

# Tests Tribologiques et mécaniques de différents revêtements PVD pour cylindres de laminoirs à bandes en acier Haut Carbone

Choumad Ould, Xavier Badiche, Pierre Montmitonnet, Yves Gachon

## ► To cite this version:

Choumad Ould, Xavier Badiche, Pierre Montmitonnet, Yves Gachon. Tests Tribologiques et mécaniques de différents revêtements PVD pour cylindres de laminoirs à bandes en acier Haut Carbone. Pierre Montmitonnet, Mohamed El Mansori, Laurent Barralier, Agnès Fabre, Régis Kubler. JIFT 2012 - 24e Journées Internationales Francophones de Tribologie, May 2012, Aix-en-Provence, France. Presses des Mines, p. 179-188 - ISBN 978-2-35671-037-6, 2013. <hal-00724793>

HAL Id: hal-00724793

<https://hal-mines-paristech.archives-ouvertes.fr/hal-00724793>

Submitted on 23 Aug 2012

**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.

---

# Tribologie et Développement Durable

9-11 mai 2012, Aix-en-Provence, France

---

## TESTS TRIBOLOGIQUE ET MECANIQUE DE DIFFERENTS REVETEMENTS PVD POUR CYLINDRES DE LAMINOIRS A BANDES EN ACIER HAUT CARBONE

### *MECHANICAL AND TRIBOLOGICAL EVALUATION OF PVD COATINGS FOR HIGH CARBON STEEL STRIPS ROLLING MILL ROLLS*

**Choumad Ould<sup>1,2</sup>, Xavier Badiche<sup>2</sup>, Pierre Montmitonnet<sup>1</sup>, Yves Gachon<sup>2</sup>**

<sup>1</sup> MINES ParisTech - CEMEF - UMR CNRS 7635 - BP 207 - 06904 Sophia-Antipolis - France

<sup>2</sup> HEF R&D - Z.I. Sud - rue Benoît Fourneyron - 42166 Andrézieux-Bouthéon - France

#### Résumé

On étudie l'application aux cylindres de laminoir de revêtements PVD initialement développés pour l'usinage : TiN, TiBN, CrN, aux fins de remplacement du revêtement existant, le chrome dur. Les propriétés essentielles sont comparées à l'aide de l'essai bague plan (cet essai en glissement total est très sensible à l'usure adhésive) et de l'essai Amsler (roulement avec glissement sous forte charge hertzienne, qui teste la résistance de l'interface à l'écaillage). On montre que CrN, peut-être du fait de fortes contraintes résiduelles, est le seul à s'écailler dans les conditions de l'essai Amsler (2 GPa de pression maximale de Hertz,  $10^6$  cycles). Contre l'adhésion, TiN est décevant, alors que CrN et TiBN, aussi bien que Cr, empêchent le grippage jusqu'à la charge maximale de l'essai bague – plan.

#### Abstract

*PVD coatings (CrN, TiN, TiBN) initially developed for cutting tools, are applied tentatively to rolling mill rolls to replace the existing coating, hard chromium. Major properties are studied using a ring-on-plate test (due to total sliding, it is very sensitive to seizure and adhesive wear) and the Amsler test (rolling with sliding under high hertzian load, testing the interface resistance against flaking). CrN is shown to be the only coating that flakes, maybe due to high residual stress, under the present conditions of the Amsler test (2 GPa maximum hertzian pressure,  $10^6$  cycles). Against adhesion, TiN is disappointing, whereas TiN and TiBN perform as well as Cr, preventing seizure up to the maximum load of the ring-on-plate test.*

#### 1. INTRODUCTION

Les caractéristiques tribologiques et la résistance mécanique de la couche superficielle influencent fortement la productivité du laminage et la durée de vie des cylindres avant changement et rectification. Ces deux paramètres, productivité et durée de vie, déterminent le coût du laminage. En effet, l'apparition du phénomène de transfert adhésif bande → cylindres détermine la charge maximale pour chaque vitesse de laminage, donc la réduction et par là, la productivité. L'usure et l'endommagement (écaillage) sont quant à eux les principaux facteurs motivant le remplacement des cylindres (leur durée de vie). Ces différents phénomènes, transfert adhésif, usure et écaillage, sont tous directement liés aux

caractéristiques de la couche superficielle des cylindres. Il est donc particulièrement important de doter les cylindres d'une couche ayant l'ensemble des caractéristiques tribologiques et mécaniques permettant l'améliorer la productivité et la durée de vie. Des cylindres en aciers rapides et des cylindres chromés sont aujourd'hui utilisés dans l'industrie. Le chromage a permis une amélioration de la durée de vie mais la toxicité des bains de chromage constitue un défaut environnemental majeur qui justifie la recherche de son remplacement.

