panneaux, le MDF Ignifugé se montre beaucoup plus abrasif que le MDF Standard ou Hydrofuge qui se comportent de façon similaire.
- L'abrasivité sévère du MDF Ignifugé est due à sa composition chimique. En effet, ce type de panneau contient en plus de la colle d'autres sels et additifs afin d'améliorer sa résistance au feu.
- Les outils en WC-Co utilisés lors de l'usinage des trois types de MDF s'usent par abrasion et écaillage. Les grains de WC se fissurent puis se détachent de l'arête provoquant l'usure de celle-ci.
- L'usure abrasive est plus accentuée dans le cas du défonçage de MDF Ignifugé tandis que l'écaillage est plus commun dans le cas du défonçage des panneaux Standards et Hydrofuges.
- La densité des panneaux de MDF n'est pas homogène sur toute leur épaisseur, ce qui entraîne une usure variable, plus élevée sur les bords, où la densité est importante, et faible au milieu, où la densité est moindre. De ce fait, il est très important de représenter l'usure avec les valeurs maximales.
- Le profil de la densité et celui de l'usure se superposent bien pour les trois types de MDF. Cela confirme un effet important de la densité sur l'usure des outils de coupe.
- L'effet de l'épaisseur du panneau sur le profil de la densité n'est pas très clair, les effets des éléments chimiques de traitement des différents MDF masquant ceux de la densité globale.
- L'utilisation de couches minces dures de CrAlN et CrVN améliore peu la résistance à l'usure des outils en WC-Co utilisés en usinage des panneaux de MDF par rapport aux couches binaires CrN et VN. Par ailleurs, la résistance à l'usure diminue quand le pourcentage d'Al ou de V augmente. En effet les meilleures performances ont été obtenues pour les revêtements de faibles pourcentages, 5% d'Al et 2,4% de V, respectivement pour les couches de CrAlN et CrVN.

- Le pré-rodage permet d'améliorer la tenue des revêtements sur l'arête de coupe et son intégrité, et par conséquent augmente la résistance à l'usure des outils. En effet, lors de l'usinage de MDF Ignifugé, après un pré-rodage de 80 m, la vitesse d'usure est presque le tiers de celle d'un outil WC-Co non revêtu et la moitié de celle d'un outil seulement revêtu de CrAlN. De plus, lors de l'usinage de MDF Standard, après un pré-rodage de 130 m, la vitesse d'usure est le quart de celle d'une plaquette WC-Co non revêtue, et le tiers de celle d'une plaquette WC-Co seulement revêtue CrAlN.
- Le pré-rodage des outils de coupe est donc à conseiller et à recommander à tout industriel travaillant en usinage bois.
- L'effet du pré-rodage est visible sur des outils revêtus de CrAlN (5% d'Al) mais beaucoup moins sur ceux revêtus de CrVN (2,4% de V). Cela est probablement dû à une trop faible épaisseur (1  $\mu\text{m}$  au maximum) qui ne permet pas de bien protéger les arêtes de coupe.



## **Conclusions générales et perspectives**

Nous avons étudié l'effet de l'addition d'un troisième élément (Al et V) sur les propriétés physicochimiques, structurales, mécaniques et tribologiques ainsi que sur la résistance à l'usure de couches minces ternaires de CrAlN et CrVN obtenues par pulvérisation dual magnétron RF. Puis nous avons comparé l'usure d'outils de coupe testés lors de l'usinage de trois types de MDF et étudié l'effet de la densité et de l'épaisseur des panneaux sur le profil d'usure des outils.

Dans un premier temps, lors du développement des couches de CrAlN nous avons remarqué que l'addition d'Al améliorait les propriétés physicochimiques des films. En effet, le taux d'azote augmentait avec celui d'Al pour donner des films stœchiométriques et les couches présentaient une structure colonnaire après avoir été amorphes pour des revêtements à faibles pourcentages d'Al. Les analyses physicochimiques et structurales ont montré que les couches de CrAlN sont multiphasées et contiennent des nitrures de Cr et d'Al (CrN et AlN) ce qui explique leurs bonnes propriétés mécaniques (36 GPa de dureté et 520 GPa de module d'Young). Cependant, l'addition d'Al faisait augmenter le coefficient de frottement et diminuait relativement l'adhérence des couches sur les plaquettes en carbure de tungstène.

Concernant les couches de CrVN, nous avons remarqué que l'addition de V permettait d'avoir des revêtements colonnaires sous forme prismatique et l'obtention de multiphases constituées de CrN, VN et CrVN. Son effet sur la cristallisation des couches est plus marqué que celui d'Al, ceci est clairement visible sur les spectres DRX qui donnaient des pics étroits même pour les couches de faibles pourcentages de V. Cependant, son effet sur les propriétés mécaniques et tribologiques des couches reste faible. Cela est probablement dû à la faible épaisseur des couches étudiées. Compte tenu de la rugosité des substrats d'acier et de carbure, les faibles épaisseurs des films de CrVN nous ont fortement gênés lors des mesures de la dureté, du module d'Young ainsi que lors des tests d'adhérence.

Dans un second temps, nous nous sommes intéressés à l'usinage de trois types de MDF où nous avons constaté que ce matériau composite est très abrasif du fait de sa densité relativement élevée et de la présence de colle, d'additifs et de silice. De plus, en comparant les trois types de MDF, nous avons remarqué que le MDF Ignifugé M est beaucoup plus abrasif que le MDF Standard E et l'Hydrofuge H qui présentaient des valeurs d'usure similaires.

### Conclusions générales et perspectives

L'abrasivité du MDF Ignifugé est due à sa composition car il contient des additifs pour améliorer sa résistance au feu. Par ailleurs, les essais d'usinage que nous avons menés ont montré que la densité des panneaux a un effet important sur le profil de l'usure. Plus la densité augmente plus l'usure est importante, contrairement à l'épaisseur dont l'effet sur l'usure n'était pas très clair. Concernant les mécanismes d'usure, nous avons constaté que les plaquettes en carbure de tungstène s'usaient par micro-abrasion et par écaillage. Les grains de WC se fissuraient sous l'effet des efforts de coupe et de vibration puis se détachaient de l'arête de l'outil provoquant l'usure de celui-ci. Par ailleurs, nous étions incapables de vérifier si l'usure se faisait par élimination de la phase métallique de cobalt, par oxydation ou par corrosion à cause de la présence résiduelle de colle sur l'arête usée et qui ne nous a pas permis d'avoir des images MEB de bonne qualité.

Enfin, nous avons remarqué que l'utilisation des couches minces de CrAlN et CrVN améliorerait la résistance à l'usure des outils en carbure de tungstène. Cependant, plus le pourcentage d'Al ou de V augmente plus la résistance à l'usure diminue. Les meilleurs résultats ont été obtenus pour les faibles pourcentages en éléments d'addition (5% d'Al et 2,4% de V) sans pour autant améliorer les performances par rapport aux couches binaires VN ou CrN. La performance des couches minces a été, probablement, altérée par l'acuité trop importante de l'arête de l'outil qui est vive voire déjà émoussée la plupart du temps. De ce fait nous avons effectué des essais de pré-rodage où nous avons modifié de quelques micromètres le rayon de l'arête. En effet, sur une longueur de 400 m, l'usure a été diminuée de trois fois par rapport à celle d'une plaquette standard, et de deux fois par rapport à celle d'une plaquette revêtue CrAlN lors du défonçage de MDF Ignifugé M. L'effet du pré-rodage est d'autant plus significatif lors de l'usinage de panneaux Standard E où l'usure a diminué de presque trois quarts par rapport à celle de la plaquette standard et de deux tiers par rapport à celle de l'outil seulement revêtu de CrAlN sur une longueur de 1000 m. Ces tendances seraient à confirmer sur des longueurs industrielles.

Ce travail de thèse ouvre des perspectives à un certain nombre de problèmes liés à l'usure et l'usinabilité des trois types de MDF, à l'effet de la densité sur le profil de l'usure ou encore à l'amélioration de la résistance à l'usure des outils en carbure de tungstène en utilisant des couches minces dures. Néanmoins, il est évident que beaucoup d'autres pistes doivent être explorées dans l'avenir.

### Conclusions générales et perspectives

En effet, malgré le fait que le système CrVN n'ait pas donné des résultats intéressants, il est probable que l'épaisseur des couches (inférieure à 1  $\mu\text{m}$ ) ait fortement altéré la performance de ce système. De ce fait une meilleure optimisation de ce revêtement avec des épaisseurs supérieures (2 à 3  $\mu\text{m}$ ) est recommandée.

De plus, le pré-rodage de l'arête de coupe a permis d'avoir des résultats plus que prometteurs. Toutefois, par manque de temps, nous n'avons pu tester que trois distances de pré-rodage (20, 80 et 130 m). Il serait souhaitable d'approfondir ce point en réalisant des tests sur d'autres types de MDF et de bois et avec d'autres distances de pré-rodage tout en utilisant des couches de CrAlN, de CrVN ou d'autres revêtements en testant différentes épaisseurs.

Dans cette thèse nous nous sommes intéressés seulement à l'effet de l'addition d'un troisième élément sur l'usure des outils. Cependant, une meilleure optimisation de ces deux systèmes (CrAlN et CrVN) en modifiant les autres paramètres de dépôts (pression de travail, pourcentage d'azote, temps de dépôt...) est susceptible d'apporter des améliorations à leur résistance à l'usure. De plus, ces résultats pourront servir de comparaison avec de futurs travaux (CrMoN, CrZrN, des couches quaternaires, multicouches ou super-réseaux...).

Ainsi, il serait intéressant, voire nécessaire, d'utiliser des outils de modélisation de croissance des couches minces pour pouvoir expliquer certains phénomènes physiques jusque-là non mis en évidence et pouvant justifier le comportement des revêtements qui seront étudiés dans un futur proche.

Tout au long de cette thèse nous avons utilisé deux plaquettes en carbure de tungstène, une qui servait à l'usinage des panneaux et l'autre à l'équilibre de l'outil de coupe, par ailleurs deux araseurs étaient fixés sur l'outil pour avoir une meilleure finition de l'usinage. Cependant nous n'étions pas en mesure d'affirmer la non-participation de ces trois éléments (plaquette d'équilibre et araseurs) lors de l'usinage. De ce fait, il serait intéressant de faire des tests d'usinage avec seulement une plaquette sur le porte-outil afin de se mettre dans les conditions où seule une dent effectue l'usinage et de comparer avec les résultats de mes travaux de thèse.

Par ailleurs, afin de déterminer la composition chimique des trois types de MDF nous avons effectué des analyses EDS sur un échantillon de chaque panneau. Cela n'a pas été concluant

## Conclusions générales et perspectives

car l'analyse globale ainsi que l'analyse ponctuelle ont donné presque le même résultat pour les trois types de MDF. Cependant il aurait été probablement intéressant d'analyser leurs cendres, méthode utilisée pour l'analyse chimique du bois, afin de remonter à leurs compositions réelles et ainsi essayer d'expliquer la différence d'usinabilité de ces différents panneaux.

De plus, le pré-rodage des plaquettes a donné des résultats intéressants, par contre nous étions obligés de les démonter du porte-outil afin de les revêtir de CrAlN ou CrVN avant de reprendre l'usinage d'où le risque de changer leur position initiale et de modifier, par conséquent, les efforts de coupe et les valeurs de  $V_b$ . Il est donc intéressant de réfléchir à un moyen permettant de réaliser le dépôt tout en gardant la plaquette sur son porte-outil.

