

## FRANÇAIS

### Panorama des méthodes de détermination des contraintes résiduelles et des constantes d'élasticité dans les couches minces et revêtements de surface ..... 83

M. Dupeux

La détermination des contraintes résiduelles et celle des constantes d'élasticité dans les revêtements vont souvent de pair. Un rapide panorama des principales méthodes expérimentales utilisées dans ce but fait apparaître les avantages et les limites de chacune : essais mécaniques sur couches autoportantes ou sur substrats revêtus, et méthodes physiques indirectes.

### Développements de la méthode dynamique résonante appliquée à la détermination du module de Young de revêtements ..... 91

P. Gadaud, S. Pautrot

La méthode dynamique résonante en flexion libre sur fils utilisée pour la mesure des constantes d'élasticité a été développée pour la caractérisation de matériaux revêtus. Cette technique a tout d'abord été appliquée à des mono-revêtements homogènes, de la température ambiante jusqu'à 1 100°C et pour des épaisseurs de dépôts variant de 2 à 200 µm, grâce à un formalisme de poutre composite. Ce formalisme a ensuite été étendu analytiquement à trois puis quatre couches afin de déterminer les caractéristiques élastiques de matériaux multi-revêtus. Pour les traitements thermo-chimiques présentant un gradient de propriétés mécaniques, un modèle n-couches simplifié permet d'évaluer le gradient de module suivant la profondeur.

### Étude des constantes d'élasticité de films minces par diffraction des rayons X ..... 97

P. Villain, P.-O. Renault, P. Goudeau, K.E. Badawi

Nous avons développé une méthode originale permettant de caractériser les constantes d'élasticité des films minces cristallins sur substrat qui associe la diffraction X et la déformation in situ. Cette technique a été appliquée avec succès pour mesurer le coefficient de Poisson dans des films minces de tungstène (150 nm) et des sous-couches de molybdène (8 nm) d'une multicouche Mo/Ni. Cet article présente le principe de la mesure du module de Young ainsi que les critères expérimentaux requis.

### Détermination des constantes d'élasticité de revêtements de diamant par diffusion Brillouin ..... 103

P. Djemia, C. Dugautier, T. Chauveau,  
M.I. De Barros, L. Vandenbulcke

La technique de diffusion Brillouin a permis de déterminer les propriétés d'élasticité de revêtements en diamants polycristallins à grains fins de différentes puretés en diamant. Ces couches ont été déposées par dépôt chimique en phase vapeur assisté par micro-onde, sur un alliage de titane Ti-6Al-4V, selon un procédé en deux étapes, à 600°C. Les constantes d'élasticité indépendantes ont été mesurées sélectivement, à partir de l'analyse des modes élastiques de surface et de volume.

### Détermination du module de Young de revêtements obtenus par projection thermique au moyen d'un essai cantilever modélisé ..... 109

H. Liao, Z. Feng, G. Jandin, C. Coddet

Cet article décrit une méthode simple et efficace pour la détermination du module de Young de revêtements obtenus par projection. Cette méthode mécanique fait appel à un essai de type poutre en console (cantilever) ne nécessitant pas de jauges de déformation, mais dépouillé au moyen d'une modélisation numérique par éléments finis et d'une technique d'optimisation. La modélisation prend en compte l'influence de la rugosité de surface du revêtement. Des essais ont été réalisés avec différents types de revêtements et leur module de Young a été calculé. La sensibilité du modèle par rapport à une variation des paramètres utilisés a également été testée.

### Comparaison des élasticités superficielles et volumiques par diffraction du rayonnement synchrotron ..... 115

B. Lavelle, L. Vendier, L. Guiraud

Afin de comparer les coefficients d'élasticité apparents en volume et surface, des mesures en transmission et réflexion ont été réalisées en utilisant le rayonnement synchrotron, sur un échantillon de nickel en traction. L'analyse spectrale du faisceau diffracté donne les déformations avec une précision comparable à celle des analyses goniométriques X. En surface l'état de contrainte est supposé plan, en volume l'état de déformation est plan. Les hauts modules observés en surface par rapport à ceux du volume peuvent s'expliquer par l'influence de la rugosité ou un abaissement de la limite d'écoulement en surface.