Les revêtements céramiques PVD et PECVD sont aujourd'hui largement utilisés pour améliorer la durée de vie des outils de coupe, grâce à leur dureté et leurs caractéristiques tribologiques qui leur confèrent une grande résistance à l'usure [1,2]. Dans cette étude, nous évaluons le potentiel en laminage de différents revêtements PVD issus entre autres du monde de l'usinage : CrN, TiBN et TiN, en les comparant à des aciers à outils sans revêtement et à l'acier chromé. Cette évaluation s'effectue en analysant les caractéristiques tribologiques et mécaniques grâce à deux essais bien adaptés :

- Le premier est l'essai bague / plan (Figure 1). Il permet d'observer l'évolution avec la charge du coefficient de frottement en régime de lubrification limite, à différentes vitesses de rotation. On détermine ainsi, pour les différents revêtements testés, à quel couple charge - vitesse le phénomène de transfert adhésif apparaît. On a ainsi une estimation relative du niveau de productivité que chaque revêtement permettrait d'obtenir lors du laminage des bandes en acier haut carbone.
- Le deuxième est l'essai Amsler qui évalue la résistance à la fatigue des revêtements étudiés et par là, son potentiel d'amélioration de la durée de vie des cylindres.

Par ces essais, on ne cherche pas à simuler les conditions de contact dans l'emprise d'un laminoir, mais à se placer dans des conditions particulièrement sévères vis-à-vis d'une part du transfert adhésif, d'autre part de l'écaillage du revêtement. Si le premier est clairement dédié au contact tôle - cylindre, le second, contact symétrique entre deux galets identiques, ressemble davantage au contact entre cylindre de travail et cylindre d'appui.

## 2. BIBLIOGRAPHIE : REVETEMENTS PVD EN LAMINAGE

En usinage, les revêtements PVD se sont taillé une place essentielle depuis longtemps [1-3]. De par leur dureté, ils possèdent une grande résistance à l'usure. De plus, ces céramiques ont des propriétés anti-adhésives appréciables. Enfin, elles peuvent jouer le rôle de barrière de diffusion contre des modes d'usure de type cratérisation.

Les conditions rencontrées lors de la mise en forme à froid sont dans une certaine mesure moins sévères, en termes de température en particulier ; cependant, les pressions peuvent être supérieures en forge à froid ou en laminage à froid, au-delà du GPa [4]. Un autre facteur de sévérité est la grande surface à recouvrir, même si l'on ne traite que la partie active des outils : le risque de défaut local s'en trouve accru [5]. Or, dans une opération telle que le laminage, un défaut même très local est rédhibitoire : très visible par contraste, il dégrade irrémédiablement la qualité de surface du produit. Les passes amont sont moins risquées, car on peut espérer effacer un tel défaut lors des opérations de finition.

Cependant, l'applicabilité à la forge à froid par exemple n'est plus à démontrer, même si [4] montre l'impact de la rugosité finale sur le frottement et les défauts de surface sur la pièce forgée (les pics protubérants sont à proscrire, ou à roder).

En laminage, plusieurs études prônent l'utilisation de cylindres en céramique massive [6,7] pour leurs bonnes propriétés anti-adhésives ; mais la fragilité d'objets de grande taille en céramique reste problématique. Pour les revêtements PVD / CVD, on ne trouve guère qu'une étude de TiN pour le laminage à froid des aciers au carbone [8,9]. Azushima et collaborateurs ont montré qu'un revêtement TiN pouvait permettre de repousser la limite d'apparition des « heat streaks » (griffes de chaleur, adhésion locale tôle - cylindre assimilable à un grippage suite à la rupture du film lubrifiant). Ce sont donc là encore les propriétés anti-adhésives qui ont été mises en valeur. La productivité en est améliorée, en augmentant les réductions à vitesse donnée. Cependant, à notre connaissance, ces résultats n'ont pas été transposés à l'échelle industrielle, il reste donc place pour une étude plus poussée sur TiN, ainsi que pour d'autres revêtements PVD peut-être mieux adaptés.