Dans cette thèse, nous avons essayé de prédire le comportement des revêtements en utilisant des moyens de caractérisation des couches minces tels que : la nano-indentation, la tribométrie ou le scratch-test. Cependant, ces essais restent comparatifs et ne sont pas représentatifs des sollicitations réelles que le revêtement va subir en usinage. Il serait donc nécessaire à l'avenir de développer de nouveaux bancs d'essais permettant d'étudier le comportement de couches minces dédiées à l'usinage tout en les plaçant sous contraintes et sollicitations réelles.

Finalement, les résultats obtenus dans le cadre de cette thèse ont montré que l'utilisation des couches minces améliore significativement la durée de vie des outils de coupe de bois. Une meilleure optimisation des dépôts et des conditions de pré-rodage serait souhaitable afin de faire sauter le verrou technologique qu'est la non commercialisation des revêtements en industrie du bois.



**Références bibliographiques**

- [1] W. Grzesik, Advanced protective coatings for manufacturing and engineering, ISBN 1-56990-339-5, 2003
- [2] J. H. Wingaard, Communication Balzers, [http://www.balzers.fr/docs/Pdf/Metz\\_en.pdf](http://www.balzers.fr/docs/Pdf/Metz_en.pdf)
- [3] H. Y. Lee, J. G. Han, S. H. Baeg, S. H. Yang, Structure and properties of WC–CrAlN superlattice films by cathodic arc ion plating process, *Thin Solid Films* 420-421, 414-420, 2002
- [4] M. Okumiya, M. Griepentrog, Mechanical properties and tribological behavior of TiN-CrAlN and CrN-CrAlN multilayer coatings, *Surface and Coatings Technology* 112 (1-3), 123-128, 1999
- [5] P. Gogolewski, J. Klimke, A. Krell, P. Beer, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> tools towards effective machining of wood-based materials, *Journal of Materials Processing Technology* 209 (5), 2231-2236, 2009
- [6] F. Eblagon, B. Ehrle, T. Graule, J. Kuebler, Development of silicon nitride/silicon carbide composites for wood-cutting tools, *Journal of the European Ceramic Society* 27 (1), 419-428, 2007
- [7] A. Strehler, G. Blugan, B. Ehrle, B. Speisser, T. Graule, J. Kuebler, Influence of sintering and sintering additives on the mechanical and microstructural characteristics of Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>/SiC wood cutting tools, *Journal of the European Ceramic Society* 30 (10), 2109-2115, 2010
- [8] H. A. Stewart, Borided tungsten carbide reduces tool wear during machining of MDF, *Forest Products Journal* 37 (7-8), 35-38, 1987
- [9] H. A. Stewart, Cryogenic treatment of tungsten carbide reduces tool wear when machining medium density fiberboard, *Forest Products Journal* 54 (2), 53-56, 2004
- [10] J. Gisip, R. Gazo, H. A. Stewart, Effects of cryogenic treatment and refrigerated air on tool wear when machining medium density fiberboard, *Journal of Materials Processing Technology* 209 (11), 5117-5122, 2009
- [11] J. Y. Sheikh-Ahmad, T. Morita, Tool coatings for wood machining: Problems and prospects, *Forest Products Journal* 52 (10), 43-51, 2002
- [12] M. G. Faga, L. Settineri, Innovative anti-wear coatings on cutting tools for wood machining, *Surface and Coatings Technology* 201 (6), 3002-3007, 2006

Références bibliographiques

- [13] C. Subramanian, K. N. Strafford, Review of multicomponent and multilayer coatings for tribological applications, *Wear* 165 (1), 85-95, 1993
- [14] L. Chen, S. Q. Wang, Y. Du, J. Li, Microstructure and mechanical properties of gradient Ti(C, N) and TiN/Ti(C, N) multilayer PVD coatings, *Materials Science and Engineering* 478 (1-2), 336-339, 2008
- [15] H. A. Jehn, Multicomponent and multiphase hard coatings for tribological applications, *Surface and Coatings Technology* 1315 (1-3), 433-440, 2000
- [16] J. J. Nainaparampil, J. S. Zabinski, A. Korenyi-Both, Formation and characterization of multiphase film properties of (Ti-Cr)N formed by cathodic arc deposition, *Thin Solid Films* 333 (1-2), 88-94, 1998
- [17] J. Yu, J. Xiong, B. Cheng, S. Liu, Fabrication and characterization of Ag-TiO<sub>2</sub> multiphase nanocomposite thin films with enhanced photocatalytic activity, *Applied Catalysis B: Environmental* 60 (3-4), 211-2213, 2005
- [18] Y. J. Kim, T. J. Byun, J. G. Han, Bilayer period dependence of CrN/CrAlN nanoscale multilayer thin films, *Superlattices and Microstructures* 45 (2), 73-79, 2009
- [19] M. A. Djouadi, P. Beer, R. Marchal, A. Sokolowska, M. Lambertin, W. Precht, C. Nouveau, Antiabrasive coatings: application for wood processing, *Surface and Coatings Technology* (116-119), 508-516, 1999
- [20] M. A. Djouadi, C. Nouveau, P. Beer, M. Lambertin, Cr<sub>x</sub>N<sub>y</sub> hard coatings deposited with PVD method on tools for wood machining, *Surface and Coatings Technology* 133-134, 478-483, 2000
- [21] C. Nouveau, E. Jorand, C. D. Petit, C. Labidi, M.-A. Djouadi, Influence of carbide substrates on tribological properties of chromium and chromium nitride coatings: application to wood machining, *Wear* 258 (1-4), 157-165, 2005
- [22] C. Labidi, R. Collet, C. Nouveau, P. Beer, S. Nicosia, M. A. Djouadi, Surface treatments of tools used in industrial wood machining, *Surface and Coatings Technology* 200 (1-4), 118-122, 2005
- [23] P. Beer, R. Marchal, J. C. Butaud, A. Sokolowska, M. Lambertin, S. Miklaszewski, Analysis of the rotary peeling of beech wood using tools covered with anti-abrasive coatings, *Proceedings of the 13<sup>th</sup> International Seminar on Wood Machining*, Vancouver, Canada, 699-707, 1997

Références bibliographiques

- [24] P. Beer, M. A. Djouadi, R. Marchal, A. Sokolowska, M. Lambertin, S. Miklaszewski, Influence of knife-surfaces modification with hard coatings on the peeling wood process, *Journal of Materials Processing Technology* 92-93, 264-268, 1999
- [25] P. Beer, M. A. Djouadi, R. Marchal, A. Sokolowska, M. Lambertin, A. Czyzniewski, W. Precht, Anti-abrasive coatings in a new application-wood rotary peeling process, *Vacuum* 53 (1-2), 363-366, 1999
- [26] A. Chala, L. Chekour, C. Nouveau, C. Saied, M. S. Aida, M.A. Djouadi, Study of the duplex treatment on 32CrMoV13 low alloy steel: Application in wood machining, *Surface and Coatings Technology* 200 (1-4), 512-516, 2005
- [27] E. Lugscheider, O. Knotek, C. Barimani, H. Zimmermann, Arc PVD-coated cutting tools for modern machining applications, *Surface and Coatings Technology* 94-95, 641-646, 1997
- [28] D. V. Shtansky, Ph. V. Kiryukhantsev-Korneev, I. A. Bashkova, A. N. Sheveiko, E. A. Levashov, Multicomponent nanostructured films for various tribological applications, *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials* 28 (1), 32-39, 2010
- [29] Y-Y. Chang, C-Y. Hsiao, High temperature oxidation resistance of multicomponent Cr-Ti-Al-Si-N coatings, *Surface and Coatings Technology* 204 (6-7), 992-996, 2009
- [30] V. Fox, A. Jones, N. M. Renevier, D. G. Teer, Hard lubricating coatings for cutting and forming tools and mechanical components, *Surface and Coatings Technology* 125 (1-3), 347-353, 2000
- [31] N. M. Renevier, N. Lobiondo, V. C. Fox, D. G. Teer, J. Hampshire, Performance of MoS<sub>2</sub>/metal composite coatings used for dry machining and other industrial applications, *Surface and Coatings Technology* 123 (1), 84-91, 2000
- [32] S. Gangopadhyay, R. Acharya, A. K. Chattopadhyay, S. Paul, Effect of substrate bias voltage on structural and mechanical properties of pulsed DC magnetron sputtered TiN–MoS<sub>x</sub> composite coatings, *Vacuum* 84 (6), 843-850, 2010
- [33] A. Savan, E. Pflüger, R. Goller, W. Gissler, Use of nanoscaled multilayer and compound films to realize a soft lubrication phase within a hard, wear resistance matrix, *Surface and Coatings Technology* 126 (2-3), 159-165, 2000
- [34] R. Gilmore, M. A. Baker, P. N. Gibson, W. Gissler, Preparation and characterization of low-friction TiB<sub>2</sub>-based coatings by incorporation of C or MoS<sub>2</sub>, *Surface and Coatings Technology* 105 (1-2), 45-50, 1998
- [35] A. A. Voevodin, J. M. Schneider, C. Rebholz, A. Matthews, Multilayer composite ceramic-metal-DLC coatings for sliding wear applications, *Tribology International* 29 (7), 559-570, 1996

Références bibliographiques

- [36] A. A. Voevodin, J. S. Zabinski, Superhard, functionally gradient, nanolayered and nanocomposite diamond-like carbon coatings for wear protection, *Diamond and Related Materials* 7 (2-5), 463-467, 1998
- [37] K. C. Chang, Y. C. Hsiao, C. C. Chang, F. B. Wu, Microstructure Evolution and Surface Characteristics of NiP and CrN Composite Coatings under Phosphate Glasses Molding Process, *Surface and Coatings Technology* 205 (5), 1225-1228, 2010
- [38] C. P. Mulligan, T. A. Blanchet, D. Gall, Control of lubricant transport by a CrN diffusion barrier layer during high-temperature sliding of a CrN–Ag composite coating, *Surface and Coatings Technology* 205 (5), 1350-1355, 2010
- [39] K. Polychronopoulou, M. A. Baker, C. Rebholz, J. Neidhardt, M. O'Sullivan, A. E. Reiter, K. Kanakis, A. Leyland, A. Matthews, C. Mitterer, The nanostructure, wear and corrosion performance of arc-evaporated CrB<sub>x</sub>N<sub>y</sub> nanocomposite coatings, *Surface and Coatings Technology* 204, 246–255, 2009
- [40] C. Kim, M. C. Kang, J. S. Kim, K. H. Kim, B. S. Shin, T. J. Je, Mechanical properties and cutting performance of nanocomposite Cr-Si-N coated tool for green machining, *Current Applied Physics* 9 (1 SUPPL.), S145-S148, 2009
- [41] W. Chen, W. Gao, Y. He, A novel electroless plating of Ni–P–TiO<sub>2</sub> nano-composite coatings, *Surface and Coatings Technology* 204 (15), 2493-2498, 2010
- [42] H. Holleck et V. Schier, Multilayer PVD coatings for wear protection, *Surface and Coatings Technology* 76-77 (1-3), 328-336, 1995.
- [43] H. G. Prengel, P. C. Jindal, K. H. Wendt, A. T. Santhanam, P. L. Hegde, R. M. Penich, A new class of high performance PVD coatings for carbide cutting tools, *Surface and Coatings Technology* 139 (1), 25-34, 2001
- [44] H. G. Prengel, A. T. Santhanam, R. M. Penich, P. C. Jindal, K. H. Wendt, Advanced PVD-TiAlN coatings on carbide and cermet cutting tools, *Surface and Coatings Technology* 94-95, 597-602, 1997
- [45] S. K. Tien, C. H. Lin, Y. Z. Tsai, J. G. Duh, Oxidation behavior, microstructure evolution and thermal stability in nanostructured CrN/AlN multilayer hard coatings, *Journal of Alloys and Compounds* 489 (1), 237-241, 2010
- [46] B. Warcholinski, A. Gilewicz, Z. Kuklinski, P. Myslinski, Hard CrCN/CrN multilayer coatings for tribological applications, *Surface and Coatings Technology* 204 (14), 2289-2293, 2010
- [47] M. Panjan, T. Peterman, M. Čekada, P. Panjan, Simulation of a multilayer structure in coatings prepared by magnetron sputtering, *Surface and Coatings Technology* 204 (6-7), 850-853, 2009
- [48] E. Celik, I. Birlik, Y. Karakas, Synthesis of NiCrAl/MgO–ZrO<sub>2</sub> cermet powders by chemical method for functionally graded coatings, *Journal of Materials Processing Technology* 209 (2), 695-699, 2009