### Mécanismes de dégradation du système Ni/NiO en fluage sous oxygène ..... 121

L. Gaillet, G. Moulin

Cet article étudie le comportement en fluage d'un système Ni/NiO à 550°C sous oxygène. Plusieurs phénomènes de dégradation apparaissent au cours de la déformation en fluage. Ces défauts sont mis en évidence et discriminés in situ grâce à la technique d'émission acoustique. Ces résultats sont confirmés post mortem par différentes techniques classiques. D'éventuels effets d'interaction entre les mécanismes de déformation et les modes d'endommagement ont également été recherchés.

### Mécanismes de durcissement structural des alliages plomb-cadmium-calcium-étain pour grilles de batteries ..... 129

E. Saad, E. Hilali, L. Bouirden

Le durcissement structural des alliages plomb-cadmium-calcium se fait en deux stades : le premier est une transformation durcissante de type discontinue et sans précipitation, le second est une précipitation discontinue lamellaire de Pb<sub>3</sub>Ca. Dans le but d'améliorer les propriétés mécaniques et électrochimiques de ces alliages, nous avons étudié l'influence d'additions mineures d'étain sur les mécanismes de durcissement structural des alliages PbCaCd, car cet élément contribue à améliorer les propriétés électrochimiques des alliages pour grilles positives de batteries. Notre objectif est d'étudier d'une façon systématique les processus de vieillissement et de surveillance des alliages PbCdCaSn dans deux états structuraux : alliage brut de coulée et alliage réhomogénéisé.

**Étude du frittage des matériaux entrant dans la fabrication des meules diamantées ..... 137**  
P. Canale, C. Servant, G. Cizeron

Les meules à joint rond servant au détournage des vitres latérales pour l'automobile sont constituées d'un liant métallique dans lequel sont dispersés des grains de diamant d'une taille de l'ordre de 100 µm. Ce liant comporte un alliage ductile obtenu par frittage de poudres (Ag+Cu+Ti) et un squelette dur (W et fonte). Les caractéristiques recherchées de cette partie abrasive (liant + diamants) ainsi formée sont principalement une bonne résistance à l'abrasion ainsi qu'une bonne qualité de coupe. Afin de reproduire le cycle thermique industriel de fabrication par frittage des meules par cuisson en four traditionnel, ce cycle a été simulé au moyen d'essais dilatométriques effectués sur des agglomérés de mélanges simplifiés de poudres métalliques. Le but était de déterminer le comportement de chacun des constituants d'un aggloméré lors de son frittage.

**Inhibition de la corrosion de l'acier doux en milieu acide chlorhydrique par des composés malonitriles ..... 153**  
S. Elayyoubi, B. Hammouti, S. Kerit, H. Oudda, E.B. Maarouf

Le p-méthoxy benzylidène malonitrile (MN1) et le p-hydroxy benzylidène malonitrile (MN2) ont été synthétisés et testés comme inhibiteurs de corrosion de l'acier dans un milieu d'acide chlorhydrique molaire. Les deux composés se sont montrés de bons inhibiteurs et leur efficacité inhibitrice atteint 100 %, respectivement pour MN1 à  $10^{-4}$  M et MN2 à  $10^{-3}$  M. L'étude électrochimique a montré que ces deux composés sont des inhibiteurs mixtes qui s'adsorbent sur la surface de l'acier selon le modèle de l'isotherme de Langmuir. L'effet de la température montre que l'efficacité décroît légèrement avec l'augmentation de la température dans le domaine entre 298 et 338 K. Les valeurs des énergies d'activation déterminées sont plus grandes que celle trouvée en l'absence de l'inhibiteur, ce qui renforce la théorie d'une chimisorption.

**La transformation martensitique de l'alliage équiatomique Ti-Ni : étude de l'effet de cyclage thermique au moyen de quatre techniques différentes ..... 159**  
S. Chouf, S. Beikahla, E. Fhelfaoui, M. Morin, G. Guénin

Nous avons étudié l'effet des cycles thermiques sur les caractéristiques de la transformation martensitique d'un alliage équiatomique Ti-Ni en utilisant quatre techniques différentes : la calorimétrie différentielle à balayage (DSC), les mesures de résistance électrique (RE), les mesures de frottement interne (FI) et les essais de microdureté à la température ambiante. Trois types d'échantillons ont été utilisés : des échantillons bien recuits (homogénéisés), des échantillons laminés à froid et des échantillons écrouis puis recuits à des températures modérées.

## ENGLISH

**Overview of the determination methods for residual stresses and elasticity constants in thin films and surface coatings ..... 83**  
M. Dupeux

The determination of residual stresses in coatings generally goes with the simultaneous determination of their elasticity constants. The main experimental methods used for that purpose are briefly reviewed and their advantages and limitations discussed : mechanical tests on self-bearing layers or on coated substrates, indirect physical methods.