### 3. MATERIAUX ET REVETEMENTS

L'étude dans son ensemble porte sur l'application de revêtements PVD tant pour le laminage des aciers au carbone, que pour les aciers inoxydables ou l'aluminium, même si l'on ne rapporte ici que les résultats sur le laminage d'un acier haut carbone, de type C100S (1%C). Deux aciers à cylindres ont donc été sélectionnés :

- Un acier au chrome (100Cr5MoV), trempé – revenu à 180°C, de dureté 62 HRC (environ 700 Hv)
- Un acier rapide, 130W6Mo5Cr4V3, de dureté 65 HRC (environ 840 Hv).

Le premier est caractéristique du laminage des alliages légers, moins durs et peu abrasifs, alors que le second est utilisé pour les aciers durs. Les revêtements ont été réalisés dans les mêmes conditions sur les deux aciers à outils. C'est pourquoi la température de dépôt est inférieure à 180°C, température de revenu de l'acier au chrome. Leurs caractéristiques sont reportées tableau 1.

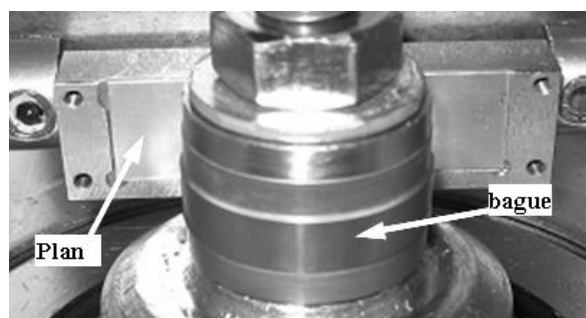
	Cr	TiN	TiBN	CrN
Epaisseur (µm)	9,4	2,7	2,3	3,1
Dureté (Hv)	1080	2600	3600	1400
Ra (µm)	0,26	0,10	0,12	0,06
E (GPa)	250	340	350	240
Dureté-rayure (N)	-	65	34	57

**Tab. 1** Caractéristiques des revêtements utilisés. Microdureté mesurée à 0,2 N, Ra avec cut-off de 0,8 mm. E est le module d'Young, la dureté – rayure est la deuxième charge critique LC2.

*Characteristics of the coatings studied. Microhardness measured at 0,2 N, CLA roughness Ra at a cut-off 0,8 mm. E is Young's modulus, scratch hardness is the second critical load Lc2.*

### 4. L'ESSAI BAGUE – PLAN ET LE GRIPPAGE

#### L'appareil et l'essai



**Fig. 1** L'essai bague – plan : le montage  
*The ring on plate test: the device*

L'essai bague – plan (figure 1) impose un contact rotatif de glissement pur entre une plaque fixe, représentant pour nous la tôle à laminier (C100S), et une bague annulaire en rotation représentant un matériau à cylindre, revêtu ou non. L'ensemble est plongé dans un bac rempli d'une huile de laminage, dont on mesure la température à titre indicatif. Lors d'un essai, la vitesse est maintenue constante après une rampe initiale (600 tours / minute = 1 m.s<sup>-1</sup>), et la charge augmente par paliers de trois minutes, de 200 à 2000 N. La pression est de quelques centaines de MPa. Du fait de l'usure de la plaque et malgré un déplacement

tangentiel destiné à la diffuser, le contact devient progressivement conforme, la surface de contact ne peut être prédite et on ne saurait donc être plus précis.

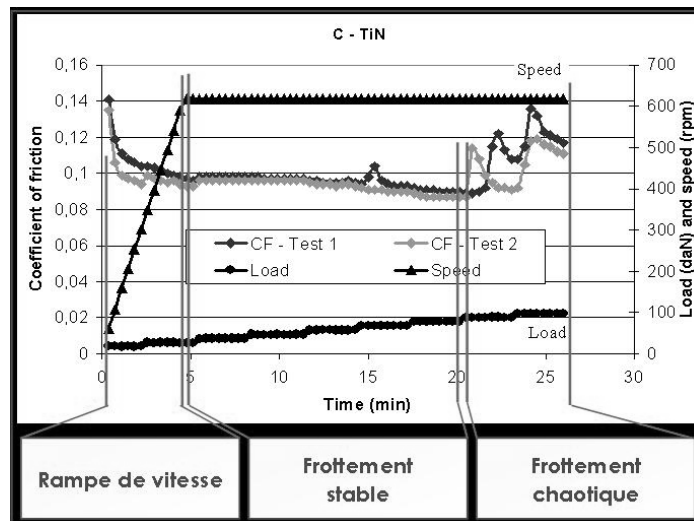
La mesure du couple donne le coefficient de frottement en continu lors de l'essai.

