

ETUDE EXPERIMENTALE DU DELAMINAGE INDUIT PAR L'USURE POUR DES COMPOSANTS AUTOMOBILES REVETUS DE DLC

Sergio SAO-JOAO¹, Antonios CHOLERIDIS¹, Jihane BEN-MOHAMED¹, David CHERN¹, Vincent BARNIER¹, Guillaume KERMOUCHE¹, Christophe HEAU², Marie-Alix LEROY², Julien FONTAINE³, Sylvie DESCARTES⁴, Christophe DONNET² et Helmut KLÖCKER¹

1 Mines Saint-Etienne, Univ Lyon, CNRS, UMR 5307 LGF, Centre SMS, F - 42023 Saint-Etienne France

2 Institut de Recherche en Ingénierie des Surfaces, Groupe HEF

3 Univ. Lyon, Laboratoire de Tribologie et Dynamique des Systèmes, UMR 5513, Ecole Centrale de Lyon, F69130 Écully, France

4 Univ. Lyon, Laboratoire de Mécanique des Contacts et des Structures, UMR 5259, INSA Lyon, 69100 Villeurbanne, France

5 Univ. Lyon, Laboratoire Hubert Curien UMR 5516 CNRS, Université Jean Monnet, F-42000 Saint-Étienne, France

MOTS CLES

Revêtement DLC, délamination, in situ, usure, caractérisation expérimentale, FIB, AFM, EDX.

INTRODUCTION

Les tendances de l'industrie automobile sont les suivantes: performances plus élevées, fiabilité améliorée, tolérances réduites et produits plus respectueux de l'environnement. En outre, il existe une forte demande de réduction de la consommation de carburant. Des composants mécaniques résistants à l'usure et présentant un frottement réduit aident à relever ce défi majeur. Les revêtements de carbone de type diamant (DLC), actuellement déposés en grande série, sur des composants mécaniques fonctionnant dans des conditions lubrifiées à des températures comprises entre 100 et 250 ° C, diminuent efficacement le coefficient de frottement (soupapes). De plus, les revêtements DLC sont utilisés comme protection contre l'usure (axes de piston). Les composants automobiles en mouvement subissent plusieurs mécanismes de dégradation en service (usure, usure tribochimique). Parmi tous ces mécanismes, la délamination des revêtements est parfois détectée. Le revêtement semble avoir pelé sous forme de bandes d'une largeur caractéristique, allongées dans le sens du mouvement, laissant apparaître le matériau de base.

Le délaminage et le cloquage des revêtements entraînent la propagation de fissures d'interface. De nombreux efforts ont été consacrés à l'analyse théorique de la propagation des fissures d'interface dans les systèmes modèles. Comminou et al. [1] ont ouvert le champ de la mécanique de la fracture interfaciale. Rice [2] et Evans [3] l'ont ensuite appliqué au délaminage de films. Le cadre théorique de la délamination dans une configuration modèle est bien établi [4-5]. Des efforts énormes ont également été déployés pour la caractérisation expérimentale de revêtements. Pourtant, aucune méthode permettant de garantir une parfaite intégrité en service des films tribologiques n'est disponible. Pour les constructeurs automobiles, cette dernière est obligatoire.

Le but de ce travail est de caractériser et de comprendre, les mécanismes de délamination en service en contradiction apparente avec les tests d'adhérence classiques. Nous abordons spécifiquement trois questions principales. Où germe la décohésion? Où se propagent les fissures après cette décohésion et où se produit la déviation de fissure de l'interface à la surface libre? Les revêtements DLC [6-8] constituent le système de choix pour analyser la décohésion.

ECHANTILLONS ET ESSAIS TRIBOLOGIQUES

Des revêtements DLC ont été déposés par PECVD sur des substrats cylindriques en acier M2 poli miroir ($R_a < 0,02 \mu\text{m}$). Tout d'abord, une couche intermédiaire à base de WC ($0,6 \mu\text{m} \leq t \leq 1 \mu\text{m}$), puis plusieurs revêtements DLC d'épaisseurs comprises entre $0,2 \mu\text{m}$ et $2,5 \mu\text{m}$ ont été déposés. Le niveau de sp^3 résultant devrait être d'environ 20-30%. Le module de Young (environ $230 \text{ GPa} \pm 10 \text{ GPa}$) et la dureté ($26 \text{ GPa} \pm 2 \text{ GPa}$) ont été mesurés par nanoindentation (Nanoindenter XP, Agilent) à des charges inférieures à 15 mN.

Les contraintes résiduelles induites par le procédé dans la couche intermédiaire (sans DLC) et dans le revêtement de DLC ont été mesurées pour toutes les épaisseurs. Ces contraintes résiduelles pourraient éventuellement endommager l'interface film substrat avant tout chargement tribologique. Sur des échantillons recouverts de $2,5 \mu\text{m}$ de DLC, des sections révélant les différentes interfaces ont été préparées dans un FIB Helios Nanolab. Toutes les sections transversales observées ont révélé des couches parfaitement adhérentes, sans

défaut visible à ce grossissement, avant de fortes sollicitations tribologiques, malgré les fortes contraintes résiduelles.