**Developments of the dynamical resonant method applied to the determination of Young's modulus of coatings..... 91**  
P. Gadaud, S. Pautrot

The dynamical resonant technique in free bending mode used for the determination of constants of elasticity has been developed in view to characterize coated materials. It has first been applied to homogeneous single coatings from room temperature up to 1,100°C for thicknesses varying from 2 to 200 µm with the help of a formalism of composite beam. This formalism has then been extended analytically to three and four layers in order to characterize multicoated materials. For thermochemical treatments presenting a gradient of mechanical properties, a simplified n-layer model allows to estimate the modulus gradient as a function of depth.

**X-ray diffraction study of thin film elasticity constants ..... 97**  
P. Villain, P.-O. Renault, P. Goudeau, K.E. Badawi

We have developed an original method allowing to determine the elasticity constants of thin crystalline films deposited on substrates, which combines X-ray diffraction and in situ tensile testing. This technique has been successfully applied to measure the Poisson's ratio in tungsten thin films (150 nm) and molybdenum sublayers (8 nm) of a Mo/Ni multilayer. This paper gives the principles and experimental requirements for the Young's modulus determination.

**Determination of elasticity constants of diamond carbon film coating by Brillouin light scattering ..... 103**  
P. Djemia, C. Dugautier, T. Chauveau, M.I. De Barros, L. Vandenbulcke

Brillouin light scattering has been used to investigate the elasticity properties of polycrystalline smooth fine-grained diamond films having various diamond qualities. They have been deposited on titanium alloy Ti-6Al-4V by a two-step microwave plasma-assisted chemical vapour deposition process at 600°C. Taking advantage from the detection of a number of different acoustic modes, a complete elasticity characterization of the films has been achieved.

**Determination of the Young's modulus of thermally sprayed coatings using a modelized cantilever test ..... 109**  
H. Liao, Z. Feng, G. Jandin, C. Coddet

This paper describes a simple and efficient method to identify Young's modulus of thermally sprayed coatings. The mechanical method is based on the cantilever beam test, without the use of a strain gauge, combined with a finite element numerical modelling and optimization technique. The influence of coating roughness was taken into account in this work. Several types of coatings were tested and their Young's moduli were calculated. A sensibility analysis was also performed.

**Comparison of surface and bulk elasticity properties using synchrotron radiation diffraction ..... 115**  
B. Lavelle, L. Vendier, L. Guiraud

Transmission and reflection measurements using synchrotron radiation have been performed on a Ni sample submitted to tensile stress. For each studied crystalline plane, the strain was determined from spectral analysis of the diffracted beam, with a precision in the range of goniometric X-ray analysis. Apparent elasticity characteristics were then deduced assuming plane stress state on the surface and plane strain state in the bulk. The high elasticity modulus at the surface compared with bulk one could be explained by a roughness effect or a lower yield stress near the surface.

**Degradation behaviour of the Ni/NiO system in creep under oxygen** ..... 121  
L. Gaillet, G. Moulin

This article studies the creep behaviour of the Ni/NiO system at 550°C under oxygen. Several phenomena of damage appear during the deformation in creep. These damages are in situ highlighted and separated with the help of the acoustic emission technique. These results are post-mortem confirmed by various standard techniques. Possible effects of interaction between the mechanisms of deformation and the degradation behaviour were also examined.

**Precipitation hardening mechanisms in lead-cadmium-calcium-tin alloys for battery grids** ..... 129  
E. Saad, E. Hilali, L. Bouriden

Precipitation hardening in lead-cadmium-calcium alloys is a two stage process : the first stage is a discontinuous hardening transformation without precipitation, the second stage is a discontinuous lamellar precipitation of Pb<sub>3</sub>Ca. In order to increase the mechanical and electrochemical properties of these alloys, we have studied the influence of minor additions of tin on the precipitation hardening behaviour of PbCaCd alloys, as this element is used to improve the electrochemical properties of positive battery grids. The objective was to investigate in a systematic manner the ageing and overageing behaviour of PbCdCaSn alloys in the case of two different structural states : as-cast condition, rehomogenized state.