Références bibliographiques

- [49] D. Y. Wang, Y. W. Li, W. Y. Ho, Deposition of high quality (Ti,Al)N hard coatings by vacuum arc evaporation process, *Surface and Coatings Technology* 114 (2-3), 109-113, 1999
- [50] Z. H. Jin, Y. Z. Feng, Thermal fracture resistance of a functionally graded coating with periodic edge cracks, *Surface and Coatings Technology* 202 (17), 4189-4197, 2008
- [51] B.A. Movchan, K.Yu. Yakovchuk, Graded thermal barrier coatings, deposited by EB-PVD, *Surface and Coatings Technology* 188-189, 85-92, 2004
- [52] Guide d'utilisation MDF, publication Euro MDF Board (EMB) et CTBA, ISBN 2-85684-016-7, 1995
- [53] X. Philip Ye, J. Julson, M. Kuo, A. Womac, D. Myers, Properties of medium density fiberboards made from renewable biomass, *Bioresource Technology* 98 (5), 1077-1084, 2007
- [54] C. M. C. Pereira, , C. Blanchard, L. M. H. Carvalho, C. A. V. Costa, High frequency heating of medium density fiberboard (MDF): theory and experiment, *Chemical Engineering Science* 59 (4),735-745, 2004
- [55] D. Ustaomer, M. Usta, S. Hiziroglu, Effect of boron treatment on surface characteristics of medium density fiberboard (MDF), *Journal of Materials Processing Technology* 199 (1), 440-444, 2008
- [56] S. Halvarsson, H. Edlund, M. Norgren, Properties of medium-density fiberboard (MDF) based on wheat straw and melamine modified urea formaldehyde (UMF) resin, *Industrial Crops and Products* 28 (1), 37-46, 2008
- [57] S. Hiziroglu, S. Suzuki, Evaluation of surface roughness of commercially manufactured particleboard and medium density fiberboard in Japan, *Journal of Materials Processing Technology* 184 (1-3), 436-440, 2007
- [58] M. Akgül, O. Çamlıbel, Manufacture of medium density fiberboard (MDF) panels from rhododendron (*R. ponticum L.*) biomass, *Building and Environment* 43 (4), 438-443, 2008
- [59] X. Li, Y. Li, Z. Zhong, D. Wang, J. A. Ratto, K. Sheng, X. S. Sun, Mechanical and water soaking properties of medium density fiberboard with wood fiber and soybean protein adhesive, *Bioresource Technology* 100 (14), 3556-3562, 2009
- [60] V. N. Gaitonde, S. R. Karnik, J. Paulo Davim, Taguchi multiple-performance characteristics optimization in drilling of medium density fiberboard (MDF) to minimize delamination using utility concept, *Journal of Materials Processing Technology* 196 (1-3), 73-78, 2008
- [61] R. Hashim, L. S. How, R. N. Kumar, O. Sulaiman, Some of the properties of flame retardant medium density fiberboard made from rubber wood and recycled containers containing aluminum trihydroxide, *Bioresource Technology* 96 (16), 1826-1831, 2005

### Références bibliographiques

- [62] Fiche technique Isoroy Saint-Dizier SA / Normalisation, Informations sécurité MEDIUM SECURITE M1, 14/12/2006, MEDUM1SD, Norme NF EN 622-5 / août 1997
- [63] J. Juan, Travail mécanique du bois, Techniques de l'ingénieur, BM 7405, 6-9, Eds, France Paris 1985
- [64] V. A. Pugsley, H. G. Sockel, Corrosion fatigue of cemented carbide cutting tool materials, *Materials Science and Engineering A* 366 (1), 87-95, 2004
- [65] H. Sein, W. Ahmed, M. Jackson, R. Woodward, R. Polini, Performance and characterization of CVD diamond coated, sintered diamond and WC-Co cutting tools for dental and micromachining applications, *Thin Solid Films* 447-448, 455-461, 2004
- [66] A. Kusiak, J. L. Battaglia, R. Marchal, Influence of CrN coating in wood machining from heat flux estimation in the tool, *International Journal of Thermal Sciences* 44 (3), 289-301, 2005
- [67] A. Zerizer, Thèse de doctorat n°335-1991, Université Nancy I, Contribution à l'étude de l'usinabilité du MDF (Medium Density Fiberboard), 1991
- [68] J. Y. Sheikh-Ahmad, J.A. Bailey, The wear characteristics of some cemented tungsten carbides in machining particleboard, *Wear* 225-229 (1), 256-266, 1999
- [69] J. Y. Sheikh-Ahmad, J. A. Bailey, On the wear of cemented carbide tools in the continuous and interrupted cutting of particleboard, *Proceedings of the 14<sup>th</sup> International Seminar on Wood Machining*, Epinal, Nancy, Cluny, FRANCE, 211-221, 1999
- [70] J. Y. Sheikh-Ahmad, J. S. Stewart, H. Feld, Failure characteristics of diamond-coated carbides in machining wood-based composites, *Wear* 255 (7-12), 1433-1437, 2003
- [71] W. Darmawan, C. Tanaka, H. Usuki, T. Ohtani, Performance of coated carbide tools when grooving wood-based materials: effect of work materials and coating materials on the wear resistance of coated carbide tools, *Journal of Wood Science* 47 (2), 94-101, 2001
- [72] H. A. Stewart, A comparison of tool materials, coatings, and treatments related to tool wear during wood machining, *Forest Products Journal* 41 (9), 61-64, 1991
- [73] A. S. Reid, H. A. Stewart, R. A. Rapp, High-temperature reactions of tungsten carbide-cobalt tool material with MDF, *Forest Product Journal*, 41 (11-12), 1991
- [74] S. N. Basu, V. K. Sarin, Oxidation behavior of WC-Co, *Materials Science and Engineering A* 209 (1-2), 206-212, 1996
- [75] H. A. Stewart, S. Srinivasan, A. K. Stiffler, D. B. Miller, Electrical discharge when machining MDF and tool wear, *Tribology International* 27 (5), 343-348, 1994

Références bibliographiques

- [76] J. A. Bailey, A. M. Bayoumi, J. S. Stewart, Wear of some cemented tungsten carbide tools in machining oak, *Wear* 85 (1), 69-79, 1983
- [77] M. Gauvent, E. Rocca, P. J. Meausoone, P. Brenot, Corrosion of materials used as cutting tools of wood, *Wear* 261 (9), 1051-1055, 2006
- [78] J. Y. Sheikh-Ahmad, High-temperature wear of cemented tungsten carbide tools while machining particleboard and fiberboard, *Journal of Wood Science* 45 (6), 445-455, 1999
- [79] A. M. E. Bayoumi, J. A. Bailey, The role of tool composition and tool geometry in controlling the surface finish in machining wood, *Wear* 103 (4), 311-320, 1985
- [80] K. G. Budinski, Cemented carbide and cermets tooling for film perforating, *Wear* 250-251 (PART 1), 376-383, 2001
- [81] B. Mills, Recent developments in cuttings tool materials, *Journal of Materials Processing Technology* 56 (1-4), 16-23, 1996
- [82] V. A. Pugsley, G. Korn, S. Luyckx, H. G. Sockel, W. Heinrich, M. Wolf, H. Feld, R. Schulte, The influence of a corrosive wood-cutting environment on the mechanical properties of hard metal tools, *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials* 19 (4-6), 311-318, 2001
- [83] H. Saito, A. Iwabuchi, T. Shimizu, Effects of Co content and WC grain size on wear of WC cemented carbide, *Wear* 261 (2), 126-132, 2006
- [84] J. Pirso, S. Letunovič, M. Viljus, Friction and wear behavior of cemented carbides, *Wear* 257 (3-4), 257-265, 2004
- [85] L. J. Prakash, Application of fine grained tungsten carbide based cemented carbides, *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials* 13 (5), 257-264, 1995
- [86] S. Miklaszewski, M. Zurek, P. Beer, A. Sokolowska, Micromechanism of polycrystalline cemented diamond tool wear during milling of wood-based materials, *Diamond and Related Materials* 9 (3-6), 1125-1128, 2000
- [87] P. Philbin, S. Gordon, Characterization of the wear behavior of polycrystalline diamond (PCD) tools when machining wood-based composites, *Journal of Materials Processing Technology* 162-163 (SPEC. ISS.), 665-672, 2005
- [88] Q. Bai, Y. Yao, S. Chen, Research and development of polycrystalline diamond woodworking tools, *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials* 20 (5-6), 395-400, 2002
- [89] P. Beer, J. Rudnicki, L. Ciupinski, M. A. Djouadi, C. Nouveau, Modification by composite coatings of knives made of low alloy steel for wood machining purposes, *Surface and Coatings Technology* 174-175, 434-439, 2003

Références bibliographiques

- [90] J. Rudnicki, P. Beer, A. Sokołowska, R. Marchal, Low-temperature ion nitriding used for improving the durability of the steel knives in the wood rotary peeling, *Surface and Coatings Technology* 107 (1), 20-23, 1998
- [91] S. Miklaszewski, P. Beer, M. Zbiec, B. G. Wendler, S. Mitura, A. Michalski, Resistance to wear of the surface-modified milling tools during the milling process of wood-based materials, *Proceedings of the 14<sup>th</sup> International Seminar on Wood Machining*, Epinal, Nancy, Cluny, FRANCE, 463-468, 1999
- [92] D. Pinheiro, M. T. Vieira, M. A. Djouadi, Advantages of depositing multilayer coatings for cutting wood-based products, *Surface and Coatings Technology* 203 (20-21), 3197-3205, 2009
- [93] W. Darmawan, C. Tanaka, H. Usuki, T. Ohtani, Performance of coated carbide tools in turning wood-based materials II: Effect of cutting speeds and coating materials on the wear characteristics of coated carbide tools in turning wood-chip cement board, *Journal of Wood Science* 47 (5), 342-349, 2001
- [94] I. Fuchs, Ch. Raatz, Study of wear behavior of specially coated (CVD, PACVD) cemented carbide tools while milling of wood-based material, *Proceedings of the 13<sup>th</sup> International Seminar on Wood Machining*, Vancouver, Canada, 709-720, 1997
- [95] D. Pinheiro, M. T. Vieira, J. P. Dias, M. A. Djouadi, C. Nouveau, Wear delamination of mono and multilayer coatings during the cutting of wood-based products, *Proceedings of the 16<sup>th</sup> International Seminar on Wood Machining*, Matsue, Japan, 82-91, 2003
- [96] C. Nouveau, C. Labidi, R. Collet, Y. Benlatreche, M.-A. Djouadi, Effect of surface finishing such as sand-blasting and CrAlN hard coatings on the cutting edge's peeling tools' wear resistance, *Wear* 267 (5-8), 1062-1067, 2009
- [97] Y. Benlatreche, C. Nouveau, R. Marchal, J.-P. Ferreira Martins, H. Aknouche, Applications of CrAlN ternary system in wood machining of medium density fiberboard (MDF), *Wear* 267 (5-8), 1056-1061, 2009
- [98] C. Nouveau, C. Labidi, J. P. Ferreira Martin, R. Collet, A. Djouadi, Application of CrAlN coatings on carbide substrates in routing of MDF, *Wear* 263 (7-12), 1291-1299, 2007
- [99] C. Nouveau, Thèse de Doctorat n°21-2001, Arts et Métiers ParisTech de Cluny, Etude de revêtements durs ( $Cr_xN_y$ ) obtenus par méthodes PVD : Réalisation et caractérisation. Applications à l'usinage du bois, 2001
- [100] C. Labidi, Thèse de Doctorat n°58-2006, Arts et Métiers ParisTech de Cluny, Amélioration de la durée de service d'outils d'usinage du bois par traitements de surface et préparation de l'arête de coupe, 2006
- [101] J. R. Roos, J. P. Celis, E. Vancoille, H. Veltrop, S. Boelens, F. Jungblut, J. Ebberink, H. Homberg, Interrelationship between processing, coating properties and functional