### Les 3 stades, du démarrage au grippage

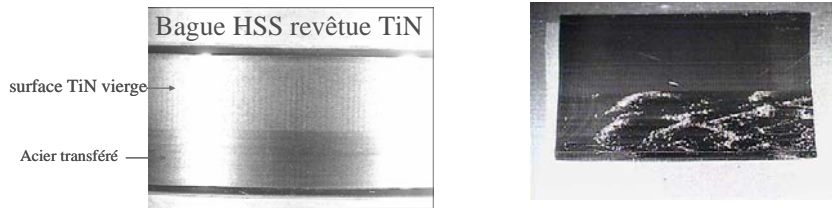
C'est l'acier rapide qui est étudié ci-dessous. La figure 2 présente la bague revêtue de TiN, à titre d'exemple, pour illustrer la succession des phénomènes pouvant se produire lors d'un essai. La rugosité de la plaque est  $R_a = 0,15 \mu\text{m}$  avant essai, celle de la bague  $R_a = 0,10 \mu\text{m}$  (voir tableau 1).

Les deux essais représentés sont quasi-superposables, première démonstration de la reproductibilité de l'essai. On y distingue 3 stades. Lors de la montée en vitesse, le frottement diminue, tout simplement parce que bien que les conditions restent en lubrification limite, un certain niveau de formation de film lubrifiant se produit. On a ensuite une longue période de stabilité du frottement (ou de légère diminution corrélée à la montée de la charge, par paliers). Puis, dernier stade, à une charge de 900 N, le frottement devient très irrégulier. Même ce dernier stade est reproductible d'un essai sur l'autre.

Des essais interrompus permettent de déterminer la cause de cette évolution. Si l'on arrête avant le palier à 900 N, la surface de la bague reste jaune et brillante, et celle de la plaque est très lisse dans la zone de contact ( $R_a = 0.02 \mu\text{m}$ ). Par contre, après ce palier critique, la bague est pour partie grisâtre et la plaque devient plus rugueuse en regard (figure 3). La couleur grisâtre est clairement liée à un transfert d'acier par usure adhésive. Le phénomène, ici, ne s'est produit que d'un côté, soit au hasard des premiers collages, qui entraînent la croissance progressive d'une couche continue dans leur sillage [10], soit par suite d'un défaut d'alignement des partenaires du contact. Quand on arrête l'essai un peu plus tard, la couleur grise est généralisée [11]. La présence de cette couche de transfert, relativement rugueuse, sur la bague entraîne un fort frottement de labourage, donc un coefficient élevé et un état de surface dégradé ; c'est là un comportement tout à fait usuel en laminage. Cela confirme la sensibilité de ce test à l'usure adhésive et au transfert, et par là son intérêt pour caractériser le caractère anti-adhésif d'un revêtement.