**Sintering study of the materials used in the manufacturing of diamond grinding wheels** ..... 137  
P. Canale, C. Servant, G. Cizeron

The pencil edging diamond wheels used for lateral automotive glass grinding are composed of a mixture of metal powders (bond) and dispersed super-abrasive diamond grits (having a 100 µm average size). The metallic bond consists of a ductile alloy (sintered Ag+Cu+Ti powder mixture) and a hard skeleton (W and cast iron). The principal characteristics expected are a good wear resistance as well as a good cutting quality. In order to reproduce the industrial thermal cycle of the sintering manufacturing process in a traditional furnace, this cycle was simulated by dilatometric tests on green pellets of simplified metal powder mixtures. The aim was to determine the sintering behaviour of each component of the metallic bond.

**Corrosion inhibition of mild steel in hydrochloric acid solutions by malonitrile compounds** ..... 153  
S. Elayyoubi, B. Hammouti, S. Kertit, H. Oudda, E.B. Maarouf

p-methoxy benzylidene malonitrile (MN1) and p-hydroxy benzylidene malonitrile (MN2) were synthesized and tested as inhibitors for the corrosion of mild steel in molar HCl. We have found that both of them inhibit the corrosion. The maximum inhibition efficiency reached 100 % for MN1 at 10<sup>-4</sup> M and for MN2 at 10<sup>-3</sup> M. Current-voltage curves indicated that malonitriles act as mixed type inhibitors. Their adsorption on the steel surface obeys the Langmuir isotherm model. The effect of temperature on the corrosion behaviour of steel indicated that the inhibition efficiency of the two inhibitors decreases slightly with the rise of temperature in the range 298-338 K. The apparent activation energies for steel dissolution are greater than in the absence of inhibitors, which is consistent with a chemisorption mechanism.

**Martensitic transformation of equiatomic Ti-Ni : study of thermal cycling effects by four different techniques** ..... 159  
S. Chouf, S. Beikahla, E. Fhelfaoui, M. Morin, G. Guénin

Four different techniques have been used to study the thermal cycling effects on equiatomic Ti-Ni : Differential Scanning Calorimetry (DSC), Electrical Resistance measurements (ER), Internal Friction measurements (IF) and Vickers microhardness tests performed at room temperature. The measurements have been performed on well annealed samples, samples cold worked at room temperature and cold worked samples annealed at moderate temperatures.

**DEUTSCH**

**Übersicht über Methoden zur Bestimmung von Eigenspannungen und von Elastizitätskonstanten in dünnen Schichten und Oberflächenbeschichtungen** ..... 83  
M Dupeux

Die Bestimmung der Eigenspannungen und die der Elastizitätskonstanten in Beschichtungen erfolgen meistens zusammen. Eine kurze Übersicht der hauptsächlich angewendeten Versuchsmethoden zeigt die Vorteile und die Grenzen jeder Methode auf : mechanische Versuche mit selbsttragenden Schichten oder mit beschichteten Trägerwerkstoffen und indirekte physikalische Methoden.

**Entwicklungen der dynamischen Resonanzmethode für die Bestimmung des Young-Moduls von Beschichtungen** ..... 91  
P. Gadaud, S. Pautrot

Das dynamische Eigenschwingungsverfahren unter freier Biegung, angewendet bei Drähten zur Messung der Elastizitätskonstanten, wurde zur Beschreibung beschichteter Werkstoffe weiterentwickelt. Diese Technik wurde zuerst bei homogenen Monobeschichtungen von Raumtemperatur bis 1 100°C und für Abscheidungsdicken von 2 bis 200 µm angewandt, mit Hilfe eines Formalismus des Verbundträgers. Dieser Formalismus wurde in der Folge analytisch auf drei und dann 4 Schichten ausgedehnt, um die elastischen Eigenschaften mehrschichtiger Werkstoffe zu bestimmen. Für die thermochemischen Behandlungen, die einen Gradienten der mechanischen Eigenschaften zeigen, erlaubt ein vereinfachtes n-Schichtenmodell den Gradienten des Moduls entsprechend der Tiefe zu bestimmen.

**Untersuchung der Elastizitätskonstanten von Dünnschichten mittels Röntgenstrahlbeugung** ..... 97  
P. Villain, P.-O. Renault, P. Goudeau, K.E. Badawi

Eine neuartige Methode wurde entwickelt, die erlaubt die Elastizitätskonstanten kristalliner Dünnschichten auf einem Trägerwerkstoff zu beschreiben, welche die Röntgenstrahlbeugung und die Verformung in situ verbindet. Diese Technik wurde mit Erfolg bei der Bestimmung des Poisson-Koeffizienten in dünnen Wolframfilmen (150 nm) angewendet und in Unterschichten von Molybdän (8 nm), bei einer Multischicht Mo/Ni. Dieser Bericht legt das Prinzip der Bestimmung des Young-Moduls sowie die erforderlichen Versuchs-kriterien dar.