Une charge de contact importante dans un bain d'huile à 100 ° C a été obtenue dans l'installation d'essai constituée d'un anneau rotatif (diamètre 35 mm, largeur = 8 mm) effleurant la surface de l'échantillon revêtu de DLC. Simultanément, un mouvement oscillant dans le plan de l'échantillon a lieu. L'anneau est chargé avec 1kN. Pendant le test, le coefficient de frottement est mesuré. L'essai est arrêté lorsque le coefficient de frottement augmente rapidement, révélant un délaminage complet du DLC dans la trace d'usure. Ce large délaminage est précédé par un décollement local du revêtement et un flambage conduisant à des cloques. Les cloques s'allongent légèrement dans le sens du frottement et finissent par coalescer. Plusieurs blisters présentent des bords partiellement fissurés. Les blisters formant un réseau et présentant des bordures fissurées sont des résultats novateurs comparés aux observations effectuées après un test de grattage. Le paragraphe suivant détaille les observations faites pour analyser la nucléation des ampoules, la propagation des fissures à l'interface et les interactions possibles entre les ampoules

OBSERVATION POST MORTEM DES DELAMINAGES

Après essai tribologique, les cloques ont été coupées au FIB et analysé au MEB et par EDX. Sous la couche WC, il reste une très fine couche de matériau. Pour analyser cette couche mince, et plus particulièrement la surface ayant subi un délaminage du substrat en acier M2, l'usinage FIB a été poursuivi. Une petite bande du film a été découpée en FIB et retournée par le micro manipulateur à l'intérieur du FIB. Des mesures EDX ont été effectuées sur cinq zones. L'EDX a révélé essentiellement la présence de fer. Ainsi, pour ce revêtement, la nucléation des blisters commence à quelques nm sous l'interface WC/acier à l'intérieur de l'acier M2. Au cours de la croissance du blister, cette couche mince diminue jusqu'à zéro et la fissure se propage parallèlement à l'interface WC -acier. Mais, comme à un moment donné, la fissure d'interface dévie et se propage à travers le WC et le DLC.

La figure 13 montre une image au MEB d'un blister typique juste après le fraisage FIB. On ne peut observer que le revêtement DLC et l'intercalaire. Le fraisage révèle également la microstructure en acier M2 avec des carbures, ainsi que l'architecture des revêtements consistant en la superposition de l'intercalaire et des films DLC. Il est intéressant de noter que le blister est constitué de la totalité du film multicouche, qui semble être complètement décollé du substrat en acier. Les conditions aux limites de cette cloque particulière correspondent presque à une plaque intégrée dans cette section transversale particulière. Cependant, sous l'intercalaire, il reste une très fine couche de matériau.

Pour analyser cette couche mince, et plus particulièrement la surface ayant subi un délaminage du substrat en acier M2, le fraisage FIB a été poursuivi. Une petite bande du film était découpée en FIB et renvoyée par le micro manipulateur à l'intérieur du FIB. L'analyse de l'intérieur du film par EDX révèle une couche de fer. La découpe FIB montre que la fissure d'interface commence à une très faible profondeur à l'intérieur de l'acier M2 puis se propage presque parallèlement à l'interface. Mais, si le chemin de la fissure traverse un carbure de grande taille, une déviation de la fissure dans la couche intermédiaire est observée.

CONCLUSION

Ce travail a été consacré à une étude expérimentale avancée de la rupture d'interface consécutive à un chargement tribologique important de matériaux protégés par des revêtements durs minces à base de DLC. Des échantillons d'acier M2, avec plusieurs épaisseurs d'une couche intermédiaire WC et d'un revêtement DLC, ont été produits dans des conditions industrielles. De multiples cloques, avec une orientation préférentielle dans le sens du frottement, ont été obtenues et les plus représentatives ont été soigneusement étudiées selon un protocole relativement nouveau incluant la préparation de FIB.

Après essais tribologiques et un échantillonnage des cloques, les fissures d'interface ont été révélées par découpe FIB. L'analyse chimique locale du film prouve que la propagation des fissures commence à l'intérieur de l'acier M2, à quelques nanomètres sous le WC puis se propage parallèlement à l'interface. La déviation est causée par des obstacles microstructuraux sous forme de gros carbures.

Références

- [1] M. Comninou, (1990) An overview of interface cracks, *Engineering Fracture Mechanics* Vol. 37, No. 1, pp. 197-208
- [2] J.R. Rice, Elastic fracture mechanics concepts for interfacial cracks, *J. Appl. Mech. (Trans. ASME)* 55 (1988) 98-103.
- [3] A.G. Evans, M.D. Drory, M.S. Wu, (1988) The cracking and decohesion of thin films, *J. Mater. Res.* 3, 1043-1049.
- [4] Z. Sue, J.W. Hutchinson, Interface crack between two elastic layers, *Int. J. Fract.* 43 (1990) 1-18.
- [5] J.W. Hutchinson, Z. Sue, Mixed mode cracking in layered materials, *Adv. Appl. Mech.* 29 (1991) 63-191.
- [6] J. Robertson, Diamond-Like amorphous carbon, *Materials Science and Engineering*, R 27 (2002) 129-281
- [7] Ch. Donnet, A. Erdemir, (2008) *Tribology of Diamond-like Carbon Films, Fundamentals and Applications*, Springer 2008.
- [8] C. Ould, C. Héau, J. Fontaine, C. Donnet, Influence of hydrogen content on DLC tribological behavior: tests in mineral base oils, *Proceedings of the World Tribology Congress* (8-13 sept. 2013, Torino, Italy), Politecnico di Torino (editor), pp.640-643.
- [9] R. Lacroix, G. Kermouche, J. Teisseire, E. Barthel Plastic deformation and residual stresses in amorphous silica pillars under uniaxial loading, *Acta Materialia* 60 (2012) 5555-5566