Optimisation des performances tribologiques des revêtements carbonés par texturation au laser pulsé

Un post-traitement au laser a été effectué sur différents revêtements DLC (*diamond-like carbon*). Les surfaces ainsi obtenues comprennent, d'une part, le revêtement non texturé et, d'autre part, des points traités au laser à la surface permettant d'améliorer leurs performances tribologiques, soit par une réduction du coefficient de friction grâce à une micro-/ nano-texturation limitant la surface de contact et facilitant le glissement, soit par un durcissement local ou par une lubrification locale à la surface.

Constant Rieille ⁽¹⁾, Christian Nussbaum⁽¹⁾, Sylvain LeCoultre⁽²⁾, Josef Zürcher ⁽²⁾ ⁽¹⁾Beat Neuenschwander, ⁽²⁾Haute école spécialisée bernoise (BFH) es revêtements à base de carbone sont utilisés dans divers secteurs industriels, tels que l'automobile, les machines-outils, l'énergie, l'aérospatiale, l'électronique et les dispositifs médicaux. Les revêtements comme le diamant ou les DLC (*diamond-like carbon*) améliorent la résistance à l'usure grâce à leur extrême dureté et à leur inertie chimique attribuées à leur structure de liaisons covalentes du type diamant (sp3).

En revanche, le graphite ou GLC (*graphite-like carbon*), de faible dureté, possède un bas coefficient de friction en raison des faibles forces intermoléculaires entre ses feuilles hexagonales hybridées sp2 pouvant glisser les unes sur les autres lors du contact tribologique.

Les revêtements DLC, qui constituent une vaste famille, sont généralement produits à l'aide des technologies de déposition physique en phase vapeur (PVD) ou de dépôt chimique en phase vapeur assisté par plasma (PECVD). Ils sont habituellement classés en fonction de leur teneur en sp2 (liaisons du type graphite), sp3 (liaisons du type diamant) et hydrogène (**figure 1**).

L'industrie microtechnique, avec les systèmes micro-électromécaniques (MEMS), l'horlogerie et les outils de coupe, porte un intérêt croissant pour les revêtements à hautes performances tribologiques, notamment les DLC. très utilisés dans ces industries.

Parmi les performances recherchées, figurent une grande résistance à l'usure, permettant à un système mécanique d'être utilisé plus longtemps; un coefficient de friction faible pour limiter l'énergie nécessaire à fournir le travail mécanique; un coefficient de friction stable pour prédire l'usure du revêtement et éviter les défaillances imprévisibles de machines, de pièces ou d'outils.

Dans cette étude, un traitement laser, nommé «texturation laser», a été appliqué sur différents revêtements DLC. Les performances tribologiques des surfaces non texturées et texturées au laser ont été comparées.

MÉTHODOLOGIE ET RÉSULTATS

Les revêtements DLC et GLC suivants ont été déposés :

- 1.Carbone amorphe hydrogéné, a-C: H (DLC-1) déposé par PECVD dans l'entreprise PLATIT AG (Selzach).
 Il contient plus de 10% de phase diamantée (liaisons sp3) et possède une nanodureté de 25 GPa
- 2.Carbone amorphe tétraédrique, ta-C (DLC-2) déposé par PVD-arc chez PLATIT. Il contient plus de 40% de phase diamantée (liaisons sp3) et possède une nanodureté de 40 GPa.
- 3.Carbone graphitique GLC (le contenu de liaisons sp3 <10%, nanodureté 10 GPa) par PVD *sputtering*, dépôt réalisé par la Haute école spécialisée bernoise (BFH).

Ces revêtements, d'épaisseurs comprises entre 0,8 et 1 μ m, ont été déposés sur des pastilles en acier rapide (HRC 60), polies avec une rugosité R_a <0,01 μ m.