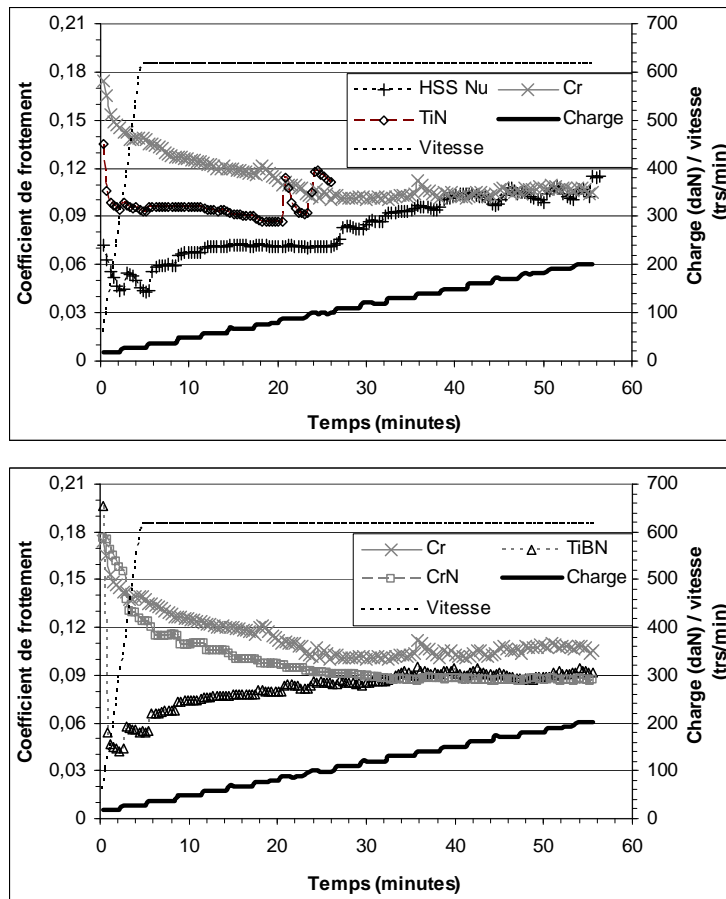


**Fig. 2** L'essai bague – plan : procédure et exemple de résultat  
*The ring on plate test: the procedure and an example of result*



**Fig. 3** Exemple de collage (grippage) et conséquence sur l'état de surface du plan  
*Seizure and consequence for the plate surface state*

**Comparaison des 5 surfaces**



**Fig. 4** Comparaison des 5 surfaces étudiées, sur le critère du grippage  
*Comparison of the 5 tool surfaces studied, in terms of seizure*

La figure 4 permet de comparer l'ensemble des surfaces d'outils étudiés ici et de conclure sur les propriétés anti-adhésives des revêtements. Dans tous les cas, l'essai a été trouvé très reproductible, en dépit du caractère souvent aléatoire du grippage. De ce fait, une seule courbe par surface a été sélectionnée. La première figure montre que l'acier rapide reste efficace jusqu'à 1000 N : il a été démontré par le passé qu'un taux de

couverture élevée par des carbures, de préférence durs, petits, et uniformément répartis, est un véritable atout anti-grippage [12,13]. En comparaison, TiN est décevant puisque c'est dès 900 N que le grippage apparaît, très brusquement, massif dès le début. Le chrome dur permet de tenir sans adhésion jusqu'à la charge maximale de l'appareil, 2 kN, confirmant ses excellentes propriétés anti-adhésives, en plus de sa résistance à l'usure.

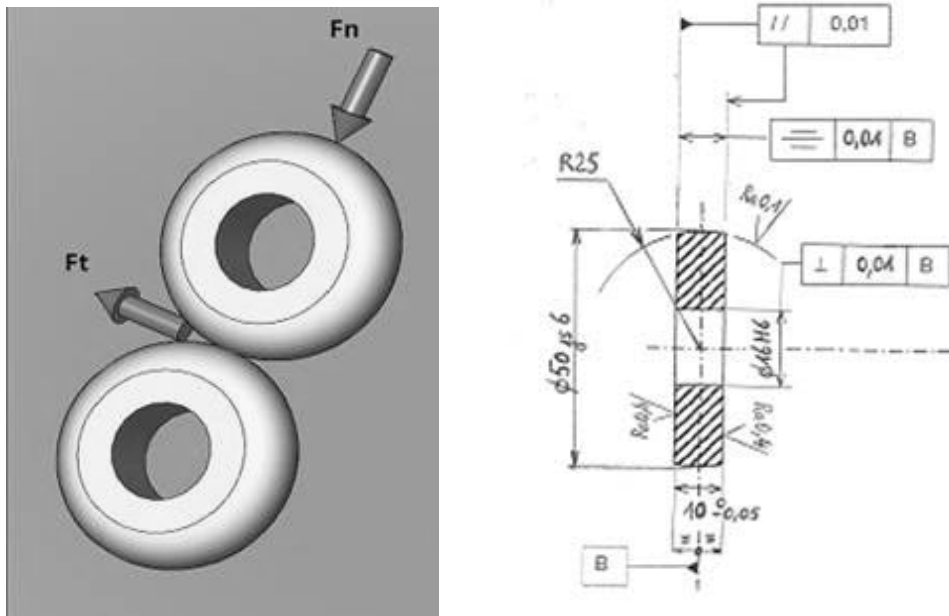
La deuxième figure se concentre sur les deux autres revêtements, TiBN et CrN. Si l'évolution du coefficient de frottement est différente (croissante / décroissante), aucune des trois courbes ne montre de discontinuité témoignant d'adhésion. D'ailleurs, l'observation des surfaces confirme l'absence de collage. Ces deux revêtements, dans les limites des charges testées, montrent donc une résistance à l'adhésion aussi bonne que le chrome.

