UNIVERSITE DES SCIENCES ET TECHNOLOGIES DE LILLE INSTITUT UNIVERSITAIRE DE TECHNOLOGIE A

1995

55

Laboratoire de Mécanique de Lille

gen 20103407

Nº d'ordre : 1474

THESE DE DOCTORAT

présentée à l' UNIVERSITE DES SCIENCES ET TECHNOLOGIES DE LILLE pour obtenir le titre de DOCTEUR Spécialité : <u>Mécanique</u>

par

Philippe DEMARECAUX

Ingénieur E.U.D.I.L. en Science des Matériaux

TITRE

ADHERENCE ET PROPRIETES TRIBOLOGIQUES DE REVÊTEMENTS OBTENUS PAR PROJECTION THERMIQUE HYPERSONIQUE

Applicabilité des revêtements de carbures de chrome aux disques de freins

soutenue le Vendredi 20 Janvier 1995 devant le jury d'examen composé de :

TE THE L ST THE TOP WITH A.

G. MESMACQUE M. AUCOUTURIER M. LAMBERTIN E. DARQUE-CERETTI D. DUCHATEAU B. MARGUET

J. LESAGE

PrésidentProfesseur des Universités (U.S.T.L.)RapporteurDirecteur de Recherches C.N.R.S. (Paris-Sud)RapporteurProfesseur des Universités (E.N.S.A.M. Cluny)ExaminateurMaître de Recherches (Ecole des Mines de Paris)ExaminateurDocteur Ingénieur, C.E.T.I.M.ExaminateurExaminateurExaminateurSECTIONECALSTHOM Transport, Ets C.I.M.T.Directeur de These ENDERGE Secur des Universités (U.S.T.L.)

A la mémoire de mon parrain

.

- Remerciements -

Ce travail a été effectué au Laboratoire de Mécanique des Matériaux de l'I.U.T. A de l'Université des Sciences et Technologies de Lille, composante du Laboratoire de Mécanique de Lille (URA CNRS 1441), sous la direction de Monsieur le Professeur J. Lesage à qui j'exprime mes plus sincères remerciements pour m'avoir accueilli au sein de l'équipe "Endommagement - Surfaces " qu'il anime, pour ses compétences et sa gentillesse, et pour les précieux moments qu'il m'a consacrés. Ses conseils, son esprit de synthèse ont largement contribué à la réalisation de ce travail.

J'exprime également ma plus profonde gratitude à Monsieur le Professeur G. Mesmacque pour m'avoir accueilli au sein du Laboratoire de Mécanique des Matériaux en me proposant le sujet de ce travail et pour les précieux conseils qu'il m'a apportés.

Je tiens à remercier Monsieur M. Aucouturier, Directeur de Recherches C.N.R.S., et Monsieur M. Lambertin, Professeur des Universités à l'Ecole Nationale Supérieure d'Arts et Métiers de Cluny, qui ont accepté d'examiner et de juger ce travail.

Je remercie Madame E. Darque-Ceretti, Maître de Recherches à l'Ecole des Mines de Paris, Monsieur D. Duchateau, Responsable du Service Matériaux, Traitements Thermiques et Applications Tribologiques au CETIM, et Monsieur B. Marguet, Responsable du Service Etudes Avancées chez GEC ALSTHOM - Ets C.I.M.T., qui m'ont fait l'honneur de participer au jury d'examen.

Mes remerciements s'adressent également à D. Chicot, Maître de Conférences, pour son aide précieuse à l'interprétation des résultats et à la réalisation de ce document, et à O. Bartier pour l'aide pratique qu'il m'a apportée à l'occasion de son D.E.A. et pendant ces trois années de thèse.

Je veux témoigner ma reconnaissance à toutes les personnes ayant contribué de près ou de loin à l'élaboration de ce travail.

Je remercie enfin la Société GEC ALSTHOM et l'Agence De l'Environnement et de la Maîtrise de l'Energie (A.D.E.M.E.) qui ont co-financé cette étude.

- Sommaire -

Introduction générale

Première partie :

ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE

1
1
5
5
6
7
10
21
21
22
24
25
26
27
28
28
30
34
35

Chapitre III : Techniques d'indentation appliquées	
à la détermination des propriétés	
mécaniques des revêtements	45
III. 1 - Introduction	45
III. 2 - Test de dureté	45
III. 3 - Dureté des revêtements	48
III. 3. 1 - Modèle de Bückle	48
III. 3. 2 - Modèle de Jönsson et Hogmark	49
III. 3. 3 - Modèle de Burnett et Rickerby	51
III. 4 - Ténacité des matériaux fragiles	52
III. 5 - Test d'adhérence par indentation	57
III. 5. 1 - Indentations perpendiculaires	57
III. 5. 1 - Indentations parallèles	60
III. 6 - Test d'indentation interfaciale	61
Chapitre IV : Frottement - Usure	71
IV. 1 - Frottement	71
IV. 1. 1 - Définition	71
IV. 2. 2 - Mécanismes du frottement	72
IV. 2 - Usure	73
IV. 2. 1 - Définition	73
IV. 2. 2 - Evaluation de l'usure	73
IV. 2. 3 - Troisième corps	74
IV. 2. 4 - Modes d'usure	74
IV. 3 - Comportement au frottement et à l'usure	78
IV. 3. 1 - Influence des caractéristiques des matériaux	78
IV. 3. 1. 1 - Dureté et ténacité	78
IV. 3. 1. 2 - Etat de surface	81

IV. 3. 2 - Influence de la charge appliquée	81
IV. 3. 3 - Influence de la vitesse de glissement	84
IV. 3. 4 - Comportement au frottement et à l'usure des céramiques	85
IV. 3. 5 - Influence des caractéristiques du tribomètre	90

.

^

Deuxième partie :

TRAVAIL EXPERIMENTAL

Chapitre V : Caractérisation de l'adhérence de revêtements obtenus par projection hypersonique	97
V. 1 - Introduction	97
V. 2 - Matériaux étudiés	98
V. 2. 1 - Substrats	98
V. 2. 2 - Revêtement	99
V. 3 - Mise en oeuvre du test d'indentation interfaciale	102
V. 3. 1 - Préparation des échantillons	102
V. 3. 2 - Procédure expérimentale du test d'indentation interfaciale	102
V. 4 - Résultats des tests d'indentation interfaciale	
Interprétation - Modèle - Discusion	107
V. 4. 1 - Eprouvettes recuites	108
V. 4. 2 - Effet des contraintes résiduelles	127
V. 4. 3 - Conclusions	134
V. 5 - Flexion trois points	136
V. 6 - Résultats des essais de cisaillement	138
V. 6. 1 - Essais expérimentaux	138
V. 6. 2 - Simulation des efforts de contact	
entre le disque et la garniture	140
V. 6. 3 - Conclusions	146

Chapitre VI : Simulation des effets thermiques en freinage -			
Influence sur l'adhérence	149		
VI. 1 - Matériaux étudiés et techniques expérimentales	149		
VI. 1. 1 - Substrats étudiés	149		
VI. 1. 2 - Etats de référence	149		
VI. 1. 3 - Cyclages thermiques	149		
VI. 1. 4 - Appareillage expérimental	151		
VI. 2 - Résultats expérimentaux	151		
VI. 2. 1 - Caractérisation des états de référence	152		
VI. 2. 2 - Caractérisation des états cyclés	154		
VI. 3 - Conclusions	156		
Chapitre VII : Essai de frottement - usure	159		
VII. 1 - Matériaux étudiés et techniques expérimentales	159		
VII. 2 - Résultats expérimentaux	161		
VII. 2. 1 - Coefficient de frottement	161		
VII. 2. 2 - Interprétation des résultats	164		
VII. 3 - Discussion des résultats	168		
VII. 4 - Adhérence des revêtements après essais de frottement	172		
VII. 5 - Conclusions	175		

Conclusion générale



- Introduction générale -

Le sujet de ce mémoire trouve son origine dans la préoccupation industrielle d'augmenter la longévité des disques de freins et leur résistance à des sollicitations de plus en plus sévères liées aux vitesses élevées atteintes par les trains à grande vitesse. Le sujet de la thèse se situe dans le contexte du Pôle Frein réunissant différents partenaires industriels concernés par le freinage ferroviaire, plusieurs laboratoires universitaires et quelques Institutionnels en charge des transports et de la maîtrise de l'énergie.

Les disques de freins utilisés dans le ferroviaire sont soumis à des vibrations importantes au niveau du contact avec la garniture. Ces vibrations conduisent à la fissuration prématurée des disques, accélérée par des niveaux élevés de température atteints pendant le freinage. La solution envisagée ici est de protéger les disques par un revêtement dur et résistant à chaud de manière à limiter l'usure et l'élévation de température.

En dehors de la dégradation par usure, les revêtements peuvent être endommagés par délamination à l'interface. La projection thermique hypersonique permet d'obtenir des revêtements comparativement plus denses et plus adhérents que ceux obtenus à partir des techniques de projection thermique classiques. Dans ce travail, nous étudions le cas d'un revêtement de carbures de chrome à liant NiCr obtenu par projection hypersonique.

Comme nous l'avons mentionné plus haut, l'une des principales limitations à l'utilisation des revêtements est liée à leur capacité d'adhérer au substrat. Malheureusement, les tests d'adhérence existants présentent de nombreux inconvénients alors qu'il existe une demande de plus en plus forte, tant industrielle que scientifique, pour la mise au point de tests fiables, reproductibles, faciles à mettre en oeuvre et susceptibles de se prêter à une modélisation prenant en compte les causes physico-mécaniques de l'adhérence.

Pour la rédaction de ce mémoire, nous avons choisi la manière classique consistant à séparer la partie bibliographique de la partie expérimentale.

L'étude bibliographique est conduite en quatre chapitres présentant successivement la projection thermique et les différentes techniques employées, la notion d'adhérence et les tests généralement utilisés pour la caractériser, le cas particulier du test

d'indentation et ses différents aspects, les principes généraux du frottement et de l'usure des matériaux et plus particulièrement des céramiques.

Le travail expérimental est présenté en trois chapitres dont la chronologie est liée à la priorité rencontrée de mettre au point un test d'adhérence adapté au cas particulier des revêtements épais. Le premier chapitre est consacré à la caractérisation, par le test d'indentation interfaciale, de l'adhérence du revêtement de carbures de chrome sur différents substrats métalliques. A partir de tests de simulation, le second chapitre présente l'influence des effets thermiques du freinage sur l'adhérence entre le revêtement et son substrat. Enfin, le dernier chapitre rassemble les résultats d'essais tribologiques entre un disque revêtu d'une couche de carbures de chrome et un patin fritté fer - cuivre.

Première partie :

ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE

Chapitre I :

Projection thermique

I. 1 - Principe et applications

La projection thermique consiste à projeter en fines particules, sur un matériau de base (substrat), un matériau d'apport chauffé jusqu'à l'état partiellement ou totalement fondu [1, 2]. On obtient ainsi un multi-matériau constitué d'un revêtement à hautes caractéristiques reposant sur un substrat aux caractéristiques plus modestes.

La figure 1 présente schématiquement la technique générale de projection thermique. Elle montre que les matériaux d'apport peuvent être sous forme solide ou sous forme de poudre, et le procédé de chauffage, une flamme ou un arc électrique.



Figure I.1 : Technique générale de projection thermique

Les revêtements projetés thermiquement ont des applications presque illimitées [2]. En effet, certains revêtements sont destinés à protéger la surface des pièces en mouvement contre l'abrasion, le grippage, la corrosion par frottement (fretting corrosion). Des céramiques sont ainsi projetées sur des pièces de machines textiles, sur des composants de pompes (manchons, pistons, rotors), sur des portées de joints d'étanchéité (joints tournants). On peut aussi projeter des céramiques associées à des alliages métalliques (cermets), sur des pales et ailettes de turbines à gaz, ou des carbures sur des composants de réacteurs nucléaires.

Des revêtements sont également utilisés pour combattre certaines formes de corrosion dans des milieux de natures chimiques différentes. Ils doivent satisfaire à des exigences particulières liées à leur densité, leur propre résistance à la corrosion ou encore assurer la protection cathodique du substrat. On peut citer, à titre d'exemple, l'utilisation de revêtements sur des pièces de chaudières ou de chambres de combustion pour lutter contre la corrosion due aux gaz chauds.

D'autres revêtements servent également à protéger le substrat de températures trop élevées en jouant le rôle de barrière thermique. C'est le cas des revêtements utilisés en sidérurgie pour les lingotières, les moules de coulées ou les tuyères de hauts-fourneaux. Les exigences pour de tels revêtements sont principalement la stabilité thermique, la résistance à l'oxydation, la plus faible conductibilité thermique possible et un coefficient de dilatation proche de celui du substrat. Bien entendu, la condition de base à l'utilisation de ces revêtements est qu'ils soient le plus

Bien entendu, la condition de base à l'utilisation de ces revêtements est qu'ils soient le plu adhérents possible au substrat.

La projection thermique présente certains avantages, par rapport aux autres procédés de recouvrement de surface, qui découlent de quatre caractéristiques communes aux différentes techniques de projection [2, 3]:

- La température du substrat peut être maintenue inférieure à 100°C, ce qui permet d'éviter la modification microstructurale du substrat et l'oxydation de la surface de la pièce pendant la projection. La réalisation de revêtements sur des pièces parachevées ou sur des pièces en aluminium, zinc, étain, matières plastiques, verres, ou encore sur cartons ou papiers est également possible.

- Les matériaux d'apport et les matériaux de base peuvent être choisis indépendamment les uns des autres. Leur combinaison permet d'optimiser le multi-matériau en vue d'une application particulière.

- La projection thermique peut être automatisée. Elle peut se prêter à la production, en grande ou petite série, ou même à l'unité, de revêtements sur des pièces de petite comme de grande taille.

•

La qualité, la fiabilité et la reproductibilité sont également les avantages d'un procédé automatisé.

- Le revêtement est localisé et d'épaisseur contrôlée. Il est possible, par exemple, de réparer des pièces par apport de matière sur les seules parties usées ou endommagées.

Quelque soit la technique de projection adoptée, les principaux éléments à maîtriser sont la préparation de la surface du substrat, la nature des matériaux projetés, la chaleur nécessaire à la fusion de ces matériaux, la vitesse de la flamme et des particules qui influencent directement les caractéristiques du revêtement obtenu [2].

Les surfaces destinées à être revêtues doivent être propres, sans contamination de graisses, d'huiles ou de peintures [4]. Les substrats sont préparés par sablage (ou grenaillage) pour donner à la surface une rugosité favorable à l'accrochage mécanique des particules projetées. La rugosité moyenne Ra, généralement utilisée, est comprise entre 5 et 10 µm. Cette valeur de la rugosité, fonction du matériau, permet d'augmenter la surface de contact et de multiplier le nombre d'aspérités. L'accrochage dépend aussi de la possibilité d'ancrage des particules projetées dans les pores et autres irrégularités que peuvent être les cavités ouvertes créées, lors du sablage, par l'enlèvement d'impuretés à la surface du matériau de base [5].

Du point de vue thermique, les matériaux utilisables ne doivent pas se sublimer lors de la projection [4]. En effet, dans le cas d'un passage de l'état solide à l'état gazeux, le matériau d'apport volatilisé serait perdu pour la projection thermique.

Ces matériaux peuvent être des métaux (Cu, Ni, Al, ...), des alliages métalliques ou des céramiques (Carbures, Oxydes, Nitrures, ...). Ils se présentent sous la forme de fils, de cordons, de baguettes ou de poudres. La forme sous laquelle ces matériaux sont utilisés dépend de leurs propriétés et du procédé de projection.

L'immense variété des matériaux projetables fait de la projection thermique la technique la plus souple et la plus diversifiée de tous les procédés de traitement de surface [2]. Néanmoins, les paramètres opératoires sont très nombreux et l'optimisation des propriétés des revêtements présente de ce fait quelques difficultés.

Pas moins de 29 paramètres de projection, pour un matériau d'apport pulvérulent, ont été répertoriés par Colombon et Capelle [6]. Ces paramètres opératoires sont rassemblés dans le tableau I.1 et classés en trois grandes catégories.

Paramètres relatifs à la préparation du substrat		
- nature du matériau abrasif	- nombre de passes	
- granulométrie	- temps de sablage par unité de surface	
- pression de sablage	- vitesse de déplacement de la torche	
- distance de sablage	- mise en oeuvre d'un préchauffage	
- angle d'incidence du jet	- temps entre sablage et projection	

Paramètres relatifs à la poudre

- taille moyenne des grains
- distribution statistique de la taille moyenne des grains
- constitution et forme des grains
- composition de la poudre

Paramètres de projection			
Alimentation en poudre	Apport d'énergie	Déplacement de la torche	
- débit de poudre	- nature et conception	- distance de projection	
- nature du gaz porteur	de la torche	- vitesse tangentielle pièce/torche	
- débit du gaz porteur	- tension d'alimentation et	- vitesse axiale torche/pièce	
- nombre d'injecteurs	intensité du courant	- épaisseur du dépôt obtenu	
(situation et inclinaison)	- nature des gaz plasma	- angle d'inclinaison torche/pièce	
	- débit des gaz plasma		
	- nature de l'atmosphère		
	- refroidissement		

Tableau I.1 : Paramètres opératoires de projection d'un matériau pulvérulent

Cette liste n'est pas limitative puisque certains de ces paramètres peuvent encore être décomposés [6].

Les effets des paramètres opératoires de projection sur les caractéristiques des revêtements seront discutés dans les prochaines sections.

I. 2 - Techniques de projection

Les techniques de projection thermique peuvent être classées en 3 groupes se distinguant par la vitesse de la flamme ou des particules:

- Les procédés subsoniques (projection à la flamme ou projection à l'arc)

- Les procédés supersoniques (projections plasma)

- Les procédés hypersoniques (en continu ou par détonation)

La source de chaleur utilisée pour la fusion du matériau d'apport provient soit d'un arc électrique soit d'une flamme.

I. 2. 1 - Procédés à l'arc électrique

L'arc électrique est créé entre deux fils consommables (pistolet à l'arc électrique) ou entre une cathode axiale en tungstène et une anode de cuivre en forme de tuyère (pistolet à plasma) [2, 4].

Les pistolets à arc électrique entre deux fils sont alimentés par des générateurs de courant continu, de tension d'arc comprise entre 25 et 40 V et d'intensité entre 100 et 400 A. Le métal fondu dans l'arc est véhiculé par un jet d'air comprimé.

Pour le pistolet à plasma, l'arc électrique est amorcé et entretenu par un courant haute fréquence. Le mélange de gaz généralement utilisé pour former l'atmosphère plasmagène est constitué d'argon ou d'azote, avec de l'hydrogène ou de l'hélium. Sous l'effet de températures très élevées, les molécules de gaz se dissocient et s'ionisent. Ce milieu permet à l'arc électrique de conduire des courants très intenses entre la cathode et l'anode, sous faible tension (800 A - 100 V). La cathode et l'anode sont toutes deux refroidies par circulation d'eau. Le gaz plasmagène est injecté autour de la cathode, traverse l'arc électrique et s'échappe par la tuyère anodique percée d'un trou central. Le matériau en poudre, émulsionné dans un gaz support, est introduit dans la flamme plasma le plus souvent à la sortie de la tuyère. Accélérées et fondues, les particules sont projetées à des vitesses supersoniques.

La projection plasma, généralement réalisée dans l'air, peut aussi être effectuée dans des

caissons sous basse pression (5,3 à 13,3 KPa) ou sous atmosphère et température contrôlées. Le but poursuivi est d'améliorer la fusion des particules, d'augmenter leur vitesse et d'éviter l'oxydation des particules pendant la projection.

I. 2. 2 - Procédés à la flamme

Pour le procédé dit à la flamme, la chaleur nécessaire à la fusion des matériaux est obtenue par combustion ou détonation d'un mélange oxygène-gaz [2]. Il existe 3 types de matériel [4]:

- Les torches à gaz
- Les pistolets à poudre subsoniques
- Les pistolets à poudre hypersoniques

Les torches à gaz sont des chalumeaux oxygène-gaz généralement utilisés en soudure autogène. Ils sont équipés d'un réservoir contenant la poudre qui est introduite par gravitation dans l'un des gaz de combustion. Ce type de projection conduit à une liaison de type brasure entre le matériau d'apport et le matériau de base.

Les pistolets à poudre subsoniques utilisent généralement un mélange oxy-acétylénique. Comme pour les torches à gaz, les matériaux utilisés sont de type auto-fusible, refondus après projection de manière à améliorer l'adhérence, à augmenter la cohésion des particules entreelles et à diminuer la porosité.

Le procédé le plus ancien utilisant des vitesses hypersoniques est le canon à détonation mis au point dans les années 70. La poudre à projeter est introduite dans une chambre contenant les gaz de combustion. Une étincelle provoque ensuite l'explosion du mélange. La complexité des réglages nécessaires pour maîtriser des explosions successives a conduit, au début des années 80, à la mise au point de nouvelles techniques à tir continu. Celles-ci présentent quelques différences notables par rapport au procédé précédent dans la distribution des poudres, la nature et le débit des gaz utilisés.

La projection thermique hypersonique donne en général des revêtements plus denses et plus adhérents que ceux obtenus par les autres techniques de projection [7, 8]. En effet, la projection hypersonique met en jeu des vitesses de particules d'environ 3 à 4 fois la vitesse du son contre 1 fois pour la projection plasma [2, 8]. Les particules projetées possèdent ainsi une très grande énergie cinétique. Cependant, le procédé hypersonique est limité à la projection de carbures (carbures de chrome, carbures de tungstène, ...). En effet, la température de flamme relativement peu élevée (3000°C contre 15000°C pour le procédé plasma) ne permet pas, par

exemple, la projection d'oxydes [2, 8]. Par ailleurs, la vitesse très élevée des particules et la température de flamme relativement faible permettent d'éviter l'oxydation des particules pendant leur trajet dans la flamme, ce qui aurait pour conséquence une diminution de l'adhérence du futur revêtement.

C'est la répartition entre l'énergie cinétique et l'énergie thermique qui constitue la principale différence entre les procédés hypersoniques et les procédés plasma.

I. 3 - Formation et structure des revêtements

En arrivant sur le substrat, la particule en fusion a une vitesse suffisante pour "s'étaler" sur les irrégularités du matériau de base ou sur les particules précédemment projetées, et pour qu'une forte adhésion particules-substrat ou inter-particules soit établie [9]. Il y a alors transfert de chaleur vers le substrat, refroidissement et solidification très rapide de la particule qui se contracte. Ceci engendre un accrochage mécanique de la particule et parfois, suivant les matériaux en présence, la formation d'un véritable alliage par fusions locales ou phénomènes de diffusion. Malheureusement, ce dernier cas n'est que très rarement observé, même lorsqu'il s'agit de matériaux présentant des aptitudes à la diffusion ou au soudage. Les couches adhèrent donc au substrat essentiellement par accrochage mécanique, et localement par des forces chimiques de liaison ou de type Van der Waals [2, 3].

Les principales théories de l'adhésion seront décrites dans le chapitre suivant (Chap. 2 - Adhésion - Adhérence).

Les revêtements obtenus par projection thermique possèdent une structure lamellaire particulière provenant de la superposition des particules en couches successives. La figure I.2 schématise la formation et la structure d'un revêtement projeté thermiquement [4].

Lors de l'impact, les particules projetées s'écrasent et occupent une surface dont le diamètre moyen D peut être calculé par rapport au diamètre initial d de la particule, par la relation de Madesjski [4]:

$$\frac{D}{d} = 1,29 \frac{\rho v d}{\mu} 0,2$$
 (1)

avec

 ρ : densité du liquide,

v : vitesse d'impact des particules,

 μ : viscosité du liquide.



- A : Coupe de la couche d'oxyde d'une gouttelette métallique
- B : Intérieure d'une gouttelette métallique
- C : Impact de la gouttelette métallique (éclatement partiel)
- D : Eclatement de la couche d'oxyde
- E : Accrochage des particules entre elles
- F : Soudage des particules entre elles
- G : Particules non fondues avant impact
- H : Micro-cavité due à un remplissage partiel
- I : Micro-pore dû à des gaz enfermés
- J : Surface du matériau de base rugosifié
- K : Matériau de base

Figure I.2 : Coupe d'une couche projetée au moment de l'impact d'une particule en fusion, d'après [4]

Le modèle théorique simplifié de Madesjski néglige l'influence des tensions de surface et suppose que la gouttelette fondue se déforme complètement avant de se solidifier [4]. Ce modèle montre que le diamètre de la surface occupée (D) est d'autant plus important que la taille des particules projetées (d) est grande et la vitesse d'impact élevée.

La fusion des particules projetées a également été modélisée. En combinant différents paramètres opératoires dans une équation de conduction thermique et de dynamique de gaz, Plunket [4] pose la condition suivante pour que la fusion des particules soit totale:

$$\frac{S(K \Delta T)^2}{V \mu} \ge \frac{L^2 d^2}{16 \rho}$$
(2)

avec	S : distance de projection,	ρ : densité de la couche,
	V : vitesse du jet de gaz,	d : diamètre moyen de la particule,
	μ : viscosité du jet de gaz,	L : capacité thermique de la particule,
	K : conductivité thermique du revêtement,	par unité de volume, à la température de
	ΔT : gradient de température du revêtement,	fusion.

Cette condition est d'autant mieux vérifiée que le temps de séjour et la température des particules dans le jet de gaz sont élevés, et que la taille des particules est petite.

Néanmoins, si la taille des particules est réduite, leur vitesse est corrélativement augmentée et le temps de séjour dans la flamme diminué. Dans ces conditions, la température maximale atteinte est plus faible et la fusion des particules peut être incomplète.

Il est donc nécessaire de trouver un compromis entre tous les paramètres opératoires car les caractéristiques du revêtement peuvent varier dans des proportions très importantes [4].

En pratique, la superposition des couches constituant les revêtements n'est jamais parfaitement réalisée et les revêtements obtenus sont plus ou moins poreux. En effet, les interstices laissés par les particules déjà projetées ne sont pas tous comblés par les gouttelettes qui suivent. La porosité dépend de nombreux facteurs tels que, par exemple, la vitesse d'impact des particules sur le substrat ou encore la température du substrat pendant la projection.

Certaines techniques de projection permettent de réduire la porosité. Parmi elles, la projection plasma à arc transféré (sous basse pression), en assurant le chauffage du substrat pendant la projection, permet la dilatation des premiers empilements de particules et l'élimination des porosités au voisinage du matériau de base [10].

Suivant les procédés de projection thermique employés, les températures atteintes par les particules, leur durée de séjour dans la flamme et leur refroidissement sont très variables et peuvent conduire à des revêtements de composition ou de structure métallurgique différentes de celles des matériaux avant projection.

Par exemple, dans le cas du carbure de tungstène, le phénomène de décomposition de WC-Co en composés intermétalliques de tungstène (W_2C) et de cobalt (Co_6W_6C , Co_3W_3C) est nettement moins inportant par projection hypersonique (3000°C) que par projection plasma (15000°C) [7].

Un autre exemple de transformation de phase est donné avec l'oxyde d'aluminium qui, projeté sous phase alpha, passe en grande partie sous phase gamma lors du refroidissement [11]. D'autres phénomènes sont liés aux réactions chimiques qui peuvent avoir lieu entre les particules projetées, les gaz plasmagènes ou l'oxygène de l'air entraîné par le plasma [11].

Un autre effet essentiel lié au processus de projection thermique est la création de contraintes résiduelles dans le revêtement et dans le substrat. Différentes causes métallurgiques ou thermomécaniques peuvent être à l'origine de ces contraintes. La section suivante décrit la génèse des contraintes résiduelles ainsi que leur rôle sur le comportement en service des pièces revêtues.

I. 4 - Contraintes résiduelles

Les contraintes résiduelles sont des contraintes qui persistent dans un matériau après qu'une sollicitation mécanique ait été exercée ou qu'un traitement thermique ait été réalisé [12]. Ce sont les phénomènes thermiques, mécaniques et physico-chimiques mis en jeu durant le trajet des particules et pendant la formation du revêtement qui conduisent à l'établissement d'un état de contraintes résiduelles microscopiques et macroscopiques.

Globalement, les contraintes résiduelles ont trois origines:

- Les contraintes dans les particules, à l'échelle microscopique

Elles proviennent de la contraction de chacune des gouttelettes projetées au cours du refroidissement rapide jusqu'à la température ambiante. En effet, lorsque la particule fondue parvient au contact d'un matériau solide (matériau de base ou particules précédemment projetées et refroidies), elle n'a plus tous ses degrés de liberté pour se solidifier [13]. Lors de son refroidissement, sa contraction est entravée et des tensions internes apparaissent.

La figure I.3 illustre les directions des tensions internes lors du refroidissement des gouttelettes [4].



Figure I.3 : Tensions internes apparaissant lors du refroidissement des gouttelettes [4]

- Les contraintes d'origine métallurgique

Lors de la projection, certaines parties du matériau peuvent subir des transformations métallurgiques dont on sait qu'elles s'accompagnent généralement de variations de volume. C'est le cas de certains aciers qui, projetés thermiquement, subissent la transformation martensitique au refroidissement [4]. Celle-ci s'accompagne d'une importante variation de volume et peut conduire à un état de contraintes de compression dans le revêtement.

- Les contraintes thermiques

- Dans le cas de techniques de recouvrement où l'élévation de la température du substrat est importante (par exemple, la projection plasma thermique [14]), le revêtement et le substrat refroidissent simultanément. Dans une hypothèse de continuité des déformations, les contraintes residuelles d'origine thermique sont

dues à la différence des coefficients de dilatation du matériau projeté et du matériau de base.