**Bestimmung der Elastizitätskonstanten von Diamantbeschichtungen durch Brillouin-Streuung** ..... 103  
P. Djemia, C. Dugautier, T. Chauveau, M.I.De Barros, L. Vandembulcke

Die Streuungstechnik nach Brillouin ermöglichte die elastischen Eigenschaften von Beschichtungen aus polykristallinen feinkörnigen

Diamanten, verschiedener Reinheiten an Diamant, zu bestimmen. Diese Schichten wurden in der Dampfphase durch chemische Abscheidung abgelagert unterstützt durch Mikrowellen, auf einer Titan-Legierung Ti-6Al-4V, nach einem Prozess in zwei Stufen, bei 600°C. Die unabhängigen Elastizitätskonstanten wurden selektiv bestimmt, ausgehend von der Analyse der elastischen Verhaltensarten der Oberfläche und des Volumens.

**Bestimmung des Young-Moduls von Beschichtungen, die durch thermisches Spritzen erhalten wurden, mittels eines Cantilever-Versuchsmodells** ..... 109  
H. Liao, Z. Fenz, G. Jandin, C. Coddet

Dieser Bericht beschreibt ein einfaches und wirksames Verfahren für die Bestimmung des Young-Moduls von Beschichtungen, die durch Spritzen erhalten wurden. Dieses mechanische Verfahren greift auf einen Versuch vom Typ freitragender Träger (Cantilever) zurück, bei dem keine Verformungsmesser benötigt werden, der aber durch eine numerische Modellierung mittels finiter Elemente und einer Optimierungstechnik ausgewertet ist. Die Modellierung berücksichtigt den Einfluss der Oberflächenrauheit der Beschichtung. Es wurden Versuche mit verschiedenen Typen von Beschichtungen durchgeführt und ihre Young-Module berechnet. Die Empfindlichkeit des Modells hinsichtlich einer Schwankung der Parameter wurde ebenfalls überprüft.

**Vergleich der Elastizitäten in Oberfläche und Volumen mittels der Beugung von Synchrotron-Strahlung** ..... 115  
B. Lavelle, L. Vendier, L. Guiraud

Um die scheinbaren Elastizitätskoeffizienten, im Volumen und in der Oberfläche, zu vergleichen wurden Transmissions- und Reflektionsmessungen durchgeführt, wobei Synchrotron-Strahlung und eine Nickelprobe unter Zugbeanspruchung verwendet wurden. Die Spektralanalyse des gebeugten Strahls zeigt die Verformungen mit vergleichbarer Genauigkeit wie die von goniometrischen Analysen mit Röntgenstrahlen. In der Oberfläche wird der Spannungszustand als eben angenommen, im Volumen ist der Verformungszustand eben. Die hohen beobachteten Module der Oberfläche im Verhältnis zu denjenigen des Volumens können durch den Einfluss der Rauheit oder eine Erniedrigung der Fließgrenze in der Oberfläche erklärt werden.

**Mechanismen der Schädigung im System Ni/NiO beim Kriechen unter Sauerstoff** ..... 121  
L. Gaillet, G. Moulin

Dieser Beitrag untersucht das Dauerstandverhalten eines Systems Ni/NiO bei 550°C unter Sauerstoff. Mehrere Schädigungserscheinungen treten im Verlauf der Verformung durch Kriechen auf. Diese Fehler lassen sich mittels der Schallemissions-Technik nachweisen und in situ unterscheiden. Diese Ergebnisse werden nachträglich durch verschiedene klassische Techniken bestätigt. Mögliche Wechselwirkungen zwischen den Mechanismen der Verformung und den Arten von Schädigung wurden ebenso untersucht.