## 5. L'ESSAI AMSLER ET L'ECAILLAGE DES REVÊTEMENTS

### L'appareil et l'essai

Deux galets identiques, polis, de diamètre 50 mm, surface périphérique arrondie pour donner un contact ponctuel, sont mis en contact hertzien sous une charge croissante par paliers, de 200 à 1660 N. A la charge maximale, la pression maximale de Hertz est de 2,2 GPa. La vitesse est constante ; un des galets tourne à 380 tours / minutes ( $1 \text{ m.s}^{-1}$ ), l'autre à 350 tours / minute, soit un glissement de 8% destiné à sévérer le contact. Une huile de laminage est utilisée pour simuler l'environnement du laminoir. Le coefficient de frottement est tiré des couples de rotation, et on cherche à détecter des dégradations, in situ via une évolution du frottement, et après l'essai en expertisant les matériaux.

Les présents essais portent sur l'acier à outils 100CrMoV5.



**Fig. 5** L'essai Amsler, géométrie des galets en contact  
*The Amsler test: geometry on the rollers*

### Apparition d'un écaillage

Un écaillage se traduit par le relarguage dans le contact de particules dures et abrasives. Il entraîne donc une montée du frottement, temporaire si les débris sont évacués progressivement. C'est ce que l'on constate pour le CrN sur la figure 6. Là encore, la reproductibilité est démontrée : les deux essais montrent le même effet à la même durée de 20 heures environ. La figure 7 confirme l'écaillage : la coupe faite dans la trace de contact ne montre plus de revêtement, il a été complètement éliminé – alors qu'on le trouve sans modification hors de la trace de contact.

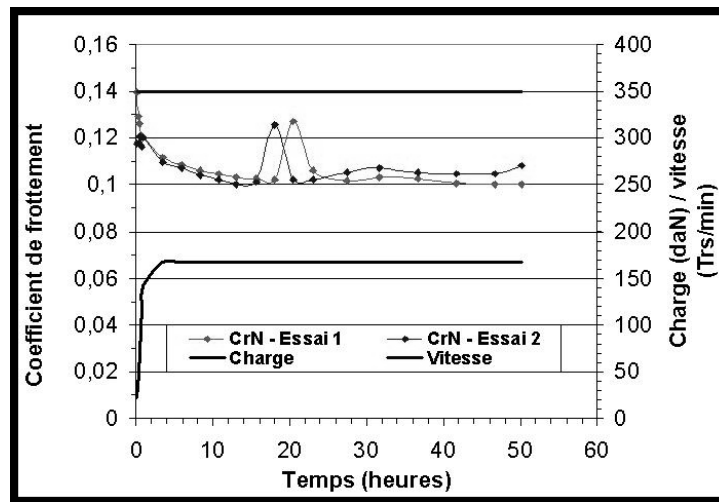


Fig. 6 Ecaillage et pic de frottement lors de l'essai Amsler sur galets revêtus CrN  
*CrN flaking during Amsler test – friction peak.*

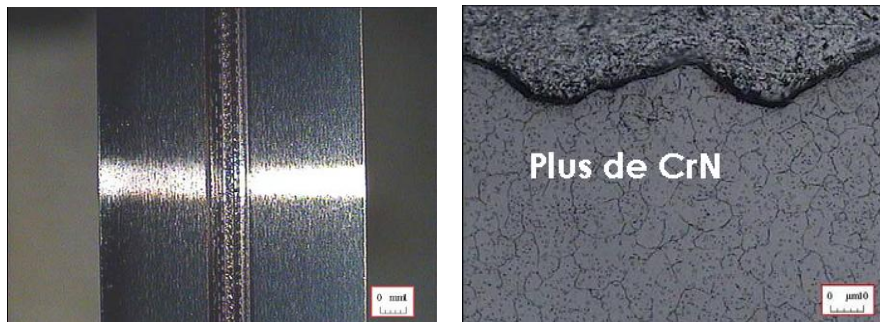


Fig. 7 Dans la trace de frottement lors de l'essai Amsler sur galets revêtus CrN. A droite : section montrant la disparition du revêtement  
*In the friction track of the Amsler test on CrN-coated rollers. Right: cross section showing the destruction of the coating.*