Si le coefficient de dilatation thermique du revêtement est supérieur à celui du substrat, le revêtement suit la contraction du substrat lors du refroidissement. Freiné dans sa propre contraction, il se trouve dans un état de contraintes de traction [15, 16]. L'équilibre mécanique des contraintes impose alors un état de contraintes résiduelles de compression dans le substrat. Ces contraintes sont les plus élevées au voisinage de l'interface, comme le montre le schéma suivant.



Si le coefficient de dilatation thermique du revêtement est inférieur à celui du substrat le phénomène inverse se produit et les contraintes résiduelles sont de compression dans le revêtement et de traction dans le substrat [15].

- Dans le cas de la projection thermique hypersonique, l'élévation de la température du substrat est peu importante du fait de la taille réduite du faisceau d'impact et de la température de flamme relativement faible. Les contraintes résiduelles proviennent alors essentiellement du refroidissement du seul matériau projeté. Celui-ci ne pouvant se contracter librement, il s'établit un champ de contraintes de traction dans le revêtement et de compression dans le substrat, indépendamment du rapport des coefficients de dilatation thermique.

Les contraintes résiduelles résultent le plus souvent d'une combinaison de ces trois types de contraintes. Elles dépendent fortement des matériaux et des techniques de projection employées.

Kuroda et al se sont intéressés aux contraintes résiduelles générées lors de la projection plasma thermique de différentes revêtements (80% at. Ni - 20% at. Cr, Al, Al_2O_3 , Mo) sur des substrats en acier doux [14]. Ils ont évalué les contraintes en mesurant la courbure de chacune des éprouvettes revêtues et en calculant la contrainte moyenne dans le revêtement, à partir de l'équation de Stoney [17]:

$$\sigma_r = \frac{E_0 h_0^2}{6Rh}$$

avec

σ_r : contraintes résiduelles,
E₀ : module d'élasticité du substrat,
h₀ : épaisseur du substrat,
R : inverse de la courbure,
h: épaisseur de revêtement.

Ce calcul a été effectué pour chaque revêtement à différentes températures de projection et différentes températures de préchauffage du substrat avant projection.

La figure I.4 montre que les contraintes résiduelles sont d'autant plus importantes (en valeur absolue) que la température de projection est élevée.

La nature des contraintes résiduelles dans le revêtement est fonction de la valeur du coefficient de dilatation thermique du matériau projeté par rapport à celui du matériau de base. La figure I.4 confirme que les contraintes résiduelles dans le revêtement sont de traction quand $\alpha_r > \alpha_s$ et de compression quand $\alpha_r < \alpha_s$.

Richard a réalisé des mesures de contraintes résiduelles pour un revêtement NiCrAlY, déposé par projection plasma atmosphérique sur un acier EZ3NCT25 ($\alpha = 17 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$) et sur un superalliage NCK20D ($\alpha = 12 \cdot 13 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$) [18].

La méthode de détermination des contraintes résiduelles utilisée est la méthode du trou incrémental.

Les profils de contraintes obtenus pour les deux couples sont présentés figures I.5 -a et -b.

Ces figures illustrent, une fois encore, la description faite antérieurement de l'influence du coefficient de dilatation thermique sur les contraintes résiduelles.

On remarque que les contraintes résiduelles de compression, dans le revêtement, sont moins importantes dans le cas b) que dans le cas a). Par conséquent, sans connaître la valeur du coefficient de dilatation thermique du NiCrAlY, on peut penser qu'il est plus proche de celui du superalliage que de celui de l'acier. S'il se trouvait entre les deux, on aurait, dans le revêtement,



Figure I.4 : Contraintes moyennes évaluées pour différents revêtements (pour différents coefficients de dilatation thermique), en fonction de la température de projection [14]

des états de contraintes différents pour chaque couple: en compression pour le couple EZ3NCT25/NiCrAlY ($\alpha_r < \alpha_s$) et en traction pour le couple NCK20D/NiCrAlY ($\alpha_r > \alpha_s$). Le coefficient de dilatation thermique du NiCrAlY est donc inférieur à celui du superalliage.



Figure I.5 : Profils des contraintes résiduelles obtenus pour les couples a) EZ3NCT25/NiCrAlY et b) NCK20D/NiCrAlY [18]

Les effets des contraintes résiduelles sur la tenue en service des pièces revêtues peuvent être, suivant le cas, bénéfiques ou néfastes. Elles s'ajoutent aux contraintes appliquées et peuvent entraîner des déformations inacceptables pouvant conduire à la rupture. En milieu corrosif, la présence de contraintes superficielles de tension peut entraîner l'apparition et la propagation rapide d'une fissure jusqu'à une rupture prématurée [19, 20]. Un traitement thermique de relaxation peut ainsi s'avérer nécessaire si les contraintes résiduelles sont de même signe que les contraintes appliquées. Des contraintes résiduelles de compression, obtenues par sablage ou par grenaillage, sont parfois volontairement créées afin d'éviter le phénomène de corrosion sous tension. Si les contraintes résiduelles sont de signe opposé à celui des contraintes appliquées, une partie de l'effort compense le champ des contraintes résiduelles. Par exemple, les contraintes résiduelles de compression jouent un rôle favorable sur la résistance mécanique de pièces soumises à des sollicitations de fatigue, en stoppant ou en retardant la propagation des fissures [21, 22]. Il importe donc de connaître la nature et l'ordre de grandeur des contraintes résiduelles afin de prévoir leur influence sur le comportement des pièces en service.

Comme nous le verrons dans la partie expérimentale de ce mémoire, les contraintes résiduelles influencent fortement l'adhérence des revêtements projetés thermiquement. Dans le chapitre II, nous décrivons les principales théories de l'adhésion et les méthodes parmi les plus utilisées pour mesurer ou apprécier l'adhérence des revêtements sur leur substrat.

Références

[1] C.B. Berndt

Thermally sprayed coatings: properties and applications. Surface Modification Technologies IV, T.S. Sudarshan et al Ed., TMS. Publication, 1991, pp. 193-213.

[2] J.-P. Janssen

Les techniques de projection de métaux, d'alliages et de céramiques. Nouvelles performances et nouvelles applications.

Séminaire d'informations technologiques S.B.M., European Journal, Vol. 34, n° 1, pp. 37-46.

[3] M. Villat

Revêtements de surface fonctionnels par projection au plasma. Revue Technique Sulzer, 3/1986, pp. 41-45.

[4] M. Ducos

Revêtements par projection thermique. Techniques de l'ingénieur, 1/1989, article M 1645, pp. 1-23.

[5] J. Schultz

Les principaux modèles théoriques de l'adhésion. 5^{ième} Journées d'Etude sur l'Adhérence (Métal - Céramique - Polymère - Composite), Vol. 1, Juin 1990.

[6] J. Colombon, B. Capelle

Optimisation des procédés de dépot plasma, vis à vis de l'adhérence. Contraintes Résiduelles et Nouvelles Technologies, Recueil de conférences, édition du CETIM, Sept. 1990, pp. 99-108.

[7] H. Kreye, D. Fandrich, H.-H. Muller, G. Reiners

Microstruture and bond strength of WC-Co coatings deposited by hypersonic flame spraying (Jet Kote process).

ITSC'86 proceedings of the Eleventh International Thermal Spraying Conference, Montréal, Canada, Sept 1986,

Advances in Thermal Spraying, 1986, pp. 121-128.

[8] H. Kreye, P. Heinrich

State of development and prospects of high velocity flame spraying. Welding and Cutting, 8/1990, pp. E119-E121.

[9] O. Knotek, R. Elsing

Monte Carlo simulation of the lamellar structure of thermally sprayed coatings. Surface and Coatings Technology, 32/1987, pp. 261-271.

[10] K. Murakami, H. Asako, T. Okamoto, Y. Miyamoto

Microstructure and mechanical properties of rapidly solidified deposited layers of Fe-C-Cr alloys produced by low pressure plasma spraying. Materials Science and Engineering, A123/1990, pp. 261-270.

[11] G. Barbezat, E. Muller, B. Walser

Revêtements de carbure de tungstène-cobalt projetés par flamme hypersonique. Revue Technique Sulzer, 4/1988, pp. 4-10.

[12] J.F. Flavenot, A. Niku Lari

La mesure des contraintes résiduelles - Méthode de la flèche. Les Mémoires Techniques du CETIM, Sept. 1977, n° 31.

[13] S. Kuroda, T. Fukushima, S. Kitahara

Generation mechanisms of residual stresses in plasma-sprayed coatings. Vacuum Technology, 1990, Vol. 41, n° 4-6, pp. 1297-1299.

[14] S. Kuroda, T. Fukushima, S. Kitahara

Simultaneous measurement of coating thickness and deposition stress during thermal spraying. Thin Solid Films, n° 164, 1988, pp. 157-163.

[15] L. Chollet

Mesure des tensions internes et des modules d'élasticité de revêtements. Surfaces, n° 213, Avril 1990, pp. 42-49.

[16] **C.-C. Chiu**

Residual stresses in ceramic coatings as determined from the curvature of a coated strip.

Materials Science and Engineering, A150/1992, pp. 139-148.

[17] **G.G. Stoney**

The tension of metallic films deposited by electrolysis. Proc. R. Soc. London, Ser. A, 82, 1909, pp. 172-175.

[18] C. Richard

Etude des caractéristiques mécaniques de revêtements projetés par procédés thermiques. Thèse de Doctorat, Université de Technologie de Compiègne, Déc. 1992.

[19] **P. Couffin**

Détermination des contraintes résiduelles par diffraction des rayons X - Application à une liaison soudée entre un tube mince et une pièce massive. Thèse de 3^{ième} cycle, Université de Paris-Sud (centre d'Orsay), Sept. 1984.

[20] R.H. Fenn, A.M. Jones, G.M. Wells

Measurement of triaxial residual stresses in composite materials using X-ray diffraction. AERE Report R 12901, U. K. Atomic Energy Authority, Déc. 1987.

[21] H.P. Lieurade

Effet des contraintes résiduelles sur le comportement à la fatigue des pièces et des structures industrielles.

Traitement Thermique, 218, 1988, p. 29.

[22] D.V. Nelson

Effects of residual stress on fatique crack propagation. Residual Stress Effect in Fatigue, ASTM STP 776, American Society for Testing and Materials, 1982, pp. 172-194.

Chapitre I : Projection thermique

Chapitre II :

Adhésion - Adhérence

II. 1 - Notion d'adhésion

Toute substance est constituée d'un assemblage de molécules, d'atomes ou d'ions, liés entre eux par des forces de liaisons qui sont, suivant le cas, de types Van der Waals, hydrogène, ioniques, covalentes, métalliques, ... [1].

Sur la surface libre demeurent des liaisons vacantes. C'est le cas, par exemple, des métaux où les atomes de la surface extérieure n'ont pas le nombre d'atomes voisins qu'ils auraient à l'intérieur du matériau [2]. Du point de vue énergétique, on peut associer à ces liaisons vacantes une énergie libre de surface γ dont la valeur diffère suivant le matériau: de 1000 à 3000 mJ/m² pour les métaux et de 100 à 500 mJ/m² pour les cristaux ioniques, elle est inférieure à 100 mJ/m² pour les polymères [3].

A l'aide d'un exemple très simple, il est possible de proposer une définition de l'énergie d'adhésion: si l'on considère deux corps A et B initialement distincts et possédant respectivement les énergies libres de surface γ_A et γ_B , le rapprochement de A et B par la surface S correspond à une diminution de l'énergie libre du système (fig. II.1). Cette énergie libre devient:

$$\gamma_{AB} = \gamma_A + \gamma_B - W \tag{1}$$

où W représente le travail, par unité de surface, nécessaire pour séparer réversiblement les deux corps A et B. W est, par définition, l'énergie d'adhésion.



Figure II.1 : Energies libres de surface

Les situations où les corps peuvent être en contact sont très diverses et mettent en jeu des propriétés physiques différentes. Par conséquent, de nombreuses théories adaptées à ces différentes situations ont été et sont encore développées. Dans la suite de ce chapitre, nous décrivons quelques unes des théories parmi les plus utilisées.

II. 2 - Théorie du mouillage ou modèle thermodynamique

Sans entrer dans les détails de la théorie établie par Sharpe et Schonhorn [4], il est possible d'examiner son formalisme à partir de l'exemple d'un liquide, sous la forme d'une goutte, en contact avec la surface plane d'un solide, en présence d'une phase vapeur (fig. II.2).



Figure II.2 : Equilibre d'un liquide sur un solide, en présence d'une phase vapeur

L'équilibre de la goutte sur la surface du solide impose que la somme des forces de liaison soit nulle. En assimilant tension superficielle et énergie libre de surface, la condition d'équilibre s'écrit suivant la relation de Young [5]:

$$\gamma_{\rm SV} = \gamma_{\rm SL} + \gamma_{\rm LV} \cos \theta \tag{2}$$

avec γ_{SV} : énergie libre de surface du solide en présence d'une phase vapeur, γ_{SL} : énergie libre interfaciale solide - liquide, γ_{LV} : énergie libre de surface du liquide, θ : angle de contact.

L'énergie d'adhésion, quant à elle, peut être évaluée par le travail d'adhésion exprimé par la relation de Dupré [6]:

$$W = \gamma_{SV} + \gamma_{LV} - \gamma_{SL}$$
(3)

22Chapitre II : Adhésion - Adhérence

La combinaison de ces deux relations conduit à l'expression du travail d'adhésion W en fonction de l'angle de mouillage θ :

$$W = \gamma_{LV} \left(1 + \cos \theta \right) \tag{4}$$

Ainsi, pour une énergie libre de surface du liquide (γ_{LV}) donnée, l'adhésion est d'autant plus élevée que l'angle de mouillage (θ) est petit.

En étudiant la mouillabilité de différents liquides (n-alcanes) sur une surface de PTFE (Téflon), Zisman [7] a tracé l'évolution de cos θ en fonction de l'énergie superficielle ou énergie libre de surface (γ_{LV}) du liquide. La courbe est présentée figure II.3.



Figure II.3 : Evolution de cos θ en fonction de l'énergie superficielle γ_{LV} [8]. L'énergie superficielle critique du PTFE (Téflon) est de 18 erg/cm² ou mJ/m².

L'auteur montre que cos θ tend vers 1 quand γ_{LV} décroit et tend vers une valeur critique γ_c . Pour un solide déterminé, γ_c est donc l'énergie libre de surface d'un liquide fictif qui le mouillerait complètement. Ce paramètre empirique est actuellement très employé pour comparer la mouillabilité des matériaux [8].

L'énergie libre de surface d'un matériau correspond à l'énergie qu'il faut dépenser, toutes choses égales par ailleurs, pour augmenter sa surface de l'unité [9]. L'énergie superficielle dépend donc de la nature des liaisons physico-chimiques qui constituent le matériau. Elle est d'autant plus grande que le niveau d'énergie des liaisons est élevé.

Les liaisons physico-chimiques jouent par conséquent un rôle important dans l'établissement du

contact entre un liquide et son substrat, et conditionnent la valeur de l'angle de mouillage. Elles font l'objet de la section suivante.

II. 3 - Adhésion physico-chimique

Ce modèle postule que l'adhésion entre deux corps a pour cause la création de liaisons physico-chimiques à l'interface.

En général, les auteurs distinguent deux types de liaison physico-chimique: les liaisons interatomiques et les liaisons intermoléculaires.

Les liaisons intermoléculaires sont principalement les liaisons de type Van der Waals. Elles sont dues aux interactions électromagnétiques produites par la fluctuation continuelle des électrons à l'intérieur d'une molécule. Les liaisons intermoléculaires correspondent à des forces d'attraction entre les molécules, elles possèdent une faible énergie de liaison (fig. II.4).

Les liaisons intramoléculaires ou interatomiques sont, parmi les plus importantes, la liaison ionique, la liaison covalente et la liaison métallique. A l'échelle de l'atome, elle correspondent à des interactions à courte distance et possèdent donc une forte énergie de liaison (fig. II.4). L'électro-déposition du laiton permet, par exemple, d'obtenir une liaison chimique entre le cuivre et le caoutchouc par l'intermédiaire du soufre. L'adhésion est alors due à la création de liaisons polysulfures entre le cuivre et l'élastomère réticulé au soufre [10]. La liaison chimique est également mise en jeu dans le mécanisme de pontage par des agents de couplage. C'est le cas, par exemple, des silanes utilisés pour le collage de verres [11]. Carré et Schultz [12] ont montré que l'énergie de rupture augmente avec la longueur du couplage chimique et avec le nombre des liaisons interfaciales.

La liaison hydrogène résulte de l'attraction d'un atome d'hydrogène, légèrement chargé positivement, par les doublets électroniques libres d'un élément par conséquent très électronégatif tel que O, N, F, Cl, ... La liaison hydrogène permet, par exemple, d'expliquer la cohésion de l'eau.

La liaison hydrogène ainsi que les liaisons ionique et covalente sont appelées, par certains auteurs [13, 14], liaisons acido-basiques. L'étude faite par Fowkes en 1987 (cité dans [14]) met en évidence l'influence des interactions acido-basiques pour l'adsorption de polymères considérés comme basiques (PMMA) ou acides (PVC) sur des surfaces de silice (acide) ou de carbonate de calcium (basique). L'auteur montre qu'aucune adsorption d'un polymère basique n'ap parait sur une surface basique alors qu'une adsorption forte existe entre un polymère acide et une surface basique, d'une part, et entre un polymère basique et une surface acide d'autre part.



Figure II.4 : Amplitude et distance d'action des principales forces physico-chimiques de liaison [14]

Si les liaisons acido-basiques conditionnent fortement la valeur de l'angle de mouillage, il faut noter, à aire interfaciale constante, que le volume de la goutte influe aussi sur l'angle de contact. Celui-ci peut prendre une valeur comprise entre deux valeurs limites définies par Lavielle [15]. De plus, la rugosité ou l'hétérogénéité des surfaces peuvent induire une hystérèse de l'angle de contact [16, 17]. Les liaisons physico-chimiques ne peuvent donc, à elles seules, expliquer l'adhésion entre deux corps et d'autres modèles doivent être utilisés.

II. 4 - Adhésion mécanique

Le modèle de l'adhésion mécanique trouve son origine dans les travaux de Mac Bain publiés en 1926 [18]. Selon ce modèle, l'adhésion dépend de la pénétration et de l'ancrage d'un matériau dans les pores et sur les aspérités du substrat. La porosité et la rugosité sont, dans ce modèle, des facteurs favorables à l'adhésion puisqu'ils permettent d'augmenter l'aire interfaciale et de multiplier les aspérités. Certains auteurs [19] caractérisent cette surface par le produit n·Ra où Ra est la rugosité moyenne et n le nombre d'aspérités sur une longueur de référence. Pour un couple donné de matériaux, l'adhésion augmente avec le produit n·Ra. Cependant, lorsque la rugosité dépasse une certaine valeur, les particules fondues ne parviennent plus au fond des aspérités. Dans ces conditions, l'adhésion diminue parce que l'aire interfaciale décroit et parce que les parties non mouillées constituent des amorces de rupture par effet d'entaille.
La figure II.5 montre, de façon schématique, une rugosité et un espacement entre aspérités permettant un excellent contact entre la particule et le substrat, et favorisant ainsi une bonne adhésion par accrochage mécanique [20].



Figure II.5 : Rugosité et espacement types [20]

La théorie de l'adhésion par accrochage mécanique s'applique parfaitement au revêtements déposés par projection thermique [21]. L'adhésion est encore renforcée par les contraintes de compression résultant du sablage de la surface du substrat, avant projection. Localement, il faut également tenir compte des différentes forces physico-chimiques de liaison décrites précédemment et, éventuellement, d'autres facteurs plus spécifiques tels que les phénomènes de diffusion [21, 22].

II. 5 - Adhésion par diffusion

Cette théorie est généralement utilisée pour expliquer l'auto-adhésion ou l'adhésion entre deux matériaux macro-moléculaires, par inter-diffusion des molécules des plans superficiels. Pour ces matériaux, en l'absence de composé défini, l'inter-diffusion se traduit par la création d'une zone de transition, hétérogène, appelée interphase ou interface épaisse.

Vasenin [23], en calculant la force nécessaire pour produire la rupture, a montré que celle-ci est proportionnelle au nombre de chaînes traversant l'interface et à la profondeur moyenne de pénétration. Pour des polymères thermo-plastiques, Kaush [24, 25] a montré que l'auto-adhésion est contrôlée par la diffusion puisque l'énergie de rupture est proportionnelle à la racine carrée de la durée du contact. Plus récemment, De gennes [26] a proposé le concept de reptation pour décrire l'interpénétration des zones en contact, la diffusion s'effectuant essentiellement par les extrémités des chaînes macro-moléculaires.

Nous avons choisi de limiter notre propos aux théories de l'adhésion parmi les plus utilisées. Nous pensons qu'elles suffisent pour expliquer le processus d'adhésion d'un revêtement projeté thermiquement. La figure II.6 schématise les différents phénomènes décrits précédemment et susceptibles d'apporter leur contribution à l'adhésion du revêtement.



Figure II.6 : Schéma du processus d'adhésion d'un revêtement projeté thermiquement
- a) Etablissement du contact fonction des différentes forces physico-chimiques
de liaison - b) Accrochage mécanique - c) Adhésions spécifiques

II. 6 - Notion d'adhérence

L'adhérence caractérise la résistance à la rupture d'une interface entre deux corps A et B. L'adhésion et l'adhérence sont donc deux notions distinctes puisque la première désigne tout phénomène liant deux corps l'un à l'autre et la seconde représente la mesure de la tenue mécanique de l'ensemble ainsi formé. Généralement, cette mesure est obtenue en appliquant une action mécanique croissante jusqu'à la séparation des deux corps.

Malheureusement, comme le souligne Rickerby [27], il n'existe pas de méthode réellement satisfaisante pour déterminer l'adhérence puisque le test idéal devrait être non destructif, réalisable sur des échantillons de forme plus ou moins complexe et offrant une possibilité de standardisation et d'automatisation. Il devrait être quantitatif, reproductible, relativement simple d'interprétation et représentatif des sollicitations des revêtements dans leurs futures applications.

De plus, la plupart de ces méthodes ne permettent pas de renseigner sur les phénomènes physiques mis en jeu lors de l'adhésion de deux corps. Le nombre très important des tests montre bien les difficultés rencontrées par les utilisateurs de multi-matériaux pour caractériser l'adhérence.

La suite du texte présente quelques unes des méthodes, normalisées ou non, parmi les plus utilisées pour mesurer ou apprécier l'adhérence des revêtements sur leur substrat.

II. 7 - Essais d'adhérence

Il est possible de classer les essais en deux catégories suivant qu'ils sont qualitatifs ou quantitatifs.

Les méthodes qualitatives, soumises à des normes précises de mise en oeuvre, ne s'appliquent généralement qu'à certains types de revêtements tels que les peintures, les dépôts électrolytiques, ... Parmi ces méthodes, citons le test du ruban adhésif [28], le test d'abrasion [29], ou encore, l'essai de brunissage, l'essai de pliage, l'essai d'emboutissage, l'essai de choc ou de martellement, l'essai de sectionnement ou de quadrillage, ...

Les méthodes quantitatives, quant à elles, reposent sur le principe consistant à appliquer une contrainte mécanique croissante jusqu'à la détérioration du revêtement ou la délamination à l'interface [30, 31].

II. 7. 1 - Essai de traction

L'essai consiste à exercer une traction perpendiculairement à l'interface d'un échantillon revêtu. La traction est appliquée par l'intermédiaire d'un dispositif, collé ou soudé au dépôt, mais ne devant pas affecter les propriétés de l'interface substrat-revêtement.

Les montages correspondants à la norme française [32] et à la norme américaine [33] sont représentés respectivement figures II.7 et II.8.

Certaines variantes de ces montages ont été proposées pour que, indépendamment de l'adhésif, seule l'interface soit sollicitée [34, 35].



Figure II.6 : Eprouvette de traction selon la norme NF A 91-202 [32]



Figure II.8 : Eprouvette de traction selon la norme ASTM [33]

Le principe du test de traction est très simple mais de nombreux problèmes de mise en oeuvre peuvent se poser. Il est par exemple difficile d'obtenir un alignement parfait des deux parties du dispositif de traction par rapport à la direction de sollicitation. Les conséquences en sont l'apparition de contraintes de cisaillement et l'existence d'un champ de contraintes non uniforme à l'interface. De plus, la colle utilisée peut pénétrer à l'intérieur du revêtement, jusqu'au substrat, par des porosités communicantes et ainsi augmenter la résistance à l'arrachement de la couche projetée [32]. Par ailleurs, le test de traction n'apporte de renseignements quantitatifs que pour des contraintes appliquées inférieures à la contrainte à rupture de l'adhésif.

Comme le montre la figure II.9, plusieurs types de rupture peuvent se produire pendant un essai de traction.



Figure II.9 : Types de rupture rencontrés au cours de l'essai de traction

Figure II.9.a, la rupture a lieu dans la colle. Elle ne caractérise donc pas l'adhérence du revêtement, si ce n'est de façon qualitative: le dépôt résiste plus que la colle.

Figure II.9.b, la rupture est cohésive. Le revêtement lui-même est moins résistant que l'adhésif et que l'interface.

Figure II.9.c, la rupture adhésive caractérise bien l'adhérence entre le substrat et le revêtement. La contrainte de rupture est évaluée à partir de la valeur de la charge à rupture rapportée à l'aire revêtue soumise à la traction.

Il faut également signaler que la dispersion des mesures obtenues par l'essai de traction est très élevée. Le manque de reproductibilité des résultats devrait imposer un nombre d'essais nettement supérieur à celui préconisé par les normes [36]. Ostojic et Berndt [37] estiment correctes leurs valeurs résultant de la moyenne de 35 essais, alors que la norme française, par exemple, n'impose qu'un minimun de 6 mesures.

II. 7. 2 - Test de la rayure (Scratch test)

Le test consiste à rayer la surface d'un revêtement à l'aide d'un indentateur pyramidal ou hémisphérique chargé perpendiculairement à la surface et se déplaçant parallèlement à celle-ci. La rayure peut être effectuée à charge constante ou continuement croissante. La charge correspondant au début de la fissuration ou de l'écaillage du dépôt est appelée charge critique L_c .

L'écaillage est détectable au microscope optique, par émission acoustique ou encore par mesure du coefficient de frottement du couple indentateur/revêtement.

Certains auteurs proposent de caractériser l'adhérence des revêtements par la contrainte moyenne σ , égale à la charge critique L_c rapportée à la surface projetée de la rayure [38]:

$$\sigma = \frac{4 \operatorname{Lc}}{\pi \operatorname{d}^2}$$
(5)

d : largeur de la rayure, L_c : charge critique.

avec

Pour caractériser l'adhérence des dépôts, Rickerby et ses collaborateurs [27, 39] préfèrent utiliser la force critique de frottement F, égale à la charge critique L_c multipliée par le coefficient de frottement mesuré du couple diamant/revêtement.

Cette force critique de frottement, F, est reliée à l'énergie d'adhésion substrat - revêtement, W, par l'expression:

$$\mathbf{F} = \frac{\mathbf{A}_1}{\mathbf{v}_r} \sqrt{\frac{2\mathbf{E}_r \mathbf{W}}{\mathbf{e}}}$$
(6)

avec

A₁ : surface de la section de la rayure,
v_r : coefficient de poisson du revêtement,
E_r : module d'élasticité du revêtement,
e : épaisseur de revêtement.

Le test de la rayure leur permet donc, à partir de F (ou L_c), connaissant les constantes élastiques du revêtement et la surface de la section de la rayure, de déterminer l'énergie d'adhésion W. Par exemple, Bull et al [39], pour des revêtements de nitrures de titane déposés sur un substrat en acier inoxydable, montrent que le travail d'adhésion déterminé par cette méthode est du même ordre de grandeur que les énergies de surfaces des matériaux correspondants (fig. II.10).



Figure II.10 : Détermination de l'énergie d'adhésion par la méthode du Scratch test ([39] cité dans [27])

Pitton et Mathieu [40], pour caractériser l'adhérence de revêtements minces d'oxyde de silicium sur un substrat en Polyéthylène Téréphtalate, proposent une modification de l'essai permettant un accroissement de la charge appliquée, proportionnellement au déplacement, pendant la formation de la rayure (fig. II.11).



Figure II.11 : Principe modifié du test de la rayure [40]

Indépendamment des paramètres de projection des revêtements, la charge critique L_c est fonction de nombreux facteurs relatifs aux caractéristiques du dêpot et du substrat, et aux conditions d'essai. Ces paramètres sont rassemblés dans le tableau II.1 [27]:

Paramètres relatifs au dêpot et au substrat	Paramètres relatifs aux conditions d'essai
 Propriétés du substrat : dureté, ténacité, ductilité 	- Vitesse de montée en charge
- module d'élasticité	- Vitesse de déplacement de l'indentateur
 Propriétés du dêpot : dureté, ténacité, ductilité 	- Rayon de l'indentateur
 module d'élasticité contraintes résiduelles 	- Usure de l'indentateur
	- Facteurs machine
- Coefficient de frottement	
- Etat de surface et environnement	<u> </u>

Tableau II.1 : Paramètres influant sur la charge critique L_c [27]

Les figures II.12 et II.13 illustrent respectivement l'influence de l'épaisseur de revêtement [42] et l'influence des contraintes résiduelles présentes dans le dépôt.