**Mechanismen der Gefügeaushärtung bei Blei-Cadmium-Calzium-Zinn-Legierungen für Batteriegitte** ..... 129  
E. Saad, E. Hilali, L. Bourdin

Die Gefügeaushärtung von Blei-Cadmium-Calzium-Legierungen läuft in zwei Stufen ab : die erste Stufe ist eine aushärtende Umwandlung diskontinuierlicher Art ohne Ausscheidung, die Zweite eine diskontinuierliche lamellare Ausscheidung von  $Pb_3Ca$ . Mit dem Ziel die mechanischen und elektrochemischen Eigenschaften dieser Legierungen zu verbessern wurde der Einfluss geringerer Zusätze von

Zinn auf die Mechanismen der Gefügeaushärtung von Pb-Ca-Cd-Legierungen untersucht, weil dieses Element zur Verbesserung der elektrochemischen Eigenschaften der Legierungen für die positiven Gitter von Batterien beiträgt. Ziel der Untersuchung war, auf eine systematische Weise die Prozesse der Alterung und der Überalterung von Pb-Cd-Ca-Sn-Legierungen in zwei Gefügeständen zu untersuchen : der Legierung im gussrohen Zustand und der Legierung im rehomogenisierten Zustand.

**Untersuchung der Sinterung von Werkstoffen für die Herstellung von Diamantschleifscheiben** ..... 137  
P. Canale, C. Servant, G. Cizeron

Die Rundscheifmittel, die zum Formschnitt von Automobil-seitenscheiben dienen, bestehen aus einem metallischen Bindemittel, in dem Diamantkörner der Grössenordnung 100  $\mu m$  dispergiert sind. Dieses Bindemittel besteht aus einer duktilen Legierung, die durch Sintern von Pulvern (Ag+Cu+Ti) erhalten wird und einen harten Skelett (W und Gusseisen). Die gewünschten Eigenschaften dieses so erzeugten abrasiven Teils (Bindemittel + Diamanten) sind insbesondere eine gute Abriebfestigkeit wie auch eine gute Schnittqualität. Um den industriellen thermischen Fertigungsablauf, Sintern der Schleifmittel durch Backen im traditionellen Ofen, zu reproduzieren wurde dieser Zyklus mittels Dilatometerversuchen simuliert, die mit Agglomeraten aus vereinfachten Mischungen metallischer Pulver durchgeführt wurden. Das Ziel war das Verhalten jedes einzelnen Bestandteils eines Agglomerats während seines Sinterns zu bestimmen.

**Verhinderung der Korrosion von kohlenstoffarmem Stahl in salzsäurehaltiger Umgebung durch Malonitril- Verbindungen** ..... 153  
S. Eayyoubi, B. Hammouti, S. Kertit, H. Oudda, E.B. Maaroui

Das p-methoxy benzyldän Malonitril (MN1) und das p-hydroxy benzyldän Malonitril (MN2) wurden synthetisiert und als Korrosionsinhibitoren für Stahl in einer molaren salzsäurehaltigen Umgebung geprüft. Die zwei Verbindungen erweisen sich als gute Inhibitoren und ihre inhibierende Wirkung erreicht 100 %, mit MN1 bei  $10^{-4}$  M und mit MN2 bei  $10^{-3}$  M. Die elektrochemische Untersuchung zeigte, dass diese beiden Verbindungen Mischinhibitoren sind, die auf der Oberfläche des Stahls adsorbiert werden, nach dem Modell der Langmuir-Isotherme. Der Temperatureinfluss zeigt, dass die Wirksamkeit leicht mit der Erhöhung der Temperatur zwischen 298 und 338 Kelvin abnimmt. Die Werte der ermittelten Aktivierungsenergie sind grösser als die bei Fehlen des Inhibitors gefundenen, was die Theorie einer Chemisorption verstärkt.

**Die Martensit-Umwandlung der äquiatomaren Legierung Ti-Ni : Untersuchung der Wirkung der Temperaturwechselbehandlung mit Hilfe vier verschiedener Techniken** ..... 159  
S. Chouf, C. Beikahla, E. Hfelfaoui, M. Mohn, G. Guénin

Die Wirkung von Temperatur-Zyklen auf die Kennwerte der Martensitumwandlung einer äquiatomaren Ti-Ni-Legierung wurde durch Ausnutzung von vier verschiedenen Techniken untersucht : Raster-Differential-Kalorimetrie (DCS), elektrische Widerstandsmessungen (RE), Messungen der inneren Reibung (FI) und Mikrohärteuntersuchungen bei Raumtemperatur. Drei Probetypen wurden verwendet: gut gegläute (homogenisierte) Proben, kaltgewalzte Proben und kaltverfestigte Proben, die anschliessend bei mässigen Temperaturen gegläut wurden.

