

Université des Sciences et Technologies de Lille

---

N° d'Ordre : 1654

**THESE DE DOCTORAT**

Présentée à l'  
*Université des Sciences et Technologies de Lille*  
pour obtenir le titre de

**DOCTEUR  
EN  
SCIENCES DES MATERIAUX**

par

**Régis BIGOT**  
*Ingénieur E.N.S.A.M.*



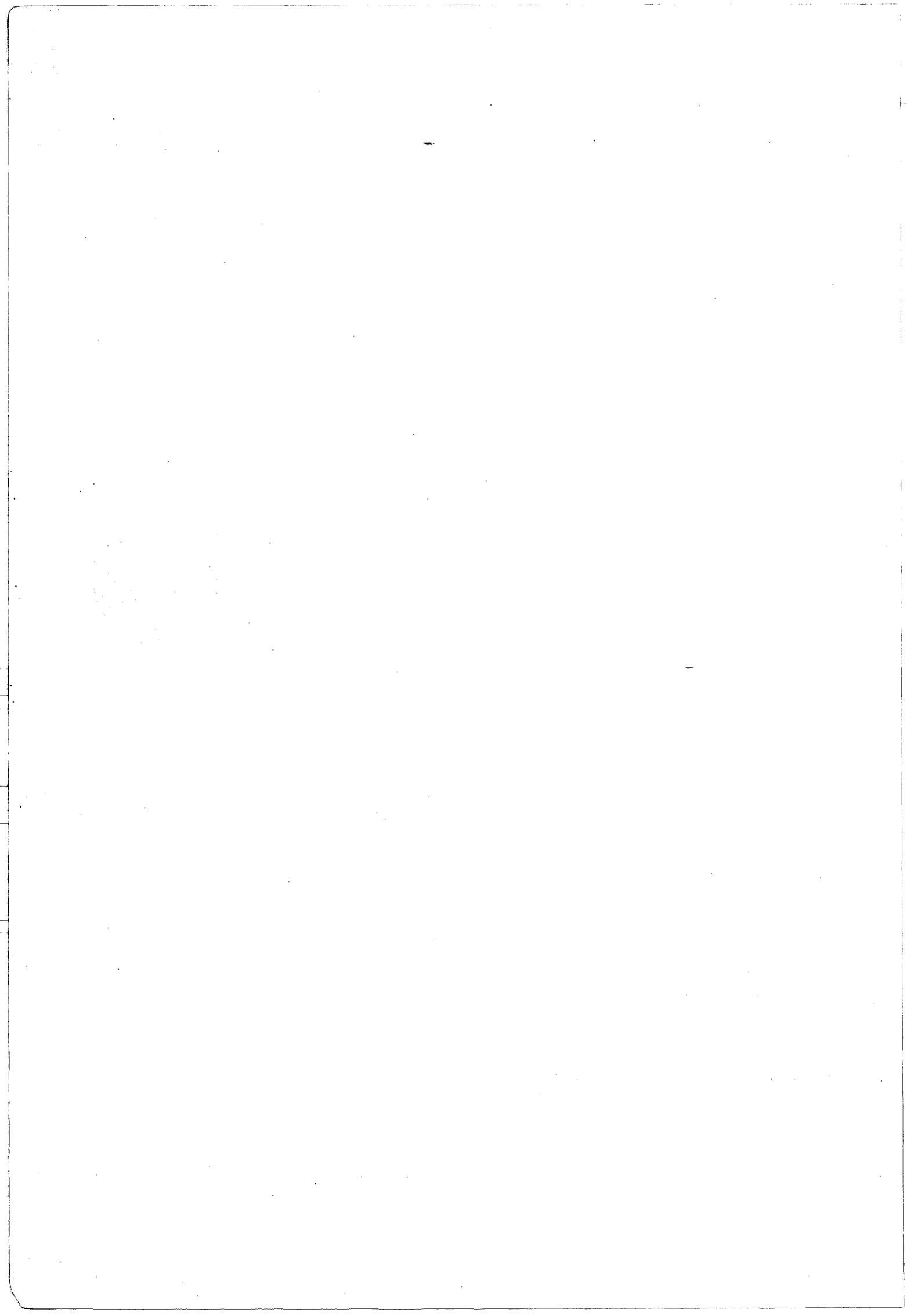
---

**Caractérisation des propriétés mécaniques aux surfaces et  
interfaces à l'aide de l'essai de dureté**

---

**Soutenue le Jeudi 4 Janvier 1996 devant le jury d'examen composé de :**

Président : J. FOCT, Professeur, Université de Lille I  
Rapporteurs : M. LAMBERTIN, Professeur, ENSAM Cluny  
J.P. RIVIERE, Professeur, Université de Poitiers  
Examineurs : J.L. LEBRUN, maître de conférences, ENSAM Paris  
E.J. MITTEMEIJER, Professeur, Université de DELFT, Pays Bas  
Directeur de Thèse A. IOST, Professeur, ~~Université de Lille I~~ ENSAM Lille.



*" On ne fait pas ce que l'on veut  
Mais on est responsable de ce que l'on est "*

**Jean Paul Sartre**

**A ma Soeur**

**A mes Parents**

**A ma Grand-Mère ...**



# REMERCIEMENTS

Ce travail a été effectué au Laboratoire de Métallurgie Physique, de l'Université des Sciences et Technologies de Lille Flandres Artois, dirigé par Monsieur le Professeur **J. Foct** qui me fait l'honneur de présider la commission d'examen.

Monsieur le Professeur **A. Iost** m'a accueilli au sein de l'équipe "Matériaux" de l'ENSAM de Lille en me proposant le sujet de travail dont il a assuré le suivi. Pour m'avoir fait bénéficier de ses compétences et en particulier de ses conseils, je voudrais lui dire simplement merci.

Je tiens à remercier Monsieur le Professeur **M. Lambertin** de l'ENSAM de Cluny et Monsieur le Professeur **J.P. Rivière** de l'Université de Poitiers qui m'ont fait l'honneur de juger ce travail.

Je remercie Monsieur **J.L. Lebrun**, maître de conférences, de l'ENSAM de Paris et Monsieur le Professeur **E.J. Mittemeijer** de l'Université de DELFT (Pays Bas), qui ont accepté de participer à cette commission d'examen.