Ce résultat est en contradiction avec la relation (6) exprimant l'énergie d'adhésion en fonction de l'épaisseur de revêtement. De plus, l'évolution constatée doit être fortement dépendante de la géométrie de l'indentateur.



Figure II.13 : Influence des contraintes résiduelles sur la charge critique L_c (cité dans [41])

La charge critique L_c est d'autant plus grande que les contraintes de compression dans le revêtement sont élevées. Inversement, des contraintes de traction dans le revêtement auraient

tendance à diminuer Lc. Cette figure montre bien que les contraintes résiduelles de compression améliorent l'adhérence entre un substrat et son revêtement. Nous discuterons de ce point dans la partie expérimentale de ce mémoire.

L'usure rapide de l'indentateur est également un paramètre très influent. Elle peut provoquer une diminution de 30 à 40% de la valeur des charges critiques mesurées [43]. La figure II.14 illustre l'influence de l'usure du diamant sur la charge critique L_c .



Figure II.14 : Influence de l'usure du diamant sur la charge critique L_c ([43] cité dans [41])

Le test de la rayure est l'un des tests les plus utilisés pour caractériser l'adhérence des revêtements. Néanmoins, plusieurs auteurs [25, 38, 39] pensent que, dans l'état actuel des connaissances, il ne peut être utilisé que dans un but comparatif, sa modélisation nécessitant de prendre en compte un trop grand nombre de paramètres (tableau II.1).

II. 7. 3 - Essai de cisaillement

L'essai consiste à soumettre en traction une éprouvette revêtue, parallèlement à l'interface, de manière à provoquer un cisaillement entre le substrat et le revêtement. Comme pour l'essai de traction, la contrainte de rupture est évaluée à partir de la valeur de la charge à rupture rapportée à l'aire revêtue sollicitée. L'effort de traction peut être exercé sur le substrat et sur le revêtement ou uniquement sur le substrat qui subit alors seul la déformation.

C'est cette deuxième méthode qu'ont utilisé Shieu et al [44] pour comparer la résistance au cisaillement d'interfaces métal - céramique obtenues en comprimant à chaud des monocristaux minces de NiO et des films polycristallins épais de platine. La figure II.15 [44], représente a) le substrat et le revêtement avant sollicitation et b), pendant la déformation, la différence des déplacements axiaux entre le substrat et le revêtement. A l'interface se développent alors des contraintes de cisaillement susceptibles de conduire à la décohésion du substrat et du revêtement. Malheureusement, l'effort de traction provoque le plus souvent des fissures dans le revêtement, perpendiculaires à l'interface.



Figure II.15 : Principe de l'essai de cisaillement, selon [44]

II. 7. 4 - Essai de flexion

L'essai consiste à faire subir à une éprouvette revêtue une sollicitation croissante de flexion jusqu'à détérioration du revêtement ou délamination à l'interface. Cette détérioration est détectable au microscope optique, après chaque incrément de charge (flexion statique), ou par émission acoustique lors d'un chargement continu. D'une mise en oeuvre simple, le montage peut être réalisé en flexion trois points ou en flexion quatre points.

Judas et al [45], pour comparer l'adhérence de différents revêtements projetés thermiquement sur un substrat mince, ont utilisé le montage trois points schématisé figure II.16. La face revêtue de l'éprouvette est ici placée en compression. La figure II.17, représentant l'effort de flexion en fonction de la flèche à rupture, leur a permis de conclure que l'adhérence au substrat du revêtement cermet est supérieure à celle du revêtement de zircone [45].









Le principal problème rencontré avec l'essai de flexion est, là encore, lié aux différents types de détérioration observés. En effet, on distingue généralement trois stades d'endommagement:

- amorçage de la fissure à la surface de la poutre, côté traction,
- propagation de la fissure à l'intérieur du revêtement, perpendiculairement à la surface,
- propagation de la fissure le long de l'interface.

Le troisième stade, renseignant sur l'adhérence du revêtement, est d'observation difficile. L'essai de flexion caractérise donc plus la ductilité du revêtement que l'adhérence "substrat - revêtement".

Il est important de signaler que, pour la plupart des tests décrits précédemment, les efforts appliqués ne représentent pas toujours les sollicitations rencontrées par le revêtement en service.

Il existe d'autres méthodes de mesure de l'adhérence "substrat - revêtement". Beaucoup moins employées, elles sont plus difficiles à mettre en oeuvre ou plus délicates à interpréter. C'est le cas, par exemple, des tests utilisant respectivement l'énergie centrifuge [46 - 48] ou l'énergie du laser [49 - 51] pour provoquer une délamination à l'interface.

Parmi les différentes méthodes produisant une décohésion du revêtement et du substrat, le test d'indentation permet également de générer des fissures à l'interface. C'est le test d'indentation interfaciale qui a été adopté dans la suite du travail pour caractériser l'adhérence de nos revêtements. Les méthodes d'indentation reposent sur une technique d'application de la charge différente de celles décrites précédemment. Elles font l'objet du chapitre suivant.

38Chapitre II : Adhésion - Adhérence

Références

[1] M. Romand, M. Charbonnier

Science de l'adhésion: caractérisation physico-chimique des surfaces et interfaces. 5^{ième} Journée d'étude sur l'adhérence (Métal - Céramique - Polymère - Composites), Vol. 1, Juin 1990.

[2] Y. Adda, J.M. Dupouy, J. Philibert, Y. Quéré

Eléments de Métallurgie Physique, Ed. INSTN, Tome 3, Chap. 20, pp. 677-724.

[3] R. Gras, J. Blouet

Adhésion et grippage. Conception Mécanique et Tribologie, Recueil de Conférences, pp.31-46.

[4] L.H. Sharpe, H. Schonhorn

Chem. Eng. News, Vol. 15, 67, 1963.

[5] T. Young

Phil. Trans. Roy. Soc. (Londres), Vol. 95, 65, 1805.

[6] A. Dupré

Théorie Mécanique de la Chaleur. Ed. Gauthier Villars, 1869.

[7] W. Zisman

Contact angle, Wettability and Adhesion. Advances in Chemistry Series, Ed. Fowkes, 43, 1.

[8] E. Darque-Ceretti

Mouillage statique et dynamique. Communication interne, Ecole des Mines de Paris, Sophia Antipolis, Mars 1994.

[9] F. Delamare

La réactivité des surfaces solides. Communication interne, Ecole des Mines de Paris, Sophia Antipolis, Mars 1994.

[10] S. Buchan, W.D. Rae

Trans. Inst. Rubb. Ind., Vol. 20, 205, 1946.

[11] E.P. Plueddemann

J. Adhesion, Vol. 2, 184, 1970.

[12] A. Carré, T. Schultz

J. Adhesion, Vol. 17, 135, 1984.

[13] J.C. Bolger

Acid-base interaction between oxyde surfaces and polar organic compounds. Adhesion Aspects of Organic Coatings, Ed. Mittal, New York, 1983.

[14] E. Darque-Ceretti

Rappels sur les liaisons, causes de l'adhésion. Communication interne, Ecole des Mines de Paris, Sophia Antipolis, Mars 1994.

[15] L. Lavielle

Energies des surfaces

5^{ième} Journée d'étude sur l'adhérence (Métal - Céramique - Polymère - Composites), Vol. 1, Juin 1990.

[16] R.N. Wenzel

J. Phys. Coloid Chem., Vol. 53, 1466, 1949.

[17] **R.J. Good**

J. Am. Chem. Soc., Vol. 74, 5041, 1952.

[18] J.M. Mac Bain, D.G. Hopkins

2nd Rep. Adh. Research Comitte HMSO, London, 1926.

[19] M.G. Nicholas, K.T. Scott

Characterization of a grit-blasted surface. Surfaces Journal, Vol. 12, n° 1, 1981, pp. 5-12.

[20] J. Wrigen

Grit-blasting as surface preparation before plasma spraying. Proceedings of National Thermal Sprayed Conference: Advances in Coatings Technology, Orlando, U. S. A., Sept. 1987, pp. 99-104.

[21] J.-P. Janssen

Les techniques de projection de métaux, d'alliages et de céramiques. Nouvelles performances et nouvelles applications. Séminaire d'informations technologiques S.B.M., European Journal, Vol.34, n° 1, pp. 37-46.

[22] M. Villat

Revêtements de surface fonctionnels par projection au plasma. Revue Technique Sulzer, 3/1986, pp. 41-45.

[23] R.M. Vasenin

"Adhesion: Fundamentals and practice" Ed. Mac Lauren, Londres, Vol. 4, 29, 1969.

[24] H. Kausch

"IUPAC Macromolecules" Ed. H. Benoit et P. Rempp, Pergamon Press, Oxford et New York, 211, 1982.

[25] K. Jud, H. Kausch

Polymer Bull, Vol. 1, 697, 1979.

[26] P.G. De Gennes

Microscopic Aspects of Adhesion and Lubrication. J.M. Georges, Elsevier, New York, 355, 1982.

[27] D.S. Rickerby

A review of the methods for the measurement of coating-substrate adhesion. Surface and Coating Technology, 36, 1988, pp. 541-557.

[28] D.S. Campbell

Handbook of Thin Film Technology. Ed. L.I. Maissel et R. Glang, New York, 1970, Chap. 1, 2 et 3.

[29] E.M. Ruggiero

Proc. 14th Annu. Microelectronics Symp., New York, 1965, 6B-1.

[30] K.L. Mittal

Adhesion measurement of thin films. Electro Component Science and Technology, Vol. 3, 1976, pp. 21-42.

[31] P. Laeng, P.A. Steinmann, H.E. Hintermann

La mesure de l'adhérence des couches minces fortement adhérentes. Surface, n° 23 (4), 1982, p. 108.

[32] Norme NF A 91-202

Revêtements métalliques - Rechargement par projection à chaud (métallisation au pistolet) - Propriétés caractéristiques et méthodes d'essai. Octobre 1969.

[33] ASTM C633 - 69

Standard method of test for adhesion or cohesive strength of flame - sprayed coatings. American Society for Testing and Materials, Philadelphia, 1969.

[34] A. Tronche, P. Fauchais

Hard coating (Cr_2O_3 , WC-Co) properties on aluminium or steels substrates. Materials Science and Engineering, 92, 1987, pp. 133-144.

[35] C.C. Berndt

Instrumented tensile adhesion test on plasma sprayed thermal barrier coatings. J. Mater. Eng., Vol. 11, n° 4, 1989, pp. 275-282.

[36] D. Choulier

Contribution à l'étude de l'adhérence de revêtement projetés à la torche à plasma. Modélisation et utilisation d'un test d'indentation à l'interface. Thèse de Doctorat, Université de Technologie de Compiègne, Déc. 1989.

[37] P. Ostojic, C.C. Berndt

The variability in strength and thermally sprayed coatings. Surface and Coating Technology, 34, 1988, pp. 43-50.

[38] J.C. Jindal, D.T. Quito, G.J. Wolfe

Adhesion measurement of chemical vapor deposited and physical vapor deposited hard coating on WC-Co substrates. Thin Solid Films, Vol. 154, Nov. 1987, pp. 361-375.

[39] S.J. Bull, D.S. Rickerby, A. Matthews, A. Leyland, A.R. Pace, J. Valli

The use of scratch adhesion testing for the determination of interfacial adhesion: The importance of frictional drag. Surface and Coating Technology, Vol. 36, 1988, pp. 503-517.

Proc. 15th Int. Conf. on Metallurgical Coatings, San Diego, U.S.A., Avril 1988.

[40] Y. Pitton, H.J. Mathieu

Application of chemical surface analysis to the study of adhesion of thin films and their interfaces. EURADH 94, Mulhouse, 12-15 Sept. 1994, pp. 369-372.

[41] C Richard

Etude des caractéristiques mécaniques de revêtements projetés par procédés thermiques. Thèse de Doctorat, Université de Technologie de Compiègne, Déc. 1992.

[42] K. Anoun

Contribution à l'étude de la microstructure et des mécanismes d'endommagement en rayure de revêtement de nitrure de titane ε et δ élaborés par pulvérisation cathodique réactive, sur des substrats en acier Z85WDCV. Thèse INPL, Juillet 1989.

[43] A. Matthews

Method for assessing coating adhésion. Le vide. Les couches minces, n° spécial, Oct. 1988.

[44] F.-S. Shieu, R. Raj, S. Sass

Control of the mechanical properties of metal-ceramic interfaces through interfacial reactions.

Acta Metall. Mater., Vol. 38, n°11, 1990, pp. 2215-2224.

[45] D. Judas, J.-P. Bricout, B. Thierry, C. Moriamez Projection thermique de zircone et de cermets zircone/NiCrAlY sur substrats minces. ATTT 93, Gand, 1993, pp. 263-280.

[46] A.W. Stephens, J.L. VossenJ. Vac. Sci. Technol. 13, 1976, 38.

[47] J.A. Cooper, R.J. Dewhurst, S.B. Palmer Proc. Ultrasonic International, Brighton, Juin 1985, Butterworths, London, 1985.

[48] R.L. Loh, C. Rossington, A.G. EwansJ. Am. Ceram. Soc., 69, 1986, 139.

[49] K.L. Mittal

Electrocomp. Sci. Technol., 3, 1976, 21.

[50] J.W. Beams

Science, 120, 1954, 619.

[51] J.W. Beams, J.B. Breazeale, W.L. Bart Phys. Rev., 100, 1955, 1657.

Chapitre III :

Techniques d'indentation appliquées à la détermination des propriétés mécaniques des revêtements

III .1 - Introduction

D'une manière générale, les techniques d'indentation présentent l'avantage sur d'autres méthodes de ne pas nécessiter d'appareillage trop coûteux et d'être relativement simples à réaliser.

Outre pour la mesure de la dureté, ces techniques sont aussi utilisées pour déterminer la ténacité des matériaux fragiles et pour caractériser l'adhérence entre un revêtement et son substrat. Pour la mesure de la dureté des matériaux massifs, il est reconnu que la valeur de la dureté dépend de la charge appliquée lors de l'indentation [1 à 4]. Pour les revêtements, un problème supplémentaire apparait car, dans certaines conditions, le substrat influence la valeur mesurée [5 à 15]. La difficulté de déterminer la ténacité des matériaux fragiles par les méthodes classiques a conduit de nombreux auteurs à utiliser les techniques d'indentation [16 à 36] pour lesquelles un formalisme déduit des lois de la Mécanique Linéaire de la Rupture a pu être établi. Ces dernières années, d'autres auteurs [37 à 47] ont cherché à transposer les techniques d'indentation à la détermination de l'adhérence de revêtements.

Dans la suite de ce chapitre, nous développons successivement différents aspects des techniques d'indentation.

III. 2 - Test de dureté

La dureté d'un corps est généralement définie comme la résistance mécanique qu'il oppose à la pénétration d'un indentateur.

Différents types d'indentateurs peuvent être utilisés. Il s'agit, par exemple, d'un diamant en forme de pyramide à base carrée pour l'essai Vickers, d'une bille en acier pour l'essai Rockwell B et l'essai Brinell. L'essai Rockwell peut également s'effectuer à l'aide d'un cône en diamant (essai Rockwell C). La dureté Vickers HV est obtenue par le rapport entre la charge appliquée et la surface projetée de l'empreinte rémanente:

$$HV = \frac{1,854}{9,81} \frac{F}{d^2}$$
(1)

avec

F : charge appliquée (N),d : diagonale de l'empreinte (mm).

Pour l'essai Brinell, la dureté s'exprime en fonction du diamètre d de l'empreinte, par la relation:

HB =
$$\frac{2 F}{9,81 \pi D \left(D - \sqrt{D^2 - d^2}\right)}$$
 (2)

avec

F : charge appliquée (N), D : diamètre de la bille (mm).

Bien qu'ayant les dimensions d'une contrainte (Kgf/mm²), les duretés sont considérées, par convention, comme des nombres sans dimension.

Pour l'essai Rockwell C, on ne mesure pas le diamètre de l'empreinte mais la profondeur de pénétration.

Quelque soit l'indentateur utilisé, la valeur de la dureté n'est pas une valeur absolue car elle dépend de la charge appliquée, comme le montre la figure III.1 due à Bückle [1].

Cette courbe permet de distinguer trois domaines qui diffèrent suivant la manière dont la valeur de la dureté dépend de la charge. Dans le domaine de macrodureté, pour les charges supérieures à 10 N, la dureté ne dépend pas de la charge appliquée. Entre 1 et 10 N, la dureté augmente quand la charge diminue (domaine de dureté sous charge réduite). Bückle met également en évidence un troisième domaine (entre 0,01 et 1 N), à l'intérieur duquel il constate une dispersion des mesures qui dépasse largement le cadre des tolérances expérimentales (domaine de microdureté). L'utilisation de très faibles charges, lorsqu'elle se révèle indispensable, nécessite donc de recourir à des méthodes appropriées de mesure des empreintes. En effet, du fait de la résolution généralement insuffisante des appareillages optiques utilisés sur les machines classiques de dureté, la taille des micro-empreintes obtenues est difficile à mesurer avec précision.



Figure III.1 : Représentation schématique de la valeur de la dureté en fonction de la charge appliquée [1]

Depuis quelques années, on assiste au développement d'appareils d'ultra-microdureté ou de nanodureté permettant l'application de charges de l'ordre de 10⁻⁶ à 10⁻³ N. Dans ce cas, la détermination de la dureté se fait à partir de l'étude du déplacement du pénétrateur lors d'un cycle chargement-déchargement [2].

La dépendance de la valeur de la dureté en fonction de la charge appliquée a été étudiée par Meyer [3] qui propose de relier la charge F à la diagonale d de l'empreinte Vickers, par la relation:

$$\mathbf{F} = \mathbf{a}_{\mathbf{m}} \, \mathbf{d}^{\mathbf{n}} \tag{3}$$

où a_m et n sont liés par l'équation aux dimensions. Le paramètre n représente la dépendance de la valeur de la dureté vis à vis de la charge. n dépend du matériau et est le plus souvent inférieur à 2. Quand n égale 2, en accord avec la relation (1), la valeur de la dureté est indépendante de la charge appliquée.

Thomas a étudié la variation de la valeur de la dureté en fonction de la diagonale d de l'empreinte Vickers et a montré que la dureté s'exprime en fonction de l'inverse de la diagonale, par la relation:

$$HV = H_0 + \frac{b}{d}$$
(4)

Dans cette relation, H_0 représente la dureté absolue et est obtenue par extrapolation des valeurs expérimentales pour une charge infiniment grande. En pratique, il est nécessaire de toujours préciser pour quelle charge appliquée la valeur de la dureté est obtenue.

III. 3 - Dureté des revêtements

La mesure de la dureté des revêtements pose un problème supplémentaire car, suivant l'épaisseur de revêtement et la charge appliquée, le substrat peut influencer la mesure. Bückle fût l'un des premiers à s'intéresser au problème de la dureté des produits revêtus et proposa la règle "du dixième" en s'appuyant sur des mesures complètées d'un modèle empirique. Cette règle indique que, indépendamment de toute influence de l'angle de l'indentateur, des conditions de frottement ou du rapport des duretés entre la couche et le substrat, la dureté mesurée à la surface d'un bi-matériau ne subit aucune altération de la part du substrat tant que la profondeur de pénétration n'excède pas le dixième de l'épaisseur de revêtement [5].

Bien que la recommandation pratique de Bückle puisse être satisfaisante dans la plupart des cas, son application aux films minces se révêle délicate du fait de la petite taille des empreintes. C'est pourquoi différents modèles, tenant compte de l'influence du substrat sur les mesures de dureté des revêtements et des films minces, ont récemment été développés. Empiriques ou basés sur la déformation plastique sous l'empreinte, les modèles définissent la dureté mesurée comme la somme des contributions du substrat et du revêtement.

III. 3. 1 - Modèle de Bückle [1]

Bückle (1960) propose d'écrire la dureté d'un matériau stratifié comme la somme pondérée des duretés des couches supposées atteintes par la déformation. Pour un bi-matériau, la relation prend la forme suivante:

$$\mathbf{H}_{\mathbf{m}} = \mathbf{a} \, \mathbf{H}_{\mathbf{r}} + \mathbf{b} \, \mathbf{H}_{\mathbf{s}} \tag{5}$$

avec

 H_m : dureté mesurée du matériau stratifié, H_r : dureté du revêtement (dureté recherchée), H_s : dureté du substrat.

a et b représentent les influences relatives et respectives du revêtement et du substrat (a + b = 1). a varie de 1, lorsque le substrat n'a pas d'influence sur la mesure, jusqu'à 0, lorsque l'épaisseur de revêtement est négligeable devant la profondeur de pénétration de l'indentateur.

Pour un revêtement d'épaisseur e et une profondeur d'empreinte D, les paramètres a et b sont déterminés à partir de la figure III.2, indépendamment de la nature du substrat et du revêtement.



Figure III.2 : Evolution des paramètres a et b en fonction du rapport D/e [1]

Si les paramètres a et b ne dépendent pas du rapport des duretés entre le revêtement et le substrat, le modèle de Bückle est d'autant mieux vérifié qu'on ne s'éloigne pas trop des conditions pour lesquelles ces paramètres ont été déterminés, c'est à dire pour les couches dures et en utilisant un indentateur Vickers [5].

III. 3. 2 - Modèle de Jönsson et Hogmark [6]

Jönsson et Hogmark (1984) utilisent une approche géométrique pour séparer les contributions du substrat et du revêtement sur la dureté Vickers mesurée. Ils supposent que la dureté apparente est fonction des aires déformées plastiquement sous l'indentateur, dans le revêtement et dans le substrat.

Ils proposent la loi de mélange:

$$\mathbf{H}_{\mathbf{m}} = \left(\frac{\mathbf{A}_{\mathbf{r}}}{\mathbf{A}}\right) \mathbf{H}_{\mathbf{r}} + \left(\frac{\mathbf{A}_{\mathbf{s}}}{\mathbf{A}}\right) \mathbf{H}_{\mathbf{s}}$$
(6)

H_m: dureté mesurée du bi-matériau,
H_r: dureté du revêtement (dureté recherchée),
H_s: dureté du substrat.

avec

 A_r et A_s sont les aires du revêtement et du substrat où s'appliquent respectivement les pressions H_r et H_s ($A_r + A_s = A$).

Ce modèle implique l'hypothèse supplémentaire que la couche sous l'empreinte se déforme sans s'amincir (fig. III.3).



Figure III.3 : Déformation plastique sous l'indentateur, d'après Jönsson et Hogmark [6]

Les auteurs expriment les rapports des aires par les équations suivantes:

$$\frac{A_{r}}{A} = 2 C \frac{e}{d} - C^{2} \left(\frac{e}{d}\right)^{2}$$

$$\frac{A_{s}}{A} = 1 - \frac{A_{r}}{A}$$
(7)

avec

e : épaisseur de revêtement,

d : diagonale de l'empreinte,

C : constante égale à 0,5 pour un revêtement dur sur un substrat mou, et égal à 1 lorsque les duretés du revêtement et du substrat sont voisines.

A épaisseur de revêtement constante, lorsque la charge appliquée augmente, le rapport A_r/A devrait tendre vers 0 et la dureté mesurée être égale à la dureté du substrat. Les valeurs discrètes prises par C ne permettent pas d'obtenir ce résultat.

D. Chicot et J. Lesage [7] proposent une variation continue de C entre 0 et 1 qui permet de rendre compte de l'influence du substrat sur la mesure de la dureté, pour l'ensemble des charges appliquées.

III. 3. 3 - Modèle de Burnett et Rickerby [8, 9]

Burnett et Rickerby (1987) ont amélioré un modèle initialement proposé par Sargent (cité dans [5]), basé sur une loi de mélange analogue à celle de Jönsson et Hogmark mais portant sur les volumes V_r , dans le revêtement, et V_s , dans le substrat:

$$H_{m} = \left(\frac{V_{r}}{V}\right)H_{r} + \chi^{3}\left(\frac{V_{s}}{V}\right)H_{s} \text{ pour } Hs < Hr$$

$$H_{m} = \chi^{3}\left(\frac{V_{r}}{V}\right)H_{r} + \left(\frac{V_{s}}{V}\right)H_{s} \text{ pour } Hr < Hs$$
(8)

où χ est un facteur de correction, appelé paramètre d'interface, rendant compte de l'intéraction entre le substrat et le revêtement en l'absence de décohésion. Le volume totale déformé V = V_r + V_s est schématisé sur la figure III.4 [10].

Ce modèle s'applique plus généralement aux films minces qu'aux revêtements épais.



Figure III. 4 : Hypothèses du modèle de Burnett et Rickerby [8]

Les trois modèles évoqués ci-dessus ont servi de point de départ à une série d'analyses théoriques et expérimentales de la dureté normale de matériaux revêtus. Citons, par exemple, la thèse de doctorat de D. Lebouvier (1987) [5] dont l'approche en plasticité pure a permis de développer un modèle à deux dimensions pour décrire l'indentation normale d'un produit revêtu, et la thèse de M.L. Edlinger (1991) [11] sur la résolution du problème inverse en plasticité pure, à savoir déduire d'essais de dureté Vickers, réalisés à force normale croissante, l'évolution de la contrainte d'écoulement en fonction de la distance à la surface du revêtement. Plus récemment, le modèle de I.J. Ford (1994) [12], basé sur une somme des contributions du revêtement et du substrat, tient compte des volumes indentés lors de l'essai de dureté et non des seuls volumes déformés plastiquement. Citons enfin les travaux actuels de Felder et de ses collaborateurs [13, 14, 15] concernant le développement d'un programme de calculs par éléments finis de l'indentation normale élasto-plastique par un indentateur élastique. Ces différents modèles et travaux en cours rendent compte du problème posé par la présence du substrat lors de la mesure de la dureté des revêtements.

III. 4 - Ténacité des matériaux fragiles

La technique d'indentation peut aussi être utilisée pour déterminer la ténacité de matériaux fragiles [16] comme par exemple les céramiques frittées [17] et les verres [18].

Pour ces matériaux, la déformation plastique est limitée et l'application de l'indentateur se traduit par l'apparition de fissures dont l'amorçage et la propagation peuvent être étudiés à l'aide des concepts de la Mécanique Linéaire de la Rupture. Les géométries de fissures généralement rencontrées se divisent en deux grandes familles: les fissures de type Palmqvist [17] et les fissures en demi-disque [18]. La figure III.5 -a et -b donne une représentation schématique des différents cas observés.

De nombreux modèles, se rapportant à ces deux familles de fissures provoquées par indentation, permettent d'exprimer la ténacité en fonction de la longueur des fissures et de la charge appliquée.



Figure III.5 : Représentation schématique des différents types de fissures observés [19] - a : Modèle de Palmqvist - b : Modèle "half-penny"

Dans une étude bibliographique récente, Ponton et Rawlings [19] ont recensé 15 modèles pour un système de fissuration en demi-disque et 4 modèles pour un système de fissuration de type Palmqvist. Les expressions correspondantes de la ténacité, différentes selon leur origine plus ou moins empirique et selon la zone de déformation plastique considérée sous l'empreinte, sont rassemblées dans le tableau III.1.

Niihara, Morena et Hasselman (1982) [20] : $K_c = 0,0089 \text{ P/al}^{1/2} (E/H)^{2/5} (9)$ pour $\cong 0,25 \le l/a \le \cong 2,5$ Niihara (1983) [21] : $K_c = 0,0122 \text{ P/al}^{1/2} (E/H)^{2/5} (10)$ Shetty, Wright, Mincer et Clauer (1985) [22] : $K_c = 0,0319 \text{ P/al}^{1/2} (11)$ Laugier (1987) [23] : $K_c = 0,0143 \text{ P/c}^{3/2} (a/l)^{1/2} (E/H)^{2/3} (12)$ $avec \ c = a + l$

a) Modèle de Palmqvist

 K_c : ténacité, P: charge appliquée,

a, l : longueurs des fissures, selon les figures III.5 -a et -b,

E : module d'élasticité, H : dureté.

Chapitre III : Techniques d'indentation ...

avec

Lawn et Swain (1975) [24] : $K_c = 0,0101 P/(ac^{1/2})$ (13)
Lawn et Fuller (1975) [18] : $K_c = 0,0515 P/c^{3/2}$ (14)
Evans et Wilshaw (1976) [25] : $K_c = 0,079 (P/a^{3/2}) \log(4,5 a/c)$ (15) pour $0,6 \le c/a \le 4,5$
Evans et Charles (1976) [26] : $K_c = 0,0824 P/c^{3/2}$ (16)
Evans (1979) [27] : $K_c = 0,4636 P/a^{2/3} (E/H)^{2/5} (10^F) (17)$ avec $F = f(log(c/a))$
Blendell (1979) [28] : $K_c = 0.0141 P/a^{3/2} (E/H)^{2/5} \log(8.4 a/c)$ (18)
Lawn, Evans et Marshall (1980) [29] : $K_c = 0.0134 P/c^{3/2} (E/H)^{1/2}$ (19)
Anstis, Chantikul, Lawn et Marshall (1981) [30] : $K_c = 0.0154 P/c^{3/2} (E/H)^{1/2}$ (20)
Niihara, Morena et Hasselman (1982) [20] : $K_c = 0,0330 \text{ P/c}^{3/2} (\text{E/H})^{2/5}$ (21) pour c/a $\geq \simeq 2,5$
Lankford (1982) [31] : $K_c = 0,0363 P/a^{3/2} (E/H)^{2/5} (a/c)^{1,56}$ (22)
Miranzo et Moya (1984) [32] : $K_c = 0,0232 \text{ P/ac}^{1/2} [f(E/H)]$ (23) pour c/a $\leq \approx 2,8$
Miranzo et Moya (1984) [32] : $K_c = 0.0417 P/a^{0.42}c^{1.08} [f(E/H)]$ (24) pour $c/a \ge = 2.8^{-100}$
Laugier (1985) [33] : $K_c = 0,0095 \text{ P/c}^{3/2} (E/H)^{2/3}$ (25)
Laugier (1985) [33] : $K_c = 0,022 P/c^{3/2} (E/H)^{2/5}$ (26)
Tanaka (1987) [34] : $K_c = 0,035 P/c^{3/2} (E/H)^{1/4}$ (27)

b) Modèle "half-penny"

Tableau III.1 : Relations exprimant la ténacité des matériaux fragiles [19]- a : Modèle de Palmqvist- b : Modèle "half-penny"

Les figures III.6, III.7, III.8 et III.9 présentent quelques exemples de résultats expérimentaux obtenus pour différents matériaux.