Pour la texturation laser, deux sources laser ont été utilisées: un laser nanoseconde (τ =1,4 ns, λ =515 nm, densité d'énergie F=0,42 J/cm²) et un laser femtoseconde (τ =400 fs, λ =1030 nm, densité d'énergie F=0,5 à 1,7 J/cm²). Les densités d'énergie des lasers ont toutes été choisies de manière à obtenir une rugosité de 200 ± 25 nm sur tous les échantillons. Les têtes laser des deux sources ont permis de choisir l'espacement des pulses laser dans l'orientation X et Y de manière à modifier la densité de la texturation à la surface des revêtements pour en étudier l'influence. Les spots laser à la focale sont de taille 21±2µm pour le laser nanoseconde et 26±2µm pour le laser femtoseconde. La **figure 3**montre deux exemples de topographies obtenues sur des échantillons GLC texturés.

Après texturation, les échantillons ont été soumis à des tests tribologiques sur le tribomètre MFT 2000 (Rtec-Instruments) de la BFH. Deux partenaires tribologiques statiques ont été choisis pour répondre à différentes applications. Le premier a été une bille en acier 100Cr6 (AISI 52100), diam. 6 mm, polie ($R_a=0,02\mu m$), non revêtue. Les conditions de test tribologique ont été les

Figure 1.

Diagramme ternaire des revêtements DLC (*diamond-like carbon*).

Figure 2.

Évolution du coefficient de friction du carbone amorphe hydrogéné a-C: H (DLC-1) non texturé (en bleu), texturé par laser femtoseconde (en orange), texturé par laser nanoseconde (en vert).

Figure 3.

Topographie de surface de revêtements GLC texturés : texturation laser avec lignes parallèles (à gauche), morphologie typique d'une impulsion laser avec hauteur des textures (au centre), texturation laser avec des lignes hachurées (à droite).

Figure 4.

Topographie des surfaces des revêtements a-C: H (DLC-1) après un essai tribologique à sec contre l'acier 100Cr6 (distance parcourue 5 km). Images par microscopie interférométrique: a) non texturé, b) texturé au laser nanoseconde. c) texturé au laser femtoseconde. Images par microscopie optique: d) non texturé, e) texturé par laser nanoseconde. f) texturé par laser femtoseconde.



suivantes: vitesse 3,5 cm/s, charge 2N, sans lubrifiant, distance parcourue 5km, température 22 °C, humidité relative 37%. Le but a été d'étudier la réduction du coefficient de friction et de l'usure grâce à la texturation. Le deuxième partenaire statique était un pion en laiton (CuZn) au plomb (Pb < 0,09%), diam. 6 mm, non poli (Ra = 3,3 µm), non revêtu. Les conditions de tests étaient similaires. Le but a été d'étudier la réduction du coefficient de friction et du collage (transfert de matière du laiton sur le revêtement DLC).

En comparant l'échantillon a -C:H(DLC-1) non texturé et texturé par un laser (nanoseconde et femtoseconde), on a pu immédiatement observer une réduction du coefficient de friction lors du test tribologique dans le cas où une texturation laser a été appliquée à la surface du revêtement pour un recouvrement de texturation de 16% (chaque spot laser était espacé de 40 µm dans l'axe de scanner en X et Y). Cette réduction est particulièrement notable pour la texturation au laser nanoseconde, qui présente un coefficient de friction abaissé d'un facteur deux par rapport à un échantillon non texturé, notamment après 1km de distance parcourue, et se maintenant jusqu'à la fin du test tribologique (**figure 2**).

Les échantillons ont été analysés au microscope optique, puis au microscope interférométrique avec la lumière blanche, dans le but de déterminer l'usure du revêtement après le test tribologique. La **figure 4** montre l'état de la surface du revêtement après les tests tribologiques. En mesurant la hauteur du sillon d'usure, l'usure moyenne de l'échantillon texturé au laser nanoseconde s'élève à 0,2 µm, l'usure de l'échantillon



DOSSIER Revêtements de surface et finition

Figure 5.

L'usure (5a) et les coefficients de friction (5b) des revêtements DLC et GLC.



texturé au laser femtoseconde s'élève à 0,4 µm, tandis que l'usure de l'échantillon non texturé s'élève à 0,5 µm. La texturation laser peut donc agir comme un posttraitement visant à réduire l'usure et le coefficient de friction.