Je tiens à exprimer mes plus sincères remerciements à Monsieur le Professeur **P. Vast**, du Laboratoire de Chimie Appliquée, ainsi qu'à son équipe, notamment Monsieur **F. Barbieux** et Mademoiselle **C. Leprince** pour leur collaboration scientifique et leur amitié.

Je remercie également Monsieur **J.L. Verbrugge**, responsable des établissements Verbrugge, pour son aide et sa perpétuelle fraternité.

Mes remerciements s'adressent aussi à Monsieur **R. Sokolowski**, de l'Union Minière, pour m'avoir fait partager son expérience de "galvanisateur".

Je remercie tout particulièrement Monsieur le Directeur **F. Louage**, du centre régional de l'ENSAM de Lille, pour avoir compris la surcharge de travail générée par ce mémoire et m'avoir permis de clore cette thèse parallèlement à mon enseignement.

Mademoiselle **E. Dufresne**, de l'équipe Matériaux, m'a apporté une aide logistique précieuse lors de cette étude, qu'elle trouve ici l'expression de ma sympathie.

Monsieur **M. Bigerelle**, chef de travaux, et Monsieur **D. Najjar**, maître de conférences, membres de l'équipe "Matériaux", m'ont apporté un soutien précieux dans les moments difficiles, qu'ils trouvent ici une marque de reconnaissance mais aussi l'expression de mon amitié.

J'adresse mes plus vifs remerciements aux membres du Laboratoire de Conception et de Réalisation Mécaniques Assistées par Ordinateur de l'ENSAM de Lille dirigé par Monsieur **T. Coorevits**, maître de conférences, pour leur conseils et leur fraternité quotidienne pendant ces travaux.

Je tiens à exprimer mes plus sincères remerciements à l'équipe de l'atelier de Forge, dirigée par Monsieur **E. Coustenoble**, pour avoir compris les difficultés rencontrées à la fin de ces travaux et ceci dans une sympathie qui leur est particulière.

Que tous les membres du Laboratoire et de l'ENSAM de Lille que j'ai côtoyés, et grâce auxquels ce travail a pu être effectué dans une ambiance agréable trouvent ici l'expression de ma reconnaissance.

Enfin, je remercie tout simplement mes amis archers, qui ont su m'apporter un équilibre précieux pendant ce travail.

# SOMMAIRE GÉNÉRAL

## INTRODUCTION GÉNÉRALE

### CHAPITRE I : L'ESSAI DE DURETÉ VICKERS. MODÉLISATION DE LA VARIATION DE LA DURETÉ AVEC LA CHARGE APPLIQUÉE

I. INTRODUCTION.....	11
II. L'ESSAI DE DURETE.....	12
II.A. DEFINITION DE L'ESSAI DE DURETE.....	12
II.B. MATERIAUX ET METHODES EXPERIMENTALES.....	16
II.C. LE PROCESSUS DE DEFORMATION.....	17
III. INFLUENCE DE LA CHARGE SUR LA DURETE MESUREE.....	20
III.A. REPRESENTATION DE LA VARIATION DE LA DURETE AVEC LA CHARGE.....	20
III.A.1. Hypothèses concernant la variation de la dureté en fonction de la charge.....	20
III.A.2. Modèles de la variation de la dureté avec la charge.....	26
III.B. INFLUENCE DE LA FORMATION D'UN BOURRELET SUR LA VARIATION DE LA DURETE AVEC LA CHARGE APPLIQUEE.....	33
III.B.1. Forme de l'empreinte de dureté.....	33
III.B.2. Revue bibliographique des observations effectuées du bourrelet.....	34
III.B.3. Modélisation du bourrelet.....	35
III.B.4. Influence sur la dureté.....	38
III.B.5. Expérimentation.....	39
III.B.6. L'outil informatique.....	44
III.B.6.a. Suppression des pics.....	46
III.B.6.b. Lissage des profils.....	48
III.B.6.c. Suppression des points non significatifs.....	48
III.B.7. La géométrie du bourrelet.....	50
III.B.7.a. Largeur du bourrelet.....	55
III.B.7.b. Longueur du bourrelet.....	57
III.B.7.c. Hauteur du bourrelet.....	57
III.B.8. Résultats.....	60
III.C. INFLUENCE DES PARAMETRES INTRINSEQUES DU COUPLE MATERIAU / INDENTEUR SUR LA FORMATION DU BOURRELET.....	62
IV. CONCLUSION.....	68
V. LEGENDE DES FIGURES.....	70
VI. BIBLIOGRAPHIE.....	75

### CHAPITRE II : APPLICATION DE LA DURETÉ VICKERS AUX MATÉRIAUX REVÊTUS

I. INTRODUCTION.....	83
II. MATERIAUX ET METHODES EXPERIMENTALES.....	85
II.A. L'OBTENTION D'ECHANTILLONS CHROMES.....	85

II.A.1. Les spécificités du chromage "dur" .....	85
II.A.2. La préparation de surface .....	86
II.A.3. La composition du bain électrolytique .....	87
II.A.4. Les réactions aux électrodes .....	87
II.A.5. L'influence des paramètres principaux sur le revêtement .....	88
II.B. METHODES EXPERIMENTALES .....	88
<b>III. LES DIFFERENTS MODELES .....</b>	<b>89</b>
III.A. LA DURETE D'UN MATERIAU REVETU ET LES LOIS DE MELANGES DES AIRES .....	89
III.B. MODIFICATION DU MODELE DE JÖNSSON ET HOGMARK .....	101
III.B.1. Intersection de la représentation de $H_c$ et de $H_f$ .....	101
III.B.2. Tangente à l'origine .....	102
III.B.3. Point d'inflexion de la courbe .....	102
III.B.4. Tangente à la courbe .....	103
III.C. LOI DES MELANGES EN VOLUME .....	106
IV. APPLICATIONS ET DISCUSSION .....	115
V. CONCLUSION .....	123
VI. LEGENDE DES FIGURES .....	124
VII. BILIOGRAPHIE .....	128