Les figures III.6 et III.7, correspondant respectivement à un système de fissuration en demidisque [18] et à un système de fissuraton de type Palmqvist [35], montrent qu'il existe une relation entre la charge appliquée et la longueur de fissure, caractérisée par le rapport $P/c^{3/2}$. Ce rapport apparait dans la plupart des équations recensées dans le tableau III.1.









D'autres résultats, présentés figures III.8 et III.9, indiquent, eux, une relation linéaire entre la charge P et la longueur de fissure l, pour des fissures de type Palmqvist [22, 36].



Sur les figures III.7 et III.8, la charge critique P* [35] ou P_0 [22] correspondant à la charge nécessaire à l'amorçage d'une fissure par indentation est mise en évidence.

Enfin, l'importance de la préparation des surfaces destinées à être indentées est illustrée figure III.9 [36]. La rugosité de surface peut retarder l'amorçage et rendre plus difficile la propagation des fissures.

Du point de vue expérimental, le test d'indentation peut être réalisé sur des éprouvettes de petite taille, facilement polies "miroir". Pour ces raisons et grâce au nombre important de modèles disponibles dans la bibliographie, en fonction de la géométrie de l'indentateur et du système de fissuration considéré, l'utilisation du test d'indentation sur matériaux fragiles est maintenant largement répandue. La suite de ce chapitre décrit les diverses techniques d'indentation associées à la détermination de l'adhérence entre un substrat et son revêtement.

III. 5 - Test d'adhérence par indentation

Depuis plusieurs années, des recherches ont été menées pour déterminer l'adhérence d'un revêtement sur un substrat par des tests d'indentation. Le but poursuivi est de provoquer la décohésion du revêtement et du substrat par la création d'une fissure à l'interface. Suivant les matériaux, l'indentation peut être réalisée soit sur le revêtement, perpendiculairement à la surface de l'échantillon [37 à 41], soit sur une section droite de l'échantillon, parallèlement à l'interface [45 à 47]. Dans la suite du texte, nous présentons ces techniques d'indentation respectivement sous les génériques "Indentations perpendiculaires" et "Indentations parallèles".

II.5.1 - Indentations perpendiculaires

Les techniques d'indentations perpendiculaires sont généralement utilisées pour caractériser l'adhérence entre deux matériaux dont les propriétés de transparence, au moins pour l'un des deux, permettent une observation directe des fissures créées. Pour ces méthodes, les formes d'indentateurs utilisées (sphérique [37, 38], conique [39] et pyramidale [37, 40, 41]) produisent différents modes de délamination que Ritter et Rosenfeld [37] classent en trois catégories définies sur la figure III.10.

En fonction du mode de délamination, ils proposent de calculer la contrainte critique de cisaillement à l'interface substrat - revêtement.



Figure III.10 : Influence de la géométrie de l'indentateur et de la profondeur de pénétration sur le mode de délamination [37]

Pour une délamination de type I, la contrainte critique de cisaillement a pour expression ([42] cité dans [37]):

$$\tau_{c} = \frac{P_{c}}{\pi a_{c}^{2}} f\left(\frac{a_{c}}{h}, \nu\right)$$
(28)

Pour les types II et III ([42, 43] cités dans [37]),

$$\tau_{c} = \frac{P_{c}}{\pi a_{c}^{2}} f\left(\frac{b_{c}}{h}, \nu, k\right)$$
(29)

avec

P : charge appliquée, a : rayon de contact,
b : demi-diagonale de l'empreinte Vickers,
(l'indice c représente la valeur critique des différents paramètres entrainant la décohésion),
h : épaisseur de revêtement, v : coefficient de poisson,
k : rapport de la dureté sur la limite d'élasticité
(k = 2, 25 pour de nombreux polymères ([44] cité dans [37])).

Chapitre III : Techniques d'indentation ...

Ritter et Rosenfeld [37] comparent ainsi les contraintes critiques de cisaillement à l'interface de différents revêtements polymères et d'un substrat en verre. La figure III.11 présente les résultats expérimentaux.



Figure III.11 : Comparaison des contraintes critiques de cisaillement à l'interface de différents revêtements et d'un substrat en verre [37]

Pour étudier l'adhérence de revêtements réfractaires de faible épaisseur entre deux oxydes, Davis et al [38] proposent d'utiliser une technique basée sur l'indentation hertzienne. La figure III.12 montre que les fissures se propagent d'abord verticalement, puis dévient suivant un angle β avec la surface. Elles atteignent alors le revêtement qu'elles traversent ou se propagent le long de l'interface en provoquant la décohésion du revêtement.





L'énergie de fissuration Γ est liée au rayon R de la fissure conique, par la relation [38]:

$$\mathbf{E} \Gamma \frac{\mathbf{R}^3}{\mathbf{P}^2} = \alpha(\mathbf{v}) \cos \beta(\mathbf{v})$$
(30)

avec

P : charge appliquée, E : module d'élasticité, v : coefficient de poisson, α : coefficient expérimental ($\alpha = 2, 2 \cdot 10^{-3}$ pour v = 0, 25).

III .5 .2 - Indentations parallèles

L'indentation est réalisée dans le substrat au voisinage de l'interface ou directement à l'interface entre le substrat et le revêtement, sur une section droite de l'échantillon.

La première méthode, schématisée figure III.13, a été développée par Colombon et Capelle [45] pour caractériser l'adhérence de revêtements de NiCrAIY en fonction de différents paramètres de projection. Malheureusement, ces auteurs ne proposent pas de modèle.



Figure III.13 : Indentation dans le substrat au voisinage de l'interface, selon [45]

Le test d'indentation interfaciale, utilisé dans la suite de l'étude, a été mis en oeuvre par plusieurs auteurs. A partir d'un raisonnement basé sur les concepts de la Mécanique Linéaire de la Rupture, Choulier [46] propose de déterminer l'énergie de fissuration à l'interface, tandis que Richard [47] déduit de ses résultats une ténacité d'interface. Dans cette partie bibliographique, nous présentons ces deux modèles. Dans la partie expérimentale de ce mémoire, nous appliquerons le test d'indentation interfaciale à des revêtements de carbures de chrome déposés par projection hypersonique sur différents substrats métalliques.

III. 6 - Test d'indentation interfaciale

La technique d'indentation consiste à appliquer une charge perpendiculairement à la section droite de l'échantillon, en positionnant l'indentateur de manière à ce que l'une des diagonales soit parallèle à l'interface. La figure III.14 représente schématiquement le positionnement à l'interface de l'empreinte réalisée à l'aide d'un pénétrateur pyramidal Vickers.



Figure III.14 : Principe du test d'indentation interfaciale [46]

Choulier [46] a examiné l'allure des fissures générées par le test d'indentation interfaciale. Au moyen d'un marquage à l'encre, il a montré que les fissures localisées à l'interface sont de forme semi-circulaire (fig. III.15).




La forme semi-circulaire des fissures observées permet, selon Ostojic [48], d'appliquer le critère d'énergie de Griffith; à l'équilibre, lorsque la fissure est créée et stabilisée, on peut écrire:

$$\frac{\mathrm{d}\,\mathrm{E}_{\mathrm{T}}}{\mathrm{d}\,\mathrm{a}} = \frac{\mathrm{d}\,(\mathrm{E}_{\mathrm{e}} - \mathrm{E}_{\mathrm{s}})}{\mathrm{d}\,\mathrm{a}} = 0 \tag{31}$$

où E_t est l'énergie totale du système, égale à la différence entre l'énergie élastique emmagasinée E_e et l'énergie de surface E_s exprimée par:

$$\mathbf{E}_{s} = 2 \cdot (1/2)\pi a^{2}\gamma = \pi a^{2}\gamma \tag{32}$$

avec

a : rayon de la fissure,

 γ : énergie par unité de surface.

Le calcul de l'énergie élastique nécessite la détermination des contraintes et des déformations en tout point de la zone indentée. Comme le volume concerné, proportionnel à a³, est petit par rapport au volume de l'échantillon, l'application d'une charge par l'intermédiaire d'un pénétrateur peut être assimilée au chargement ponctuel d'une plaque mince. Dans ce cas particulier, les champs de contraintes et de déformations ont été calculés par Boussimescq [46, 47]. Ils conduisent à l'expression suivante de l'énergie élastique:

$$\mathbf{E}_{\mathbf{e}} = \mathbf{P}^2 / \mathbf{a} \mathbf{E} \tag{33}$$

avec

P : charge appliquée,
a : distance du point considéré
au point de chargement,
E : module d'élasticité.

En combinant les relations (32) et (33), on peut écrire:

(31)
$$\Leftrightarrow 2\pi\gamma a - P^2/a^2 E = 0$$

 $\Leftrightarrow 2\pi\gamma Ea^3 - P^2 = 0$
 $\Leftrightarrow P^2/a^3 = Cste \text{ ou } P/a^{3/2} = Cste$ (34)

Cette équation est de forme identique aux solutions proposées dans la bibliographie et exprimant le facteur d'intensité de contraintes associé à une fissure circulaire chargée dans son plan, dans un milieu homogène, isotrope, infini [49, 50].

Le facteur critique d'intensité de contraintes K_{Ic} étant une caractéristique intrinsèque du matériau (constant pour un matériau donné), l'équation (34) peut donc se mettre sous la forme:

$$K_{Ic} \propto P/a^{3/2} \tag{35}$$

Ainsi Richard [47] propose de transposer cette expression à ses résultats en exprimant une ténacité d'interface:

$$K_c = Cste (E/H)^{1/2} P/a^{3/2}$$
 (36)

avec

P : charge appliquée,
a : longueur de la fissure,
E : module d'élasticité,
H : dureté

Malheureusement, l'auteur ne précise pas si le module d'élasticité et la dureté se rapportent au revêtement, au substrat ou à l'interface.

Pour ces résultats, Choulier [46] préfère exprimer une énergie de fissuration G_{Ic} (force d'extension de fissure ou taux de restitution d'énergie critique) et suggère d'utiliser deux relations suivant que l'on considère un milieu semi-infini (faible longueur de fissure / épaisseur):

$$G_{Ic} = Cste P^2/a^3$$
 (37)

ou un milieu mince (grande longueur de fissure / épaisseur):

$$G_{Ic} = (C1/h^3 + C2/a^3) \cdot P^2$$
 (38)

avec

P : charge appliquée,
a : longeur de la fissure,
h : épaisseur de revêtement,
C1 et C2 : constantes fonctions des propriétés élastiques des matériaux.

Les modèles de Choulier et de Richard supposent une relation linéaire entre P et $a^{3/2}$. Nous montrerons, dans la partie expérimentale de ce mémoire, que cette relation n'est pas

parfaitement vérifiée et nous proposerons une nouvelle interprétation des résultats des tests d'indentation interfaciale (cf Chap. V).

Références

[1] **H. Bückle**

Les possibilités et les limites d'application des essais de microdureté pour les revêtements métalliques. La Machine Outil Française, n° 206, Fév. 1965, pp. 125-147.

[2] D. Newey, M.A. Wilkins, H.M. Pollock

An ultra-low load penetration hardness tester. J. Phys. E. Sci. Instrum., 15, 1982, pp. 119-122.

[3] E. Meyer

Phys. Z. 9, 1908, p. 66.

[4] A. Thomas

Surface Engineering, 3, 1987, p. 117.

[5] **D. Lebouvier**

L'essai de dureté sur les matériaux revêtus. Approche théorique en plasticité et étude expérimentale.

Thèse de Doctorat, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, Oct. 1987.

[6] **B. Jönsson, S. Hogmark**

Hardness measurements of thin films. Thin Solid Films, 114, 1984, pp. 257-269.

[7] D. Chicot, J. Lesage

Influence de l'intéraction substrat-revêtement sur la mesure de la dureté. Cas des revêtements épais.

Mécanique Industrielle et Matériaux, Vol. 47, n° 3, Sept. 1994, pp. 1-4.

[8] P.J. Burnett, D.S. Rickerby

The mechanical properties of wear-resistant coatings. 1. Modelling of hardness behaviour.

Thin Solid Films, 148, 1987, pp. 41-50.

[9] P.J. Burnett, D.S. Rickerby

The mechanical properties of wear-resistant coatings. 2. Experimental studies and interpretation of hardness. Thin Solid Films, 148, 1987, pp. 51-65.

[10] P.J. Burnett, D.S. Rickerby

The scratch adhesion test: an elastic/plastic indentation analysis. Thin Solid Films, 157, 1988, pp. 233-254.

[11] M.L. Edlinger

Indentation élasto-plastique de matériaux homogènes et revêtus. Thèse de Doctorat, Ecole des Mines de Paris, 1991.

[12] I.J. Ford

A cavity model of the indentation hardness of a coated substrate. Thin Solid Films, 245, 1994, pp. 122-131.

[13] M.L. Edlinger, P. Gratacos, P. Montmitonnet, E. Felder

Finite element analysis of elasto-plastic indentation with a deformable indenter. European Journal of Mechanics, A/Solids, Vol. 12, n° 5, 1993, pp. 679-698.

[14] P. Montmitonnet, M.L. Edlinger, E. Felder

Finite element analysis of elasto-plastic indentation: Part I - Homogeneous media. Journal of Tribology, Vol. 115, Jan. 1993, pp. 10-14.

[15] P. Montmitonnet, M.L. Edlinger, E. Felder

Finite element analysis of elasto-plastic indentation: Part II - Application to hard coatings.

Journal of Tribology, Vol. 115, Jan. 1993, pp. 15-19.

[16] **R.H. Marion**

Use of indentation fracture to determine fracture toughness. Fracture mechanics applied to brittle materials, ASTM STP 678, ed. S.W. Freiman, Philadelphia, 1979, pp. 103-111.

[17] S. Palmqvist

Method of determining the toughness of brittle materials, particularly sintered carbides. Jernkontorets Annaler, Vol. 141, (5), 1957, pp. 300-307. British Iron and Steel Industry Translation N°BISI: 1865, Jan. 1961.

[18] B.R. Lawn, E.R. Fuller

Equilibrium penny-like cracks in indentation fracture. Journal of Materials Science, 10, 1975, pp. 2016-2024.

[19] C.B. Ponton, R.D. Rawlings

Vickers indentation fracture toughness test. Part 1: Review of literature and formulation of standardised indentation toughness equations. Materials Science and Technologies, Vol. 5, Sept. 1989, pp. 865-872.

[20] K. Niihara, R. Morena, D.P.H. Hasselman

Evaluation of K_{Ic} of brittle solids by the indentation method with low crack-to-indent ratios. Journal of Materials Science Letters, 1, 1982, pp. 13-16.

[21] K. Niihara

A fracture mechanics analysis of indentation-deduced Palmqvist crack in ceramics. Journal of Materials Science Letters, 2, 1983, pp. 221-223.

 [22] D.K. Shetty, I.G. Wright, P.N. Mincer, A.H. Clauer Indentation fracture of WC-Co cermets. Journal of Materials Science, 20, 1985, pp. 1873-1882.

[23] M.T. Laugier

Journal of Materials Science Letters, 6, 1987, pp. 355-356.

[24] B.R. Lawn, M.V. Swain

Journal of Materials Science, 10, 1975, pp. 113-122.

[25] A.G. Evans, T.R. Wilshaw

Quasi-static solid particle damage in brittle solids - 1: Observations, analysis and implications.

Acta Metall., Vol. 24, 1976, pp. 939-956.

[26] A.G. Evans, E.A. Charles

Fracture toughness determinations by indentation. Journal of the American Ceramic Society, Vol. 59, n° 7-8, 1976, pp. 371-372.

[27] A.G. Evans

Fracture mechanics applied to brittle materials, ASTM STP 678, ed. S.W. Freiman, Philadelphia, 1979, pp. 112-135.

[28] J.E. Blendell

PhD Thesis, Massachussets Institut of Technology, 1979.

[29] B.R. Lawn, A.G. Evans, D.B. Marshall

Elastic/plastic indentation damage in ceramics : The medial/radial crack system. Journal of the American Ceramic Society, Vol. 63, n° 9-10, 1980, pp. 574-581.

[30] G.R. Anstis, P. Chantikul, B.R. Lawn, D.B. Marshall

A critical evaluation of indentation techniques for measuring fracture toughness: I, direct crack measurements. Journal of the American Ceramic Society, Vol. 64, n° 9, 1981, pp. 533-538.

[31] J. Lankford

Indentation microfracture in the Palmqvist crack- regime : Implications for fracture toughness evaluation by the indentation method. Journal of Materials Science Letters, 1, 1982, pp. 493-495.

[32] P. Miranzo, J.S. Moya

Elastic/plastic indentation in ceramics: a fracture toughness determination method. Ceramics International, Vol. 10, n° 4, 1984, pp. 147-152.

[33] M.T. Laugier

Toughness determination of some ceramic tool materials using the method of hertzian indentation fracture.

Journal of Materials Science Letters, 4, 1985, pp. 1539-1541.

[34] K. Tanaka

Elastic/plastic indentation hardness and indentation fracture toughness : The inclusion core model.

Journal of Materials Science, 22, 1987, pp. 1501-1508.

[35] Y. Shin, W. Cao, G. Sargent, H. Conrad

Effects of microstructure on hardness and Palmqvist fracture toughness of WC-Co alloys.

Materials Science and Engineering, A105/106, 1988, pp. 377-382.

[36] H.E. Exner

The influence of sample preparation on Palmqvist's method for toughness testing of cemented carbides.

Transactions of Metallurgical Society of Aime, Vol. 245, Avril 1962, pp. 677-683.

[37] J.E. Ritter, L. Rosenfeld

Use of the indentation technique for studying delamination of polymeric coatings. J. Adhesion Sci. Technol., Vol. 4, n° 7, 1990, pp. 551-571.

[38] J.B. Davis, H.C. Cao, G. Bao, A.G. Evans

The fracture energy of interfaces: an elastic indentation technique. Acta Metall. Mater., Vol. 39, n° 5, 1991, pp. 1019-1024.

[39] V.M. Sura, R. Rhinehart

Indentation test for adhesion measurement of polyimide films. J. Adhesion Sci. Technol., Vol. n° 3, 1990, pp. 161-168.

[40] D.B. Marshall, A.G. Evans

Measurement of adherence of residually stressed films by indentation. I. Mechanics of interface delamination.

J. Appl. Phys., 56, (10), Fév. 1984, pp. 2632-2638.

[41] **A. Thomas**

Microhardness measurement as a quality control technique for thin, hard coatings. Surface Engineering, Vol. 3, n° 2, 1987, pp. 117-122.

[42] J.E. Ritter, T.J. Lardner, L. Rosenfeld, M.R. Lin

J. Appl. Phys., Vol. 66, 1989, pp. 3626-3634.

[43] M.J. Matthewson

J. Mech. Phys. Solids, Vol. 29, 1981, pp. 89-113.

[44] D.M. Marsh

Proc. R. Soc. London, Ser. A. 279, 1964, pp. 420-434.

[45] J. Colombon, B. Capelle

Optimisation des procédés de dépôt plasma, vis à vis de l'adhérence. Contraintes Résiduelles et Nouvelles Technologies, Recueil de Conférences, Edition du CETIM, Sept. 1990, pp. 99-108.

[46] **D. Choulier**

Contribution à l'étude de l'adhérence de revêtements projetés à la torche à plasma. Modélisation et utilisation d'un test d'indentation à l'interface. Thèse de Doctorat, Université de Technologie de Compiègne, Déc. 1989.

[47] C. Richard, J. LU, J.F. Flavenot, G. Beranger

Revêtements NiCrAlY projetés par plasma. Effet des contraintes résiduelles sur la ténacité à l'interface. CETIM-Informations, n° 120, Fév. 1991, pp. 67-72.

[48] P. Ostojic, R. Mc Pherson

A review of indentation fracture theory : its development, principles and limitations. International Journal of Fracture, 33, 1987, pp. 297-312.

[49] G.C. Sih

Handbook of stress intensity factors - Solutions and formulas. Lehigh University, Bethlehem, Pennsylvania, U.S.A.

[50] C. Paris, G.C. Sih

Stress analysis of cracks.

Fracture toughness testing and its applications, ASTM STP 381, 1965, pp. 30-83.

Chapitre IV :

Frottement - Usure

Les applications des revêtements, dans la plupart des domaines mentionnés au chapitre I, requierent de la part du revêtement une adhérence au substrat la plus grande possible. Nous avons montré, dans les chapitres II et III, que l'adhérence pouvait être quantifiée, que des couples substrat/revêtement pouvaient ainsi être comparés et les paramètres de projection optimisés, dans le but d'améliorer l'adhérence.

Néanmoins, si l'adhérence entre un substrat et son revêtement doit être optimale pour une application donnée, ce sont les caractéristiques physico-mécaniques du revêtement qui sont recherchées. Par exemple, pour les revêtements "durs", c'est la résistance élevée à l'usure à basse ou à haute température qui est le plus souvent recherchée. Dans ce chapitre, nous rappelons les principes essentiels du frottement et de l'usure et examinons le comportement tribologique des matériaux. Une attention particulière est portée au cas des céramiques et des cermets très stables à haute température mais souvent confrontés, de part leur faible conductibilité thermique, à des problèmes d'évacuation de la chaleur produite par le frottement.

IV. 1 - Frottement

IV. 1.1 - Définition

D'une manière générale, le frottement apparait lorsqu'on déplace deux corps en contact l'un par rapport à l'autre.

L'exemple d'un solide de poids P, de forme parallélépipédique reposant sur un plan horizontal (fig. IV.1), permet de définir la force tangentielle critique nécessaire pour provoquer le début du glissement relatif. Cette force F_s est reliée au poids P, normal à la surface de contact, par la relation:

$$\mathbf{F}_{\mathbf{s}} = \mathbf{f}_{\mathbf{s}} \cdot \mathbf{P} \tag{1}$$

avec

 f_s : coefficient de frottement statique.

Une fois le glissement amorcé, la force F_d nécessaire pour maintenir le mouvement décroît

légèrement. Elle s'exprime en fonction du poids P par la relation:

$$\mathbf{F}_{\mathbf{d}} = \mathbf{f}_{\mathbf{d}} \cdot \mathbf{P} \tag{2}$$



 f_d : coefficient de frottement dynamique ($f_d < f_s$).

Limite à l'équilibre : f_s

En mouvement : f_d

Figure IV.1 : Coefficients de frottement statique et dynamique

IV. 1. 2 - Mécanisme du frottement

Bowden et Tabor (1950) [1] ont proposé une théorie pour expliquer le mécanisme du frottement, en considérant l'effort de frottement F comme la somme de deux composantes:

$$\mathbf{F} = \mathbf{S} + \mathbf{T} \tag{3}$$

où S est la force nécessaire pour cisailler les jonctions formées aux points de contact entre les deux matériaux et T la force pour déplacer l'un des deux matériaux par rapport à l'autre. Cette théorie a mis en évidence, pour la première fois, la relation entre l'effort de frottement et l'aire réelle de contact car l'effort S dépend de l'aire totale des jonctions formées.

Après de nombreux travaux menés dans ce domaine depuis 1950, Madakson (1983) [2] proposa un modèle de calcul du coefficient de frottement pour un couple de métaux identiques:

$f = F/W = K_3 \cdot \Phi_1(\rho AV^2/W) \cdot \Phi_2(S/HV^2) \cdot \Phi_3(EQ/WAh)$ (4)

avec	F : effort de frottement,	V : vitesse de glissement,
	W : charge appliquée,	S : énergie de surface,
	K ₃ : constante dépendant de la température,	H : dureté du matériau,
	de l'environnement et du système d'essai,	E : énergie de déformation,
	ρ : densité du matériau,	Q : surface déformée,
	A : surface réelle de contact,	h : rugosité de surface.

Les fonctions Φ_1 , Φ_2 et Φ_3 représentent respectivement les facteurs d'adhésion, d'énergie superficielle et d'énergie de déformation. Ce modèle présente l'avantage de regrouper les **paramètres influents sur le coefficient de frottement** tels que les **propriétés des matériaux en contact** et les **conditions de chargement**.

L'usure des matériaux en contact est la traduction du frottement. Dans la suite du chapitre, nous décrivons les différents modes d'usure ainsi que le comportement au frottement et à l'usure de matériaux de dureté élevée comme les céramiques, en fonction des paramètres les plus influents.

IV. 2 - Usure

IV. 2. 1 - Définition

L'usure est définie comme la perte progressive de matière de la surface d'un corps par suite du mouvement relatif d'un autre corps en contact [3]. L'usure n'est donc pas une propriété des matériaux mais une conséquence du frottement. Elle caractérise tout phénomène de frottement entrainant perte de cote, de forme et de poids par émission de débris.

IV. 2. 2 - Evaluation de l'usure

L'usure peut être évaluée par la quantité de matière perdue par unité de distance parcourue ou par unité de temps [4]. Expérimentalement, on effectue souvent la mesure de la perte de poids, la mesure de la variation des dimensions ou encore la mesure de la modification géométrique de la trace d'usure. La première méthode nécessite le démontage et le nettoyage de l'échantillon pour la pesée. Il est donc difficile d'évaluer l'usure des pièces de grandes dimensions ou d'observer l'évolution de l'usure pendant l'essai. La deuxième méthode autorise une mesure en continu mais doit tenit compte des effets de dilatation thermique. La troisième méthode est utilisée lorsque la trace d'usure a une forme géométrique complexe: par exemple, trace d'usure laissée par un pion frottant sur un disque [5]. Pour mesurer l'usure, d'autres méthodes sont parfois utilisées mais nécessitent un appareillage plus important et une mise en oeuvre plus complexe. Par exemple, des techniques nucléaires consistent à marquer les particules des surfaces avant essai et à comptabiliser les débris après usure [6]. Des méthodes ultrasonores permettent, quant à elles, d'évaluer les variations de dimension [7].

Une conséquence des nombreuses méthodes de mesure est l'existence, dans la littérature, d'une multitude de paramètres représentatifs de l'usure et souvent pas très bien définis. Dans la suite du chapitre, on trouvera, par exemple, l'usure exprimée en longueur, en surface ou en volume usés, rapportée ou non à la distance parcourue comme nous l'avons mentionné en début de paragraphe. Le taux d'usure ou usure normalisée (rapportée à la charge appliquée) est aussi un paramètre très souvent utilisé.

Notons enfin que l'usure des matériaux en frottement est très variable. Par ailleurs, il n'existe ni bon ni mauvais matériau de frottement mais des couples de matériaux qui, pour des conditions données, forment des troisièmes corps compatibles ou non avec les caractéristiques de frottement et d'usure souhaitées [8].

IV. 2. 3 - Troisième corps

Au cours du phénomène d'usure, il y a passage du contact à deux corps au contact à trois corps. En effet, les débris provenant de l'usure se trouvent piégés dans l'espace confiné qui définit le contact et forment une couche pulvérulente appelée "troisième corps".

Le processus d'usure dépend du détachement des particules, de la nature et du comportement du troisième corps ainsi que de la durée de séjour de ces particules à l'intérieur du contact.

Pendant leur séjour dans le contact, la morphologie et la composition chimique des particules peuvent être modifiées. C'est la vie propre du troisième corps qui dépend des conditions mécaniques du contact et du milieu environnant [9]. La nature du troisième corps est très importante car elle peut jouer un rôle de protection en retardant le processus d'usure ou, au contraire, l'accélérer [10]. En présence d'oxygène, les fragments détachés peuvent s'oxyder, devenir plus durs et abraser les surfaces [11]. Vincent et al [9] affirment que le rôle porteur ou protecteur du troisième corps est, sauf exception, plus important que son rôle abrasif et que, pour diminuer l'usure, il faut maintenir les débris initialement piégés dans la zone de contact. De plus, en séparant les corps initialement en contact, le troisième corps contribue, par sa portance, à l'accomodation de la vitesse de glissement.

Les paramètres qui gouvernent le piégeage des particules sont la géométrie et la rigidité du contact [8, 9, 12]. Par exemple, un contact fermé de type rotule piège mieux les débris qu'un contact bille/plan. La même comparaison peut être faite entre un contact sans vibration et le même contact dans un champ vibratoire important. Notons enfin que l'élimination des particules auto-adhérentes ou adhérentes aux surfaces est plus difficile que celle de particules libres.