Le taux de recouvrement des *spots* laser à la surface du revêtement semble aussi exercer une influence sur le comportement tribologique, notamment du point de vue de l'usure. La **figure 5** montre l'usure obtenue pour un taux de recouvrement laser de 16%, comparée à celle d'un échantillon a-C: H non texturé. À noter que 50% de recouvrement signifie que chaque *spot* laser est espacé de 20 µm d'un autre *spot* dans l'axe X et de 40 µm dans l'axe Y). Pour 100% de recouvrement, les *spots* sont espacés de 20 µm dans les axes X et Y).

En comparant la morphologie d'un spot laser sur la surface du DLC en dehors du sillon d'usure tribologique avec un pulse laser se trouvant à l'intérieur du sillon d'usure, il est possible de voir que même après 5 km de test, le spot laser est toujours visible à la surface (**figure 6**). Cela signifie que l'effet de la texturation laser perdure jusqu'à la fin du test.

Des résultats similaires ont été obtenus avec les échantillons GLC, avec une tendance à la réduction de l'usure et du coefficient de friction.

À ce stade, deux hypothèses pourraient expliquer la diminution du coefficient de friction et de l'usure. La première se base sur un effet géométrique, soit la diminution du coefficient de friction par une diminution de la surface de contact de la bille avec la surface du revêtement. La deuxième concerne un effet chimique basé sur une transformation de la chimie de surface induite par le laser. En effet, le carbone possède de nombreux états métastables, comme le graphite, le diamant, le



carbone amorphe et le graphène. Déjà à partir d'une densité d'énergie du laser de 0,3 J/cm², il est possible d'induire une graphitisation d'un revêtement DLC^[1].

Le graphite est connu pour être un très bon lubrifiant solide appliqué à de nombreux partenaires statiques, comme l'acier. Ce faisant, la texturation pourrait agir comme un promoteur de liaisons sp2 lubrifiant localement le contact tribologique. Dans le cas de revêtements graphite (GLC), une piste pourrait expliquer la diminution de l'usure dans le cas de la texturation laser: la formation de nanodiamants à l'intérieur du volume exposé au faisceau laser. Ce mécanisme de conversion, encore mal compris, pourrait faire intervenir un principe de trempe rapide qui si elle l'est suffisamment, serait capable d'induire des contraintes locales supérieures à 10 GPa, des conditions permettant la conversion locale de graphite en diamant^[2], améliorant ainsi la résistance à l'usure.

Les tests tribologiques effectués avec les pions en laiton CuZn à faible teneur en plomb ont, quant à eux, montré une tendance à la réduction des effets de collage en présence d'un DLC ta-C texturé par un laser femtoseconde comparé à l'échantillon non texturé. En effet, une image optique de l'état de la surface après le test tribologique de 500m (figure 7), expose une surface noire très adhérente à la surface, drastiquement réduite dans le cas du revêtement texturé. Une analyse par microscopie électronique à balayage (MEB), couplée à l'analyse chimique (EDX), révèle que cette surface noire est le résultat d'un transfert de matière du pion (laiton CuZn) sur le revêtement DLC ta-C (figures 8c et d). De plus, l'analyse révèle que les spots marqués par le laser à la surface du revêtement ont été préservés du transfert de laiton sur le revêtement

Figure 6.

Images par microscopie électronique à balayage (MEB) d'une empreinte laser nanoseconde à l'extérieur d'un sillon d'usure tribologique (à gauche) et à l'intérieur de celui-ci (à droite).



Figure 7.

Image au microscope optique de la trace d'usure du pion en laiton après essai tribologique: ta-C (DLC-2) non texturé (7a), ta-C (DLC-2) texturé au laser femtoseconde (7b).

Figure 8.

Analyse MEB de la trace d'usure du DLC ta-C. a) trace d'usure du ta-C non texturé ; b) trace d'usure du ta-C texturé; c) zoom sur la trace d'usure du ta-C texturé; d) cartographie par analyse chimique EDX de la trace d'usure; e) spot laser femtoseconde isolé sur la surface du revêtement ta-C (DLC-2) texturé.

Figure 9.

Évolution du coefficient de frottement du ta-C (DLC-2) non texturé (bleu), texturé par laser femtoseconde (orange), texturé par laser nanoseconde (vert).