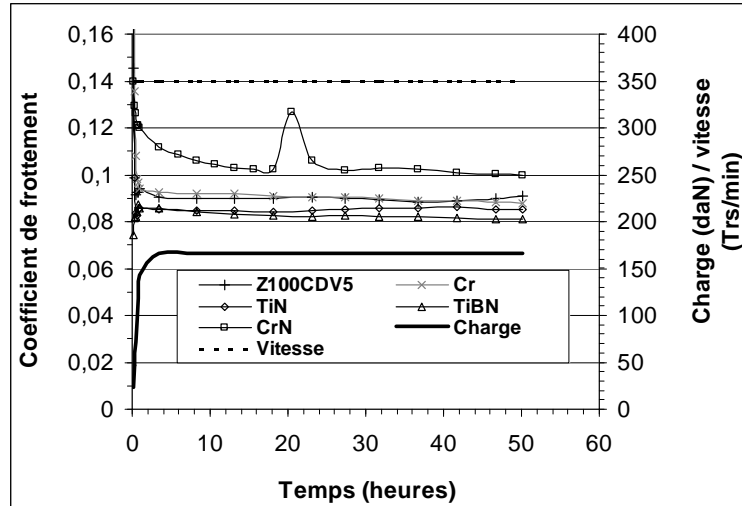
### Comparaison des 5 surfaces

La figure 8 montre que seul CrN a donné lieu à écaillage. Une explication possible tient à la faiblesse de son coefficient de dilatation thermique ( $2,3 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ , contre  $11,5 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$  pour l'acier) qui engendre une amplification des sollicitations cycliques [14].

Les 4 autres surfaces ont un comportement très proche, sans incident. L'examen des surfaces (figure 9) détecte facilement les revêtements même après 50 heures d'essai Amsler, soit  $10^6$  cycles. On mesure cependant une certaine usure, de type abrasif, de tous

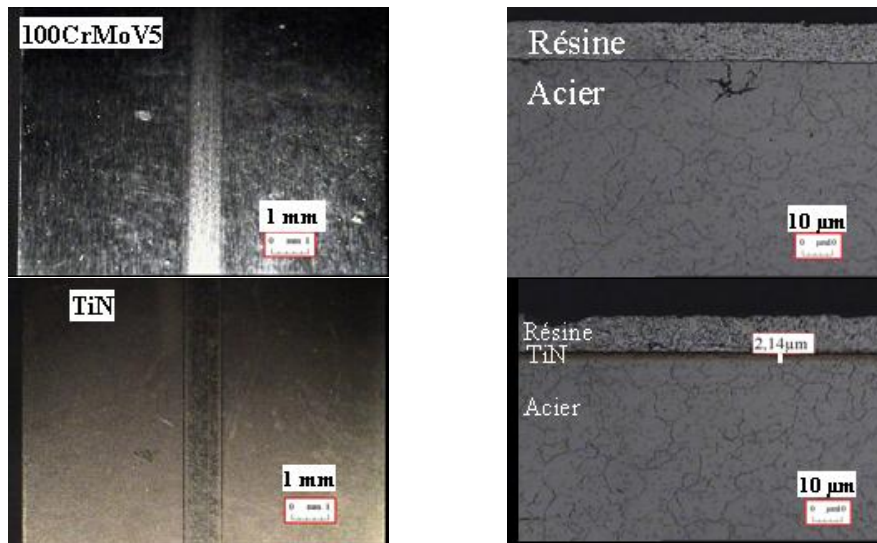


les revêtements : le chrome est passé de 9,37 à 9,05  $\mu\text{m}$ , TiN de 2,6 à 2,14  $\mu\text{m}$ , et cela pour une longueur de glissement totale de l'ordre de 14 400 m.



**Fig. 8** Evolution du frottement et détection de l'écaillage lors des essais Amsler sur l'ensemble des surfaces d'outils étudiées.

*Friction evolution and flaking detection during Amsler tests on all 5 tool surfaces studied.*



**Fig. 9** Fissuration de fatigue du galet sans revêtement, et protection apportée par TiN.  
*Fatigue cracking of the uncoated roll, and protection brought by the TiN coating.*

## 6. CONCLUSION ET PERSPECTIVES

.Face au besoin de faire évoluer les revêtements disponibles pour améliorer les propriétés des surfaces des cylindres de laminoinr, nous proposons des revêtements PVD qui ont fait leurs preuves dans un procédé aux conditions sévères, l'usinage. Pour le

laminage d'aciers durs, l'essai bague – plan nous a permis d'éliminer TiN. L'essai Amsler écartant CrN, il nous reste un seul revêtement sur les trois étudiés, TiBN.