IV. 2. 4 - Modes d'usure

L'usure est un phénomène complexe, elle est générée par de nombreux processus physiques, chimiques et mécaniques indépendants ou non. Les auteurs proposent souvent des approches théoriques différentes qui reposent sur des hypothèses simplificatrices permettant de mieux appréhender les processus mis en jeu. Ainsi, Peterson [13] a répertorié 18 modes d'usure selon le processus de détachement des particules. En général, on distingue deux modes fondamentaux: l'usure adhésive et l'usure abrasive. Lorsque deux aspérités appartenant à l'une et à l'autre des surfaces frottantes entrent en contact, elles deviennent le siège de déformations plastiques. En effet, l'aire réellement sollicitée lors du frottement est l'aire entre les aspérités en contact, inférieure à l'aire apparente des surfaces frottantes. Au niveau des aspérités, les contraintes locales sont par conséquent très importantes et peuvent dépasser la limite d'élasticité des matériaux en contact. Il peut en résulter des déchirures du manteau protecteur (oxydes, sulfures, ...) et le rapprochement des deux structures métalliques.

Ce rapprochement, qui peut atteindre les dimensions d'une maille cristalline, s'accompagne d'une élévation considérable de la température de surface pouvant atteindre le point de fusion d'un des deux matériaux en présence. Sous l'effet combiné du rapprochement et de l'agitation thermique des atomes, les deux surfaces adhèrent soit par solubilité et diffusion soit par adsorption solide et attraction moléculaire. Il y a alors adhésion.

En 1950, Bowden et Tabor [1] ont étudié les mécanismes d'usure de deux surfaces métalliques en frottement lorsque des jonctions ou micro-soudures se forment à l'interface. Si la résistance de la jonction est plus faible que celle de l'un et de l'autre des matériaux en frottement, le glissement provoque la rupture à l'interface de la jonction elle-même. Dans ce cas, la quantité de matière enlevée des surfaces est négligeable, même si la résistance au déplacement est relativement élevée. C'est le cas d'un alliage d'étain glissant contre l'acier, pour lequel le coefficient de frottement est de 0,7 et l'usure des surfaces faible. Si la jonction est plus résistante que l'un des deux matériaux en contact, le métal le plus tendre adhère sur l'autre et l'usure du métal le plus "mou" est rapide. Ce mode d'usure a été observé pour le frottement d'un alliage de plomb sur un acier. Enfin, si la jonction est plus résistante que les deux matériaux en présence, la rupture se produit essentiellement dans le volume du métal le plus ductile. La plus grande part de l'usure provient de la rupture du métal "mou" mais on peut aussi observer des arrachements du métal "dur". C'est le cas d'un alliage en cuivre glissant sur de l'acier.

L'usure adhésive se traduit donc par le transfert de matière d'une des pièces frottantes sur la surface du solide antagoniste. Néanmoins, si la densité de dislocations par unité de surface devient trop importante au cours du frottement, il y a adhésion globale des surfaces et blocage du mouvement (grippage).

Notons que la structure cristalline des matériaux influence beaucoup l'adhésion des surfaces. A titre d'exemple, les métaux à structure hexagonale adhèrent moins que les métaux à structure cubique à faces centrées, probablement parce que les propriétés des hexagonaux sont très anisotropes [14]. La figure IV.2 [15] montre que le coefficient de frottement et le taux d'usure du couple cobalt/cobalt augmentent rapidement quand on passe de la structure hexagonale à la structure cubique à faces centrées.



I face cubique centrée sur face cubique centrée Il face hexagonale sur face hexagonale vitesse de glissement : 198 cm/s / coefficient de frottement Facteurs de l'úsure : contact sphère sur plan, frotteur et piste en cobalt dens le vide à 10⁻⁹ mm Hg (1,33 × 10⁻⁷ Pa), charge 10 N.

Figure IV.2 : Coefficient de frottement et taux d'usure en fonction de la température - Influence de la structure cristalline ([15] cité dans [14])

L'usure abrasive est produite par l'action de corps étrangers, durs et pulvérulents, présents entre deux surfaces en mouvement relatif ou encastrés dans l'une des deux surfaces. En fonction de la nature et de la granulométrie des corps étrangers ainsi que de la rugosité et du module d'élasticité des matériaux en frottement, les surfaces se déforment soit élastiquement soit plastiquement. De plus, en fonction des angles d'attaque des particules, on distingue l'usure abrasive par déformation et l'usure abrasive par coupe. L'usure abrasive se manifeste donc par la formation de sillons et la création de micro-copeaux.

La figure IV.3 [16] montre l'influence de l'angle d'attaque d'une pointe pyramidale sur la section droite du sillon réalisé sur la surface plane d'un échantillon métallique. Sur cette figure, on constate, à partir d'un angle critique α_c , une augmentation brusque de la section de la rayure correspondant à l'apparition du copeau. La figure IV.4 [17] montre l'influence du diamètre moyen de particules de carbures de silicium sur le volume d'usure abrasive d'un acier. Pour une charge donnée, Nathan et Jones [17] montrent que, dans un premier temps, l'usure augmente avec la taille des particules abrasives et que, au-delà d'un certain diamètre, l'existence de particules d'usure diminue l'efficacité des particules abrasives. Par ailleurs, pour les faibles charges, l'usure abrasive est pratiquement indépendante de la taille des particules.



Figure IV.3 : Influence de l'angle d'attaque sur l'usure ([16] cité dans [14])



Figure IV.4 : Influence du diamètre des particules abrasives sur le volume d'usure ([17] cité dans [14])

A ce stade de l'étude bibliographique, il ressort donc que le comportement tribologique n'est pas une propriété intrinsèque des matériaux mais qu'il dépend des caractéristiques mécaniques et structurales des deux matériaux en frottement et des conditions de sollicitation. Dans la section suivante, nous décrivons l'influence des paramètres parmi les plus importants, l'accent étant mis sur le comportement au frottement et à l'usure des céramiques ainsi que sur les effets de l'augmentation de température au cours du frottement.

IV. 3 - Comportement au frottement et à l'usure

IV. 3. 1 - Influence des caractéristiques des matériaux

IV. 3. 1. 1 - Dureté et Ténacité

La dureté d'un matériau représente la résistance à la déformation plastique, induite par la pénétration d'un indentateur (cf chap. III). Elle est généralement obtenue par le rapport entre la charge appliquée et l'aire projetée de l'empreinte rémanente.

Lorsqu'on évalue la résistance à l'usure des matériaux métalliques, on trouve souvent une résistance d'autant plus grande que la dureté du matériau est élevée. La figure IV.5 [18] montre la relation entre l'usure abrasive de différents matériaux métalliques et leur dureté Brinell.



Figure IV.5 : influence de la dureté sur la tenue à l'usure par abrasion [18]

La relation d'Archard [19] décrit de manière simplifiée le phénomène d'abrasion par l'expression:

$$W = \frac{K}{3} \frac{FL}{H}$$
(5)

avec	W : usure volumique du matériau abrasé,	L : longueur du chemin de glissement
	K : coefficient sans dimension lié à	du corps abrasif entaillant la surface du
	l'amplitude du phénomène d'abrasion,	matériau considéré,
	F : force normale de contact,	H : dureté du matériau abrasé.

Cette relation est intéressante car elle fait appel à des grandeurs physiques simples et facilement mesurables comme la dureté du matériau, la force appliquée et la distance de glissement.

Lorsque le matériau s'use principalement par déformation plastique, la résistance à l'usure est fonction de la dureté du matériau [20, 21]. Par contre, dans le cas de matériaux fragiles comme les céramiques qui s'usent principalement par microfractures, la relation entre la tenue à l'usure et la dureté des matériaux est moins évidente [20, 22]. A titre d'exemple, Johnson et Wu [23] ont mesuré la résistance à l'usure de différents carbures de silicium et de composites silicium/carbures de silicium. La figure IV.6 [23] montre la relation entre l'usure des céramiques et leur dureté Vickers. On remarque que l'usure des composites Si/SiC est d'autant plus faible que leur dureté est élevée. Par contre, l'effet de la dureté sur l'usure des SiC est beaucoup moins évident.

La résistance à la fissuration des céramiques peut être appréciée par leur ténacité. Elle est calculée à partir des concepts de la Mécanique Linéaire de la Rupture (cf Chap. III). Dans diverses études menées sur la tenue à l'usure des zircones, Abdallah et Treheux [24] et Fischer et al [25] ont montré que la résistance à l'usure est d'autant plus grande que la ténacité est élevée. Ishigaki et al [26] ont étudié le comportement au frottement et à l'usure de plusieurs céramiques. La figure IV.7 [26] montre l'influence de la ténacité sur le coefficient de frottement. Celui-ci est d'autant plus faible que la ténacité est élevée. Par ailleurs, aucune corrélation entre l'usure et la dureté n'est observée dans ce cas.



Figure IV.6 : Influence de la dureté des céramiques sur leur usure [23]



Figure IV.7 : Influence de la ténacité des céramiques sur le coefficient de frottement [26]

D'une manière générale, suivant Chen et al [27], la tenue à l'usure des alliages métalliques dépend de leur dureté alors que celle des céramiques dépend, le plus souvent, de leur ténacité.

IV. 3. 1. 2 - Etat de surface

L'état initial de surface, souvent caractérisé par la rugosité moyenne Ra, est un paramètre important pour le comportement tribologique.

Pendant la période d'adaptation réciproque des surfaces frottantes, correspondant à un accroissement de l'aire de contact par accomodation, de nombreux auteurs ont montré que le coefficient de frottement est d'autant plus élévé que la rugosité initiale des surfaces est importante. Les figures IV.8 et IV.9 présentent, dans des conditions de chargement identiques, les évolutions respectives du coefficient de frottement et de l'usure en fonction de la durée de frottement d'un pion en 35CD4 sur un disque en Al_2O_3 , pour deux rugosités initiales différentes de la surface du pion [27]. On note un écart significatif entre les coefficients de frottement dans la phase initiale de l'essai. Celui-ci disparait complètement par la suite. La différence des usures finales résulte donc essentiellement de l'usure du pion pendant la période d'accomodation des surfaces. De la même façon, Cartier et al [28] ont observé que le coefficient de frottement d'un couple $35CD4/Al_2O_3$ (Ra de l'acier : 1 µm) est environ trois fois plus élevé que celui du même couple avec une rugosité plus faible (Ra : 0.4μ m) et que la différence disparait au bout de 15 mn de frottement. Fischer et Tomizawa [29] ont également montré que la rugosité initiale influait sur le comportement d'un couple Si_3N_4/Si_3N_4 testé en frottement sec.

IV. 3. 2 - Influence de la charge appliquée

La charge appliquée conditionne les contraintes locales au niveau des aspérités et l'aire réelle du contact. L'augmentation des contraintes locales peut entrainer la déformation plastique ou la rupture superficielle du matériau et modifier, par conséquent, le coefficient de frottement et le taux d'usure. L'influence de la charge appliquée est donc liée à la limite d'élasticité et à la résistance à la rupture des matériaux [27].



Figure IV.8 : Influence de l'état initial de surface sur le coefficient de frottement [27]





Au cours du frottement d'une bille en diamant sur un disque en Si_3N_4 , Ishigaki et al [26] ont constaté que l'influence de la charge appliquée sur le coefficient de frottement est fonction du diamètre de la bille (fig. IV.10). Selon l'équation de Hertz, les contraintes locales à la surface du disque sont d'autant plus importantes que le diamètre de la bille est faible. Pour un diamètre d égal à 0,005 mm, la valeur des contraintes locales atteint le niveau de résistance au cisaillement du matériau puisque des débris d'usure, dus à une rupture superficielle, ont été observés. Par contre, pour un diamètre de 0,1 mm, les contraintes locales ne sont pas suffisantes pour provoquer la rupture.



Figure IV.10 : Influence de la charge appliquée sur le coefficient de frottement ($o : d = 0,005 \text{ mm}; \bullet : d = 0,1 \text{ mm}$) [26]

Burwell et Strang [30] ont montré qu'il existe une charge critique au-delà de laquelle l'usure adhésive croît considérablement (fig. IV.11). Dans la première partie de la courbe, le volume usé est sensiblement proportionnel à la charge. L'accroissement de la charge se traduit d'abord par un accroissement du nombre de points de contact (fig. IV.12-a) puis par un accroissement de la taille des jonctions (fig. IV.12-b). La plastification des aspérités contribue alors à l'augmentation rapide de l'usure.



Figure IV.11 : Evolution de l'usure en fonction de la charge appliquée [30]

Figure IV.12 : Schémas des contacts [30]

D'autres auteurs ont observé les mêmes influences de la charge appliquée sur le comportement à l'usure. On peut citer, par exemple, l'étude menée par Kapsa [31] sur le frottement d'un pion en acier sur un plan en Si_3N_4 , l'étude de Mehrotra [32] concernant le frottement d'un cylindre en acier sur un plan en Al_2O_3 ou encore les travaux de Gee et Almond [33] sur différents oxydes d'aluminium.

IV. 3. 3 - Influence de la vitesse de glissement

Lors du frottement entre deux matériaux, une partie de l'énergie mécanique communiquée au système se transforme en chaleur. Suivant la nature des matériaux en présence et leurs propriétés thermiques, la chaleur peut s'accumuler dans la zone de contact ou se dissiper à l'intérieur des matériaux et dans le milieu ambiant [34]. Vernotte [35] et Badie - Levet [36] se sont intéressés au mode de partage du flux de chaleur généré par le frottement entre deux corps en mouvement relatif, le premier définissant une loi de partage du flux en fonction des variables d'état des milieux semi-infinis considérés, le second mettant en évidence un saut de température à l'interface des solides en frottement.

L'augmentation de la vitesse de glissement entraîne l'accroissement de la production de chaleur [21, 22, 27]. Ceci a pour effet de créer des points chauds qui accroissent la réactivité des surfaces et des débris d'usure vis à vis du milieu environnant. Dans ces conditions, les réactions d'oxydation sont accélérées. De plus, suivant les températures atteintes, des transformations métallurgiques peuvent apparaître, éventuellement accompagnées de phénomènes de

précipitation, de diffusion ou encore de décarburation. Ainsi, dans le cas des aciers, des transformations de type martensique peuvent se produire et certaines zones voir se modifier leur teneur en carbone.

Un des avantages de l'utilisation tribologique des céramiques provient de leur bonne stabilité et tenue mécanique à haute température. Néanmoins, du fait de leur faible conductibilité thermique, les céramiques et les cermets sont plus souvent confrontés aux effets thermiques que les métaux puisque l'évacuation de la chaleur produite par le frottement est plus difficile [34]. Dans les sections suivantes, nous examinons le comportement au frottement et à l'usure des céramiques, l'accent étant mis sur les phénomènes thermiques ainsi que sur la réactivité des surfaces et des débris d'usure avec le milieu environnant.

IV. 3. 4 - Comportement au frottement et à l'usure des céramiques

Comme nous l'avons vu précédemment, le principal effet de la vitesse de glissement est d'agir sur la température superficielle. Si l'élévation de la température superficielle ne modifie pas la structure des matériaux, le coefficient de frottement tend à diminuer lorsque la vitesse de glissement augmente [37]. Par contre, lorsque la vitesse de glissement dépasse un seuil critique, le coefficient de frottement augmente avec la vitesse. La figure IV.13 montre l'évolution du coefficient de frottement d'un couple acier/bismuth en fonction de la vitesse de glissement. La vitesse de transition correspond à la fusion superficielle du bismuth [37].





D'autres auteurs ont confirmé la présence d'une vitesse de transition. On peut citer, par exemple, l'étude menée par Mehrotra [32] sur la tenue à l'usure d'un couple acier/composite Al_2O_3 -TiC, l'étude menée par Ishigaki et al [26] sur le frottement et l'usure d'un couple Si_3N_4/Si_3N_4 ou encore les travaux de Chen et al [27] sur le frottement et l'usure de nombreux couples de céramiques. D'après Mehrotra, l'augmentation de l'usure, à partir d'une certaine vitesse, est liée à la diminution de la dureté de l'acier et à l'oxydation du TiC [32]. Sur la figure IV.14 relative aux travaux d'Ishigaki et al [26], on remarque que le coefficient de frottement et l'usure augmentent avec la vitesse de glissement. Ces augmentations sont la conséquence de l'échauffement des surfaces dès les faibles vitesses. La vitesse de transition est alors définie comme la vitesse à partir de laquelle le coefficient de frottement et l'usure augmentent brusquement. L'auteur montre que cette transition correspond à la disparition, au cours du frottement, de la couche adsorbée à la surface du Si₃N₄.





Les températures atteintes par les céramiques lors du frottement et la nature du milieu environnant sont donc des paramètres importants pour le comportement tribologique.

Glaeser [34] a proposé un diagramme (fig. IV.15) représentant l'effet de la température sur le coefficient de frottement des céramiques sur elles-mêmes. On remarque que le coefficient de frottement, qui diminue d'abord, augmente ensuite lorsque la température dépasse 800°C. La raison de cette transition provient, selon lui, de l'adoucissement des matériaux qui entraîne, d'une part, l'écoulement plastique à l'interface et, d'autre part, l'augmentation de la taille des jonctions.





L'influence de la température sur le comportement tribologique peut aussi se traduire par une transformation microstructurale des matériaux. Au cours d'essais réalisés sur le couple ZrO₂-MgO/ZrO₂-MgO, Woydt et Habig [38] ont observé une augmentation importante du coefficient de frottement et de l'usure lorsque la température atteint 400°C. Les analyses effectuées par les auteurs montrent que ces augmentations sont dues à une transformation de phase de la zircone qui passe de la structure tétragonale à la structure cubique. D'autre part, Aronov [39], testant le même type de zircone, a constaté que le taux d'usure diminue de trois ordres de grandeur quand la température s'élève de 0 à 300°C. Il a montré que cette diminution est la conséquence d'une transformation métallurgique de la zircone qui passe, cette fois-ci, de la phase tétragonale à la phase monoclinique. Comme nous l'avons déjà mentionné dans la section IV.2.4, les structures cristallines, du fait de leurs propriétés thermiques et cristallographiques différentes, influencent fortement le comportement au frottement et à l'usure.

Les températures évoquées précédemment sont les températures superficielles de frottement. L'élévation de la température superficielle peut aussi être due à l'élévation de la température ambiante. Dans certaines études, les auteurs font varier cette température. Par exemple, Dellacorte et Sliney [40] mettent en évidence l'effet de la température ambiante sur le facteur d'usure d'un pion en acier chargé au cobalt, frottant sur un disque revêtu d'une couche de carbure de chrome ($Cr_3C_2 - Ag$, BaF_2/CaF_2) par projection plasma thermique (fig. IV.16). Les essais réalisés sous différentes atmosphères montrent que l'effet de la température est d'autant plus marqué que l'atmosphère est oxydante (air) en comparaison des résultats otenus en atmosphère inerte (hélium) ou réductrice (hydrogène).



Figure IV.16 : Influence de l'atmosphère et de la température sur le facteur d'usure [40]

La bonne résistance à la corrosion des céramiques offre des possibilités de substitution aux pièces de frottement métalliques qui travaillent dans des milieux humides et corrosifs [41]. Cependant, le comportement tribologique varie de manière importante selon la nature des matériaux et le milieu considéré. Par exemple, la présence d'eau à la surface de l'alumine (Al_2O_3) augmente la mobilité des dislocations. Elle facilite ainsi l'écoulement plastique et entraîne une usure par déformation plus importante. L'usure d'un pion en Al_2O_3 sur un disque du même matériau est presque dix fois plus grande dans l'eau que dans l'air [42]. Par contre, si l'usure a lieu par ruptures superficielles, la déformation plastique à la surface peut diminuer l'usure du matériau [27]. La présence d'eau, dans ce cas, est favorable à la résistance au frottement et à l'usure [43, 44].

Certaines études réalisées sur la zircone montrent que la présence d'un lubrifiant comme l'huile améliore la tenue à l'usure [44, 45].

La présence d'oxygène dans le milieu environnant peut entraîner une oxydation des céramiques pendant le frottement. En effet, Akazawa et Kato [46] ont noté la présence de SiO₂ dans des débris d'usure produits lors du frottement du couple Si₃N₄/Si₃N₄. Fischer et Tomisawa [29] ont montré que l'usure du couple Si₃N₄/Si₃N₄ est d'autant plus faible que l'humidité ambiante est importante. Par conséquent, la formation d'un film de SiO₂ pendant le frottement [46, 47] joue un rôle de protection contre l'usure et explique les faibles valeurs du coefficient de frottement (0,15) du couple Si₃N₄/Si₃N₄. La même influence de l'oxygène sur l'usure a été constatée pour le couple SiC/SiC. Le temps nécessaire pour former le film de protection est même beaucoup plus court que pour le Si₃N₄ [48]. Par contre, dans le cas du disque revêtu d'une couche de carbure de chrome et frotté par un pion en acier [38], les meilleures propriétés tribologiques (f = 0,23) sont obtenues dans l'hydrogène, c'est à dire dans un environnement réducteur. Le frottement et l'usure augmentent avec l'élévation de la concentration en oxyde de chrome en surface (fig. IV.17).



Figure IV.17 : Influence de la concentration en oxyde de chrome sur le coefficient de frottement [38]

IV. 3. 5 - Influence des caractéristiques du tribomètre

L'étude expérimentale du comportement des matériaux à l'aide de géométries d'éprouvette et de conditions de sollicitation bien définies ne traduit généralement pas le comportement réel des pièces mécaniques. C'est particulièrement le cas pour les études portant sur le frottement et l'usure. Par exemple, Yust et Bayer [49] ont montré que les résultats obtenus peuvent être très différents suivant l'équipement expérimental utilisé bien que les conditions de chargement (charge appliquée, vitesse de glissement, température et milieu environnant) soient identiques.

De plus, comme le coefficient statique est généralement différent du coefficient dynamique, il peut se produire un phénomène vibratoire dû à une succession d'adhérences et de glissements [1]. Ce phénomène, plus connu sous le nom anglais de "stick - slip", se traduit par une fluctuation de l'effort tangentiel et donc par une variation de la vitesse relative des surfaces en frottement. Pour un contact métallique à sec, Tolstai [50] a observé que les vibrations tangentielles étaient simultanément accompagnées de sauts périodiques dans la direction verticale. Le mouvement vertical correspond en fait aux vibrations naturelles du contact normal dont la fréquence est fonction de la rigidité du contact, de la masse du frotteur et de la rigidité du support. Au cours du frottement, ce type de vibrations est continuellement excité par la composante normale résultant de la collision des aspérités [50, 51].

Par conséquent, la charge appliquée et la vitesse de glissement ne représentent pas tout à fait les sollicitations réelles des surfaces. Sur un tribomètre à grande vitesse, Neal et Wolf [52] ont constaté que l'usure du pion augmentait lorsque l'amplitude des vibrations normales diminuait. Budanov [53] a étudié l'effet des vibrations, créées par des sources extérieures, sur le comportement au frottement de couples métalliques. Quand la fréquence des vibrations approche la fréquence de résonance du système, il a observé une chute du coefficient de frottement. Kato et al [54] ont aussi étudié l'effet des vibrations sur l'usure du couple acier/acier, à l'aide d'un tribomètre de rigidité du support variable. Il montre que la dispersion des résultats est d'autant plus importante que la rigidité du support est faible.

Toutes ces études montrent l'importance de la prise en compte des caractéristiques vibratoires du tribomètre utilisé afin de mieux évaluer l'influence des autres paramètres nominaux d'essais.

Références

[1] **F.P. Bowden et D. Tabor**

The friction and lubrication of solids. Part I, Oxford, 1950.

[2] P.B. Madakson

The friction behaviour of materials. Wear, 87, 1983.

[3] A. Magnee

Méthodes de simulation pour l'étude métallurgique de l'abrasion, de l'érosion et de l'usure à chaud. ATB Métallurgie XXIV, n° 4, 1984.

[4] G. Colin

Les mécanismes de l'usure et du frottement. Traitement Thermique, 208, 1987.

[5] V.V. Dunaevsky

Measurement of local microscopic wear. Journal of Tribology, 108, 1986.

[6] A.S. Birring et H. Kwun

Ultrasonic measurement of wear. Tribology International, n° 1, 22, 1989.

[7] J.L. Boutaine, B. Jeanneau

Utilisation de technique nucléaire pour les mesures de fine usure. 28^{ième} Journées des Aciers Spéciaux, Liège, Mai, 1989.

[8] C. Colombié

Usure induite sous petits débatements - Identification des phénomènes. Thèse de Doctorat, Ecole Centrale de Lyon, 1986.

[9] L. Vincent, Y. Berthier, M. Godet

Frottement et usure

Matériaux et Techniques, 1990, pp. 42-44.

[10] **M. Godet**

The third-body approach : Mechanical view of wear. Wear, 100, 1984.

[11] M.F. Ashby, D.R.H. Jones

Matériaux, Ed. Dunod, Tome 1, Chap. 25, pp. 209-214.

[12] Y. Berthier, L. Vincent, M. Godet

Le fretting corrosion : aspects fondamentaux - description des phénomènes. Journée d'Information sur le Fretting Corrosion, CETIM, Senlis, 1988.

[13] M.B. Peterson

Classification of wear process. Wear Control Handbook, M.B. Peterson et W.O. Winer ed. Asme, New York, 1980.

[14] J. Blouet

Techniques de l'Ingénieur, B 585 et B 586, pp. 5-37.

[15] E.E. Bisson

Various modes of wear and controlling factors. Evaluation of wear testing. American Society Testing Materials A.S.T.M., Lubrification, Juin 1968, pp. 7-9.

[16] T.O. Mulhearn, L.E. Samuels

The abrasion of metals. A model of the process. Wear, 5, 1962, pp. 478-498.

[17] G.K. Nathan, J.D. Jones

The empirical relationship between abrasive wear and the applied conditions. Wear, 9, 1966, pp. 300-309.

[18] F. Borik, W.G. Scholz

Gouging abrasion test for materials used in ores and rock crushing : part II - Effect of metallugical variables on gouging wear. ASTM, Journal of Materials, n° 3, 6, 1971.

[19] J.F. Archard

Contact and rubbing of flat surfaces. Journ. of Appl. Phys., n° 24, 1953, pp. 981-988.

[20] T.E. Fischer

Friction and wear of ceramics. Scripta Metallurgica et Materialia, Vol. 24, 1990, pp. 833-838.

[21] A. Magnée

L'endommagement par abrasion et érosion. Conception Mécanique et Tribologie, Recueil de Conférences, pp. 47-86.

[22] D. Chuanxian, H. Bingtang, L. Huiling

Plasma-sprayed wear-resistant ceramic and cermet coating materials. Thin Solid Films, 118, 1984, pp. 485-493.

[23] D.E. Johnson et C.C. Wu

Toughness and hardness dependence of wear in silicon carbides. Intersociety Symposium on Machining of Advanced Ceramic Materials and Composites, R.E. BARK ed. Westerville, 1987.

[24] A.B. Abdallah, Treheux

Comportement tribologique des différentes zircones. 28^{ième} Journées des Aciers Spéciaux, Liège, 1989.

[25] T.E. Fischer, M.P. Anderson, S. Jahanmir

Influence of fracture toughness on the wear resistance of yittria-doped zirconium oxide.

J. Am. Ceram. Soc., nº 2, 72, 1989.

[26] H. Ishigaki, I. Kawaguchi, M. Iwasa, Y. Toibana

Friction and wear of hot pressed silicon nitride and other ceramics. Inter. Conf. on Wear of Materials, ASME, Vancouver, CANADA, 1985.

[27] Y.M. Chen, J.C. Pavy, B. Rigaut

Caractérisation au frottement et à l'usure des céramiques, en frottement à grande vitesse sous faible charge. Rapport d'étude, CETIM, 1991.

[28] M. Cartier, B. Loichon, J.P. Farjaudon

Contribution à l'étude du comportement en frottement des céramiques. Rapport HeF n° 7440.

[29] T.E. Fischer, H. Tomisawa

Interaction of tribochemistry and microstructure in the friction and wear of silicon nitride. Wear, n° 1, 105, 1985.

[30] J.T. Burwell, C.D. Strang

Metallic wear, A 212, 1952, pp. 470-477.

[31] P. Kapsa

Frottement à sec de couple acier/céramique : phénomènes importants. Rev. Int. Haut. Temp. Refrac. Fr. 21, 1984.

[32] P.K. Mehrotra

Mechanisms of wear in ceramic materials. Pro. Int. Conf. on Wear of Materials, ASME, 1983.

[33] M.G. Gee, E.A. Almond

Effects of test variables in wear testing of ceramics. Mat. Sci. Tech. 4, 1988.

[34] W.A. Glaeser

Wear and friction of nonmetallic materials, evaluation of wear testing. ASTM, 1969.

[35] P. Vernotte

A propos du partage de la chaleur entre corps frottants d'étendues inégales. Compte-rendus de l'Académie des Sciences, Jan. 1962.

[36] D. Badie - Levet

Les paramètres thermiques du frottement sec métal - matière plastique. Recherche des champs de température dans les corps en mouvement relatif pour une condition de contact imparfait: Application aux paliers.

Thèse de Docteur Ingénieur, Université de Nantes, 1985.

[37] F.P. Bowden et Tabor

The friction and lubrication of solids. Part. II, Oxford, 1964.

[38] M. Woydt, K.H. Habig

High temperature tribology of ceramics. Tribology International, n° 2, 22, 1989.

[39] V. Aronov

Friction induced strengthening mechanisms of magnesia partially stabilized zirconia. Journal of Tribology, 109, 1987.

[40] C. Dellacorte, H.E. Sliney

The effects of atmosphere on the tribological properties of a chromium carbide coating for use to 760°C. Lubrication Engineering, Vol. 44, n° 4, 1988, pp. 338-344.

[41] S. Asanabe

Applications of ceramics for tribological components. Mat. Des., n° 5, 9, 1988.

[42] N. Wallbridge, D. Dowson, E.W. Roberts

The wear characteristics of sliding pairs of high density polycrystalline aluminium oxide under both dry and wet conditions. Int. Conf. on Wear of Materials, 1983.