**Panorama de los métodos de determinación de las tensiones residuales y las constantes de elasticidad en las capas delgadas y revestimientos de superficie ..... 83**  
**M. Dupeux**

La determinación de las tensiones residuales y la de las constantes de elasticidad en los revestimientos van frecuentemente de par. Un rápido panorama de los principales métodos experimentales utilizados en este fin hace aparecer las ventajas y los límites de cada una : ensayos mecánicos sobre capas autoportantes o sobre sustratos revestidos, y métodos físicos indirectos.

**Desarrollo del método dinámico resonante aplicado a la determinación del módulo de Young de revestimientos ..... 91**  
**P. Gadaud, S. Pautrot**

El método dinámico resonante en flexión libre sobre hilos utilizados para la medida de las constantes de elasticidad ha sido desarrollado para la caracterización de los materiales revestidos. Esta técnica ha sido primeramente aplicada a los monorevestimientos homogéneos, desde la temperatura ambiente hasta los 1 100°C y para espesores de depósitos variando de 2 a 200 µm, gracias a un formalismo de polvo composite. Este formalismo ha sido seguidamente extendido analíticamente a tres-cuatro capas con el fin de determinar las características elásticas de materiales multi-revestidos. Para los tratamientos termoquímicos presentan un gradiente de propiedades mecánicas, un modelo de n-capas simplificado permite evaluar el gradiente de módulo según la profundidad.

**Estudio de las constantes de elasticidad de películas delgadas por difracción de rayos X ..... 97**  
**P. Villain, P.-O. Renault, P. Goudeau, K.E. Badawi**

Se ha desarrollado un método original que permite caracterizar las constantes de elasticidad de las películas delgadas cristalinas sobre sustrato que asocia la difracción X y la deformación in situ. Esta técnica ha sido aplicada con éxito para medir el coeficiente de Poisson en las películas delgadas de tungsteno (150 nm) y las subcapas de molibdeno (8 nm) de una multicapa Mo/Ni. Este artículo presenta el principio de la medida del módulo de Young así como los criterios experimentales requeridos.

**Determinación de las constantes de elasticidad de revestimientos de diamante por difusión Brillouin ..... 103**  
**P. Djemia, C. Dugautier, T. Chauveau, M.I. De Barros, L. Vandenbulcke**

La técnica de difusión Brillouin ha permitido determinar las propiedades de elasticidad de revestimientos de diamantes policristalinos con granos finos de diferentes purezas de diamante. Estas capas han sido aplicadas por depósito químico en fase vapor asistida por micro-ondas, sobre una aleación de titanio Ti-6Al-4V, según un procedimiento de dos etapas, a 600°C. Las constantes de elasticidad independientes han sido medidas selectivamente, a partir del análisis de los modos elásticos de superficie y de volumen.

**Determinación del módulo de Young de revestimientos obtenidos por proyección térmica por medio de un ensayo cantilever modelizado ..... 109**  
**H. Liao, Z. Feng, G. Jandin, C. Coddet**

Este artículo describe un método simple y eficaz para la determinación del módulo de Young de revestimientos obtenidos por

proyección. Este método mecánico recuerda a un ensayo de tipo viga en consola (cantilever) no necesitando de aforos de deformación, elementos finitos y de una técnica de optimización. La modelización tiene en cuenta la influencia de la rugosidad superficial del revestimiento. Los ensayos han sido realizados con diferentes tipos de revestimientos y ha sido calculado su módulo de Young. La sensibilidad del modelo con relación a una variación de los parámetros utilizados han sido igualmente ensayados.

**Comparación de las elasticidades superficiales y volúmicas por difracción de rayos sincrotron ..... 115**  
**B. Lavelle, L. Vendier, L. Guiraud**

Con el fin de comparar los coeficientes de elasticidad aparentes en volumen y en superficie, han sido realizadas medidas en transmisión y en reflexión utilizando radiaciones sincrotron, sobre una muestra de níquel en tracción. El análisis espectral del haz difractado da las deformaciones con una precisión comparable a la de los análisis granulométricos X. En superficie el estado de tensión es supuesto plano, en volumen el estado de deformación está plano. Los altos módulos observados en superficie con relación a los del volumen se pueden explicar por la influencia de la rugosidad o por una disminución del límite de colada en superficie.