Références bibliographiques

- properties of steered arc physically vapor deposited (Ti,Al)N and (Ti,Nb)N coatings, *Thin Solid Films* 193-194 (1), 547-556, 1990
- [102] Y. Setsuhara, T. Suzuki, Y. Makino, S. Miyake, T. Sakata, H. Mori, Synthesis of (Ti, Al)N films by ion beam assisted deposition, *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms* 106 (1-4), 120-125, 1995
- [103] <http://www.springermaterials.com>
- [104] A. E. Reiter, V. H. Derflinger, B. Hanselmann, T. Bachmann, B. Sartory, Investigation of the properties of  $Al_{1-x}Cr_xN$  coatings prepared by cathodic arc evaporation, *Surface and Coatings Technology* 200 (7), 2114-2122, 2005
- [105] A. Kimura, M. Kawate, H. Hasegawa, T. Suzuki, Anisotropic lattice expansion and shrinkage of hexagonal TiAlN and CrAlN films, *Surface and Coatings Technology* 169-170, 367-370, 2003
- [106] X-Z. Ding, X.T. Zeng, Structural, mechanical and tribological properties of CrAlN coatings deposited by reactive unbalanced magnetron sputtering, *Surface and Coatings Technology* 200 (5-6), 1372-1376, 2005
- [107] J. Romero, M.A. Gómez, J. Esteve, F. Montalà, L. Carreras, M. Grifol, A. Lousa, CrAlN coatings deposited by cathodic arc evaporation at different substrate bias, *Thin Solid Films* 515 (1), 113-117, 2006
- [108] M. Uchida, N. Nihira, A. Mitsuo, K. Toyoda, K. Kubota, T. Aizawa, Friction and wear properties of CrAlN and CrVN films deposited by cathodic arc ion plating method, *Surface and Coatings Technology* 177-178, 627-630, 2004
- [109] M. Kawate, A. Kimura, T. Suzuki, Microhardness and lattice parameter of CrAlN films, *Journal of Vacuum Science and Technology* 20 (2), 569-571, 2002
- [110] B. C. Schramm, H. Scheerer, H. Hoche, E. Broszeit, E. Abele, C. Berger, Tribological properties and dry machining characteristics of PVD-coated carbide inserts, *Surface and Coatings Technology* 188-189 (1-3), 623-629, 2004
- [111] W. Kalss, A. Reiter, V. Derflinger, C. Gey, J. L. Endrino, Modern coatings in high performance cutting applications, *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials* 24 (5), 399-404, 2006
- [112] J. Lin, B. Mishra, J. J. Moore, W. D. Sproul, Microstructure, mechanical and tribological properties of  $Cr_{1-x}Al_xN$  films deposited by pulsed-closed field unbalanced magnetron sputtering (P-CFUBMS), *Surface and Coatings Technology* 201 (7), 4329-4334, 2006

Références bibliographiques

- [113] M. Brizuela, A. Garcia-Luis, I. Braceras, J. I. Oñate, J. C. Sánchez-López, D. Martínez-Martínez, C. López-Cartes, A. Fernández, Magnetron sputtering of Cr(Al)N coatings: Mechanical and tribological study, *Surface and Coatings Technology* 200 (1-4), 192-197, 2005
- [114] S. R. Pulugurtha, D. G. Bhat, A study of AC reactive magnetron sputtering technique for the deposition of compositionally graded coating in the Cr-Al-N system, *Surface and Coatings Technology* 201 (7), 4411-4418, 2006
- [115] K. Kutschej, B. Rashkova, J. Shen, D. Edwards, C. Mitterer, G. Dehm, Experimental studies on epitaxially grown TiN and VN films, *Thin Solid Films* 516 (2-4), 369-373, 2007
- [116] U. Wiklund, B. Casas, N. Stavlid, Evaporated vanadium nitride as a friction material in dry sliding against stainless steel, *Wear* 261 (1-20), 2-8, 2006
- [117] C. P. Constable, J. Yarwood, P. Hovsepian, L. A. Donohue, D. B. Lewis, W-D. Munz, Structural determination of wear debris generated from sliding wear tests on ceramic coatings using Raman microscopy, *Journal of Vacuum Science and Technology A: Vacuum, Surfaces and Films* 18 (4), 1681-1689, 2000
- [118] J. H. Ouyang, S. Sasaki, Tribo-oxidation of cathodic arc ion-plated (V,Ti)N coatings sliding against a steel ball under both unlubricated and boundary-lubricated conditions, *Surface and Coatings Technology* 187 (2-3), 343-357, 2004
- [119] J. H. Ouyang, S. Sasaki, The friction and wear characteristics of cathodic arc ion-plated (V, Ti)N coatings in sliding against alumina ball, *Wear* 257 (7-8), 708-720, 2004
- [120] B. A. Latella, B. K. Gan, K. E. Davies, D. R. McKenzie, D. G. McCulloch, Titanium nitride/vanadium nitride alloy coatings: mechanical properties and adhesion characteristics, *Surface and Coatings Technology* 200 (11), 3605-3611, 2006
- [121] K-W. Weng, T-N. Lin, D-Y. Wang, Tribological property enhancement of CrN films by metal vapor vacuum arc implantation of Vanadium and Carbon ions, *Thin Solid Films* 516 (6), 1012-1019, 2008
- [122] C. Manasterski, *La pulvérisation cathodique industrielle*, ISBN 2-88074-624-8, 2005
- [123] W. Kern, D. A. Puo-Tinen, Cleaning solution based on hydrogen for use in silicon semiconductor technology, *R.C.A. Review* 31 (2), 187-206, 1970
- [124] F. Maurice, L. Meny, R. Tixier, *Microanalyse et Microscopie Electronique à Balayage*, Les Éditions de Physique d'Orsay-Paris, ISBN 2-902731-03-5, 1978
- [125] R. O. E. Vinjgen, J. H. Dautzenberg, Mechanical measurement of the residual stress in thin PVD films, *Thin Solid Films* 270 (1-2), 264-269, 1995
- [126] M. A. Djouadi, Thèse de Doctorat n°2369-1993, Effets collisionnels et thermiques sur

Références bibliographiques

- la contrainte interne et la structure de Bore déposé sous assistance ionique, Université Paris-Sud Centre d'Orsay, 1993
- [127] A. Bosseboeuf, Thèse de Doctorat n°2223-1989, Caractérisation de nitrures diélectriques déposés par pulvérisation ionique réactive : Applications en microélectronique, Université Paris-Sud Centre d'Orsay, 1989
- [128] H. Windischmann, An intrinsic stress scaling law for polycrystalline thin films prepared by ion beam sputtering, *Journal of Applied Physics* 62 (5), 1800-1807, 1987
- [129] C. A. Davis, A simple model for the formation of compressive stress in thin films by ion bombardment, *Thin Solid Films* 226 (1), 30-34, 1993
- [130] G. G. Stoney, *Proc. R. Soc. (London)* A82, 172, 1909
- [131] W. C. Olivier, G. M. Pharr, Improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments, *Journal of Materials Research* 7(6), 1564-1580, 1992
- [132] J-P. Costes, Thèse de Doctorat n°30040-2001, Université Toulouse III, Approche de l'usinage à grande vitesse du bois : application au défonçage, 2001
- [133] J. Y. Sheikh-Ahmad, W. M. McKenzie, Measurement of Tool Wear and Dulling in the Machining of Particleboard, *Proceedings of the 13<sup>th</sup> International Wood Machining Seminar, Vancouver-Canada*, 659-670, 1997
- [134] C. Gottloeber, R-J. Fischer, R. Fischer, Determination of wear on cutting edges, *Proceedings of the 15<sup>th</sup> International Wood Machining Seminar, Los Angeles, USA*, 121-129, 2001
- [135] H. C. Barshilia, N. Selvakumar, B. Deepthi, K.S. Rajam, A comparative study of reactive direct current magnetron sputtered CrAlN and CrN coatings, *Surface and Coatings Technology* 201 (6), 2193-2201, 2006
- [136] L. Wang, G. Zhang, R. J. K. Wood, S. C. Wang, Q. Xue, Fabrication of CrAlN nanocomposite films with high hardness and excellent anti-wear performance for gear application, *Surface and Coatings Technology* 204 (21-22), 3517-3524, 2010
- [137] J. Lin, J. J. Moore, W. C. Moerbe, M. Pinkas, B. Mishra, G. L. Doll, W. D. Sproul, Structure and properties of selected (CrAlN, TiCC, CrBN) nanostructured tribological coatings, *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials* 28 (1), 2-14, 2010
- [138] G. S. Kim, S. Y. Lee, Microstructure and mechanical properties of AlCrN films deposited by CFUBMS, *Surface and Coatings Technology* 201 (7), 4361-4366, 2006

Références bibliographiques

- [139] S. Ulrich, H. Holleck, J. Ye, H. Leiste, R. Loos, M. Stüber, P. Pesch, S. Sattel, Influence of low energy ion implantation on mechanical properties of magnetron sputtered metastable (Cr,Al)N thin films, *Thin Solid Films* 437 (1-2), 164-169, 2003
- [140] X.-Z. Ding, X.T. Zeng, Y.C. Liu, F.Z. Fang, G.C. Lim, Cr<sub>1-x</sub>Al<sub>x</sub>N coatings deposited by lateral rotating cathode arc for high speed machining applications, *Thin Solid Films* 516 (8), 1710-1715, 2008
- [141] C. Nouveau, C. Labidi, J.-P. Ferreira Martins, R. Collet, M.A. Djouadi, Application of CrAlN coatings on carbide substrates in routing of MDF, *Wear* 263 (7-12), 1291-1299, 2007
- [142] J. Lin, J. J. Moore, B. Mishra, M. Pinkas, W. D. Sproul, J. A. Rees, Effect of asynchronous pulsing parameters on the structure and properties of CrAlN films deposited by pulsed closed field unbalanced magnetron sputtering (P-CFUBMS), *Surface and Coatings Technology* 202 (8), 1418-1436, 2008
- [143] K. Bobzin, E. Lugscheider, R. Nickel, N. Bagcivan, A. Krämer, Wear behavior of Cr<sub>1-x</sub>Al<sub>x</sub>N PVD-coatings in dry running conditions, *Wear* 263 (7-12), 1274-1280, 2007
- [144] T. Li, M. Li, Y. Zhou, Phase segregation and its effect on the adhesion of Cr–Al–N coatings on K38G alloy prepared by magnetron sputtering method, *Surface and Coatings Technology* 201 (18), 7692-7698, 2007
- [145] J. J. Bessot, Dépôt par pulvérisation cathodique, *Techniques de l'ingénieur*, M 1657, 1-24, 1985
- [146] A. Conde, A. B. Cristóbal, G. Fuentes, T. Tate, J. de Damborenea, Surface analysis of electrochemically stripped CrN coatings, *Surface and Coatings Technology* 201(6), 3588-3595, 2006
- [147] J. H. Chang, M. N. Jung, J. S. Park, S. H. Park, I. H. Im, H. J. Lee, J. S. Ha, K. Fujii, T. Hanada, T. Yao, Y. Murakami, N. Ohtsu, G. S. Kil, X-ray photoelectron spectroscopy study on the CrN surface grown on sapphire substrate to control the polarity of ZnO by plasma-assisted molecular beam epitaxy, *Applied Surface Science* 255 (20), 8582-8586, 2009
- [148] A. Vyas, Y. G. Shen, Z. F. Zhou, K. Y. Li, Nano-structured CrN/CN<sub>x</sub> multilayer films deposited by magnetron sputtering, *Composites Science and Technology* 68 (14), 2922-2929, 2008
- [149] B. Kościelska, A. Winiarski, W. Jurga, Structure and superconductivity of VN–SiO<sub>2</sub> films obtained by thermal nitridation of sol–gel derived coatings], *Journal of Non-Crystalline Solids* 356 (37-40), 1998-2000, 2010