### **CHAPITRE III : TÉNACITÉ ET ADHÉRENCE DES REVÊTEMENTS : CARACTÉRISATION PAR LES ESSAIS D'INDENTATION**

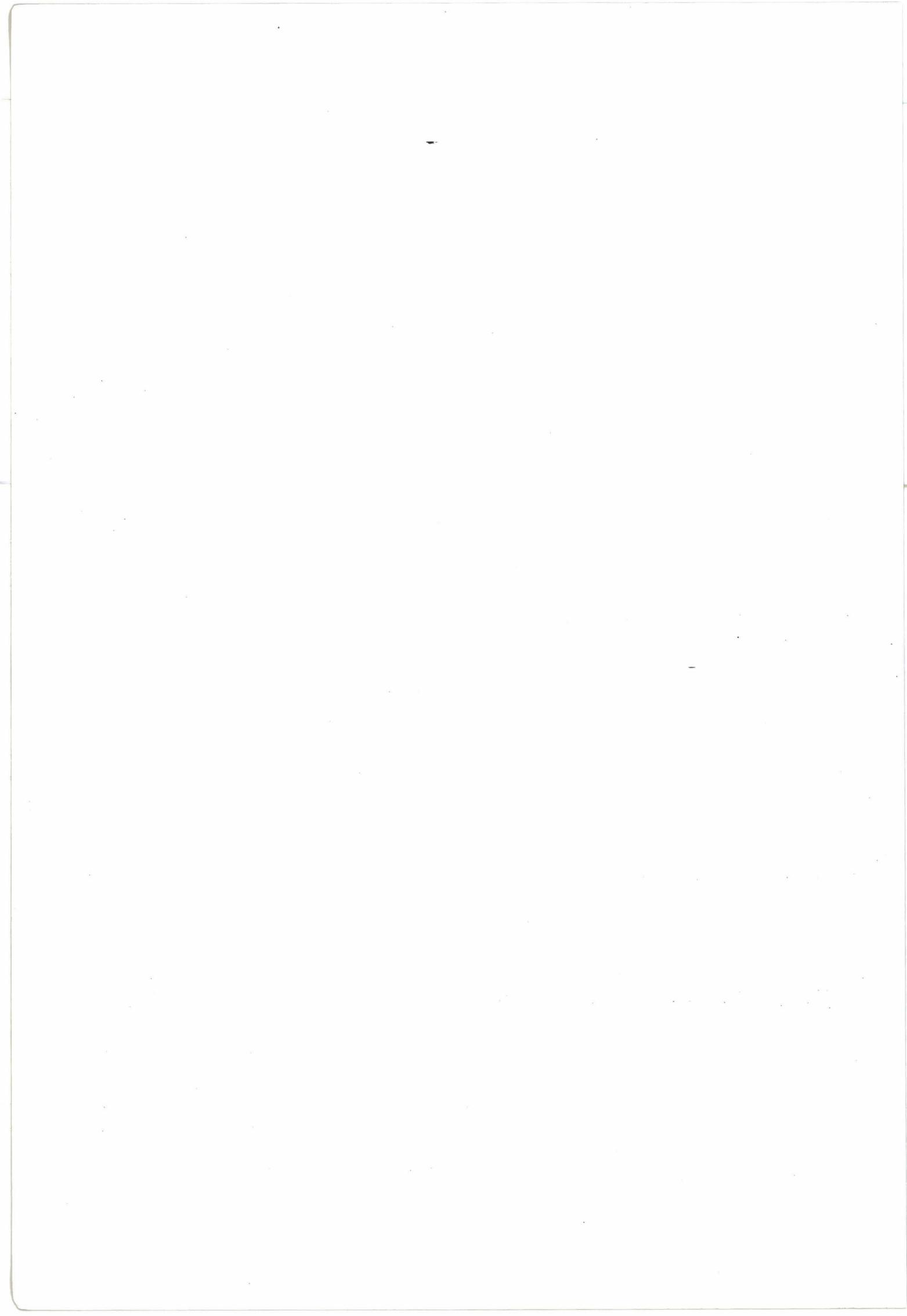
I. INTRODUCTION .....	135
II. LES REVETEMENTS DE VERRE .....	137
III. TENACITE DES REVETEMENTS .....	143
III.A. LA FORME DES FISSURES .....	143
III.B. DETERMINATION DE LA TENACITE A PARTIR DE LA LONGUEUR DES FISSURES .....	145
III.B.1. Calcul de la ténacité à partir des fissures de type circulaire .....	145
III.B.2. Calcul de la ténacité à partir des fissures de type Palmqvist .....	151
IV. COMMENT MESURER L'ADHERENCE D'UN FILM SUR UN SUBSTRAT .....	153
IV.A. LES PRINCIPAUX ESSAIS DE MESURE DE L'ADHERENCE .....	153
IV.B. LE SCRATCH TEST .....	154
IV.C. L'INDENTATION .....	155
IV.C.1. L'indentation normale .....	155
IV.C.1.a. L'approche de Chiang et al. ....	156
IV.C.1.b. L'approche de Mehrotra et Quinto .....	162
IV.C.2. L'indentation interfaciale .....	164
V. CARACTERISATION DES REVETEMENTS DE VERRE .....	167
V.A. OBSERVATION DES ECHANTILLONS REVETUS DE VERRE .....	167
V.B. DETERMINATION DE LA CHARGE CRITIQUE D'APPARITION DE FISSURES .....	167
V.C. GEOMETRIE DES FISSURES .....	169
V.D. CALCUL DE LA TENACITE DU VERRE .....	173
V.E. CARACTERISATION INTERFACIALE DU REVETEMENT DE VERRE .....	173
VI. CONCLUSION .....	175

