

Amélioration des propriétés de surfaces par traitements hybrides PVD-thermochimiques de substrats conventionnels et par métallurgie des poudres

Début de la thèse : 01/10/2022

Financier : Région Bourgogne Franche Comté

Le LaBoMaP a une expertise reconnue en traitement sous vide dont les produits sont depuis longtemps communément utilisés dans de nombreux domaines (transport, santé, énergie, etc.). La finalité de ces traitements est d'améliorer les propriétés des surfaces des pièces, en particulier pour les protéger de sollicitations extérieures (corrosion, abrasion, etc.). Les deux procédés de traitements sous vide travaillés, indépendamment ou en combinaison (« traitements duplex »), au laboratoire sont les dépôts physiques en phase vapeur (PVD) et les traitements thermochimiques. Dans le premier cas, une couche mince de l'ordre du micromètre d'épaisseur est déposée sur la surface de l'objet ; dans le second, la surface est enrichie en profondeur (centaines de micromètres) par diffusion d'éléments légers (carbone, azote, ...).

Les couches dures utilisées couramment dans les applications mécaniques, sont des composées binaires (CrN, TiN, TiC, WC, etc.) ou ternaires (CrCN, TiCN, WCN, etc.). Les deux procédés ne sont actuellement associés que selon la séquence thermochimie – dépôt, dans le but d'améliorer la tenue mécanique de la couche dure déposée, en créant un gradient de dureté entre la surface et le cœur de la pièce.

Néanmoins, le procédé de dépôt PVD en mode réactif pour élaborer des couches dures à base de matériaux composés (nitrure ou carbure) est plus complexe, plus long, et plus coûteux que le dépôt de métaux purs. Il peut donc être envisagé d'inverser la séquence de traitements en procédant tout d'abord au dépôt PVD d'une couche métallique pure, puis à son enrichissement en éléments légers par traitement thermochimique, afin de la convertir en composé binaire tels que CrN ou TiC. En plus d'obtenir le composé désiré en surface, le traitement thermochimique induit :

- une diffusion des atomes de la couche vers le substrat, et inversement, ce qui confèrera une bonne adhésion de la couche sur le substrat,
- une diffusion des éléments légers en profondeur au travers de la couche dure jusque dans le substrat, conférant un gradient de propriétés mécaniques de la surface de la couche jusqu'au substrat.

L'objectif de ce projet de thèse sera de maîtriser les nombreux paramètres pouvant intervenir dans les deux types de procédés, afin d'obtenir la couche dure de surface et le gradient de propriétés adéquat pour avoir une pièce avec de bonnes performances mécaniques (dureté, résistance à l'abrasion, faible coefficient de frottement, etc.). Les couches dures visées pour ce projet seront de type TiC ou CrN. L'étude sur le substrat portera tout d'abord sur un fer pur, qui pourra ensuite évoluer sur un acier ferritique ou inoxydable austénitique, type 316L.

Le projet s'articulera suivant quatre axes :

Axe 1 : Maîtrise de la microstructure du substrat

Il est reconnu que la microstructure (notamment la taille de grain) a une influence sur la diffusion d'éléments légers. Le premier aspect du projet sera d'étudier cette influence via des échantillons obtenus par différents procédés d'élaboration, notamment le frittage SPS (frittage flash). Cette technique permet à partir de poudres métalliques et de paramètres de frittage adaptés, de maîtriser la taille de grains finale du substrat. L'influence de celle-ci sur la diffusion sera par la suite étudiée dans les axes 3 et 4. Les substrats frittés seront comparés avec des substrats élaborés de façon plus classique (forgeage/laminage).

Axe 2 : Maîtrise du dépôt PVD métallique

Le traitement PVD/Thermochimie commence par la réalisation d'une couche métallique de quelques micromètres d'épaisseur. Ce second axe est destiné à répondre aux questions suivantes : quels sont les paramètres du traitement PVD pour obtenir l'épaisseur désirée ? De plus, le traitement PVD a tendance à donner des couches colonnaires. Quels sont les paramètres intervenant sur la forme des grains ? Ce type de microstructure aura-t-elle une influence sur la diffusion des éléments légers ou sur la tenue mécanique de la couche durant le traitement thermochimique ? Les couches déposées seront constituées de titane ou de chrome.