Références bibliographiques

- [150] Z. Yang, P. Cai, L. Chen, Y. Gu, L. Shi, A. Zhao, Y. Qian, A facile route to VN and V<sub>2</sub>O<sub>3</sub> nanocrystals from single precursor NH<sub>4</sub>VO<sub>3</sub>, *Journal of Alloys and Compounds* 420 (1-2), 229-232, 2006
- [151] A. Glaser, S. Surnev, F. P. Netzer, N. Fateh, G. A. Fontalvo, C. Mitterer, Oxidation of vanadium nitride and titanium nitride coatings, *Surface Science* 601 (4), 1153-1159, 2007
- [152] Z. Zhao, Y. Liu, H. Cao, J. Ye, S. Gao, M. Tu, Synthesis of VN nanopowders by thermal nitridation of the precursor and their characterization, *Journal of Alloys and Compounds* 464 (1-2), 75-80, 2008
- [153] Z. Zhou, W. M. Rainforth, Q. Luo, P. Eh. Hovsepian, J. J. Ojeda, M. E. Romero-Gonzalez, Wear and friction of TiAlN/VN coatings against Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> in air at room and elevated temperatures, *Acta Materialia* 58 (8), 2912-2925, 2010
- [154] R. Wuhler, W. Y. Yeung, A comparative study of magnetron co-sputtered nanocrystalline titanium aluminium and chromium aluminium nitride coatings, *Scripta Materialia* 50 (12), 1461-1466, 2004
- [155] P. Chivavibul, M. Watanabe, S. Kuroda, M. Komatsu, Evaluation of HVOF-sprayed WC-Co coatings for wood machining, *Surface and Coatings Technology* 202, 5127-5135, 2008
- [156] R. M. M. Riofano, L. C. Casteletti, L. C. F. Canale, G. E. Totten, Improved wear resistance of P/M tool steel alloy with different vanadium contents after ion nitriding, *Wear* 265, 57-64, 2008



## 1. Profils de la densité et de $V_b$

### 1.1. Profils de densité des MDF Hydrofuge H et Ignifugé M

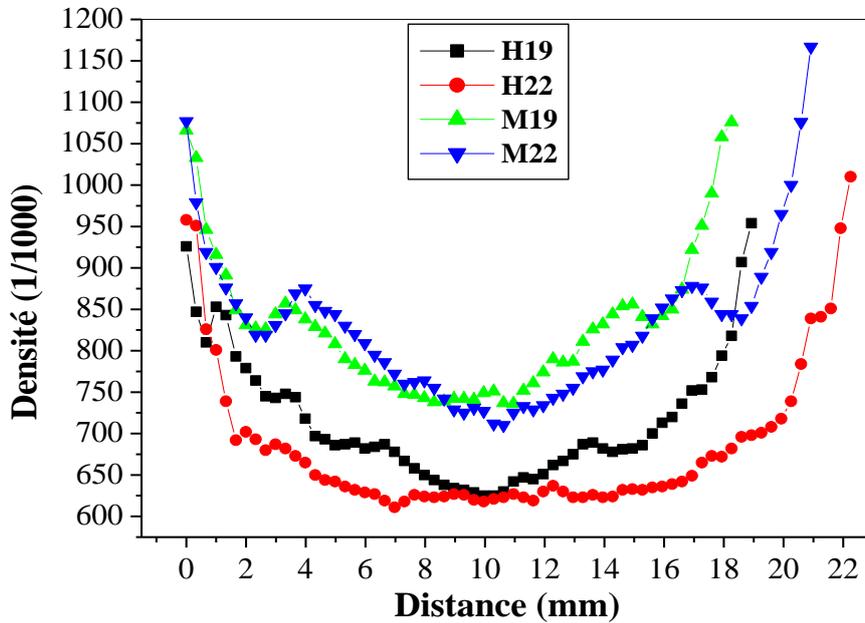


Figure.1. Comparaison entre les profils de densité des panneaux de MDF Hydrofuge (H19 et H22) et Ignifugé (M19 et M22).

### 1.2. Profils de $V_b$ du MDF Standard E

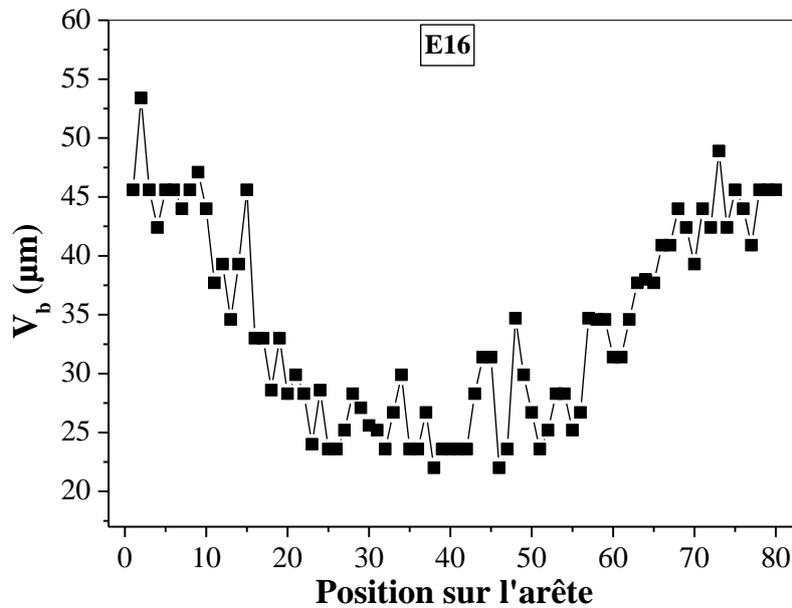


Figure.2. Variation de l'usure en dépouille  $V_b$  le long de l'arête d'une plaquette WC-Co après 1000 m d'usinage de MDF Standard E d'une épaisseur de 16 mm.

*Annexe 1. Résultats exhaustifs*

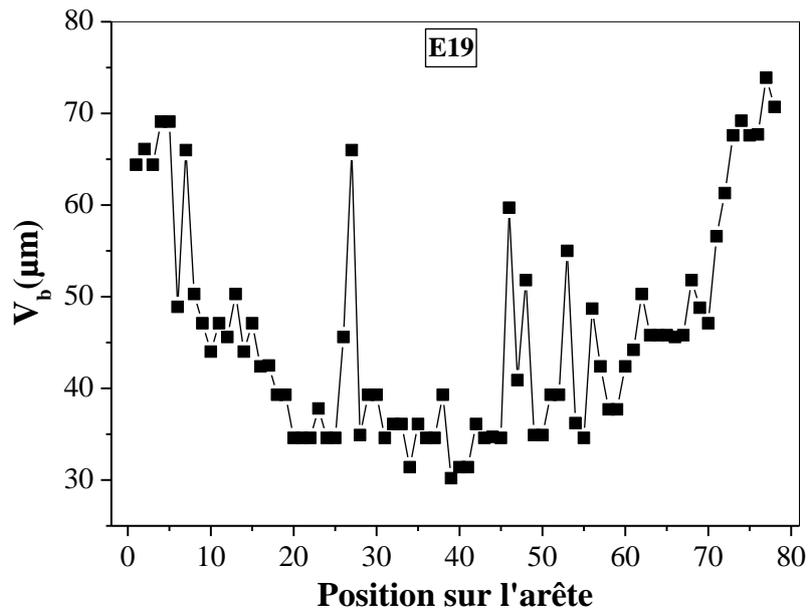


Figure.3. Variation de l'usure en dépouille  $V_b$  le long de l'arête d'une plaquette WC-Co après 1000 m d'usinage de MDF Standard E d'une épaisseur de 19 mm.

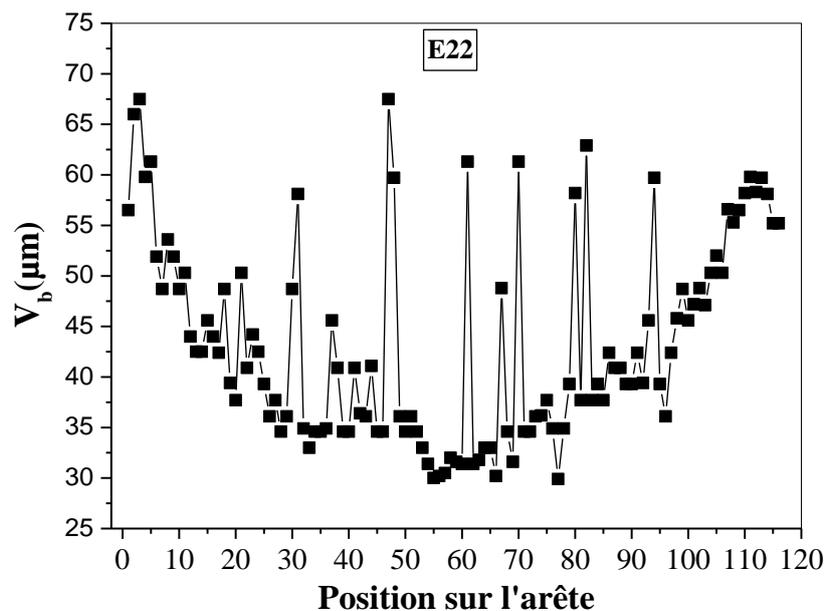


Figure.4. Variation de l'usure en dépouille  $V_b$  le long de l'arête d'une plaquette WC-Co après 1000 m d'usinage de MDF Standard E d'une épaisseur de 22 mm.

Les mesures de densité n'ont pas été effectuées pour le MDF Standard E et ne sont donc pas présentées dans cette thèse.