Il est important de noter que le revêtement idéal dépend du métal laminé, ce qui est normal. Une autre partie de l'étude a en effet montré que pour le laminage d'acier inoxydable au chrome, d'une part, le chrome dur conduit à un fort grippage ; d'autre part, TiN s'est montré supérieur à TiBN.

Il faut souligner ici que beaucoup de paramètres varient d'un revêtement à l'autre. En particulier, les dépôts ont été faits dans les conditions de l'état de l'art, sans chercher à maintenir constante la rugosité par exemple. Cependant, l'analyse des résultats n'a pas montré de corrélation entre la rugosité du revêtement et les performances anti-adhésives par exemple ; d'ailleurs, ce sont des revêtements de rugosité différente qui sont optimaux pour l'acier au carbone et pour l'acier inoxydable. Cela montre bien qu'au-delà de la rugosité, c'est bien la chimie de surface des revêtements qui est en cause.

Il faut souligner enfin que les lubrifiants n'ont pas été adaptés aux surfaces des outils revêtus. Dans la perspective du développement de nouveaux revêtements, c'est une étude qui devra être faite à un moment ou un autre.

## 7. RÉFÉRENCES

- [1] PalDey S., Deevi S.C., "Single layer and multilayer wear resistant coatings of (Ti,Al)N", *Mater. Sci. Engg A* 342, 1-2 (2003) 58-79
- [2] Hogmark S., Jacobson S., Larsson M., "Design and evaluation of tribological coatings", *WEAR* 246, 1-2 (2000) 20-33
- [3] Prengel H.G., Jindal P.C., Wendt K.H., Santhanam A.T., Hedge P.L., Penich R.M., "A new class of high performance PVD coatings on cemented carbide cutting tools", *Surf. Coat. Techn.* 139 (2001) 25-34.
- [4] Dubar M., Dubois A., Dubar L., "Wear analysis of tools in cold forging: PVD versus CVD TiN coatings", *WEAR* 259 (2005) 1109-1116
- [5] Bazant Z.P., "Size effect on structural strength: a review", *Arch. Appl. Mech.* 69, 9-10 (1999) 703-725
- [6] Andersson P., Leven J., Hemming B., "Hot rolling tests with steel bars and silicon nitride rolls", *J. Mat. Proc. Tech.* 209 (2009) 884-893
- [7] Ohkohchi T., Yasuda K., Nakagawa M., "Characteristics of Sialon ceramic rolls in cold rolling", *ISIJ Int.* 32, 11 (1992) 1250-1257
- [8] Jimbo Y., Azushima A., "Lubrication characteristics of physical vapour deposition TiN-coated roll for high productivity in cold rolling of low-carbon steel sheet", *WEAR* 249 (2001) 215-221
- [9] Azushima A., Morita Y., "Lubrication characteristics of surface treated rolls", *ISIJ International* 32 (1992) 1232-1237
- [10] Montmitonnet P., Delamare F., Rizoulières B., "Transfer layer and friction in cold metal strip rolling processes", *WEAR* 245 (2000) 125-135
- [11] Ould C., Gachon Y., Montmitonnet P., Badiche X., "Tribological Testing of Anti-Adhesive coatings for Cold Rolling Mill Rolls – Application to TiN-Coated Rolls", *Proc. 14<sup>th</sup> ESAFORM Int. Conf., Queen's University Belfast, April 27-29 2011. AIP Conf. Proc. N°1353 (2011) 1747-1752*
- [12] Delamare F., Kubié J., "An evaluation of the PSCT. III - experimental study of the friction test: the role of the metallurgical parameters of die and sheet", *J. Lub. Technol. (Trans. ASME)* 104 (1982) 538-544
- [13] Azushima A., Jimbo Y., "Effect of carbide properties of roll materials on lubricity in cold sheet rolling of low-carbon steel", *Int. J. Mach. Tools Manuf.* 41 (2001) 347-360
- [14] Montes de Oca Valero J.A., *Elaboration du carbure et du nitrure de titane par des procédés chimiques et physiques en phase vapeur : caractérisation de la microstructure*, Thèse de doctorat, Université Bordeaux 1, 2002