[43] S. Sasaki

The effects of surrounding atomosphere on the friction and wear of ceramics. Proc. 15th Leeds-Lyon Symp.on Tribology, 1989.

[44] K. Zum Gahr

Sliding wear of ceramic/ceramic, ceramic/steel and steel/steel pairs in lubricated and unlubricated contact. Wear, 133, 1989.

[45] D. Broussaud, J. Daigne

Etude du frottement et de l'usure des céramiques. Rev. Int. Haut. Temp. Refrac. Fr. 19, 1982.

[46] M. Akazawa, K. Kato

Wear properties of Si_3N_4 in rolling-sliding contact. Wear, 124, 1988.

[47] T. Sugita, K. Ueda, Y. Kanemura

Material removal mechanism of silicon nitride during rubbing in water. Wear, n° 1, 97, 1984.

[48] H. Ishigaki, R. Nagata, M. Iwasa

Effect of adsorbed water on friction of hot pressed silicon nitride and silicon carbide at low speed sliding. Wear, 121, 1988.

[49] C.S. Yust, R.G. Bayer

Introduction in wear tests for ceramics. ASTM, STP 1010, 1988.

[50] **D.M. Tolsto**ï

Significance of the normal degree of freedom and natural normal vibrations in contact friction.

Wear, n° 3, 10, 1967.

[51] R. Courtel

Normal vibrations in friction. Wear, n° 1, 11, 1968.

[52] G.D. Neale, S.S. Wolf

Design and testing of a high-speed friction and wear machine. Proc. Int. Conf. on Wear of Materials, 1981.

[53] B.V. Budanov

Mutual relation between friction and vibrations. Int. Trib. Cong. EUROTRB, Vol 1/A, 1981.

[54] K. Kato, A. Iwabuchi, T. Kayaba

The effects of friction-induced vibration on friction and wear. Wear, n° 3, 80, 1982.

Deuxième partie :

TRAVAIL EXPERIMENTAL
Chapitre V :

Caractérisation de l'adhérence de revêtements obtenus par projection hypersonique

V. 1 - Introduction

Les disques de freins utilisés dans le ferroviaire sont soumis à des élévations de température importantes au niveau du contact avec la garniture. Dans le cas d'un freinage depuis une vitesse de 300 km/h, les températures moyennes généralement atteintes sont de l'ordre de 500°C [1]. De plus, le frottement de la garniture sur le disque n'étant pas uniforme, il en résulte des points chauds où la température peut avoisiner 1100°C [2]. D'autre part, le freinage génère des vibrations importantes au niveau de la garniture et du disque produites par la collision des aspérités des surfaces en frottement et bien sûr fonctions de la rigidité du contact [3, 4]. Tous ces phénomènes peuvent engendrer une fissuration prématurée des disques [2].

La solution envisagée ici est de rechercher un alliage métallique, résistant à l'amorçage prématuré des fissures, revêtu d'une couche de carbures de chrome résistant à l'usure à chaud.

En dehors de la dégradation par usure, les revêtements peuvent être endommagés par délamination à l'interface avec le substrat. En effet, le frottement entre les pièces en contact induit une contrainte de cisaillement à l'interface substrat - revêtement qui favorise ce délaminage. Il est donc nécessaire de bien connaître la résistance à la fissuration à l'interface. C'est le but des essais d'adhérence et en particulier du test d'indentation interfaciale (cf Chap. III) que nous appliquons à un revêtement de carbures de chrome associé à un alliage Ni-Cr, déposé par projection thermique hypersonique sur différents substrats métalliques.

Dans ce chapitre, nous détaillons les matériaux choisis ainsi que la procédure utilisée pour le test d'indentation interfaciale. Nous montrons que les résultats obtenus ne peuvent être explicités par les modèles existant et nous proposons une nouvelle approche permettant d'apprécier de manière satisfaisante l'adhérence de revêtements épais sur substrats métalliques. Enfin, nous montrons les limites de quelques tests mécaniques également utilisés pour caractériser l'adhérence de nos revêtements.

V. 2 - Matériaux étudiés

V. 2. 1 - Substrats

Nous avons vu au chapitre I que la dureté du substrat est l'un des paramètres influant sur l'adhérence des revêtements projetés thermiquement. D'autre part, l'élévation de température du substrat au cours du frottement peut dépasser la température eutectoïde (721°C) des alliages Fer-Carbone. La transformation de phase qui en résulte pourrait conduire à une succession de contractions au chauffage, lorsque la phase α cubique centrée se transforme en phase γ cubique à faces centrées, et de dilatations au refroidissement par le processus inverse. Ces variations volumiques successives pourrait entraîner une délamination à l'interface.

Ces différentes situations nous ont amenés à tester les matériaux de substrat suivants, référence étant faite à l'acier faiblement allié 28CDV5 actuellement utilisé pour les disques de freins de certains Trains à Grande Vitesse (T.G.V.), l'acier à basse teneur en carbone XC10 pour sa structure ferritique, l'acier inoxydable austénitique Z20CNW22 pour l'absence de transformation $\alpha \rightarrow \gamma$, la fonte grise lamellaire Ft25 et la fonte à graphite sphéroïdal FGS 700-2 pour leurs propriétés d'amortissement et enfin l'alliage d'aluminium AU4G pour des raisons de gain de poids. Les températures atteintes lors du freinage rendent l'emploi de ce dernier matériau problématique. Néanmoins, du fait de sa faible dureté, cet alliage a également été étudié.

Le tableau V.1 regroupe ces matériaux et leur dureté Vickers respective mesurée dans le domaine de macrodureté (cf Chap. III).

Substrat	Dureté (HV)
28CDV5	375
FGS 700-2	261
Ft 25	218
Z20CNW22	203
XC10	133
AU4G	91

Tableau V.1 : Duretés des substrats

V. 2. 2 - Revêtement

La technique de projection adoptée pour la réalisation de nos revêtements est la projection thermique hypersonique. Connu sous le nom de High Velocity Oxy-Fuel, le procédé employé ici utilise un mélange oxygène-propane comme gaz de combustion. Les revêtements ont été réalisés par le groupe métallisation de la société Pecquet Tesson.

La forme parallélépipédique des éprouvettes a été choisie de manière à permettre un polissage aisé en vue de la réalisation des tests d'indentation interfaciale. La figure V.1 rend compte de la géométrie et des dimensions des éprouvettes.



Figure V.1 : Eprouvette expérimentale

Avant la projection, les éprouvettes ont été rectifiées puis sablées afin d'obtenir une rugosité favorable à l'accrochage mécanique des particules projetées (cf Chap. II). Suivant la nature du substrat, la rugosité (représentée par Ra) est comprise entre 6 et 10 μ m.

La poudre projetée est composée de carbures Cr_3C_2 et Cr_7C_3 mélangés à 25% d'un alliage Nickel-Chrome. La granolumétrie de la poudre est comprise entre 11 et 88 µm. Le tableau V.2 en présente l'analyse chimique.

	Cr	Ni	С	Mn - Fe - Si - W	02
Cr3C2 - 25%NiCr	Solde	20,00	9,45	< 1,00	< 0,50

Tableau V.2 : Analyse chimique de la poudre projetée



D'un point de vue pratique, seules les grandes faces de l'éprouvette ont été revêtues successivement (fig. V.1). Différentes épaisseurs de revêtement, comprises entre 200 et 600 μ m, ont été choisies de manière à permettre l'étude de l'influence de l'épaisseur sur l'adhérence substrat - revêtement.

La dureté du revêtement est de 925 HV. Cette valeur représente la moyenne de plusieurs mesures de dureté effectuées sous des charges différentes, dans le revêtement sur une section droite de l'éprouvette. Les charges appliquées ont été choisies suffisamment petites de manière à obtenir une dureté indépendante de l'épaisseur de revêtement. La direction de pénétration, parallèle à l'interface, permet d'obtenir des dimensions d'empreinte comparables à celles qui seront réalisées ensuite à l'interface.

A titre de vérification, nous avons comparé les diffractogrammes obtenus par diffraction des rayons X sur la poudre avant projection et sur une éprouvette revêtue. Les figures V.2 et V.3 correspondantes montre que la projection n'entraîne aucune modification de constitution. Notons la présence d'un important bruit de fond dû à la fluorescence X de l'élément chrome. Sur les figures V.2 et V.3, le bruit de fond a sensiblement été atténué par la mise en place d'une feuille de nickel entre l'échantillon et le détecteur.



Figure V.2 : Diffractogramme de la poudre avant projection



Figure V.3 : diffractogramme du revêtement

La photographie de la figure V.4 met en évidence la structure typique d'un revêtement obtenu par projection thermique. Sur cette photographie, on observe la stratification ondulée des particules projetées, la présence de porosités et quelques microfissures.



25 µm

Figure V.4 : Structure d'un revêtement projeté thermiquement

V. 3 - Mise en oeuvre du test d'indentation interfaciale

V. 3. 1 - Préparation des échantillons

Les éprouvettes parallélépipédiques décrites précédemment sont d'abord découpées en quatre échantillons de dimensions 30x15x10 mm, facilement manipulables. Le découpage s'effectue à l'aide d'une scie diamantée en prenant soin d'éviter un échauffement local de l'interface et une décohésion prématurée du revêtement.

Pour le polissage, les pièces sont placées deux à deux dans un porte-échantillon comme le montre la figure V.5:



Figure V.5 : Polissage des pièces deux à deux

De manière à assurer une bonne planéité des bords de l'échantillon lors du polissage, une lame de cuivre est insérée entre les revêtements et les parties métalliques du montage. Tous les échantillons sont polis perpendiculairement à l'interface de manière à ne pas amorcer de fissures par arrachement de particules ou introduction de particules étrangères le long de l'interface. Le polissage s'effectue manuellement sur papier abrasif SiC à partir du grade 220 jusqu'au grade 1200 puis sur feutre à la pâte diamant jusqu'à la granulométrie de 3 μ m.

V. 3. 2 - Procédure expérimentale du test d'indentation interfaciale

Chaque échantillon est maintenu dans un étau fixé sur la table XY micrométrique d'un macroduromètre Volpert. Une photographie du montage est présentée figure V.6.



Figure V.6 : Montage expérimental

L'indentateur utilisé dans cette étude est un pénétrateur pyramidal Vickers. Son positionnement à l'interface est assuré, avant chaque essai, par un repérage préalable de l'empreinte, à savoir:

- réalisation d'une empreinte dans le substrat, suffisamment loin de l'interface,
- alignement d'une des diagonales de l'empreinte avec la règle micrométrique présente sur la vitre dépolie du macroduromètre,
- superposition de l'interface et de la règle micrométrique.

La charge est appliquée pendant un temps de 2 mn de manière à tenir compte d'éventuelles fissurations différées.

Les dimensions de l'empreinte et les longueurs des fissures sont d'abord évaluées sur la vitre dépolie du macroduromètre, puis relevées précisément au microscope optique (x100). La mesure s'effectue du centre de l'empreinte à l'extrémité de la fissure, comme le montre la figure V.7:





Figure V.7 : Illustration du test d'indentation

La structure des revêtements rend parfois difficile la localisation de l'extrémité de la fissure. C'est le cas, par exemple, sur la figure V.8.



Figure V.8 : Illustration de la difficulté à localiser l'extrémité des fissures

Chapitre V : Caractérisation de l'adhérence ...

Un grossissement plus élevé (x200) permet néanmoins d'observer les décohésions interparticules et de suivre la propagation des fissures dans des zones parfois plus confuses.

Après retrait de la charge, lorsqu'un "bougé" de l'éprouvette ou un mauvais positionnement de l'empreinte est constaté, le test est jugé non valide et les résultats sont écartés.

Lorsque la fissure s'arrête dans une porosité, la porosité est comptée dans la longueur de fissure (encore que la différence soit minime).

Il arrive également qu'une fissure s'arrête pour repartir plus loin. Dans ce cas, il n'est pas tenu compte de la discontinuité. La fissure est supposée continue dans le volume et contournant un point plus adhérent.

Dans le cas de bifurcations, la fissure la plus grande est seule prise en compte.

Du point de vue expérimental on effectue, pour chaque épaisseur de revêtement et pour chaque charge étudiée, une série d'indentations conduisant à une valeur moyenne de la longueur de fissure.

La figure V.9 donne un exemple de la variation de la longueur de fissure en fonction de la charge appliquée, pour les deux épaisseurs de revêtement de carbures de chrome déposées sur le substrat FGS 700-2.



Figure V.9 : Variation de la longueur de fissure en fonction de la charge appliquée

V. 4 - Résultats des tests d'indentation interfaciale Interprétation - Modèle - Discussion

Le tableau V.3 rassemble les résultats des tests d'indentation à l'interface réalisés sur les éprouvettes brutes de projection. Dans ce tableau figurent les longueurs moyennes de fissures (<a>), les écarts types (s) ainsi que le nombre d'indentations (N) effectuées sous une charge (P) donnée. "R" signifie la Rupture de la couche.

				2	8CDV	5				Ft 25		
e(µm)		563.5			363			238			576	
P(N)	<a>	S	N	<a>	S	N	<a>	S	Ν	<a>	S	N
200							R	R	R	231	25	12
156	730	17	2	1219.5	5.5	2	R	R	R			
100	470	34.5	4	661	64.5	3	962	43	4	151	15	10
50	249	8.5	5	409.5	7.5	3	521	12	3			
30	159.5	6	3	253	27.5	3	398	30	4			
20							233	31	3			
		Ft 25				FGS 7	00-2			Z2	20CNW	22
e(µm)		367			560			273			580	
P(N)	<a>	S	N	<a>	S	N	<a>	S	N	<a>	S	N
200	631.5	73	33	244.5	18	9						
156	455	26	7	209	11	3	1065.5	130	2	209	1.5	3
100	264	32	6	156	14	9	443	39	16	168	16	4
50	144.5	19	6				177	26.5	15	128.5	13	5
30	102	19	7				128.5	27	16	86.5	4.5	4
20	89	15	8				90	17	6			
[<u> </u>		Z20CN	W22			[. AU4	G		
e(um)		209			356			405				
		220			220		1	495			282	
P(N)	<a>	<u> </u>	N	<a>	<u>550</u>	N	<a>	495 s	N	<a>	282 s	N
P(N) 300	<a> R	<u>s</u> R	N R	<a> R	s R	N R	<a>260	495 8 23	N 7	<a> 355	282 <u>s</u> 0	<u>N</u> 1
P(N) 300 200	<a> R 274	<u>s</u> R 15	N R 10	<a> R 607.5	s R 88.5	N R 2	<a> 260 221	495 <u>s</u> 23 19	N 7 2	<a> 355	282 s 0	<u>N</u> 1
P(N) 300 200 156	<a> R 274 216	s R 15 14	N R 10 10	<a> R 607.5 482	s R 88.5 45.5	N R 2 3	<a> 260 221 169	495 8 23 19 12	N 7 2 10	<a> 355 195	282 s 0 17.5	<u>N</u> 1 7
P(N) 300 200 156 100	<a> R 274 216 168.5	s R 15 14 21	N R 10 10 11	<a> R 607.5 482 338	s R 88.5 45.5 10	N R 2 3 3	<a> 260 221 169	8 23 19 12	N 7 2 10	<a> 355 195 124	282 s 0 17.5 9.5	N 1 7 8
P(N) 300 200 156 100 50	<a> R 274 216 168.5 105	s R 15 14 21 9	N R 10 10 11 11	<a> R 607.5 482 338 194	s R 88.5 45.5 10 15	N R 2 3 3 2	<a> 260 221 169	8 23 19 12	N 7 2 10	<a> 355 195 124 94.5	282 s 0 17.5 9.5 4	N 1 7 8 7
P(N) 300 200 156 100 50 30	<a> R 274 216 168.5 105 74	s R 15 14 21 9 6	N R 10 10 11 11 7	<a> R 607.5 482 338 194 124	s R 88.5 45.5 10 15 12.5	N R 2 3 3 2 4	<a> 260 221 169	8 23 19 12	N 7 2 10	<a> 355 195 124 94.5 68	282 s 0 17.5 9.5 4 5	N 1 7 8 7 8
P(N) 300 200 156 100 50 30	<a> R 274 216 168.5 105 74	s R 15 14 21 9 6	N R 10 10 11 11 7	<a> R 607.5 482 338 194 124	s R 88.5 45.5 10 15 12.5	N R 2 3 3 2 4	<a> 260 221 169	8 23 19 12	N 7 2 10	<a> 355 195 124 94.5 68	282 s 0 17.5 9.5 4 5	N 1 7 8 7 8
P(N) 300 200 156 100 50 30	<a> R 274 216 168.5 105 74	s R 15 14 21 9 6 470	N R 10 10 11 11 7	<a> R 607.5 482 338 194 124	s R 88.5 45.5 10 15 12.5 402	N R 2 3 3 2 4 . XC	<a> 260 221 169	495 s 23 19 12 353	N 7 2 10	<a> 355 195 124 94.5 68	282 s 0 17.5 9.5 4 5 272	N 1 7 8 7 8
P(N) 300 200 156 100 50 30 e(μm) P(N)	<a> R 274 216 168.5 105 74	S S R 15 14 21 9 6 470 s	N R 10 10 11 11 7 N	<a> R 607.5 482 338 194 124 <a>	s R 88.5 45.5 10 15 12.5 402 s	N R 2 3 3 2 4 . XC N	<a> 260 221 169 10	495 s 23 19 12 353 s	N 7 2 10	<a> 355 195 124 94.5 68 <a>	282 s 0 17.5 9.5 4 5 272 s	N 1 7 8 7 8
e(μm) P(N) 300 200 156 100 50 30 e(μm) P(N) 200	<a> R 274 216 168.5 105 74 <a> 356.5	s R 15 14 21 9 6 470 s 29	N R 10 10 11 11 7 N N 15	<a> R 607.5 482 338 194 124 <a> 577.5	s s R 88.5 45.5 10 15 12.5 402 s 23.5	N R 2 3 3 2 4 . XC N 5	<a> 260 221 169 10 10 <a> 551.5	495 s 23 19 12 353 s 8	N 7 2 10	<a> 355 195 124 94.5 68 <a> R	282 s 0 17.5 9.5 4 5 272 s R	N 1 7 8 7 8
e(μm) P(N) 300 200 156 100 50 30 e(μm) P(N) 200 156	<a> R 274 216 168.5 105 74 <a> 356.5 186.5	398 s R 15 14 21 9 6 470 s 29 5.5	N R 10 10 11 11 11 7 	<a> R 607.5 482 338 194 124 <a> 577.5 365.5	s R 88.5 45.5 10 15 12.5 402 s 23.5 28	N R 2 3 3 2 4 . XC . XC	<a> 260 221 169 10 10 <a> 551.5 438.5	495 s 23 19 12 353 s 8 32.5	N 7 2 10 10 N 4 5	<a> 355 195 124 94.5 68 <a> R R R	282 s 0 17.5 9.5 4 5 272 s R R	N 1 7 8 7 8 8
e(μm) P(N) 300 200 156 100 50 30 e(μm) P(N) 200 156 100 50 30	<a> R 274 216 168.5 105 74 <a> 356.5 186.5 143	398 s R 15 14 21 9 6 470 s 29 5.5 10.5	N R 10 10 11 11 11 7 N N 15 4 4 4	<a> R 607.5 482 338 194 124	s R 88.5 45.5 10 15 12.5 402 s 23.5 28 13	N R 2 3 3 2 4 XC N 5 4 4 4	<a> 260 221 169 10 10 <a> 551.5 438.5 182.5	495 s 23 19 12 353 s 32.5 20	N 7 2 10 10 N 4 5 6	<a> 355 195 124 94.5 68 <a> R R 242	282 s 0 17.5 9.5 4 5 272 s R R 39	N 1 7 8 7 8 8 N R R 8
e(μm) P(N) 300 200 156 100 50 30 e(μm) P(N) 200 156 100 50 50	<a> R 274 216 168.5 105 74 <a> 356.5 186.5 143 91.5	398 s R 15 14 21 9 6 470 s 29 5.5 10.5 3	N R 10 10 11 11 7 N N 15 4 4 3	<a> R 607.5 482 338 194 124 <a> 577.5 365.5 164 97	s R 88.5 45.5 10 15 12.5	N R 2 3 3 2 4 XC N 5 4 4 4 4	<a> 260 221 169 10 10 <a> 551.5 438.5 182.5 108	495 s 23 19 12 353 s 8 32.5 20 8	N 7 2 10 10 N 4 5 6 9	<a> 355 195 124 94.5 68 <a> R<a>R242108.5	282 s 0 17.5 9.5 4 5 272 s R R 39 3	N 1 7 8 7 8 7 8
e(µm) P(N) 300 200 156 100 50 30 e(µm) P(N) 200 156 100 50 30 30	<a> R 274 216 168.5 105 74 <a> 356.5 186.5 143 91.5	S S R 15 14 21 9 6 470 s 29 5.5 10.5 3	N R 10 10 11 11 11 7 N 15 4 4 3	<a> R 607.5 482 338 194 124 <a> 577.5 365.5 164 97	s R 88.5 45.5 10 15 12.5 402 s 23.5 28 13 2.5	N R 2 3 3 2 4 XC N 5 4 4 4 4	<a> 260 221 169 10 10 <a> 551.5 438.5 182.5 108 76	495 s 23 19 12 353 s 8 32.5 20 8 3.5	N 7 2 10 10 N 4 5 6 9 9 9	<a> 355 195 124 94.5 68	282 s 0 17.5 9.5 4 5 272 s R R 39 3 5	N 1 7 8 7 8 7 8 N R R 8 7 10

Tableau V.3 : Résultats des tests d'indentation à l'interface

sur les éprouvettes brutes de projection

Une première constatation, tirée de la lecture du tableau, est que l'épaisseur de revêtement a une influence significative sur les résultats des tests d'indentation interfaciale. En effet, la pénétration du diamant Vickers étant comparable à l'introduction d'un coin entre le substrat et le revêtement, plus l'épaisseur de revêtement est faible, moins elle s'oppose à l'introduction du pénétrateur et plus la fissure observée est grande, à charge égale. Les propriétés élastiques de la couche jouent donc un rôle déterminant sur les résultats du test.

Que ce soit pour les tests d'indentation sur matériaux fragiles ou pour les tests d'indentation conduisant à la fissuration à l'interface substrat - revêtement de matériaux revêtus, les expressions mathématiques expriment soit une ténacité K_c , soit une énergie de fissuration G_c . Qu'elles soient empiriques ou déduites de considérations théoriques, celles-ci font intervenir un facteur P/a^{3/2} reliant la charge à la longueur de fissure (cf III.6).

Selon les auteurs [5, 6], il devrait donc y avoir une relation linéaire entre P et $a^{3/2}$. Nous montrerons par la suite que cette relation n'est pas vérifiée.

V. 4. 1 - Eprouvettes recuites (r)

Reprenant le modèle de Stoney (1909) établi pour des revêtements métalliques déposés par électrolyse et basé sur l'hypothèse que l'épaisseur du revêtement est négligeable devant l'épaisseur du substrat [7], Kuroda et al [8, 9] ont exprimé les contraintes résiduelles qui apparaissent lors du refroidissement du revêtement après projection thermique en fonction de l'épaisseur de revêtement. On peut donc penser que ces contraintes résiduelles, comme l'épaisseur de revêtement, jouent un rôle important sur l'amplitude de fissuration.

Pour mettre en évidence le rôle des contraintes résiduelles, nous avons d'abord cherché à les éliminer par un recuit de détente. J. Lu, cité dans [6], a montré en effet qu'un recuit diminuait d'un facteur 10 les contraintes résiduelles présentes dans les revêtements projetés thermiquement.

Le tableau V.4 rassemble les résultats des tests d'indentation à l'interface sur les éprouvettes ayant subi un recuit de détente. La durée et la température du recuit ont été fixées en fonction de la nature du substrat et sont précisées dans le tableau V.4. Nous avons vérifié que les recuits pratiqués n'ont pas d'influence sur les duretés mesurées des substrats et du revêtement.

La représentation des résultats en coordonnées bilogarithmiques est intéressante car elle permet de mettre en évidence une relation linéaire entre ln a et ln P.

La dispersion des mesures peut parfois rendre alléatoire le tracé d'une droite à travers les résultats expérimentaux. Néanmoins, certaines considérations peuvent aider à cette détermination.

1		28CDV5 (r = 2h à 600°C)								F	t 25 (r)	*
e(µm)		573			350			236			578	
P(N)	<a>	S	Ν	<a>	S	Ν	<a>	S	N	<a>	S	Ν
500							R	R	R			
300	•						R	R	R	256,5	14	4
200	382,5	31,5	3	743	144	4	R	R	R	192	15	5
156	240	33.5	4	350.5	21	4	1100	40	2	153.5	0.5	2
100	118.5	11.5	4	175.5	5	3	462	16	2	133	6	4
50	81	3	5	108	12	4	146.5	6.5	3			
30				75,5	2,5	4	93,5	2	3			
20				75.5	2.5	4	93.5	2	3			
	F	't 25 (r)	*			FC	<u> 38 700-2</u>	2(r = 2)	h à 600'	°C) *		
e(µm)		361			548			375		_,	273	
P(N)	<a>	S	N	<a>	S	Ν	<a>	S	N	<a>	S	N
500				371.5	32.5	2	R	R	R	R	R	R
300				245	8.5	4	R	R	R	R	R	R
200	264	34	12	188.5	15	6	227.5	7	7	642	203	5
156	212	25	8	160	8	4	168.5	23	2	225	23	7
100	153.5	15	13	121	5.5	8	125	4	9	151	11	9
50	102	6	10				88	5	6	94	10	10
30	78	7	6				61	3	3	69	5	12
20	56	5	8							51	4	7
	Z20	CNW2	2(r = 1)	h20mn à	800°C	<u>;)</u>		AU4	$\overline{G(r=2)}$	$h a 200^\circ$	°C)	
e(µm)		552.5			398	<i>,</i>		496		297		
P(N)	<a>	S	N	<a>	S	Ν	<a>	S	Ν	<a>	S	Ν
500	286	11	2	R	R	R						
400	253	4	3	R	R	R						
300	215	6	4	250	27	8	299	6	2			
200	172	9.5	5	194	8	6	240	12	6	507	5	2
156	149,5	2	4	165	13	6	205	6.5	3	262.5	23	4
100	116,5	6	6	124,5	7	9	155	8	7	174	5.5	6
					XC1	0(r = 2)	2 à 600°C	<u>,</u>)			·	
e(µm)		479			390	- (331			282.5	
P(N)	<a>	S	N	<a>	S	N	<a>	S	N	<a>	S	N
400	473	0	1	600	0	1				R	R	R
300	291.5	3.5	2	300	2	2	517	32	4	R	R	R
200	221	5	7	231	13	5	265	24	6	411	3	2
156	185.5	8	6	187	11	5	189	6	5	203	6	4
100	137	8	6	137	9	5	137	10	6	140	2	2

 Tableau V.4 : Résultats des tests d'indentation à l'interface

 sur les éprouvettes recuites ("*": recuits identiques)

Premièrement, nous avons constaté pour les plus fortes charges, en relation avec l'épaisseur de revêtement, un changement de pente (fig. V.10) qui correspond à l'apparition d'un régime de fissurations secondaires. La photographie de la figure V.11 illustre ce type de fissuration dans le revêtement entraînant, selon la charge, la rupture de la couche.







200 µm

Figure V.11 : Fissurations dans le revêtement

Cette constatation est en accord avec certaines observations faites par Choulier [6], concernant la présence d'un point de bifurcation fonction de la charge appliquée et de l'épaisseur de revêtement.

Deuxièmement, il apparaît de manière évidente que la pente n des droites possibles est fonction décroissante de l'épaisseur de revêtement (fig. V.12 -a et -b).

Pour tenir compte de ces remarques, nous proposons de représenter d'abord les droites relatives à la plus faible et à la plus forte épaisseur, en éliminant les points correspondants aux changements de pente éventuels pour les fortes charges. Les droites relatives aux épaisseurs intermédiaires doivent alors s'inscrire entre ces limites.Dans ces conditions, les droites ln a - ln P concourent en un point particulier (fig. V.12 -a et -b).

Ceci est la procédure que nous avons suivie pour analyser nos résultats et réinterpréter les résultats de Choulier obtenus pour un acier inoxydable austénitique 304 L (168 HV) revêtu d'une couche de Stellite (380 HV) par projection plasma thermique [6].

De plus, lorsqu'aucune fissure n'est présente après indentation, la mesure de a se réduit à la demi-diagonale d/2 de l'empreinte mesurée à l'interface. Celle-ci correspond à la dureté du couple substrat - revêtement que nous appelons dureté apparente dans la suite du texte. En ajoutant la droite représentative de cette dureté apparente à la représentation ln a - la P des résultats expérimentaux, nous constatons que le point de concours est situé sur cette droite.

Ce point de concours correspond à la charge nécessaire à l'amorçage d'une fissure à l'interface entre le substrat et le revêtement. Ce résultat est très intéressant car la charge obtenue ou



Figure V.12-a : Influence de l'épaisseur de revêtement sur la pente des droites In a - In P





charge critique d'indentation P_c est indépendante de l'épaisseur de revêtement et peut donc être considérée comme représentative de l'adhérence substrat - revêtement.

Les figures V.13 à V.18 illustrent les résultats expérimentaux obtenus pour tous les substrats testés, recuits après projection. Par souci de clarté les barres d'incertitude ne sont pas représentées sur ces figures. La réinterprétation des résultats de Choulier (fig. V.19) confirme notre interprétation des résultats des tests d'indentation interfaciale.