### 1.3. Profils de densité et de $V_b$ du MDF Hydrofuge H

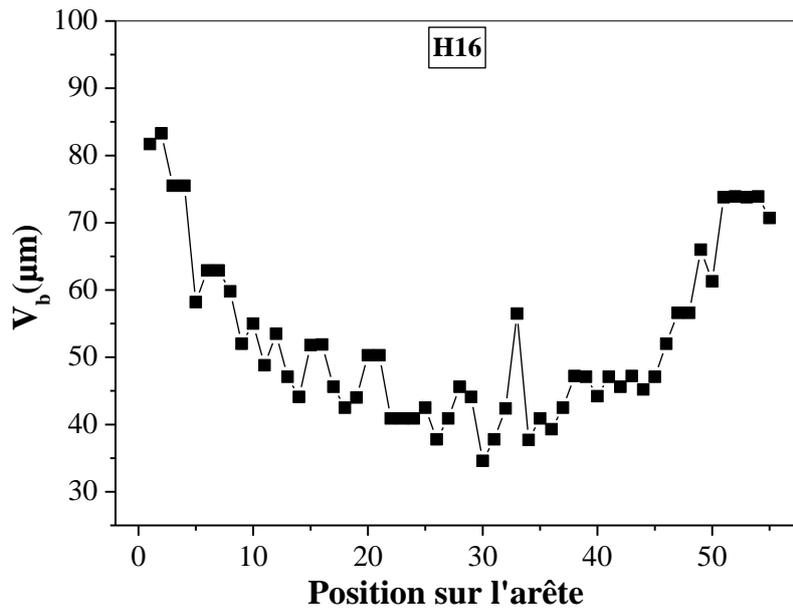


Figure.5. Variation de l'usure en dépouille  $V_b$  le long de l'arête d'une plaquette WC-Co après 1000 m d'usinage de MDF Hydrofuge H d'une épaisseur de 16 mm.

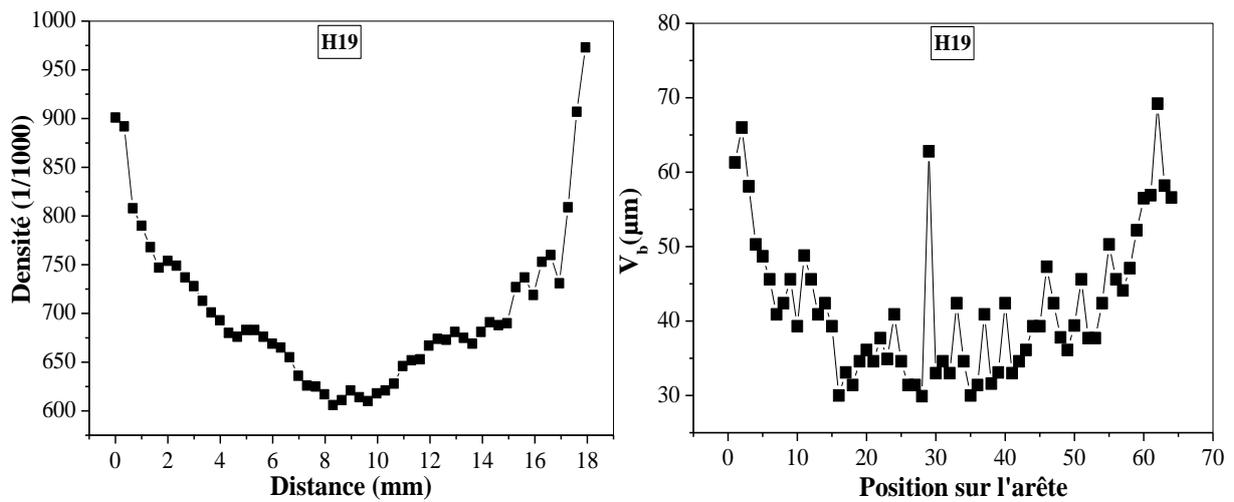


Figure.6. Comparaison entre le profil de la densité et celui de l'usure en dépouille  $V_b$  pour un panneau de MDF Hydrofuge H d'une épaisseur de 19 mm

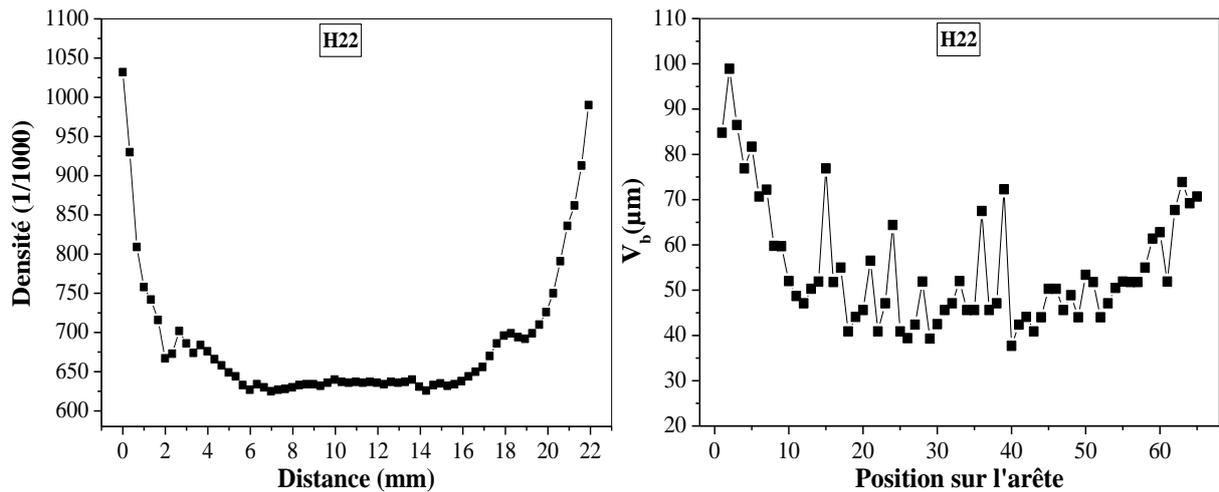


Figure.7. Comparaison entre le profil de la densité et celui de l'usure en dépouille  $V_b$  pour un panneau de MDF Hydrofuge H d'une épaisseur de 22 mm

Les mesures de densité ont été réalisées seulement pour les MDF Hydrofuge H de 19 et 22 mm d'épaisseur.

#### 1.4. Profils de densité et de $V_b$ du MDF Ignifugé M

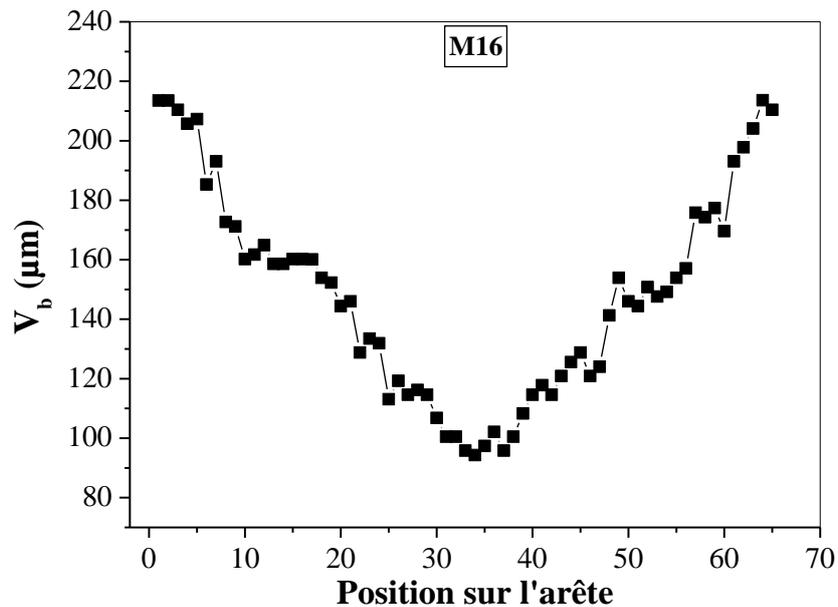


Figure.8. Variation de l'usure en dépouille  $V_b$  le long de l'arête d'une plaque WC-Co après 1000 m d'usage de MDF Ignifugé M d'une épaisseur de 16 mm.

*Annexe 1. Résultats exhaustifs*

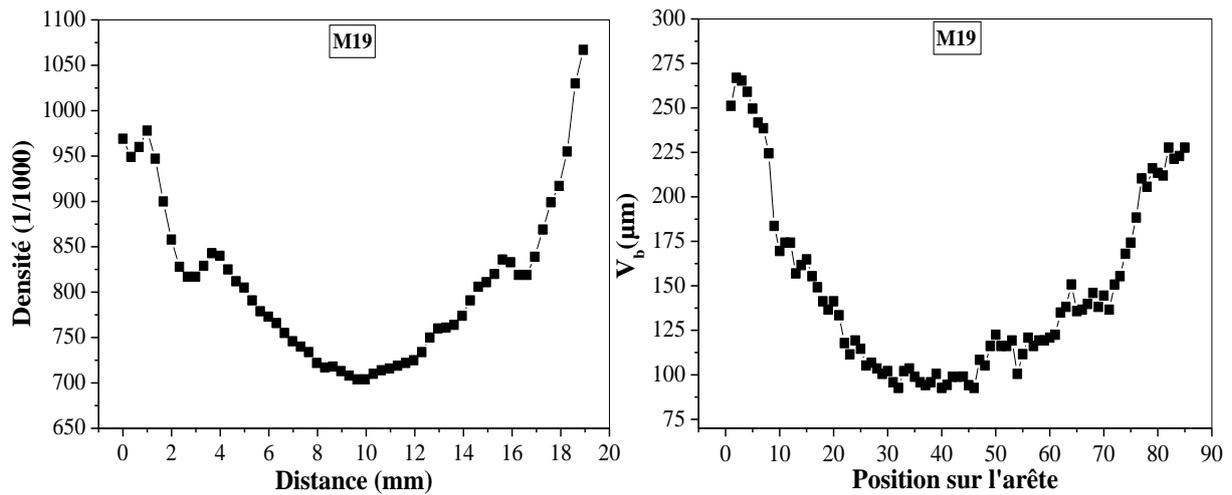


Figure.9. Comparaison entre le profil de la densité et celui de l'usure en dépouille  $V_b$  pour un panneau de MDF Ignifugé M d'une épaisseur de 19 mm

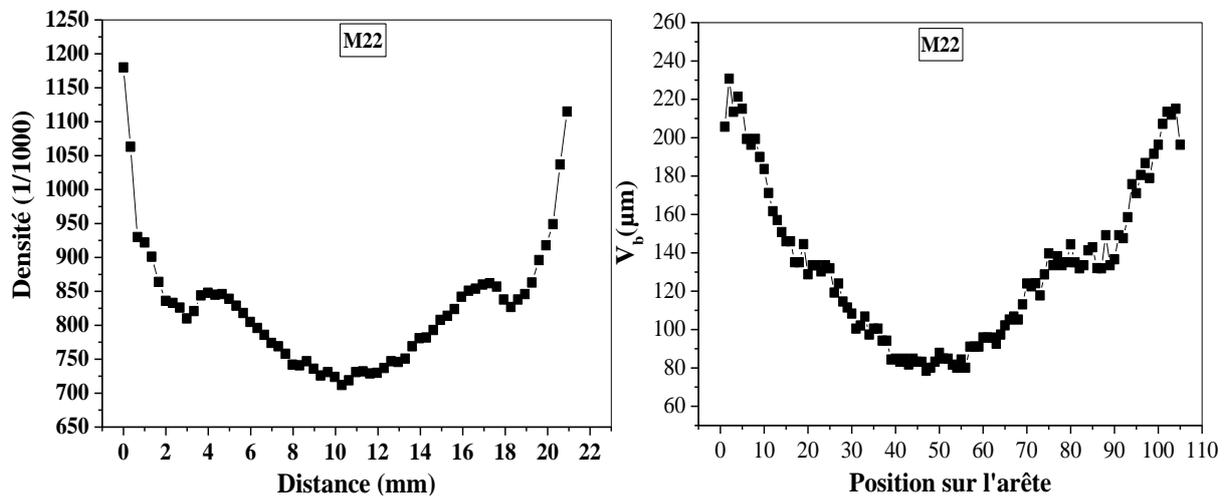


Figure.10. Comparaison entre le profil de la densité et celui de l'usure en dépouille  $V_b$  pour un panneau de MDF Ignifugé M d'une épaisseur de 22 mm

Les mesures de densité ont été réalisées seulement pour les MDF Ignifugé M de 19 et 22 mm d'épaisseur.