(collage) ce qui pourrait participer à la réduction de la surface de collage (figure 8e).

La réduction des effets de collage est également observable sur le graphique 8 représentant l'évolution du coefficient de friction de revêtement ta-C texturé et non texturé. Ce dernier montre que la texturation laser a un impact clair sur la réduction des effets « stick slip » – en français « adhérence - décollement ».

CONCLUSIONS ET PERSPECTIVES INDUSTRIELLES

Cette étude a permis d'explorer le comportement tribologique de revêtements de carbone amorphe hydrogénés (a-C: H), de carbone amorphe tétraédrique (ta-C) et de carbone graphitique (GLC) non texturés et texturés par laser nano ou femtoseconde. Les résultats montrent que la texturation laser réduit significativement le coefficient de friction et l'usure des revêtements a-C: H (DLC-1) et GLC.

Une réduction notable du coefficient de friction d'un facteur deux a été observée pendant le test tribologique de 5km contre une bille en acier 100Cr6 sur un échantillon a-C: H (DLC-1) texturé au moyen d'un laser

0.9 0.8 0.7 Coefficient de friction [-] 0.6 0.5 0.4 0.3 0.2 0.1 DLC ta-C texturé laser nanoseconde: 0.0 100 400 0.0 200 300 9

Distance [m]

nanoseconde. De la même façon, sur ce même échantillon, l'usure finale du revêtement a pu être réduite de moitié.

Deux hypothèses sont proposées pour expliquer ces améliorations: un effet géométrique, réduisant la surface de contact tribologique, et une transformation chimique induite par le laser, probablement la graphitisation du revêtement DLC, assurant une lubrification sèche lors du contact tribologique.

Les tests avec des pions en laiton CuZn ont révélé une réduction des effets de collage, avec une meilleure stabilité du coefficient de friction pour les échantillons ta-C texturés. Ces résultats suggèrent que la texturation laser peut améliorer les performances tribologigues des revêtements DLC et GLC, offrant ainsi des perspectives intéressantes pour des applications industrielles nécessitant une faible friction et une résistance à l'usure. Aujourd'hui, nous travaillons au sein de l'institut ALPS de la BFH, à l'étude des paramètres de traitement laser et à la compréhension des mécanismes d'interaction entre le faisceau laser et les surfaces, dans le but d'améliorer les performances tribologigues de revêtements.

BIBLIOGRAPHIE

- ^[1] Dorner-Reisel, A., Engel, A., Svoboda S., Schürer C., Weißmantel S. (2020). Laser structuring of hydrogenated DLC scaffolds: Raman spectroscopy and nanotribology. Diamond and Related Materials, 108, 107787.
- https://doi.org/10.1016/j.diamond.2020.107787
- ^[2] Nian, Q., Wang, Y., Yang, Y. Direct Laser Writing of Nanodiamond Films from Graphite under Ambient Conditions. Sci Rep 4, 6612 (2014). https://doi.org/10.1038/srep06612

Dépôt physique en phase vapeur à but décoratif : un nouveau traitement PVD

Depuis plusieurs décennies, l'industrie horlogère utilise la technologie des revêtements PVD pour ses finitions de surfaces. Malgré des débuts quelquefois laborieux – notamment en ce qui concerne la maîtrise des couches du point de vue des performances (tenue à l'usure et à la corrosion) et du point de vue de l'aspect (reproductibilité des couleurs) -, la fiabilité de ces revêtements n'a pas cessé de croître au fil du temps. La société suisse Positive Coating propose à ses clients, venant principalement des domaines horloger, médical et de la maroquinerie, une vaste palette de revêtements décoratifs et fonctionnels.



Figure 1.

Les revêtements de couleur obtenus par pulvérisation cathodique magnétron (PVD). © Positive Coating SA

Cedric Favre

Directeur et éditeur de Oberflächen Polysurfaces, Ingénieur HES

LA TECHNOLOGIE PVD: **PRINCIPE DE FONCTIONNEMENT**

Dans le domaine des technologies de surface et des matériaux, le dépôt en phase vapeur - PVD ou Physical Vapor Deposition – se réfère à des techniques utilisées pour déposer des films minces sur une surface, souvent pour améliorer la résistance à l'usure, la dureté ou d'autres propriétés de surface. La technologie PVD regroupe des procédés de dépôts sous vide, parmi lesquels on distingue l'évaporation, la pulvérisation cathodique et l'évaporation par arc.