VII. LEGENDES DES FIGURES .....	176
VIII. BIBLIOGRAPHIE.....	179

## CHAPITRE IV : DÉTERMINATION DES CONTRAINTES RÉSIDUELLES : MODELISATION ET APPLICATION AUX MATÉRIAUX STRATIFIÉS

I. INTRODUCTION .....	189
II. MESURE DES CONTRAINTES MOYENNES PAR INDENTATION.....	190
II.A. DURETE BRINELL .....	190
II.B. DURETE ROCKWELL .....	191
II.C. DURETE KNOOP ET VICKERS .....	193
II.D. PROPAGATION DE FISSURES EN DURETE VICKERS .....	194
III. MESURE DES CONTRAINTES MOYENNES PAR LA DEFORMEE DE L'ECHANTILLON.....	199
III.A. METHODE DE TIMOSHENKO.....	199
III.B. METHODE DE TIMOSHENKO MODIFIEE .....	201
III.C. UTILISATION DU RAYON DE COURBURE.....	202
III.D. UTILISATION DES COEFFICIENTS DE DILATATION.....	202
IV. MESURE DE LA REPARTITION DES CONTRAINTES.....	204
IV.A. LES RAYONS X.....	204
IV.B. METHODE DU BILAME ET SA GENERALISATION .....	208
IV.C. UTILISATION DE LA DEFORMEE .....	214
IV.D. MISE EN PLACE D'UN NOUVEAU MODELE .....	218
IV.D.1. Pourquoi un nouveau modèle ?.....	218
IV.D.2. Mise en place du modèle.....	218
IV.D.2.a. Conventions et symboliques .....	218
IV.D.2.b. Calcul des contraintes .....	221
V. VALIDATION ET COMPARAISON DES MODELES .....	223
VI. APPLICATION A LA GALVANISATION.....	226
VI.A. LA GALVANISATION AU TREMPE.....	226
VI.B. OBTENTION DES ECHANTILLONS GALVANISES.....	230
VI.C. MESURE DES CONTRAINTES RESIDUELLES .....	231
VI.C.1. Utilisation des coefficients de dilatation et de la déformée de l'échantillon.....	231
VI.C.2. Distribution des contraintes résiduelles .....	233
VII. CONCLUSION.....	237
VIII. LEGENDES DES FIGURES.....	238
IX. BIBLIOGRAPHIE.....	242

## CONCLUSION GÉNÉRALE



# INTRODUCTION GENERALE

Les traitements de surface des pièces mécaniques sont de plus en plus utilisés. Ils permettent la modification des caractéristiques surfaciques du matériau pour optimiser son application. C'est ainsi que le grenailage est utilisé pour son aspect bénéfique en fatigue ; le chromage dur permet d'augmenter la résistance à l'usure d'un matériau, la galvanisation augmente la résistance à la corrosion des aciers. Rendre ces propriétés homogènes au sein du matériau serait d'un coût excessif sinon impossible. Ces traitements permettent aussi aux pièces de remplir des fonctions antagonistes telles que de posséder une ductilité à coeur et une bonne résistance à l'usure. Parmi l'ensemble de ces traitements de surface, on distingue le dépôt de film sur un matériau "substrat". Mais la caractérisation mécanique ou la détermination des lois de comportement est délicate à effectuer. Devant la faible épaisseur des couches déposées, l'utilisation de l'essai de dureté est retenue à cause de sa facilité de mise en oeuvre et le fait qu'il offre la possibilité d'un traitement statistique des résultats. L'ensemble de ce travail cherche à mieux cerner le comportement mécanique d'une interface en incluant l'influence des contraintes résiduelles.

La première partie est consacrée à une étude des phénomènes engendrés par l'indentation Vickers. Une revue critique de la bibliographie met en évidence les difficultés rencontrées pour justifier la variation de la dureté en fonction de la charge appliquée. Nous faisons l'hypothèse que la variation de la dureté avec la charge est uniquement un artefact dû à la formation d'un bourrelet au bord de l'empreinte de dureté et nous illustrons cette démarche en l'appliquant à différents matériaux.

Dans la seconde partie de cette étude, nous analysons l'indentation normale des matériaux revêtus. Nous proposons une amélioration des modèles existants. Le chromage dur est le support des expérimentations, il permet une réflexion sur l'évolution des zones de déformation plastique dans les multimatériaux souvent négligée dans la bibliographie.

L'adhérence des dépôts peut être caractérisée par de très nombreuses techniques. La troisième partie montrera les atouts de l'indentation Vickers pour déterminer cette adhérence mais également la ténacité des matériaux fragiles. Les résultats expérimentaux sur les revêtements de verre montrent l'influence des paramètres de cuisson des coacervats sur les caractéristiques du dépôt.

L'adhérence dépend en partie de la présence des contraintes résiduelles à l'interface entre le substrat et le revêtement. Ces contraintes résiduelles, souvent engendrées lors du processus de dépôt, sont l'objet de la dernière partie. La détermination expérimentale des contraintes résiduelles souligne les difficultés des méthodes existantes, une approche originale est appliquée aux couches de galvanisation et permet de comparer nos résultats avec ceux obtenus par indentation.

## NOTATIONS

$A$ :	paramètre de Meyer
$\mathcal{A}$ :	rayon du cercle de contact entre l'indenteur et le dépôt lors du test de rayure
$A_f$ :	aire indentée dans le film
$A_s$ :	aire indentée dans le substrat
$a$ :	coefficient introduit par Lesage et Chicot
$2a$ :	taille du défaut en mécanique de la rupture, valeur égale à la diagonale de l'empreinte lors des essais d'indentation Vickers
$a, c, a', c'$ :	coefficients paramétrant la géométrie du bourrelet
$B$ :	pente de la représentation de Fröhlich (ISE)
$\beta$ :	variable utilisée dans les calculs de ténacité
$b$ :	rayon de la zone déformée plastiquement sous l'indenteur largeur de la poutre en résistance des matériaux
$b_f$ :	rayon de la zone déformée plastiquement dans le film
$b_i$ :	coefficient introduit par Frankel
$b_s$ :	rayon de la zone déformée plastiquement dans le substrat
$C$ :	constante de la déformation du film
$\mathcal{C}$ :	courbure de la déformée
$c$ :	longueur des fissures
$D$ :	diamètre de la bille Brinell profondeur de pénétration du diamant
$\mathcal{D}$ :	diamètre du pion en test d'arrachement
$d$ :	diamètre d'empreinte
$d$ :	distance entre les plans diffractants
$d_{\varphi, \psi}$ :	distance entre les plans diffractants sous une incidence de direction $\varphi, \psi$
$d_{\perp}$ :	distance entre plans diffractants selon une incidence normale des rayons X.
$d_o$ :	distance entre les plans en l'absence de contraintes résiduelles