## 2. Variation des valeurs Max, Min et Moy de $V_b$ en fonction de la longueur de coupe

### 2.1. MDF Standard E

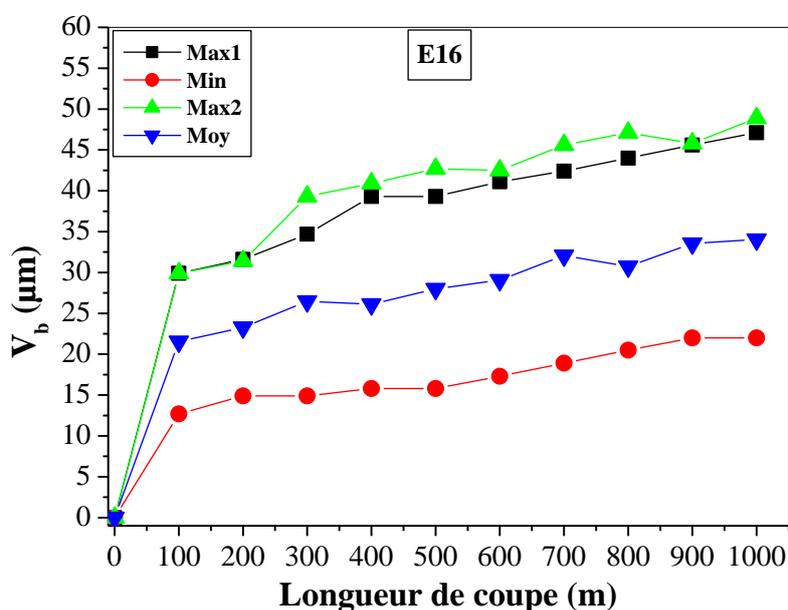


Figure.11. Evolution de  $V_b$  sur plaquettes carbure témoin (non revêtues) en fonction de la longueur de coupe pour du MDF Standard E de 16 mm d'épaisseur.

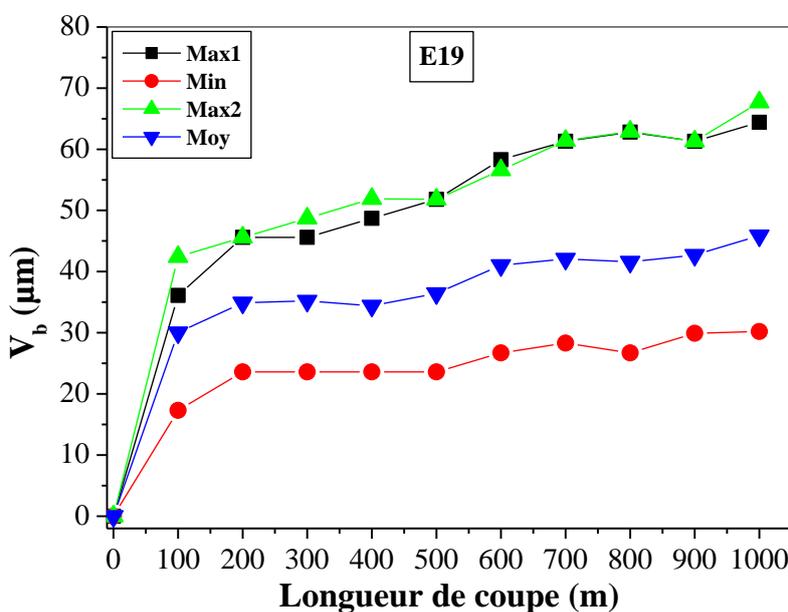


Figure.12. Evolution de  $V_b$  sur plaquettes carbure témoin (non revêtues) en fonction de la longueur de coupe pour du MDF Standard E de 19 mm d'épaisseur.

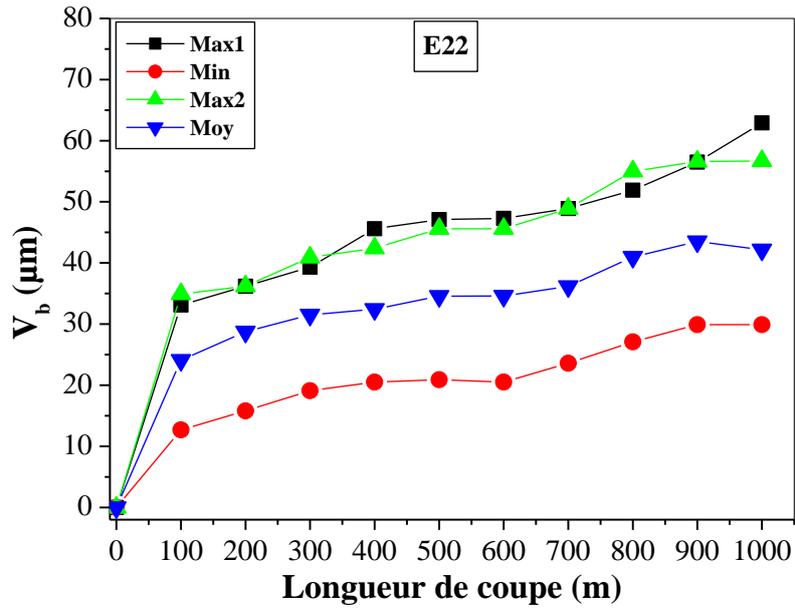


Figure.13. Evolution de  $V_b$  sur plaquettes carbure témoin (non revêtues) en fonction de la longueur de coupe pour du MDF Standard E de 22 mm d'épaisseur.

## 2.2. MDF Hydrofuge H

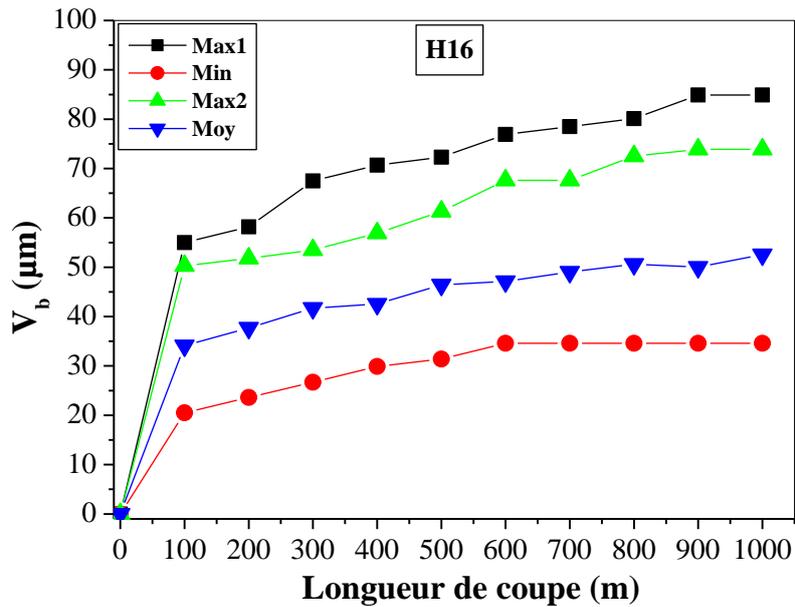


Figure.14. Evolution de  $V_b$  sur plaquettes carbure témoin (non revêtues) en fonction de la longueur de coupe pour du MDF Hydrofuge H de 16 mm d'épaisseur.

*Annexe 1. Résultats exhaustifs*

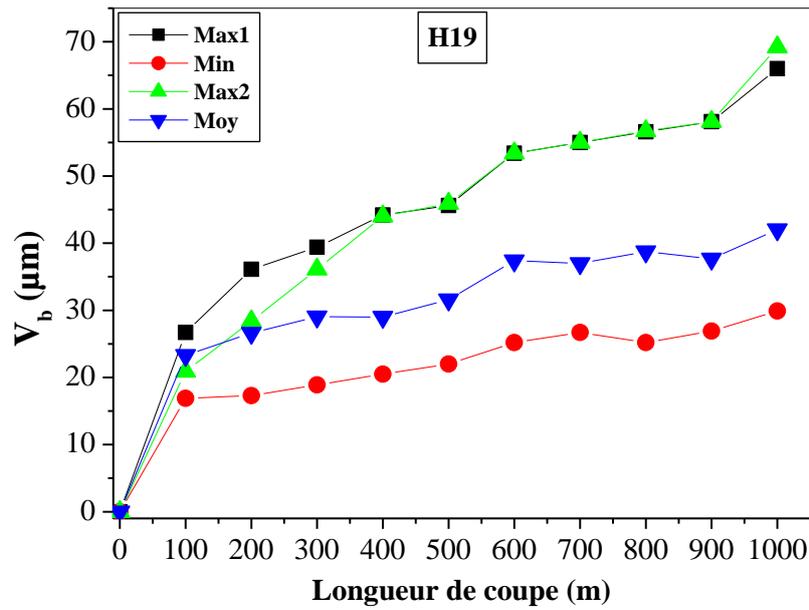


Figure.15. Evolution de  $V_b$  sur plaquettes carbure témoin (non revêtues) en fonction de la longueur de coupe pour du MDF Hydrofuge H de 19 mm d'épaisseur.

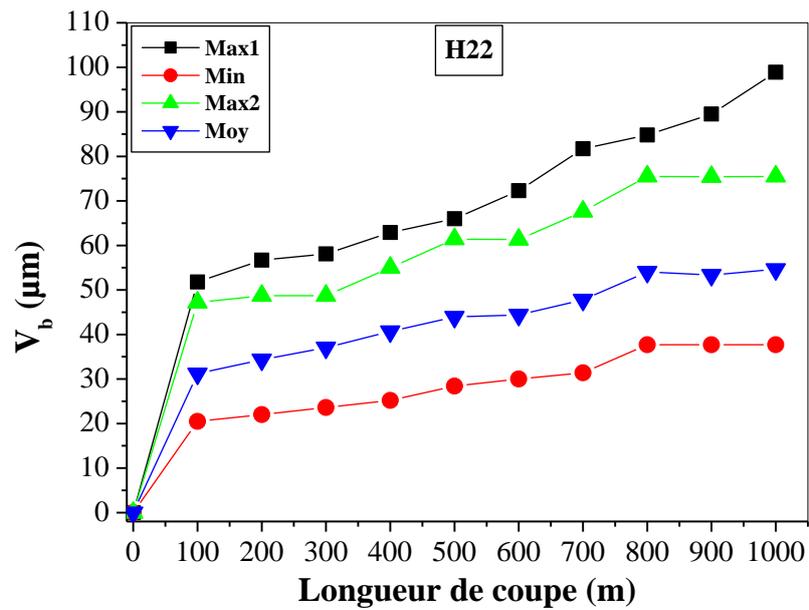


Figure.16. Evolution de  $V_b$  sur plaquettes carbure témoin (non revêtues) en fonction de la longueur de coupe pour du MDF Hydrofuge H de 22 mm d'épaisseur.