Axe 3 : Etude de la diffusion couche PVD/substrat

Après le dépôt de la couche métallique, les échantillons subiront un traitement thermochimique (nitruration et/ou cémentation). La première phase du traitement consiste à chauffer sous vide les échantillons jusqu'à la température de traitement. Durant ce temps de chauffe, des phénomènes métallurgiques peuvent intervenir. Les atomes de la couche métallique pourront diffuser dans le substrat et inversement, pouvant générer des solutions solides et des composés intermétalliques. Des essais préliminaires, réalisés sur des couples de diffusion Fe/Ti et 316L/Ti, ont montré l'apparition de couches formées par les composés intermétalliques FeTi et Fe₂Ti, ainsi que d'autres phases formées suite à l'interaction entre le Ti et les éléments constituant le substrat en 316L. Les essais de diffusion ont été réalisés sur des temps de l'ordre de plusieurs heures, afin d'obtenir des couches suffisamment épaisses pour être analysées par EDS. Il reste à déterminer si ces couches intermétalliques apparaissent aussi lors de temps plus courts, c'est-à-dire durant la montée en température, ayant lieu avant le traitement thermochimique.

Axe 4 : Etude du traitement thermochimique sur le couple couche/substrat

Le traitement thermochimique consistera à enrichir le couple couche/substrat en éléments légers tels que le carbone ou l'azote. Le but de ce quatrième axe est tout d'abord d'étudier la réactivité des éléments légers avec la couche, le substrat et les phases ayant pu apparaître à l'interface couche/substrat. Des composés ternaires sont susceptibles d'apparaître. Quel impact aura l'apparition de ces composés sur la tenue mécanique de la couche ? L'autre aspect de l'étude du quatrième axe portera sur la diffusion des éléments légers dans la couche et le substrat. Le temps et la température du traitement thermochimique peuvent influencer sur la profondeur de pénétration de ces éléments. Quels sont les paramètres optimaux pour convertir totalement ou partiellement la couche métallique en composés binaires ? Quels sont les temps et températures optimales pour obtenir le meilleur gradient de propriétés du couple couche/substrat ?

Elaborations des substrats et caractérisations :

Les substrats réalisés par SPS seront réalisés par l'ICB (université de Bourgogne), au sein de la plateforme CALHIPSO/EQUIPEX+.. Afin de comprendre les différents phénomènes métallurgiques pouvant intervenir durant les traitements, différentes caractérisations seront réalisées : en interne (microscopie optique et MEB+EDS/WDS), par le biais de collaborations inter-ENSAM (MSMP Lille : nanoindentation et scratch-test pour la dureté, le module d'Young et l'adhérence), via des collaborations nationales (plateforme ARCEN-Carnot de l'uB : méthodes de caractérisation fines des surfaces : EBSD, XPS, SIMS, ... ; LabECAM de Lyon : structure des couches obtenues par DRX ; etc.).

Présentation du laboratoire d'accueil du doctorant :

Le LaBoMaP (LaBoratoire des Matériaux et Procédés) est un laboratoire de recherche impliqué dans des collaborations scientifiques dans le domaine des procédés de fabrication, notamment dans les procédés d'usinage par enlèvement de matière.

Le laboratoire est composé de trois équipes :

- UGV (Usinage Grande Vitesse)
- IMS (Ingénierie des Matériaux et des Surfaces)
- MUB (Matériau et Usinage Bois)

Le laboratoire développe des activités largement basées sur l'expérimentation scientifique grâce à des installations de haute technologie. La modélisation des phénomènes physiques est également une partie importante des tâches des chercheurs. Les domaines d'applications du LaBoMaP concernent par exemple l'automobile, l'aérospatiale, le nucléaire, le biomédical, l'industrie horlogère.

Profil du candidat recherché :

Niveau Master Recherche 2.

Le candidat devra posséder de bonnes connaissances en physique du solide, science des matériaux, thermodynamique, diffusion, traitements de surface (dépôts et/ou traitements thermochimiques). Le doctorant devra être autonome et proactif dans ses activités de recherche.

Niveau de français requis : Intermédiaire (Vous pouvez parler la langue de manière compréhensible, cohérente et avec assurance sur des sujets de la vie courante qui vous sont familiers).

Niveau d'anglais requis : Intermédiaire supérieur (Vous pouvez utiliser la langue de manière efficace et vous exprimer précisément).

Contact : Dominique COTTON : dominique.cotton@ensam.eu