$d_1$ :	point d'inflexion de la représentation de la dureté du film
$d_c$ :	diagonale d'empreinte Vickers corrigée "mathématiquement"
$d^\circ$ :	intersection entre la représentation de la dureté du composite et du film
$d_o$ :	intersection entre la tangente à l'origine de la dureté du composite et la représentation de la dureté du film
$d^*, d^{**}$ :	tangente de la dureté du composite identique à la pente de la dureté du film
$d'$ :	diagonale d'empreinte Vickers corrigée "géométriquement"
$E_i$ :	module d'Young du matériau i
$F_i$ :	effort appliquée au matériau i
$F_r$ :	charge appliquée à la rupture de l'interface
$F_t$ :	effort tangentiel
$f$ :	largeur de contact entre le bourrelet et l'indenteur
$f$ :	flèche mesurée sur une déformée
$H$ :	épaisseur du substrat
$H_f$ :	dureté Vickers du film
$H_i$ :	dureté Vickers de la couche i d'un matériau stratifié
$H_s$ :	dureté Vickers du substrat
$H_o$ :	dureté intrinsèque
$HB$ :	dureté Brinell
$HRc$ :	dureté Rockwell C
$HV$ :	dureté Vickers
$HV_c$ :	dureté corrigée "mathématiquement"
$HV_s$ :	dureté mesurée pour une diagonale $d = s$
$h$ :	profondeur de l'empreinte de dureté
	hauteur du bourrelet
$J0$ :	critère de Von Mises
$K_{app}$ :	ténacité apparente
$K_a$ :	ténacité due aux contraintes résiduelles
$K_c$ :	ténacité du matériau sans contrainte
$K_{Ic}$ :	ténacité en mode d'ouverture de type I
$K_f$ :	ténacité du film
$K_s$ :	ténacité du substrat

L :	distance entre l'effort $F$ , et le revêtement lors des tests d'arrachement
$\mathcal{L}$ :	longueur du pion en test d'arrachement
l :	longueur du bourrelet
$l$ :	longueur de la fissure mesurée à partir du centre de l'empreinte de dureté
$M_{fi}$ :	moment fléchissant appliqué au matériau i
MHN :	dureté Meyer
M, N, H :	points descripteurs du bourrelet
$\bar{m}$ :	coefficient de frottement selon Tresca
N :	vitesse de rotation de l'échantillon (tr/mm)
n :	indice de Meyer
	ordre de diffraction
P :	charge appliquée à l'indenteur
$P_c$ :	charge critique d'apparition des fissures ou de décohésion du film
p :	contrainte exercée par l'indenteur
R :	rayon de courbure de l'échantillon
$\mathcal{R}$ :	rayon à l'extrémité de l'indenteur (test de rayure)
$R_m$ :	résistance à la rupture
r :	rayon de révolution de l'échantillon
$S_i$ :	section du matériau i
$T_{trait}$ :	température de dépôt
$T_{amb}$ :	température ambiante
$\mathcal{J}$ :	profondeur des fissures
t :	épaisseur du film
$V_i$ :	volume de la zone plastique dans le matériau i
$V_{if}$ :	volume de la zone plastique dans le film de rayon $b_f$ .
W :	résistance à la pénétration du matériau
$\mathcal{W}$ :	énergie de liaison entre le revêtement et le substrat
$\alpha$ :	constantes géométrique du diamant Vickers
$\hat{\alpha}$ :	coefficient de calibration de l'adhérence
$\langle \hat{\alpha} \rangle$ :	constante de calibration de l'adhérence
$\alpha_i$ :	coefficient de dilatation du matériau i
$\Delta B$ :	différence entre les "B" du film et du substrat

$\Delta d$ :	incertitude sur la mesure de $d$
$\Delta H_0$ :	différence entre les duretés intrinsèques du film et du substrat
$\Delta T$ :	variation de température entre le dépôt et l'ambiante
$\varepsilon_i$ :	déformation du matériau $i$
$\gamma$ :	angle du bourrelet
$\Phi$ :	constante utilisée dans les calculs de ténacité
$\Psi$ :	demi - angle au sommet de l'indenteur
$\psi'$ :	angle entre la normale et la direction de déformation en rayon X
$\psi$ :	facteur de forme des fissures
$\mu_i$ :	module de cisaillement
$\rho$ :	densité du revêtement
$\theta$ :	demi - angle entre les faces de l'indenteur
	angle de diffraction en rayonnement X
$\lambda$ :	longueur d'onde du rayonnement X
$\varphi$ :	angle azimutal en rayonnement X
$\nu$ :	coefficient de Poisson
$\sigma_c$ :	contrainte engendrée par les forces centrifuges
$\sigma_H$ :	contrainte induite par l'indenteur Vickers
$\sigma_f$ :	contrainte résiduelle maximale dans le film
$\sigma_{max}$ :	contrainte maximale engendrée par des défauts de montage expérimentale
$\sigma_r$ :	contrainte moyenne à la rupture de l'interface
$\sigma_1, \sigma_2, \sigma_3$ :	contraintes principales
$\underline{\sigma^H}$ :	tenseur des contraintes engendrées par l'indenteur
$\underline{\sigma^R}$ :	tenseur des contraintes résiduelles
$\sigma_y$ :	limite d'élasticité
$\chi'$ :	facteur de forme des fissures
$\chi$ :	facteur paramétrant les zones de déformées à l'interface