### 2.3. MDF Ignifugé M

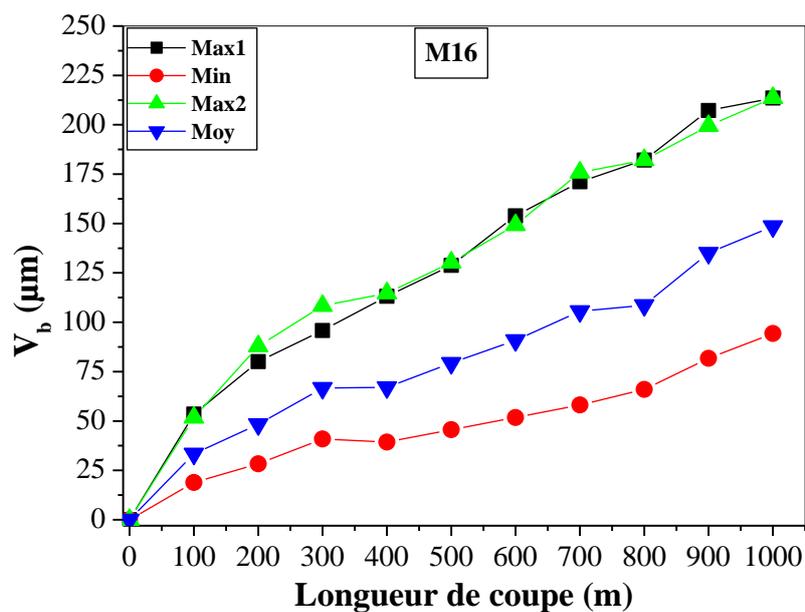


Figure.17. Evolution de  $V_b$  sur plaquettes carbure témoin (non revêtues) en fonction de la longueur de coupe pour du MDF Ignifugé M de 16 mm d'épaisseur.

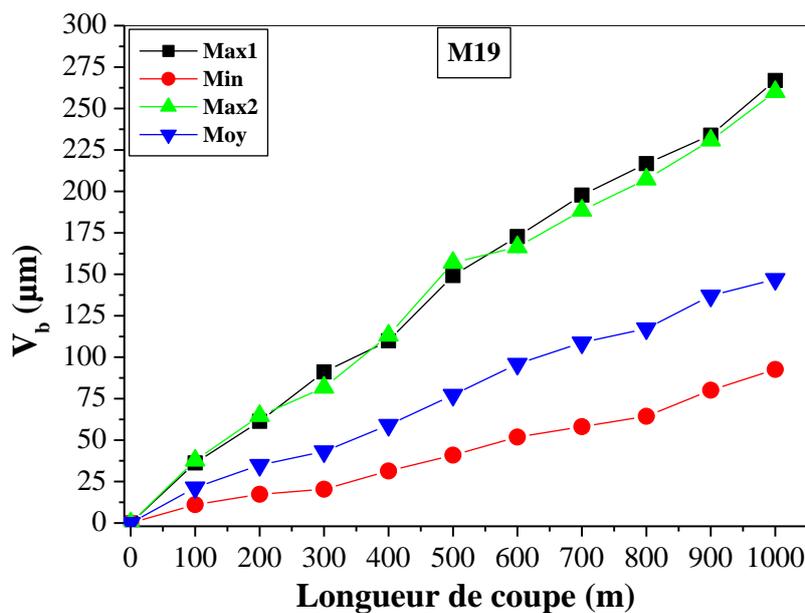


Figure.18. Evolution de  $V_b$  sur plaquettes carbure témoin (non revêtues) en fonction de la longueur de coupe pour du MDF Ignifugé M de 19 mm d'épaisseur.

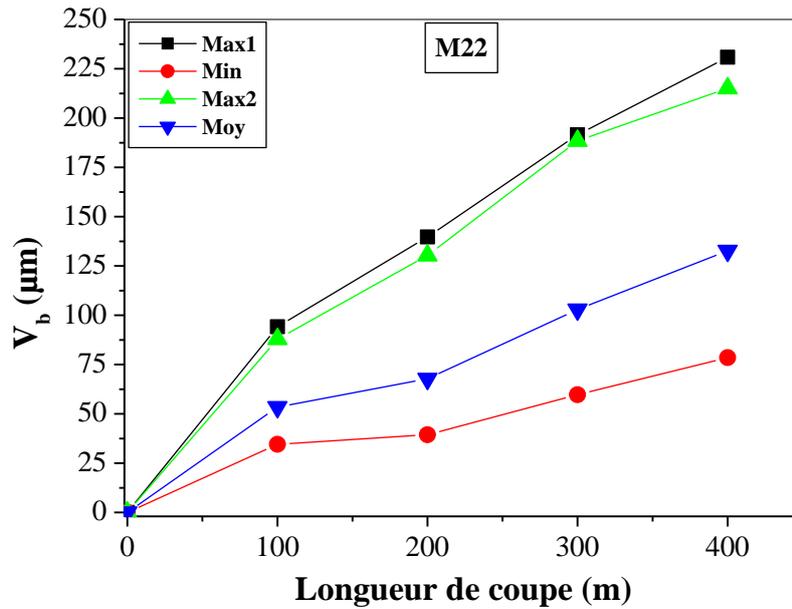


Figure.19. Evolution de  $V_b$  sur plaquettes carbure témoin (non revêtues) en fonction de la longueur de coupe pour du MDF Ignifugé M de 22 mm d'épaisseur.

Lors de l'usinage du MDF M22 nous avons été obligés d'arrêter les essais après 400 m de coupe car les valeurs d'usure ( $V_b$ ) étaient très élevées.

Annexe 2. Liste des publications

- Article1:** *“Structural, mechanical and tribological properties of  $Al_xCr_{1-x}N$  coating”*  
*Les annales de chimie* VOL 33/Suppl.1 - 2008 - pp.189-197 - DOI:10.3166  
Y.Benlatreche, C.Nouveau, H.Aknouche, R.Marchal
- Article2:** *“Physical and Mechanical Properties of CrAlN and CrSiN Ternary Systems for Wood Machining Applications”*  
*Plasma Process. Polym.* 2009, 6, S113–S117, DOI: 10.1002/ppap.200930407  
Yacine Benlatreche, Corinne Nouveau, Hamid Aknouche, Luc Imhoff, Nicolas Martin, Joseph Gavaille, Christophe Rousselot, Jean-Yves Rauch, David Pilloud
- Article3:** *“Comparative Studies on Mo–Cr–N and Al–Cr–N Coatings Obtained by PVD Dual Magnetron Sputtering”*  
*Plasma Process. Polym.* 2009, 6, S135–S140, DOI: 10.1002/ppap.200930406  
Yacine Benlatreche, Corinne Nouveau, Issam Rahil, Rémy Marchal, Lounis Chekour
- Article4:** *“Applications of CrAlN ternary system in wood machining of medium density fiberboard (MDF)”*  
*Wear* 267 (2009) 1056–1061, DOI:10.1016/j.wear.2009.01.044  
Y. Benlatreche, C. Nouveau, R. Marchal, J.-P. Ferreira-Martins, H. Aknouche
- Article5:** *“Effect of surface finishing such as sand-blasting and CrAlN hard coatings on the cutting edge’s peeling tools’ wear resistance”*  
*Wear* 267 (2009) 1062–1067, DOI:10.1016/j.wear.2009.01.045  
C. Nouveau, C. Labidi, R. Collet, Y. Benlatreche, M.-A. Djouadi
- Article6:** *“Experimental investigation of the mechanical micro structural and thermal properties of thin CrAlN layers deposited by PVD technique for various aluminum percentages”*  
*Physics Procedia* 2 (2009) 1327-1336, DOI:10.1016/j.phpro.2009.11.099  
T. Ghrib, B. Tlili, C. Nouveau, Y. Benlatreche, M. Lambertin, N. Yacoubi, M. Ennasri
- Article7:** *“Correlation between thermal properties and aluminum fractions in CrAlN layers deposited by PVD technique”*  
*Vacuum* 84(9) (2010) 1067-1074  
B. Tlili, N. Mustapha, C. Nouveau, Y. Benlatreche, G. Guillemot, M. Lambertin
- Article8:** *“Comparison of CrAlN layers obtained with one (CrAl) or two targets (Cr and Al) by magnetron sputtering”*  
**accepté dans Thin Solid Films (2011)**  
C. Nouveau, B. Tlili, Y. Benlatreche, B. Patel



## CONTRIBUTION A L'AMELIORATION DE LA DUREE DE VIE D'OUTILS CARBURE POUR L'USINAGE DU MDF (MEDIUM DENSITY FIBERBOARD) PAR APPLICATION DE DEPOTS TERNAIRES (CrAlN, CrVN) ET MODIFICATION DE L'ARETE DE COUPE

**RESUME :** Dans ce travail, de nouveaux traitements de protection, à base de couches minces dures, de type nitrures des métaux de transition, ont été développés en vue d'améliorer la tenue de service d'outils destinés à l'usinage de MDF (Medium Density Fiberboard). En raison des sollicitations sévères auxquelles l'arête est soumise, ces revêtements doivent avoir de bonnes propriétés physicochimiques, mécaniques et tribologiques. Compte tenu des travaux précédents où des résultats prometteurs avaient été obtenus en utilisant des films de CrN, nous avons voulu améliorer les principales caractéristiques de ce système binaire en lui ajoutant des éléments métalliques tels que l'Al et le V. De ce fait, des couches de CrAlN et CrVN ont été réalisées par pulvérisation dual magnétron RF. Nous nous sommes intéressés en particulier à l'effet du pourcentage d'Al et de V respectivement sur les propriétés de CrAlN et CrVN. Dans un deuxième temps, les revêtements optimaux ont été par la suite, réalisés sur des plaquettes en carbure de tungstène utilisées en usinage de trois types de MDF (Standard, Hydrofuge et Ignifugé) et en tenant compte de l'épaisseur et du profil de densité de chaque panneau. Une procédure de pré-rodage des plaquettes carbure a été mise au point et les revêtements ont été effectués à la fois sur des plaquettes pré-rodées ou non. Les résultats indiquent que l'utilisation des films minces pouvait apporter des améliorations significatives en termes de résistance à l'usure et qu'une préparation préalable par pré-rodage était fortement conseillée pour permettre une meilleure adhérence de la couche.

**Mots clefs :** PVD, CrAlN, CrVN, WC-Co, défonçage, pré-rodage, MDF.

## CONTRIBUTION TO IMPROVING THE LIFE SERVICE OF CARBIDE TOOLS FOR MACHINING OF MDF (MADIUM DENSITY FIBERBOARD) BY APPLICATION OF TERNARY COATINGS (CrAlN, CrVN) AND MODIFICATION OF THE CUTTING EDGE

**ABSTRACT :** In this work, we have been developed new protective treatments based on hard thin films like transition metal nitrides, to improve the service life of cutting tools when machining MDF panels (Medium Density Fiberboard). As the edge is submitted to severe loads, these coatings must present good physicochemical, mechanical and tribological properties. In previous works, as promising results were obtained using CrN films, we tried to improve the properties of this binary system by adding a second metallic element such as Al and V. Thus, layers of CrAlN and CrVN were synthesized by RF dual magnetron sputtering. We were especially interested in the effect of the Al and V content on the CrAlN and CrVN properties, respectively. The optimized coatings were then applied on tungsten carbide inserts to be tested in milling of three different types of MDF panels (Standard, Waterproof and Fireproof), taking into account the panel density profile and its thickness effects. A procedure of « pre-running » has been proposed on tungsten carbide inserts and PVD coatings have been done on modified or unmodified inserts. The results have shown that using of thin films can provide significant improvements in terms of wear resistance and that pre-running before deposition is strongly recommended for better adhesion of the layer.

**Keywords :** PVD, CrAlN, CrVN, WC-Co, routing, pre-running, MDF.