La pulvérisation cathodique - le procédé PVD le plus utilisé et le plus connu - consiste à revêtir des pièces dans une enceinte dans laquelle on applique des principes physiques tels que la sublimation et la condensation. Après avoir introduit un gaz dans une enceinte préalablement mise sous vide, un plasma (gaz ionisé) est créé.

Les ions de ce gaz chargés positivement sont accélérés par un champ électrique vers la plaque métallique (cible) qui sera pulvérisée. Les ions positifs frappent alors la cible chargée négativement, avec une énergie suffisante pour éjecter des atomes. Ces atomes émis de la cible sont alors projetés en direction des pièces et s'y déposent pour former le revêtement par empilement. La pulvérisation cathodique permet de revêtir des objets tridimensionnels et de diverses matières, d'une couche mince de quelques microns d'épaisseur.

Ce type de traitement permet, entre autres, d'obtenir des colorations inaltérables, tout en conservant les finitions des surfaces (poli, satiné, microbillé, côtes de Genève ou encore perlage).

Les avantages de la technologie PVD:

- · Excellents résultats aux tests horlogers (résistance climatique, UV).
- Variété des matières à traiter (alliages cuivreux, titane, or, aciers et aciers inox, céramiques ou plastiques)
- Dureté élevée (en général, plus de 1000 HV)
- · Homogénéité et répétabilité de la couleur et de l'épaisseur (de 0,2 à 2 microns)
- · Couleurs intrinsèques (noir, nuances de gris, de brun, de bleu)
- Procédé réalisable à basse température (entre 50 et 250 °C)
- Respect des finitions de surface
- Procédé réversible

Figure 2. Gamme de couleurs *Copper.* © Positive Coating SA



LA FAMILLE DE REVÊTEMENTS PVD HARDECO RÉALISÉS PAR POSITIVE COATING

Les revêtements HarDeCo, développés par l'entreprise Positive Coating grâce à la technologie PVD, se distinguent par une dureté et une ténacité élevée, offrant des propriétés mécaniques et chimiques élevées.

Utilisés dans des secteurs exigeants, comme l'aéronautique, le domaine spatial et les outils de coupe, ces revêtements garantissent une protection durable, une homogénéité de couleur et une résistance à la corrosion exceptionnelle, indépendamment de la géométrie du substrat.

Figure 3. Gamme de couleurs *Gun Metal.* © Positive Coating SA

Disponibles en plusieurs couleurs saturées et sobres, ils assurent une uniformité tridimensionnelle et une

répétabilité parfaite, tout en préservant une esthétique irréprochable sur le long terme. Leur procédé réversible ajoute une flexibilité précieuse pour des applications diverses, notamment dans les secteurs de l'horlogerie, de la bijouterie, des instruments d'écriture et de la maroquinerie.

Dans le domaine horloger, les revêtements HarDeCo sont appliqués sur des composants externes tels que boîtes, lunettes, fonds, bracelets et boucles. En plus des teintes classiques comme le noir, l'anthracite, le bleu, et le brun, la société Positive Coating introduit cette année deux nouvelles nuances: *Copper* et *Gun Metal*, développées pour répondre aux besoins de teintes industrielles.



À PROPOS DE POSITIVE COATING

La société Positive Coating SA, fondée en 2004 et basée à La Chaux-de-Fonds, est une entreprise suisse spécialisée dans les traitements de surface innovants utilisant les technologies PVD (*Physical Vapor Deposition*) et ALD (*Atomic Layer Deposition*). Ces technologies sont principalement appliquées à des articles de luxe, tels que les métaux, la céramique, le verre et les matières plastiques. Cette société se distingue par le développement de revêtements décoratifs et fonctionnels de haute qualité destinés à divers secteurs, notamment l'horlogerie et le domaine médical.

Traitements & Matériaux - 493 - Mars | Avril 2025