**CHAPITRE I : L'ESSAI DE DURETÉ VICKERS.  
MODÉLISATION DE LA VARIATION DE LA  
DURETÉ AVEC LA CHARGE APPLIQUÉE**

COMITÉ DE LA LÉVELLÉE DE LA VÉGÉTATION DE LA  
PROVINCE DE QUÉBEC  
LE 15 OCTOBRE 1911

# CHAPITRE I : L'ESSAI DE DURETÉ VICKERS. MODÉLISATION DE LA VARIATION DE LA DURETÉ AVEC LA CHARGE APPLIQUÉE

I. INTRODUCTION.....	11
II. L'ESSAI DE DURETE.....	12
II.A. DEFINITION DE L'ESSAI DE DURETE.....	12
II.B. MATERIAUX ET METHODES EXPERIMENTALES.....	16
II.C. PROCESSUS DE DEFORMATION.....	17
III. INFLUENCE DE LA CHARGE SUR LA DURETE MESUREE.....	20
III.A. REPRESENTATION DE LA VARIATION DE LA DURETE AVEC LA CHARGE.....	20
III.A.1. Hypothèses concernant la variation de la dureté en fonction de la charge.....	20
III.A.2. Modèles de la variation de la dureté avec la charge.....	26
III.B. INFLUENCE DE LA FORMATION D'UN BOURRELET SUR LA VARIATION DE LA DURETE AVEC LA CHARGE APPLIQUEE.....	33
III.B.1. Forme de l'empreinte de dureté.....	33
III.B.2. Revue bibliographique des observations effectuées sur le bourrelet.....	34
III.B.3. Modélisation du bourrelet.....	35
III.B.4. Influence sur la dureté.....	38
III.B.5. Expérimentation.....	39
III.B.6. L'outil informatique.....	44
III.B.6.a. Suppression des pics.....	46
III.B.6.b. Lissage des profils.....	48
III.B.6.c. Suppression des points non significatifs.....	48
III.B.7. La géométrie du bourrelet.....	50
III.B.7.a. Largeur du bourrelet.....	55
III.B.7.b. Longueur du bourrelet.....	57
III.B.7.c. Hauteur du bourrelet.....	57
III.B.8. Résultats.....	60
III.C. INFLUENCE DES PARAMETRES INTRINSEQUES DU COUPLE MATERIAU / INDENTEUR SUR LA FORMATION DU BOURRELET.....	62
IV. CONCLUSION.....	68
V. LEGENDE DES FIGURES.....	70
VI. BIBLIOGRAPHIE.....	75



# I. INTRODUCTION

La détermination des propriétés mécaniques des couches minces et de la surface des matériaux est souvent délicate. Les raisons principales en sont les dimensions réduites des échantillons et les hétérogénéités de la structure. Parmi les principaux essais de dureté utilisés, l'essai Vickers est celui qui fournit la plus grande diversité de renseignements. Il possède deux avantages principaux : être souvent non destructif et pouvoir être répété un grand nombre de fois, c'est à dire se prêter à une interprétation statistique (distribution des diagonales d'empreinte suivant une loi Gaussienne.[1] ou interprétation suivant une statistique de Weibull.[2]). Par contre son interprétation reste délicate de part sa dépendance vis à vis d'un certain nombre de paramètres. Dans une première partie, une synthèse bibliographique permet en particulier de mettre en évidence l'influence de la charge appliquée sur la dureté ce que nous montrerons au travers des résultats expérimentaux sur des alliages de titane et d'aluminium. Les observations et la mise en place d'un nouvel outil informatique mettront en évidence que cette variation de la dureté avec la charge appliquée n'est qu'un artefact lié à la formation d'un bourrelet. Le dernier aspect de ce chapitre sera consacré à l'étude de l'influence des paramètres du couple matériau indenté - indenteur.

## II. L'ESSAI DE DURETE

### II.A. DEFINITION DE L'ESSAI DE DURETE

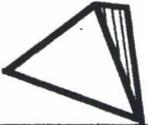
L'essai de dureté consiste à mesurer l'effet occasionné par le contact, sous une pression donnée, d'un matériau de géométrie définie (indenteur) et de la surface d'un échantillon. Les techniques de mesure peuvent être groupées essentiellement en trois catégories :

\* Les essais sclérométriques ou par rayures proposés par Mohs [3]. Ils ont donné lieu à la première échelle de dureté établie en 1820. Dix minéraux sont classés dans l'ordre croissant de leur dureté, de 1 pour le talc à 10 pour le diamant, chacun rayant le précédent et étant rayé par le suivant [4, 5]. L'application principale de ce type d'essai est le "scratch test", dans lequel une pointe en diamant raye le matériau, et où la dureté est qualifiée par la géométrie de la rayure engendrée. Le "scratch test" est également utilisé pour caractériser l'adhérence des revêtements, où la charge critique d'apparition de décohésion du film par rapport au substrat est l'élément principal de la quantification du couple étudié [6, 7].

Remarquons que l'essai à la lime, effectué couramment dans les ateliers, est une forme rudimentaire d'essai de dureté.

\* Les essais par rebondissement, dits de Shore. La dureté est caractérisée par la capacité du matériau à restituer l'énergie reçue au cours du choc avec une bille tombante. Ces essais sont essentiellement utilisés pour les matériaux polymères (fort retrait élastique) ou avec certains duromètres portables.

\* Les essais par pénétrateur sont les plus nombreux et les plus répandus. La dureté est calculée à partir du rapport de la force appliquée sur la surface indentée. Les géométries des pénétrateurs, ainsi que les domaines de charges et les conditions d'application sont variables. Les caractéristiques de ces différents essais sont représentés dans le tableau 1.