**Mecanismos de degradación del sistema Ni/NiO en fluencia bajo oxígeno ..... 121**  
**L. Gailet, G. Moulin**

Este artículo estudia el comportamiento en fluencia de un sistema Ni/NiO a 550°C bajo oxígeno. Varios fenómenos de degradación durante la deformación en fluencia. Estos defectos son puestos en evidencia y discriminados in situ gracias a la técnica de emisión acústica. Estos resultados fueron confirmados post mortem por diferentes técnicas clásicas. Se han investigado igualmente eventuales efectos de interacción entre los mecanismos de deformación y los procedimientos de endurecimiento.

**Mecanismos de endurecimiento estructural de las aleaciones plomo-cadmio-calcio-estaño para rejillas de baterías ..... 129**  
**E. Saad, E. Hilali, L. Bouirden**

El endurecimiento estructural de las aleaciones plomo-cadmio-calcio se hace en dos estadios : el primero es una transformación endurecedora de tipo discontinuo y sin precipitación, el segundo es una precipitación discontinua laminar de Pb<sub>3</sub>Ca. Con el fin de mejorar las propiedades mecánicas y electroquímicas de estas aleaciones, se ha estudiado la influencia de pequeñas adiciones de estaño sobre los mecanismos de endurecimiento estructural de las aleaciones PbCaSn, pues este elemento contribuye a mejorar las propiedades electroquímicas de las aleaciones para rejillas positivas de baterías. Nuestro objetivo es el de estudiar de una manera sistemática los procesos de envejecimiento y vigilancia de las aleaciones PbCdCaSn en dos estados estructurales : aleación bruta de colada y aleación rehomogeneizada.

**Estudio del aglomerado de materiales participando en la fabricación de moldes adiamantados ..... 137**  
**P. Canale, C. Servant, G. Cizeron**

Los moldes con juntas redondas que sirven en el decortado de las lunas laterales para el automóvil están constituidas de un ligante metálico en el que son dispersados los granos de diamante de una talla total del orden de 100 µm. Este ligante comporta una aleación dúctil obtenida por aglomerado de polvos (Ag+Cu+Ti) y un esqueleto duro (W y fundición). Las características investigadas de esta parte abrasiva (ligante + diamantes) así formada son principalmente una

buena resistencia a la abrasión así como una buena calidad de corte. Con el fin de reproducir el ciclo térmico industrial de fabricación por aglomerado de los moldes por cocción en horno tradicional, este ciclo ha sido simulado por medio de ensayos dilatométricos efectuados sobre los aglomerados de mezclas simplificadas de polvos metálicos. El fin era determinar el comportamiento de cada uno de los constituyentes de un aglomerado a partir de su sinterizado.

**Inhibición de la corrosión del acero dulce en medio de ácido clorhídrico por compuestos malonitrilos ..... 153**  
S. Elayyoubi, B. Hammouti, S. Kertit, H. Oudda, E.B. Maarouf

La p-metoxi bencilidina malonitrilo (MN1) y el p-hidroxy bencilidina malonitrilo (MN2) han sido sintetizados y ensayados como inhibidores de corrosión del acero en un medio de ácido clorhídrico molar. Los dos compuestos se han mostrado como buenos inhibidores alcanzando su eficacia inhibidora el 100 %, respectivamente para MN1 a  $10^{-4}$  M y MN2 a  $10^{-3}$  M. El estudio electroquímico ha mostrado que estos dos compuestos son inhibidores mixtos que se adsorben sobre la superficie del acero según el modelo isoterma de Langmuir. El efecto de la temperatura muestra que la eficacia decrece ligeramente con el aumento de la temperatura en el dominio entre 298 y 338 K. Los valores de las energías de activación determinadas son mas grandes que las encontradas en ausencia de inhibidor, lo que refuerza la teoría de una quimisorción.

**La transformación martensítica de la aleación equiatómica Ti-Ni : estudio del efecto del ciclado térmico por medio de cuatro técnicas diferentes ..... 159**  
S. Chouf, S. Beikahla, E. Fhelfaoui, M. Morin, G. Guénin

Se ha estudiado el efecto de los ciclos térmicos sobre las características de la transformación martensítica de una aleación equiatómica Ti-Ni utilizando cuatro técnicas diferentes : la calorimetría diferencial de barrido (DSC), las medidas de resistencia eléctrica (RE), las medidas de frotamiento interno (FI) y los ensayos de microdureza a la temperatura ambiente. Se han utilizado tres tipos de probetas: probetas bien recocidas (homogeneizadas), probetas laminadas en frío y probetas tratadas en frío y después recocidas a temperaturas moderadas.