Dans cette représentation, la relation linéaire entre P et $a^{3/2}$ (cf III.6) formulée par Richard et al [5] et par Choulier [6] devrait se traduire par des droites de pente 2/3. Le tableau V.5 montre qu'il n'en est pas ainsi. Par conséquent, les modèles de Richard et al et de Choulier, évoqués dans la bibliographie, ne permettent pas de décrire correctement le comportement des matériaux soumis au test d'indentation interfaciale.

	28CDV5 (r)			Ft 2	5 (r)	FGS 700-2 (r)		
e (µm)	236	350	573	361	578	273	375	548
n	0,834	0,705	0,583	0,6465	0,569	0,67	0,601	0,586

	Z20CN	W22 (r)	AU4	G (r)	r)		C10 (r)	
e (µm)	398	552,5	297	496	282,5	331	390	479
n	0,639	0,558	0,921	0,605	0,831	0,719	0,719	0,691

	304 L (r) / Stellite						
e (µm)	220	220 290 392 508					
n	1,114	1,034	0,966	0,844			

Tableau V.5 : Pente (n) des droites In a - In P relatives aux figures V.13 à V.19(éprouvettes recuites) en fonction de l'épaisseur de revêtement (e)





•





.

















.





La relation linéaire entre ln a et ln P peut s'écrire:

$$\mathbf{a} = \alpha \mathbf{P}^{\mathbf{n}} \tag{1}$$

qui suppose une relation linéaire entre α et n par l'équation aux dimensions:

$$\mathbf{n} = \mathbf{u} + \mathbf{v} \ln \alpha \tag{2}$$

Cette équation aux dimensions est confirmée pour la plupart des matériaux étudiés (fig. V.20), quand un nombre suffisant d'épaisseurs est disponible.



Figure V.20 : Représentation linéaire n - ln α confirmant l'équation aux dimensions (2)

En introduisant les coordonnées du point critique (ac, Pc) dans la relation (1), on obtient:

$$\mathbf{a} = \mathbf{a}_{\mathbf{c}} \left(\frac{\mathbf{P}}{\mathbf{P}_{\mathbf{c}}}\right)^{\mathbf{n}} \tag{3}$$

De manière à expliciter a_c , nous émettons l'hypothèse que la demi-diagonale d/2 mesurée à l'interface est fonction des diagonales d_r et d_s que l'on obtiendrait, pour une même charge, respectivement dans le revêtement et dans le substrat, à distance de l'interface:

$$\frac{\mathrm{d}}{2} = \frac{\mathrm{d}_{\mathrm{r}} + \mathrm{d}_{\mathrm{s}}}{4} \tag{4}$$

Cette hypothèse a été vérifiée pour tous les substrats testés. La figure V.21 montre l'exemple de la fonte Ft 25 (épaisseur de revêtement: 367 μ m), pour lequel les valeurs des diagonales d_{//}, confondues avec l'interface substrat - revêtement ont été relevées.



Figure V.21 : Relation linéaire entre $d_{//}/2$ et $(d_r+d_s)/4$ (Ft 25 / 367 µm), vérifiant l'équation (4)

Les duretés du revêtement et du substrat s'écrivant respectivement:

Hr =
$$\frac{CP}{dr^2}$$
, Hs = $\frac{CP}{ds^2}$ avec C = 1.854 · 10⁵ pour P en N et d en μ m,

le rapport d_r/d_s vaut:

$$\frac{\mathrm{d}\mathbf{r}}{\mathrm{d}\mathbf{s}} = \left(\frac{\mathrm{H}\mathbf{s}}{\mathrm{H}\mathbf{r}}\right)^{\frac{1}{2}} \quad \text{pour P donnée.}$$

a_c a donc pour expression:

$$ac = \frac{1}{4} \left[\left(\frac{Hs}{Hr} \right)^{\frac{1}{2}} ds + ds \right]$$

ou encore:

$$ac = \frac{1}{4} \left[\left(\frac{H_s}{H_r} \right)^{\frac{1}{2}} \left(\frac{CP_c}{H_s} \right)^{\frac{1}{2}} + \left(\frac{CP_c}{H_s} \right)^{\frac{1}{2}} \right]$$

et finalement:

$$ac = \frac{C^{\frac{1}{2}}}{4} Pc^{\frac{1}{2}} \left[\left(\frac{1}{Hr} \right)^{\frac{1}{2}} + \left(\frac{1}{Hs} \right)^{\frac{1}{2}} \right]$$
(5)

En introduisant cette expression de ac dans la relation générale (3), on obtient:

$$a = \frac{C^{\frac{1}{2}}}{4} Pc^{\frac{1}{2}} \left[\left(\frac{1}{Hr}\right)^{\frac{1}{2}} + \left(\frac{1}{Hs}\right)^{\frac{1}{2}} \right] \left(\frac{P}{Pc}\right)^n \tag{6}$$

et finalement:

$$\mathbf{Pc} = \left\{ \frac{\mathbf{C}^{\frac{1}{2}}}{4} \left[\left(\frac{1}{\mathrm{Hr}} \right)^{\frac{1}{2}} + \left(\frac{1}{\mathrm{Hs}} \right)^{\frac{1}{2}} \right] \frac{\mathbf{P}^{n}}{\mathbf{a}} \right\}^{\frac{1}{\left(n - \frac{1}{2} \right)}}$$
(7)

Cette formulation indique, toutes choses égales par ailleurs, que la charge critique d'indentation P_c dépend des duretés du substrat et du revêtement.

La relation proposée et les résultats expérimentaux obtenus permettent une classification des différents substrats testés en fonction de ce nouveau paramètre (tab. V.6):

Substrat	Dureté (HV)	Pc exp (N)	Pc calc (N)
XC10 (r)	133	73,26	74,67
AU4G (r)	91	64,26	64,42
Z20CNW22 (r)	203	42,86	43,5
FGS 700-2 (r)	261	9,905	10,61
Ft 25 (r)	218	7,27	6,29
28CDV5 (r)	375	4,12	4,01

avec

 $P_{c exp}$: point d'intersection entre les droites ln a - ln P et la droite de dureté apparente,

P_{c calc} : moyenne de toutes les valeurs de P_c calculées

à partir de l'équation (7):

- pour chaque substrat,

- pour chaque valeur n de la pente (pour chaque épaisseur),

- pour chaque couple (P, a).

Le tableau V.7 rassemble toutes les valeurs calculées de P_c.

Tableau V.6 : Classification des différents substrats testés en fonction de P_c

Pour notre revêtement de carbures de chrome, de dureté 925 HV, le paramètre P_c devrait donc être d'autant plus faible que la dureté du substrat est élevée. La figure V.22 confirme globalement cette évolution.





Pc calc		XC1	0 (r)		AU4	-G (r)	Z20CNW22 (r)	
e (µm)	282,5	331	390	479	297	496	398	552,5
P (N)								
30								
50								
100	77 ,56	75,19	75,19	72,17	68,27	65,25	43,8	43,48
156,25	77,39	74,89	78,62	74,22	68,24	59,56	44,93	43,2
200			67,37	72,46		55,04	43,6	41,41
300			77,32	73,71		70,17	45,36	43,69
400								42,04
500								43,45
<pc></pc>	74,67				64,42		43,5	

Pc calc	FGS 700-2 (r)			FGS 700-2 (r) Ft 25 (r)		28CDV5 (r)		
e (µm)	273	375	548	361	578	236	350	573
P (N)								
20	10,41			7,43	:			
30	8,7	12,64		4,64		4,56	3,95	
50	10,56	7,02		7,08		4,25	3,99	3,11
100	9,98	13,44	13,82	9,26	5,13		4,06	4,14
156,25		9,94	11,23	7,32	25,58			
200			8,97	4,87	7,62			
300					3,26			
400								
600								
<pc></pc>	10,61			6,29		4,01		

Pc calc		304 L (r) / Stellite								
e (µm)	226	290	392	508						
P (N)										
20										
30										
50	19,4									
100		25,18	22,19	16,52						
156,25	18,5	20,1		23,66						
200	20,02	16,32	22,02	21,4						
300	19,47	21,59	22,81	23,31						
400		21,24	19,12	19,15						
600			19,47	18,28						
<pc></pc>	20,49									

Tableau V.7 : Tableau récapitulatif de toutes les valeurs calculées de	P,
--	----

Compte tenu de sa faible dureté, la valeur de P_c obtenue pour le substrat AU4G parait faible. Ce résultat est en accord avec d'autres observations expérimentales effectuées au laboratoire et concernant l'indentation d'alliages d'aluminium. Pour ces alliages, la déformation plastique associée à l'empreinte rémanente est plus élevée que celle habituellement constatée pour d'autres alliages métalliques [10]. D'autre part, les alliages d'aluminium présentent la particularité de s'oxyder très rapidement à l'air, après sablage. La présence d'un film continu d'alumine peut aussi contribuer à la diminution de P_c .

Concernant la fonte Ft 25, on peut penser que les lamelles de graphite constituent autant d'endroits où l'adhérence du revêtement au substrat n'est pas assurée. Ceci peut expliquer la valeur de P_c plus faible que ne le laisse supposer la dureté du substrat.

La formulation de la charge critique d'indentation P_c a été établie pour des éprouvettes recuites. Pour des éprouvettes brutes de projection, nous examinons maintenant comment P_c est modifiée en présence de contraintes résiduelles.

V. 4. 2 - Effet des contraintes résiduelles

La présence des contraintes résiduelles s'explique facilement. Lors de la projection hypersonique, l'élévation de la température du substrat est peu élevée du fait de la taille réduite du faisceau d'impact et de la température de flamme relativement faible. Les contraintes résiduelles proviennent donc essentiellement du refroidissement du seul matériau projeté. Celui-ci ne pouvant se contracter librement du fait de la présence du substrat, il s'établit un champ de contraintes de traction dans le revêtement et de compression dans le substrat.

Le rôle des contraintes résiduelles est double. Le champ des contraintes de traction dans le revêtement favorise sa déformation et l'extension de la fissure en mode I, de plus, du fait de la différence entre les contraintes de traction et de compression de part et d'autre de l'interface, la propagation de la fisssure en mode II est facilitée.

Les figures V.23 -a et -b présentent l'effet des contraintes résiduelles sur la relation ln a - ln P, respectivement pour la fonte FGS 700-2 (e = 273 μ m) et pour l'acier 304 L (e = 220 μ m). On remarque que les dimensions des fissures sont plus élevées à épaisseur de revêtement et charge égales et que l'amorçage des fissures est facilité.





sur la relation ln a - ln P (P_c et n diminuent)

L'effet des contraintes résiduelles sur la pente n des droites ln a - ln P n'est pas apparent. En effet, sur la figure V.24, le nuage de points répartis autour de la droite $n_{recuits} = n_{brut}$ ne permet pas de discerner une quelconque influence du recuit sur la pente des droites ln a - ln P.



Figure V.24 : Influence des contraintes résiduelles sur la pente n des droites ln a - ln P.

Par contre, l'effet des contraintes résiduelles sur la charge critique d'indentation est très clair. Alors que la charge P_c est unique, indépendante de l'épaisseur de revêtement pour chacun des substrats recuits après projection, les charges critiques d'indentation P_{ci} diffèrent en fonction de l'épaisseur (i) de revêtement pour les éprouvettes brutes de projection. Le tableau V.8 rassemble les valeurs des charges critiques d'indentation obtenues en l'absence des contraintes résiduelles (P_c) et en présence des contraintes résiduelles (P_{ci}). La figure V.25 présente l'influence de l'épaisseur de revêtement sur la charge critique d'indentation P_{ci} pour l'acier faiblement allié 28CDV5 brut de projection. Pour un substrat donné, on remarque que P_{ci} est d'autant plus petit que l'épaisseur de revêtement est faible. L'influence des contraintes résiduelles est donc d'autant plus grande que l'épaisseur de revêtement diminue.

Certains auteurs [7, 8, 9] ont exprimé linéairement les contraintes résiduelles en fonction de l'inverse de l'épaisseur de revêtement.

Par conséquent, on peut penser que les variations relatives de P_{ci}:

$$\frac{\Delta P_{ci}}{P_{c}} = \frac{P_{c} - P_{ci}}{P_{c}}$$
(8)

	XC10				AU4G		Z20CNW22		
Pc (N)	. 73,26			. 64,26		42,86			
e (µm)	272	353	402	470	282	495	356	398	580
Pci (N)	13,97	20,49	38,13	42,95	16,64	32,43	3,23	10,76	24,24

	FGS 700-2		Ft	25	28CDV5		
Pc (N)	. 9,905		. 7,27		4,12		
e (µm)	273	560	367	576	238	363	563,5
Pci (N)	1,02	5,46	1,32	4,4	0,22	0,88	1,94

	304 L / Stellite							
Pc (N)	. 20,23							
e (µm)	220	290	380	490				
Pci (N)	2,06	7,64	11,95	16,25				

Tableau V.8 : Charges critiques d'indentation obtenuesen l'absence des contraintes résiduelles (Pc) et en présence descontraintes résiduelles (Pci : fonction de l'épaisseur (i) de revêtement)




qui représentent l'effet des contraintes résiduelles, peuvent aussi être reliées linéairement à l'inverse de l'épaisseur de revêtement.

Ce point a été vérifié figure V.26 où une relation globalement linéaire est obtenue pour l'ensemble des résultats expérimentaux ainsi que pour les résultats de Choulier.



Figure V.26 : Influence de l'épaisseur de revêtement sur les variations relatives de P_{ci}

Concernant nos résultats, obtenus sur différents substrats revêtus d'une couche de carbure de chrome par projection thermique hypersonique, la représentation ci-dessus (droite 1) permet d'exprimer les variations de P_{ci} par la relation:

$$\frac{\Delta P_{ci}}{P_c} \approx A \sigma_r \approx \frac{B}{e}$$
(9)

avec

A et B : constantes dépendant de la géométrie de l'éprouvette et des propriètés élastiques du substrat [8, 9], σ_r : contrainte résiduelle moyenne dans le revêtement.

Dans ce type de représentation, il existe une épaisseur critique e_c pour laquelle le rapport ($P_c - P_{ci}$)/ P_c est égal à 1. L'épaisseur e_c correspond à l'épaisseur de revêtement pour laquelle la charge critique d'amorçage de fissure P_{ci} tend vers sa valeur limite zéro. Pour nos résultats, e_c est environ égale à 240 μ m. Pour des épaisseurs inférieures à cette valeur, la contrainte

résiduelle moyenne pourrait en théorie, à elle seule, provoquer la décohésion entre le revêtement et le substrat. En réalité, il doit exister, même après recuit, un champ de contraintes résiduelles microscopiques localisé au voisinage de l'interface et favorable à l'adhérence substrat - revêtement. Ceci peut expliquer que, même pour des épaisseurs voisines de 240 μ m, on constate une certaine adhérence. Néanmoins, du point de vue industriel, l'intérêt de pratiquer un recuit pour des revêtements de faible épaisseur est évident.

Lorsque $P_{ci} = 0$,

$$\frac{\Delta P_{ci}}{P_{c}} = 1 = \frac{B}{e_{c}} \text{ et } B = e_{c}$$
(10)

Finalement, la charge critique d'indentation pour l'état brut de projection est liée à la charge critique d'indentation pour l'état recuit par la relation:

$$\mathbf{P}_{ci} = \mathbf{P}_{c} \left(1 - \mathbf{C} \, \mathbf{e}_{c} \, \boldsymbol{\sigma}_{r} \right) \tag{11}$$

avec

C : constante fonction de la géométrie de l'éprouvette et des propriètés élastiques du substrat.

Les résultats de Choulier, pour un acier inoxydable austénitique 304 L revêtu d'une couche de Stellite par projection plasma thermique, confirme la variation linéaire de $\Delta P_{ci} / P_c$ en fonction de l'inverse de l'épaisseur de revêtement (droite 2). On remarque que la droite ne passe pas par l'origine et on peut donc penser qu'il existe une épaisseur e₀, relativement élevée, pour laquelle les contraintes résiduelles sont suffisamment faibles pour ne pas modifier P_c.

V. 4. 3 - Conclusions

L'utilisation récente du test d'indentation interfaciale, pour aboutir à une ténacité d'interface ou à une énergie de fissuration entre un revêtement et son substrat, amène deux questions principales. Tout d'abord sur la signification physique des résultats obtenus et, ensuite, sur l'influence des différents paramètres tels que les duretés du substrat et du revêtement, l'épaisseur de revêtement et les contraintes résiduelles.

A partir des résultats du test d'indentation interfaciale appliqué à un revêtement de carbures de chrome déposé sur différents substrats métalliques et de résultats tirés et réinterprétés de la bibliographie, nous montrons, en l'absence de contrainte résiduelle, qu'il est possible de déterminer une charge critique d'indentation P_c indépendante de l'épaisseur de revêtement.

Cette charge critique d'amorçage de fissure dépend des duretés du substrat et du revêtement et permet donc la comparaison des différents substrats testés:

$$\mathbf{Pc} = \left\{ \frac{\mathbf{C}^{\frac{1}{2}}}{4} \left[\left(\frac{1}{\mathrm{Hr}} \right)^{\frac{1}{2}} + \left(\frac{1}{\mathrm{Hs}} \right)^{\frac{1}{2}} \right] \frac{\mathbf{P}^{\mathbf{n}}}{\mathbf{a}} \right\}^{\frac{1}{\left(\mathbf{n} - \frac{1}{2} \right)}}$$
(7)

Contrairement aux formulations déduites de la Mécanique Linéaire de la Rupture, l'expression proposée de P_c ne nécessite aucune hypothèse sur la forme des fissures générées par l'indentation. Du point de vue expérimental, une seule épaisseur de revêtement est nécessaire à la détermination de la charge critique P_c , d'où un gain appréciable aussi bien du point de vue quantité d'éprouvettes que du nombre d'indentations.

Pour les éprouvettes brutes de projection, à cause du rôle néfaste des contraintes résiduelles, les charges critiques sont plus faibles et dépendent de l'épaisseur de revêtement. Leurs valeurs sont liées à la charge critique d'indentation P_c par la relation:

$$\mathbf{P}_{ci} = \mathbf{P}_{c} \left(1 - \mathbf{C} \, \mathbf{e}_{c} \, \boldsymbol{\sigma}_{r} \right) \tag{11}$$

Du point de vue expérimental, un recuit de détente est recommandé pour améliorer l'adhérence des revêtements projetés thermiquement, plus spécialement quand l'épaisseur de revêtement est faible, c'est à dire quand les contraintes résiduelles sont élevées.

V. 5 - Flexion trois points

Nous avons vu, dans la partie bibliographique, que les essais de flexion trois ou quatre points sont parfois utilisés pour caractériser l'adhérence de revêtements.

L'essai d'adhérence par flexion repose sur le principe suivant. Les propriétés élastiques du substrat et du revêtement étant différentes, l'application d'un effort de flexion se traduit par une singularité ou saut de contrainte à l'interface puisque, en l'absence de décohésion, les déformations à l'interface sont égales pour le revêtement et pour le substrat. Il en résulte une contrainte de cisaillement $\Delta \sigma$ égale à la différence des contraintes à l'interface (fig. V.27).





Ce phénomène, amplifié par la présence de contraintes de signes opposés de part et d'autre de l'interface, peut conduire à une fissuration localisée entre le substrat et le revêtement et permettre de caractériser l'adhérence.

Dans la recherche d'un test simple pour comparer l'adhérence de notre revêtement de carbures de chrome sur différents substrats métalliques, nous avons procédé à des essais de flexion trois points (fig. V.28) par incréments de charge successifs. Dès qu'un endommagement de l'éprouvette a été détecté au microscope optique (x100), le test a été arrêté et la charge enregistrée.



Figure V.28 : Montage de flexion trois points

Nous ne développerons pas les résultats expérimentaux obtenus car ils correspondent, dans la grande majorité des cas, à une rupture de la couche. La photographie de la figure V.29 illustre le type de détériorations généralement observé. Il correspond aux deux premiers stades d'endommagement évoqués dans la section II. 7. 4:

- amorçage de la fissure à la surface de la poutre, côté traction,
- propagation de la fissure à l'intérieur du revêtement, perpendiculairement à la surface.



Figure V.29 : Fissuration du revêtement au cours d'un essai de flexion

V. 6 - Résultats des essais de cisaillement

V. 6. 1 - Essais expérimentaux

Nous avons évoqué, dans la bibliographie, un essai de cisaillement où l'effort de traction, permettant d'obtenir une délamination à l'interface, est exercé sur le substrat uniquement. Il existe d'autres techniques où l'effort de traction est exercé simultanément sur le substrat et sur le revêtement. La plupart de ces méthodes nécessitent l'utilisation d'un adhésif.

Compte tenu de la forme parallélépipédique de nos échantillons, nous avons réalisé un montage expérimental permettant une sollicitation aussi proche que possible du cisaillement pur à l'interface substrat - revêtement. Ce montage est schématisé sur la figure V.30.



Figure V.30 : Montage expérimental réalisé

L'adhésif utilisé, pour coller l'échantillon revêtu au deux pièces du montage, est un mélange de résine époxy et de durcisseur (thioxotrope). Les proportions et la viscosité du mélange sont choisies de manière à éviter la pénétration de la colle dans le revêtement, par capillarité jusqu'au substrat. Après assemblage des éléments, la prise de la colle est réalisée par chauffage sous pression, à une température de 120°C pendant une heure.

Pour chaque essai, la charge est appliquée à la vitesse constante de 20 kN/h jusqu'à la rupture. La figure V.31 présente les résultats obtenus pour trois substrats différents, recuits après projection. Dans tous les cas, la rupture s'est produite dans la colle.



Figure V.31 : Essais de cisaillement après un chauffage de 1 heure à 120°C

Des essais complémentaires ont été réalisés sur des assemblages ayant subi, en plus du chauffage initial de 1 heure à 120°C, un chauffage de 2h à 70°C de manière à améliorer encore les performances de l'adhésif. Si les charges à rupture obtenues sont plus élevées que précédemment, les ruptures ont encore toutes eu lieu dans la colle (fig. V.32).





Pour l'ensemble des essais, la charge maximale nécessaire à la rupture de l'assemblage est égale à 7,1 KN. Rapportée à une surface collée de $2 \times 150 \text{ mm}^2$, cette valeur correspond à une contrainte de cisaillement d'environ 24 MPa.

La résistance du revêtement au délaminage est par conséquent supérieure à 24 MPa.

Bien que les renseignements obtenus par ces essais ne permettent pas de caractériser l'adhérence du revêtement sur les différents substrats testés ici, la contrainte calculée peut néanmoins servir de base de comparaison avec les contraintes réelles apparaissant entre le disque et la garniture, lors d'un freinage. La section suivante présente un calcul par éléments finis permettant d'apprécier la contrainte maximale de cisaillement dans différentes situations de freinage.

V. 6. 2 - Simulation des efforts de contact entre le disque et la garniture

Les hypothèses retenues pour le calcul par éléments finis (logiciel ANSYS) sont celles d'un freinage d'urgence type T.G.V. [11] correspondant à une vitesse initiale de 300 km/h, à une première décélération de 0,9 m/s² de 300 à 215 km/h puis à une seconde décélération de 1,25 m/s² de 215 à 0 km/h.

L'effort normal pris en compte est de 1183 daN par face du disque. La rotation du disque est simulée par des efforts tangents à la surface du disque, pour un coefficient de frottement égal à 0,4.

La garniture est constituée de 18 plots cylindriques supposés contribuer identiquement à l'effort de freinage (fig. V.33).



36 mm

Figure V.33 : Garniture frittée Fe-Cu, type Jurid 721 pour T.G.V. A

Pour le calcul, chaque plot est assimilé à un maillage à 5 noeuds permettant une répartition homogène de l'effort (fig. V.34), le noeud central supportant 1/3 de l'effort normal et chaque autre noeud 1/6.



Figure V.34 : Simulation d'un plot de la garniture par 5 noeuds de maillage

La figure V.35 présente, après maillage, le disque encastré dans sa partie centrale et montre la position des 18 plots de la garniture.

Les figure V.36 et V.37 présentent les résultats des calculs respectivement pour un disque plein en acier 28CDV5 (E = 210 GPa) et pour un disque identique revêtu d'une couche de carbures de chrome (e = 300 μ m - E = 133 GPa). Dans les deux cas, la contrainte maximale de cisaillement calculée en surface du disque est voisine de 0,8 MPa, valeur largement inférieure à celle obtenue lors des essais expérimentaux.

De manière à considérer le cas de freinage le plus défavorable, nous avons calculé la répartition des contraintes de cisaillement lorsqu'un seul des 18 plots de la garniture est en contact avec le disque. La totalité de l'effort normal est alors répartie sur les 5 noeuds d'un même plot. Les résultats des calculs sont présentés sur la figure V.38 où la contrainte maximale de cisaillement en surface est cette fois de 6,5 MPa. Cette valeur est encore très inférieure à la contrainte obtenue lors des essais de cisaillement.



Figure V.35 : Disque statique, encastré au niveau de sa plus petite cironférence Maillage correspondant à la position des 18 plots de la garniture



Figure V.36 : Disque plein - Contraintes de cisaillement dues aux efforts de contact



Figure V.37 : Disque revêtu - Contraintes de cisaillement dues aux efforts de contact



Figure V.38 : Disque plein - Contraintes de cisaillement dues aux efforts de contact (un seul des 18 plots de la garniture est en contact)

V. 6. 3 - Conclusions

Les contraintes de cisaillement, nécessaires à la décohésion entre le revêtement et les différents substrats testés, sont supérieures à 24 MPa (valeur expérimentale obtenue lors des essais de cisaillement).

Cette valeur est très largement supérieure à la valeur calculée dans la situation la plus défavorable simulée par éléments finis.

La résistance au cisaillement de revêtements de carbures de chrome déposés par projection hypersonique est donc très satisfaisante pour les possibles futures applications de ces revêtements sur disques de freins. Dans le chapitre qui suit, nous examinons l'influence des effets thermiques sur le couple substrat - revêtement, à partir d'un montage expérimental original, en utilisant la charge critique d'indentation P_c comme critère d'adhérence.

Références

[1] Communication privée CIMT - GEC ALSTHOM

[2] M. Valabrègue

Matériaux pour disques et garnitures de freins à disques ferroviaires - Synthèse bibliographique. D.E.A. de Mécanique, Ecole Centrale de Lille, Pôle Frein, Sept. 1991.

[3] D.M. Tolstoi

Significance of the normal degree of freedom and natural normal vibrations in contact friction. Wear, n° 3, 10, 1967.

[4] R. Courtel

Normal vibrations in friction. Wear, n° 1, 11, 1968.

[5] C. Richard, J. LU, J.F. Flavenot, G. Beranger

Revêtement NiCrAlY projetés par plasma. Effet des contraintes résiduelles sur la ténacité à l'interface. CETIM-Informations, n° 120, Fév. 1991, pp. 67-72.

[6] **D. Choulier**

Contribution à l'étude de l'adhérence de revêtements projetés à la torche à plasma. Modélisation et utilisation d'un test d'indentation à l'interface. Thèse de Doctorat, Université de Technologie de Compiègne, Déc. 1989.

[7] G.G. Stoney

The tension of metallic films deposited by electrolysis. Proc. R. Coc. London, Ser. A, 82, 1909, pp. 172-175.

[8] S. Kuroda, T. Fukushima, S. Kitahara

Generation mechanisms of residual stresses in plasma-sprayed coatings. Vacuum Technology, 1990, Vol. 41, n° 4-6, pp. 1297-1299.

- [9] S. Kuroda, T. Fukushima, S. Kitahara Simultaneous measurement of coating thickness and deposition stress during thermal spraying. Thin Solid Films, n° 164, 1988, pp. 157-163.
- [10] D. Chicot, I. Hage, J. Lesage
 Estimation du module d'Young par analyse du retour élastique après indentation.
 A paraître dans Mém. Et. Sci. Rev. Métal.
- [11] Communication privée CIMT GEC ALSTHOM

Chapitre VI :

SIMULATION DES EFFETS THERMIQUES EN FREINAGE - INFLUENCE SUR L'ADHERENCE

Nous avons vu, dans le chapitre V, que la température des disques lors d'un freinage peut atteindre des valeurs très élevées de l'ordre de 1100°C localement en surface. Dans le cas de disques revêtus, cette élévation de température pourrait modifier l'état des contraintes à l'interface en fonction des coefficients de dilatation thermique du substrat et du revêtement, et générer éventuellement des transformations de phase du substrat.

A l'aide de la technique d'indentation interfaciale et de son interprétation, nous étudions l'effet de cyclages thermiques sur l'adhérence substrat - revêtement. Cette partie de notre travail constitue la seconde étape dans l'étude de l'applicabilité des revêtements sur disques de freins.

VI. 1 - Matériaux étudiés et techniques expérimentales

VI. 1. 1 - Substrats étudiés

Pour cette étude, nous avons choisi l'acier inoxydable austénitique Z20CNW22 du fait de l'absence de transformation de phase aux températures évoquées et l'acier XC10 bas carbone pour lequel la transformation de ferrite en austénite apparait dès 723°C.

VI. 1. 2 - Etats de référence

L'état recuit est choisi comme état de référence pour chacun des deux couples substrat - revêtement. Rappelons que les recuits de détente sont de 1h20mn à 800°C pour l'acier inoxydable et de 2h à 600°C pour l'acier XC10.