Type d'indentateur	matériau de l'indentateur	géométrie de l'indentateur	paramètre géométrique mesuré	expression de la dureté	unités	échelle de charge	applications principales	références
<b>Vickers</b> 	diamant	pyramide à base carrée d'angle entre faces de 136°	d : diagonale de l'empreinte	$HV = \frac{1,8544 P}{d^2}$	P en Kgf d en mm HV en Kgf/mm <sup>2</sup>	microdureté	épaisseur de films	[8, 9]
						macro microdureté	adhésion, ténacité	[10-22]
						macro microdureté	contraintes résiduelles	[16, 20, 23, 24]
						macro microdureté	fatigue	[25-28]
<b>Brinell</b> 	tungstène ou acier	bille de diamètre D	d : diamètre de l'empreinte	$HB = \frac{2 P}{\pi D (D - \sqrt{D^2 - d^2})}$	P en Kgf d et D en mm HB en Kgf/mm <sup>2</sup>	macrodureté	adhésion	[22, 29]
						macrodureté	contraintes résiduelles	[16, 23, 30]
						micro macrodureté	fissures, ténacité	[13, 31, 32]
						macrodureté	énergie des interfaces	[33]
<b>Knoop</b> 	diamant	pyramide à base losange d'angles 172,30° et 130°	L : longueur de la plus grande diagonale de l'empreinte	$HK = \frac{14,228 P}{L^2}$	L en mm P en Kgf HK en Kgf/mm <sup>2</sup>	-----	revêtement	[34]
						macrodureté	contraintes résiduelles	[35]
						macrodureté	module d'Young	[36]
						microdureté	anisotropie	[37]
<b>Berkovich</b> 	diamant	pyramide à base triangulaire d'angle entre face 63,3°	d : profondeur de l'empreinte	$H = \frac{P}{(4,95 d)^2}$	P en mN d en mm H en GPa	nanodureté	caractérisation des couches minces	[38]
<b>Rockwell C</b> 	tungstène	cône d'angle 120°	e : déplacement du cône lors de l'indentation	HRC = 100 - e	1 e = 0,002 mm	-----	fatigue	[17, 27]
						-----	ténacité, fissuration	[17, 39-42]
							contraintes résiduelles	[43]

Tab. 1 : Définition et utilisation des différents essais de dureté

D'autres types d'essais de dureté peuvent s'ajouter à cette énumération. Par exemple, les essais sur les duromètres portables peuvent enregistrer un changement de comportement du matériau vis à vis des ultrasons ; la dureté Hertzienne détermine, à l'aide de la conductibilité du contact pénétrateur-matériau, la limite entre les domaines plastique et élastique.

Les essais par pénétrateur permettent de relier empiriquement la dureté Vickers (HV) ou la dureté Brinell (HB) à la résistance à la rupture ( $R_m$ ). Pour différents aciers (Grumbach et al. [44-46]) :

$$R_m = 77,14 + 2,6396 HV + 0,0010 HV^2 \quad (1)$$

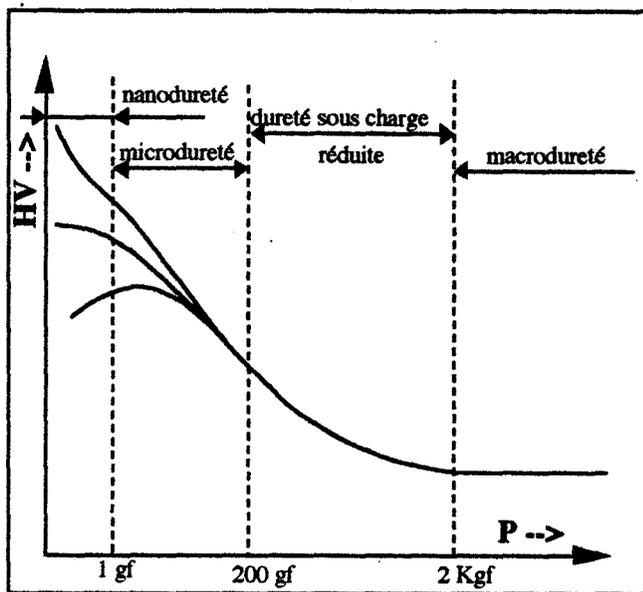
$$R_m = 164,71 + 2,222 HB + 0,002 HB^2 \quad (2)$$

A partir de ces deux relations, il est possible de formuler simplement la dureté Brinell et la dureté Vickers. Différentes relations sont proposées pour relier les duretés et les caractéristiques mécaniques des matériaux [47], mais ces relations empiriques doivent être utilisées avec prudence. Les métallurgistes connaissent le rapport voisin de 3 qui relie la dureté à la limite d'élasticité du matériau [5]. La relation (1) indique que ce rapport est de 2,64 à la constante près, alors qu'une étude théorique montre que sa valeur est de 2,57 pour le modèle de Prandtl [48] ou 2,82 pour le modèle de Hill [49]. En fait cette constante semble dépendre du matériau [50] et de l'indenteur [51]. Pour les matériaux fragiles, la proportionnalité entre la dureté et la limite d'élasticité du matériau n'est plus valable, car elle néglige la déformation élastique et :

$$\frac{H}{\sigma_y} = K_1 + K_2 \frac{\ln E}{\sigma_y} \quad (3)$$

Plus récemment, Dawson [52] effectue une corrélation empirique, de type parabolique, entre la dureté Knoop et l'essai Rockwell C. Finalement la prudence doit illustrer toute comparaison entre les différents types d'essais de dureté.

Plusieurs domaines de dureté peuvent être définis en fonction de la charge appliquée. Bückle [53] introduit en 1965 la notion de "macro dureté" pour des charges supérieures à 3-5 Kgf et celle de "micro dureté" pour des charges inférieures à 100-200 gf. Le domaine intermédiaire étant celui de la "dureté sous charge réduite" ; dans les années 80, est apparu le domaine de "nanodureté", qui correspond à des charges appliquées inférieures à 1 gf. La figure 1 illustre ces domaines et le tableau 1 regroupe les principales applications.



**Fig. 1 : Définition des différents domaines de dureté selon Bückle [53]**

## II.B. MATERIAUX ET METHODES EXPERIMENTALES

Les essais de microdureté type Vickers sont effectués à l'aide d'un duromètre Leitz Miniload™. Le domaine de macrodureté est atteint avec un duromètre de type Testwell™. Ainsi les charges utilisées (P) sont comprises entre 5 gf et 50 Kgf, appliquées en quinze secondes et maintenues pendant quinze secondes supplémentaires. Les deux diagonales de l'empreinte (d) sont mesurées par le système optique de l'appareil ou, lorsqu'elles sont trop petites pour que la résolution soit suffisante, à l'aide d'un Microscope Confocale à Balayage Laser LASERTEC™, nommé également microscope confocale à source laser.