Comme nous l'avons montré au chapitre V, à l'état recuit, la charge critique d'indentation P_c est indépendante de l'épaisseur de revêtement. De plus, en l'absence de contraintes résiduelles, la valeur de P_c est toujours supérieure à celle obtenue pour les éprouvettes brutes de projection, c'est à dire en présence de contraintes de traction dans le revêtement.

VI. 1. 3 - Cyclages thermiques

Deux types de cyclages thermiques ont été considérés.

Le premier cyclage consiste en un chauffage lent $(2^{\circ}C/s)$, suivi d'un maintien en température (3mn), et d'un refroidissement très lent $(0,3^{\circ}C/s)$ jusqu'à l'ambiante. Ce cycle thermique a été répété 5 fois (fig. VI.1).



Figure VI.1 : Cycles thermiques

Le second cyclage est également constitué de trois étapes, mais diffère pour les cinétiques de chauffage et de refroidissement. Il comprend un chauffage quasi-instantané, un maintien en température (3mn) et un refroidissement très rapide (20°C/s) jusqu'à la température ambiante. Ce choc thermique a également été répété 5 fois (fig. VI.2).



Figure VI.2 : Chocs thermiques

Le second cyclage a été mis au point en cherchant à reproduire les effets thermiques observés au cours d'essais effectués sur disques de roues de T.G.V. 2N et correspondant à une énergie à dissiper de 24 MJ. Le premier cyclage permet de distinguer l'effet des chocs thermiques du second cyclage, de l'effet de la température.

Pour chaque type de cyclage, deux températures de maintien ont été choisies, 750°C et 950°C. 750°C est la température atteinte lors des essais sur banc de freinage mentionnés ci-dessus. 950°C correspond à la température d'austénitisation de l'acier XC10.

VI. 1. 4 - Appareillage expérimental

Le système de chauffage, conçu et réalisé pour effectuer les cyclages thermiques, est constitué d'une source chaude et d'une source froide permettant de créer un flux thermique d'une face à l'autre de l'échantillon. Ce système est schématisé sur la figure VI.3. La chaleur est fournie par une plaque chauffante suspendue à une tige de pression. Le contact entre la plaque chauffante et l'échantillon est assuré par une vitre résistant aux chocs thermiques. La source froide est obtenue par circulation d'eau au travers d'une pièce en acier sur laquelle repose l'échantillon.



Figure VI.3 : Système de chauffage

VI. 2 - Résultats expérimentaux

Le but poursuivi est de mettre en évidence l'effet de cycles thermiques ou de chocs thermiques sur le couple substrat - revêtement, à l'aide du paramètre d'adhérence P_c comparé à celui de l'état recuit.

VI. 2. 1 - Caractérisation des états de référence

Les échantillons recuits et cyclés ou simplement recuits, destinés à être comparés, ont été prélevés sur la même éprouvette. En effet, même si à l'état recuit le paramètre d'adhérence P_c est indépendant de l'épaisseur de revêtement, il faut tenir compte de la possible apparition de contraintes résiduelles lors des cyclages thermiques. L'état recuit a donc été de nouveau caractérisé.

Toutes les éprouvettes ont été revêtues ensemble. Les essais s'étalant sur deux années, les recuits de détente, identiques en théorie, n'ont pas été réalisés en même temps. La recaractérisation de l'état de référence permet donc également de s'affranchir de l'influence du temps, mal connue, et de l'influence des recuits sur l'adhérence substrat - revêtement.

Le tableau 1 rassemble les résultats des tests d'indentation interfaciale pour l'acier Z20CNW22 (r) et pour l'acier XC10 (r) après recuits de détente. Les duretés mesurées des différents matériaux sont inchangées. Du point de vue expérimental, une seule épaisseur de revêtement est nécessaire à la détermination de la charge critique d'amorçage de fissure P_c . Cette épaisseur, pour chacun des deux couples testés, est mentionnée dans le tableau VI.1.

Z20CNW22 (r)				XC10 (r)			
e (µm)		. 398		e (µm)		. 338	
P (N)	<a>	S	Ν	P (N)	<a>	S	Ν
500	R	R	2	500	R	R	R
400	360	3	2	400	R	R	R
300	254	6,5	9	300	R	R	R
200	187	9	12	200	223,5	10,5	13
156,25	153,5	10	12	156,25	187,5	4,5	12
100	121	6,5	12	100	141,5	3	15
50	79,5	6	11	50	-	-	-
Pc (N)		. 44,79		Pc (N)		. 54,93	

Tableau VI.1 : Caractérisation des états de référence

A titre d'exemple, la figure VI.4 illustre les résultats expérimentaux obtenus pour l'acier bas carbone recuit (r) après projection.





VI. 2. 2 - Caractérisation des états cyclés

A 750°C, quelque soit le type de cyclage thermique réalisé, la caractérisation par indentation interfaciale montre qu'aucune modification du paramètre d'adhérence P_c n'est obtenue par rapport à l'état de référence.

Après cyclages à 950°C sur l'acier XC10 recuit après projection, le paramètre d'adhérence P_c n'est, là encore, pas modifié.

Par ailleurs, malgré les températures sollicitées, il apparait que le maintien en température est trop rapide et/ou le gradient thermique, de part et d'autre du revêtement, trop important pour entraîner une transformation métallurgique du substrat. En effet, la transformation de phase de l'acier XC10 n'a pas été observée lors des examens métallographiques. La photographie de la figure VI.5 présente, après attaque au Nital 2%, la microstructure de l'acier XC10 correspondant à l'état de référence et aux deux états cyclés.



```
50 µm
```

Figure VI.5 : microstructure de l'acier XC10 à l'état de référence et après cyclage à 950°C

La taille des grains, voisine de 20 μ m, ne varie pas pendant le cyclage. Les duretés mesurées du substrat et du revêtement sont inchangées et respectivement de 133 et 925 HV.

Par conséquent, en l'absence de transformation métallurgique, on peut conclure que les chocs thermiques tels qu'ils ont été réalisés (figs VI.1 et VI.2) n'ont pas influencé l'adhérence substrat - revêtement.

De manière à provoquer la transformation de l'acier XC10, deux traitements au four ont été réalisés par chauffage de 2 heures à 1000°C suivi, selon le cas, d'un refroidissement four fermé ou d'une trempe à l'eau.

Les photographies des figures VI.6 et VI.7 présentent les microstructures de l'acier XC10 pour ces deux traitements.



50 µm

Figure VI.6 : Augmentation de la taille des grains due au traitement de 2 heures à 1000°C suivi d'un refroidissement four fermé ($HV_s = 115$)



50 µm



La croissance de la taille des grains entre l'état de référence et l'état lentement refroidi, la structure bainito-martensitique de l'état trempé à l'eau confirment l'austénitisation de l'acier XC10.

Les résultats des tests d'indentation interfaciale sont présentés sur la figure VI.8.

Pour des conditions de refroidissement lent, on remarque une légère diminution de la valeur de P_c . Cette diminution est en grande partie compensée par le déplacement vers le haut de la droite de dureté apparente. Ce déplacement correspond à une diminution de la dureté du substrat consécutive au traitement thermique.

Par contre, pour des conditions de refroidissement rapide, on constate une diminution très importante de la valeur de P_c . La longueur des fissures est de l'ordre de 3 à 7 fois plus grande que celle observée, pour une même charge, à l'état de référence. En effet, la formation de martensite, qui s'accompagne d'un gonflement de la maille cubique et d'une multiplication des dislocations, génère un nouvel état de contraintes à l'interface. Ces contraintes peuvent, localement, en dépassant la contrainte à rupture de l'interface, provoquer l'extension des micro-fissures déjà présentes et conduire à des décohésions partielles du revêtement, accélérées par la cinétique rapide de refroidissement. Ces transformations ont pour conséquence une dégradation de l'adhérence substrat - revêtement.

VI. 3 - Conclusions

Quels que soient les cyclages thermiques réalisés, nous ne constatons aucune modification du paramètre P_c représentatif de l'adhérence substrat - revêtement. Pour ces cyclages, nous avons vérifié qu'il n'y avait pas de transformation métallurgique.

Par contre, après traitement au four, lorsqu'une transformation de phase est mise en évidence par microscopie optique, nous remarquons qu'elle s'accompagne d'une détérioration de l'adhérence. Cette perte d'adhérence, caractérisée par une diminution de P_c , est d'autant plus importante que la cinétique de refroidissement est élevée et que des variations volumiques se produisent au voisinage de l'interface. Notons cependant que la température de 1000°C, obtenue par traitement au four, concerne l'ensemble du couple substrat/revêtement alors qu'elle n'est atteinte que localement, en extrême surface du disque, lors du freinage.

Les aspects liés à l'adhérence des revêtements étant maintenant bien cernés (tests d'indentation interfaciale, tests de cisaillement et enfin cyclages thermiques), l'étude du comportement tribologique du revêtement de carbures de chrome peut être traitée dans le chapitre suivant.





Chapitre VI : Simulation des effets thermiques en freinage ...

Chapitre VII :

Essais de frottement - usure

VII. 1 - Matériaux étudiés et techniques expérimentales

Les essais de frottement consistent à simuler un freinage de maintien en testant le comportement d'un pion ou patin sur un disque revêtu d'une couche de carbure de chrome par projection thermique hypersonique. Le disque est à l'échelle 1/4 des disques de freins utilisés dans le ferroviaire. Le schéma du disque est donné figure VII.1.



Figure VII.1 : Schéma du disque

Pour cette étude, nous avons choisi en tant que substrat l'acier 28CDV5 actuellement utilisé pour les disques de freins du T.G.V. A. La projection est réalisée sur une seule face du disque. Après projection, la surface revêtue est rectifiée pour obtenir une épaisseur de revêtement constante. Rappelons que les effets de la rugosité initiale de surface sur le coefficient de frottement et sur l'usure disparaissent après une période de rodage des surfaces

frottantes (cf Chap. IV.3.1.2). Les pièces revêtues et rectifiées sont ensuite recuites à 600°C pendant 2 heures de manière à réduire le plus possible les contraintes dues à la projection thermique et à la rectification.

La durée des essais est fixée à 120 s. Ils sont réalisés à différentes vitesses de rotation du disque (460, 890, 1440 et 1740 tr/mn) et sous différentes pressions de contact (3, 4,5 et 5,4 bars). Le dispositif expérimental a été conçu et mis au point au Laboratoire de Génie Mécanique de Valenciennes [1]. Il est décrit sur la figure VII.2.



Figure VII.2 : Banc d'essai de frottement pour disques réduits (d'après [1])

Le patin est appliqué sur le disque revêtu tournant à vitesse constante. Un poussoir hémisphérique, appliqué sur la face arrière du patin, assure son libre pivotement et un contact plan-plan correct avec le disque. Un ressort hélicoïdal de rigidité 26200 N/m permet d'exercer une pression ajustable du patin sur le disque par déplacement du chariot supportant l'ensemble du dispositif porte-garniture.

Pour nos essais, le patin utilisé est un plot cylindrique de diamètre 40 mm, composé essentiellement de fer et de cuivre frittés, prélevé sur une garniture de type Jurid 721 pour T.G.V. A (cf fig. V.33). La dureté apparente du patin fritté Fe-Cu est égale à 75 HV.

La valeur du coefficient de frottement est obtenue à partir des données issues d'un couplemètre inséré dans la ligne d'entrainement du disque. Le coefficient de frottement f étant lié au couple mesuré C_m par la relation:

$$\mathbf{C}_{\mathbf{m}} = \mathbf{T} \cdot \mathbf{R} = \mathbf{f} \cdot \mathbf{F} \cdot \mathbf{R} = \mathbf{f} \cdot \mathbf{P} \cdot \mathbf{S} \cdot \mathbf{R}$$

avec

T : force tangentielle,

- F : force normale,
- P : pression appliquée,
- S : aire de contact du plot,
- R : position du centre de gravité du
- plot par rapport au centre du disque.

Les mesures de température sont effectuées dans le patin à l'aide d'un thermocouple immergé à 5 mm de la surface de frottement et sur la face arrière du disque par pyrométrie optique. La face arrière du disque est, au préalable, revêtue d'une couche de peinture noire présentant une émissivité de 0,90.

Les essais sont réalisés pour deux épaisseurs de revêtement: 286 et 485 μ m. Avant l'essai proprement dit, un rodage est effectué de manière à obtenir une adaptation réciproque des surfaces frottantes, assurant le contact sur au moins 90% de la surface du patin. Ce rodage préalable est réalisé à la vitesse de 460 tr/mn et à la pression de 4,5 bars de manière à éviter un échauffement trop important.

VII. 2 - Résultats expérimentaux

VII. 2. 1 - Coefficient de frottement

Un exemple des différentes mesures relevées au cours de chaque essai est présenté figure VII.3-a pour le coefficient de frottement et figure VII.3-b pour la température du patin (Tp) et la température sur la face arrière du disque (Td).

On peut constater une augmentation significative du coefficient de frottement pendant environ 20 s alors que les températures augmentent régulièrement du début jusqu'à la fin de l'essai.



Figure VII.3-a : Evolution du coefficient de frottement au cours d'un essai à la pression de 3 bars et à la vitesse de 890 tr/mn



Figure VII.3-b : Evolution des températures Tp et Td au cours du même essai

De manière à comparer les comportements pour les différentes pressions et les différentes vitesses testées, nous avons calculé le coefficient de frottement moyen f_m correspondant à la phase stabilisée pour chaque essai. De plus, la masse du patin avant (Mi) et après essai (Mf) a été mesurée par pesée. Notons que l'usure des revêtements est extrêmement faible. Il n'a pas été possible de détecter des variations de masse pour les disques. Le tableau VII.1 rassemble les résultats ainsi que les températures **maximales** atteintes au cours des différents essais

e = 286 μm								
Pression (b)	Vit (tr/mn)	fm	Puiss (W)	Td (t=120s)	Tp (t=120s)	Mi - Mf(g)		
3	460	0,825	1085,5	148	185,5	0,032		
3	890	0,845	2151	247	305	0,014		
3	1440	0,89	3664	398	530	*		
3	1740	x	x	x	x	x		
4,5	460	0,65	1287	170	240	0,095		
4,5	890	0,665	2539	298	380	0,033		
4,5	1440	0,72	4457,5	460	590	*		
4,5	1740	0,55	4124	420	540	*		
5,42	460	0,71	1691	210	290	0,039		
5,42	890	0,635	2924	318	410	0,052		
5,42	1440	0,62	4628,5	471	595	0,079		
5,42	1740	0,5	4466,5	440	520	0,01		

e = 485 μm							
Pression (b)	Vit (tr/mn)	fm	Puiss (w)	Td (t=120s)	Tp (t=120s)	Mi - Mf(g)	
3	460	0,58	758	110	188	0,014	
3	890	0,68	1727	210	330	0,014	
3	1440	0,7	3013	325	500	0,06	
3	1740	0,69	3436	380	570	*	
4,5	460	0,43	647	117	155	0,038	
4,5	890	0,6	2296	260	350	0,057	
4,5	1440	0,615	3796	397	560	0,052	
4,5	1740	0,51	3802	400	590	*	
5,42	460	0,66	1567	201	256	0,017	
5,42	890	0,62	2859	319	390	0,02	
5,42	1440	0,64	4760	475	616	0,021	
5,42	1740	0,605	5435,5	351	493	0,019	

Tableau VII.1 : Résultats des essais de frottement - usure

("*" : Thermocouple décollé)

VII. 2. 2 - Interprétation des résultats

L'augmentation du coefficient de frottement pendant la première période du test a déjà été mise en évidence par certains auteurs. En particulier, Mizutani [2], en étudiant la nature et le rôle du film d'oxyde sur l'usure d'un acier trempé, obtient figure VII.4 une évolution similaire à celle de la figure VII.3-a.



Figure VII.4 : Evolution du coefficient de frottement au cours d'un essai à la vitesse de 1,13 m/s et sous une charge de 227g (A), 527g (B) et 1027g (C) [2]

A partir d'observations par diffraction des rayons X, Mizutani montre, dans la même étude, que des changements dans le processus d'usure doivent être reliés à la transformation de l'oxyde Fe_3O_4 en oxyde Fe_2O_3 du fait de l'augmentation de température en cours d'essai. Nous montrerons dans la discussion que les conséquences des variations de température sont aussi très importantes pour le comportement du revêtement de carbures de chrome testé ici.

Avant de commenter les résultats obtenus, il est important de préciser que, pour des raisons pratiques, le même disque et le même patin, pour chaque épaisseur de revêtement, ont été utilisés pour l'ensemble des essais. La chronologie adoptée a consisté à effectuer les essais dans l'ordre croissant des vitesses pour chaque pression de contact, ces dernières étant elles-aussi testées dans l'ordre croissant.

Les figures VII.5, VII.6, VII.7 et VII.8 représentent, pour les deux épaisseurs de revêtement testées, l'évolution du coefficient de frottement moyen en fonction de la charge appliquée et de la vitesse de rotation du disque.



Figure VII.5 : Evolution du coefficient de frottement en fonction de la pression, pour différentes valeurs de la vitesse de glissement ($e = 286 \mu m$)



Figure VII.6 : Evolution du coefficient de frottement en fonction de la pression, pour différentes valeurs de la vitesse de glissement ($e = 485 \mu m$)



Figure VII.7 : Evolution du coefficient de frottement en fonction de la vitesse de glissement, pour différentes valeurs de pression ($e = 286 \mu m$)



Figure VII.8 : Evolution du coefficient de frottement en fonction de la vitesse de glissement, pour différentes valeurs de pression ($e = 485 \mu m$)

On admet généralement que le coefficient de frottement varie de manière hyperbolique avec la pression de contact [3]. La relation entre le coefficient de frottement (f_m) et l'inverse de la pression (1/P) devrait donc donner une droite de pente α et de coordonnée à l'origine β . Pour le revêtement d'épaisseur 286 μ m, cette relation est bien vérifiée (fig.VII.9). La pente des droites représentatives des quatre vitesses de rotation du disque étant sensiblement la même.



Figure VII.9 : Relation f - 1/P (286 µm)

Par contre, pour le revêtement d'épaisseur 485 μ m, la relation n'est pas vérifiée pour la pression de 5,4 bars (fig. VII.10). Pour celle-ci, on observe une augmentation du coefficient de frottement. Ce comportement particulier, pour la pression de 5,4 bars, se retrouve lorsqu'on examine la variation du coefficient de frottement moyen avec la vitesse de glissement (fig. VII.7 et VII.8). En effet, alors que globalement le coefficient de frottement augmente d'abord et diminue ensuite pour la vitesse de 1740 tr/mn, il décroit régulièrement en fonction de la vitesse pour la pression de 5,4 bars, ceci quelque soit l'épaisseur de revêtement.

Pendant les essais, on observe une augmentation importante de température au niveau du contact et en particulier de la température du patin. Dans la discussion qui suit, nous cherchons à dégager les tendances et proposons des hypothèses pour expliquer les différents comportements observés.



Figure VII.10 : Relation f - 1/P (485 µm)

VII. 3 - Discussion des résultats

Nous avons montré, dans la partie bibliographique, que la vitesse de glissement joue un rôle important sur l'élévation de température des surfaces frottantes. La figure VII.11, qui rassemble la totalité des résultats obtenus, permet de mettre en évidence l'augmentation de la température du patin avec la vitesse de rotation du disque. La relation est globalement linéaire pour les vitesses les plus basses tandis qu'une brusque diminution apparait pour la vitesse la plus élevée (1740 tr/mn).

Comme cette modification de l'évolution s'accompagne systématiquement d'une chute du coefficient de frottement (cf tab. VII.1), il est clair qu'un changement dans le mécanisme de frottement doit intervenir pour cette vitesse. L'étude des surfaces du patin et du disque par diffraction des rayons X, avant et après les tests de frottement, permet de proposer une explication du phénomène observé.

Avant les tests, le diffractogramme montre que le patin est constitué uniquement de particules de fer et de cuivre (fig. VII.12). Après les tests, on constate, sur la surface frottante du patin, l'apparition de carbure de fer Fe₃C et la présence de carbure de chrome Cr_3C_2 tandis que la quantité de fer a diminué (fig. VII.13). Pour le disque, le revêtement est constitué de carbure de chrome Cr_3C_2 , du liant NiCr et d'une faible quantité de carbure Cr_7C_3 comme le montre le diffractogramme de la figure VII.14. De même que pour le patin, on retrouve la présence de cémentite Fe₃C en surface après les tests de frottement (fig. VII.15).


Figure VII.11 : Evolution de la température maximale atteinte par le patin en fonction de la vitesse de glissement, pour l'ensemble des épaisseurs et pressions testées

La formation de cémentite nécessite l'apport de fer et de carbone. Plus haut, nous avons remarqué que le fer est cédé par le patin. Quant au deuxième élément, la solution la plus vraissemblable est qu'un des carbures de chrome se décompose pour donner du carbone alors disponible pour la formation de cémentite. Malheureusement, la superposition partielle des pics de Cr_3C_2 et Cr_7C_3 ne permet pas d'affirmer avec certitude lequel des deux carbures est concerné par la décomposition. Néanmoins, une étude réalisée par Lindgren et Johnson [4], sur le comportement au frottement et à l'usure de revêtements de carbures de chrome, montre que la décomposition du carbure Cr_3C_2 en carbure Cr_7C_3 est la plus probable:

$7 \operatorname{Cr}_3\operatorname{C}_2 \to 3 \operatorname{Cr}_7\operatorname{C}_3 + 5 \operatorname{C}$

Quant au mécanisme de frottement, la présence de carbure Cr_3C_2 sur la surface du patin et l'apparition de cémentite sur les deux surfaces frottantes laissent à penser que tous les débris d'usure ne sont pas évacués lors du frottement mais qu'ils coulent plastiquement entre les aspérités et dans les porosités du fait des températures atteintes très élevées. Comme la dureté de la cémentite est dix fois supérieure à celle du fritté fer - cuivre, le coefficient de frottement diminue et la température s'abaisse.











Figure VII.14 : Diffractogramme du revêtement avant essais





L'épaisseur de revêtement est aussi l'un des paramètres à prendre en compte dans le comportement tribologique. En effet, le revêtement jouant le rôle d'écran thermique, plus l'épaisseur de revêtement est grande et plus la chaleur s'accumule dans la zone de contact. La figure VII.16 confirme cette influence puisque les températures atteintes sur la face arrière du disque sont sensiblement les mêmes pour les deux épaisseurs de revêtement tandis que l'élévation de température du patin est plus importante pour l'épaisseur la plus grande.



Figure VII.16 : Evolutions des températures maximales T_{p max} et T_{d max} atteintes au cours de chaque essais, en fonction de la puissance de freinage

VII. 4 - Adhérence des revêtements après essais de frottement

Le but poursuivi est de caractériser l'adhérence substrat - revêtement avant et après les essais de frottement de manière à connaître l'influence des simulations de freinage de maintien effectuées sur le paramètre d'adhérence P_c .

Les conditions de projection des disques réduits étant différentes de celles des éprouvettes parallélépipédiques revêtues et utilisées dans les chapitres précédents, l'état recuit a de nouveau été caractérisé à l'aide d'un disque en 28CDV5 revêtu d'une couche de carbure de chrome sur une épaisseur de 270 µm, pour constituer l'état de référence.

Concernant les tests d'indentation après frottement, deux disques, correspondant aux deux épaisseurs de revêtements testées aux différentes vitesses de glissement et sous les différentes pressions de contact, ont été étudiés. La caractérisation par indentation interfaciale a été réalisée sur des échantillons de dimension 120x10x11,25 mm prélevés dans les disques par électro-érosion de manière à éliminer toute possibilité de décohésion à l'interface.

Le tableau VII.2 rassemble les résultats des tests d'indentation interfaciale réalisés sur l'échantillon provenant du disque recuit. Les duretés de l'acier 28CDV5 et du revêtement de carbures de chrome sont respectivement de 375 et 925 HV.

28CDV5 (r) / Cr3C2 - NiC								
e (µm)		. 27	0					
P (N)	<a>	S	Ν					
200	R	R	R					
156,25	R	R	R					
100	377,5	29	12					
50	134	9,5	12					
30	68,5	4,5	9					
Pc (N)		. 20,	31					

Tableau VII.2 : Caractérisation de l'état recuit

Les résultats des tests d'indentation réalisés sur les deux autres échantillons sont rapportés dans le tableau VII.3. Les duretés des matériaux restent inchangées.

e (µm)		. 286		e (µm)		. 485		
P (N)	<a>	S	N	P (N)	<a>	S	Ν	
200	R	R	R	200	369,5	75	3	
156,25	1525	81	3	156,25	288	13	6	
100	314,5	70,5	15	100	195	4,5	9	
50	112,5	7	9	50	96	7	6	
30	64,5	12,5	6	30	58,5	5	3	
Pc (N) .		. 19	19,3		Pc (N)		. 21,41	

Tableau VII.3 : Caractérisations de l'adhérence substrat - revêtementaprès les simulations de freinage de maintien

Les caractérisations des trois échantillons sont présentées figure VII.17.

L'obtention d'un point critique P_c , unique pour les trois séries d'indentation, montre que les simulations de freinage de maintien effectuées n'ont pas influencé l'adhérence substrat - revêtement, ceci quelle que soit l'épaisseur de revêtement.





VII. 5 - Conclusions

Des essais de freinage de maintien réalisés pour diverses conditions de sollicitation ont montré que la charge critique d'indentation, représentative de l'adhérence substrat - revêtement n'est pas modifiée même dans les conditions les plus sévères.

Le coefficient de frottement moyen mesuré au cours des essais est de l'ordre de 0,6 à 0,7. Associée à l'effet d'isolation thermique du revêtement de carbures de chrome, cette valeur du coefficient a pour conséquence une élévation importante de température en cours d'essai. La température de fin d'essai étant d'autant plus élevée que la vitesse de glissement et la pression de contact sont grandes.

Pour certaines vitesses de rotation du disque, les températures atteintes conduisent à une décomposition du carbure de chrome et à la formation de cémentite à la surface du patin. La présence de cémentite sur les deux surfaces frottantes, beaucoup plus dure que le fritté fer - cuivre initial, se traduit par une diminution du coefficient de frottement et corrélativement de la température.

Du point de vue pratique, le coefficient de frottement obtenu avec le patin fritté fer - cuivre conduit à des températures trop élevées, en particulier si on envisage de limiter l'augmentation de température dans les timoneries. Une solution consisterait à abaisser le coefficient de frottement en utilisant une garniture de dureté plus élevée que la garniture actuelle (75 HV). Par exemple, à l'aide d'un alliage de cuivre au béryllium de dureté 300 HV. Dans ces conditions, les températures atteintes seraient beaucoup moins élevées et les valeurs de coefficient de frottement moins dépendantes des conditions de sollicitation.

Références

[1] M. Watremez, J.P. Bricout, B. Marguet, J. Oudin

Application de revêtements céramiques aux disques de freinage. I.T.T.G. 93 - Symposium International sur l'Innovation Technologique dans les transports guidés, Lille, Sept. 93, Tome II, pp. 827-837.

[2] Y. Mizutani

Thèse de Doctorat, université de Nagoya, 1977.

[3] Manuel Industriel de l'Usure et du GrippageEd. Science et Industrie, Tome 1.

[4] J.R. Lindgren, W.R. Johnson

Friction and wear behavior of chromium carbide coatings. Proceedings of American Vacuum Society's International Conference of Metallographic Coatings, Mars 1987.

Conclusion générale

- Conclusion générale -

Dans la recherche de matériaux susceptibles de constituer le couple substrat/revêtement d'un disque de freins, nous avons choisi d'appliquer le test d'indentation interfaciale pour apprécier l'adhérence. A partir des résultats expérimentaux obtenus pour un revêtement de carbures de chrome déposé par projection thermique hypersonique sur différents substrats métalliques et de résultats d'autres auteurs utilisant la même technique de caractérisation, nous montrons que les expressions mathématiques proposées dans la bibliographie ne représentent pas correctement le comportement du matériau soumis au test d'indentation interfaciale. Il est néanmoins possible d'exprimer les résultats de manière plus précise à l'aide d'un modèle que nous avons développé. Ce modèle suppose l'existence d'une charge critique d'indentation indépendante du système de fissuration mis en jeu. Cette charge critique, indépendante de l'épaisseur de revêtement en l'absence de contrainte résiduelle, peut être considérée comme représentative de l'adhérence substrat revêtement et permet la comparaison fiable des différents substrats testés.

Grâce à cette modélisation, en utilisant la charge critique d'indentation comme critère d'adhérence, nous avons examiné l'influence de cyclages thermiques et d'essais de frottement - usure sur le couple substrat/revêtement. Les résultats montrent que l'adhérence n'est pas modifièe après ces essais et que seule une transformation métallurgique du substrat, provoquée par un maintien prolongé à très haute température, peut diminuer la valeur de la charge critique d'indentation.

Les essais tribologiques ont consisté à tester le comportement d'un patin fritté fer - cuivre sur un disque en acier allié revêtu d'une couche de carbures de chrome. Nous montrons que les températures atteintes, pour certaines vitesses de rotation du disque, conduisent à une décomposition du carbure de chrome et à la formation de cémentite à la surface du patin. La conséquence de ce phénomène est la diminution corrélative du coefficient de frottement et de la température. Ceci signifie que, pour d'éventuelles applications du revêtement de carbures de chrome sur disques de freins et dans le souci de préserver les matériaux antagonistes, il sera nécessaire d'augmenter la dureté du matériau de garniture pour diminuer le coefficient de frottement et les températures atteintes. Dans ces conditions, la valeur du coefficient de frottement devrait être moins dépendante des conditions de sollicitation.