La dureté Vickers est définie comme le rapport de la charge appliquée sur la surface totale indentée, soit pour un diamant pyramidal avec un angle apical de 136° :

$$HV = \alpha \cdot \frac{P}{d^2} \quad (4)$$

$$\text{avec } \alpha = 2 \cos 22^\circ = 1,8544$$

La charge est exprimée en Kgf et le diamètre d'empreinte en mm, l'unité de la dureté est alors des Kgf/mm<sup>2</sup>. D'autres unités peuvent être choisies pour la force de pénétration et la mesure de d, mais dans ce cas le coefficient  $\alpha$  est changé de façon que le nombre exprimant la dureté reste constant (par exemple  $\alpha = 0,1892$  si P est exprimé en N et d en mm.). Dans ces conditions, les unités de la dureté sont généralement omises.

Le plus grand soin est apporté à la préparation de la surface de l'échantillon pour éviter l'introduction de contraintes résiduelles de compression pendant le polissage. La hauteur du bourrelet, observé sur la surface de l'échantillon après indentation, est mesurée par microscopie confocale à balayage laser. Dans ce cas, la résolution de la mesure est de  $\pm 0,02 \mu\text{m}$ .

Les profils saisis sont traités par informatique pour permettre une analyse rapide. Cinq essais sont effectués par charge et par échantillon afin de minimiser les erreurs expérimentales.

Les matériaux utilisés sont un alliage de titane, TA6V, et un alliage d'aluminium, 2024-T3. L'influence de l'écrouissage est étudié sur un XC 80 utilisé comme armature de précontrainte. Les modèles mis en place sont confrontés aux résultats bibliographiques. L'ensemble des algorithmes est programmé en langage C, sur des ordinateurs de type P.C. Les structures des algorithmes sont présentées dans des paragraphes suivants.

Les essais de simulations d'indentation Vickers sont effectués sur un logiciel d'éléments finis, Forge2, développé par les Mines de Paris en collaboration avec le CEMEF. La version utilisée est la version 2 permettant des simulations en déformations planes. Les résultats présentés utilisent la contrainte équivalente selon Von Mises. Les paramètres du maillage sont optimisés de façon à obtenir une précision satisfaisante dans la zone de déformation plastique. Pour ce faire, des boîtes de maillage sont utilisées, leurs dimensions sont estimées à partir des modèles bibliographiques puis ajustées par itération.

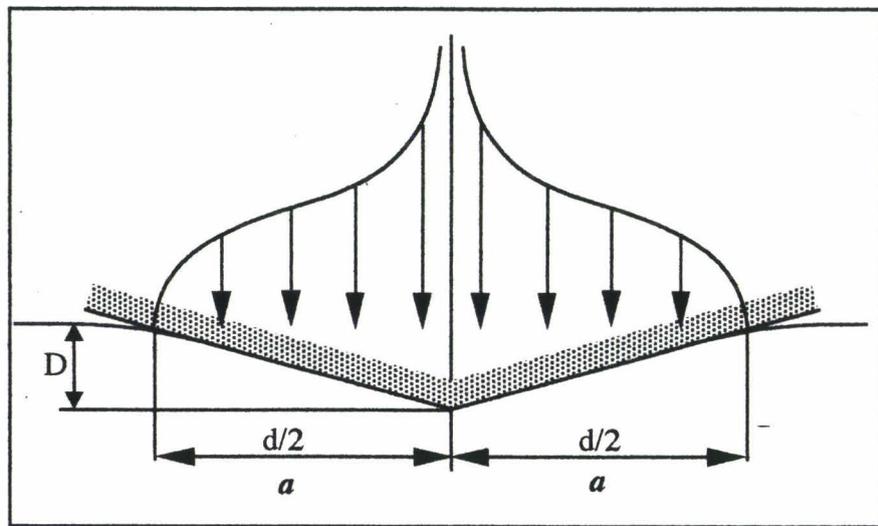
## II.C. PROCESSUS DE DEFORMATION

L'essai de dureté Vickers est un essai "auto similaire" ce qui signifie que l'empreinte reste semblable à elle même quelle que soit la charge appliquée, ce qui n'est pas le cas lorsque l'indenteur est une bille (essai Brinell).

Une première difficulté rencontrée pour modéliser l'essai Vickers, vient de la répartition non uniforme des charges pendant l'indentation [54] (figure 2). Les composantes principales sont normales au contact indenteur - matériau, mais des composantes tangentielles peuvent exister soit du fait du frottement entre les faces du diamant et le matériau, soit lorsque le chargement n'est pas rigoureusement perpendiculaire à la surface de l'échantillon.[55].

Pendant la pénétration du diamant, il se crée un champ de contraintes qui provoque une déformation élastique, pour les plus faibles charges, puis élasto-plastique pour les charges plus importantes. La taille de la zone plastique peut être estimée par analogie avec celle créée par une cavité sphérique de rayon  $r_0$  et soumise à une pression  $p_0$ . Dans ce cas, Hill [49] a montré que le rayon de la zone plastique,  $b$ , dépend de la dureté,  $H$ , du module d'Young,  $E$ , et du coefficient de Poisson,  $\nu$ , du matériau :

$$\frac{H}{E} = \frac{2}{9} \frac{\left[ 1 + \ln \left( \frac{b}{r_0} \right)^3 \right]}{\left[ (1-\nu) \left( \frac{b}{r_0} \right)^3 - \frac{2}{3} (1-2\nu) \right]} \quad (5)$$



**Fig. 2 : Distribution des pressions de contact sous un indenteur d'après Johnson [54]**

Pour un coefficient de Poisson constant  $\nu = 0,25$ , Lawn et al. [56] montrent que la représentation du rapport  $\frac{b}{r_0}$  en fonction de  $\frac{E}{H}$  est linéaire (en échelle bilogarithmique) :

$$\frac{b}{r_0} = \left(\frac{E}{H}\right)^q \quad (6)$$

où la constante  $q$ , déterminée graphiquement, est voisine de  $1/2$ .

Ce calcul peut s'appliquer à l'indentation d'un matériau par un diamant Vickers car :

- la pression d'indentation est indépendante du profil de l'indenteur [57],
- la variation de pression d'indentation avec la limite d'élasticité et le module d'Young vérifie

les prévisions de Hill pour une cavité interne.

En prenant comme volume de la cavité celui de la zone indentée,  $r_0 = (d/2) (\cotan\Psi)^{1/3}$  avec  $\Psi = 74^\circ$  pour le diamant Vickers, le rayon de la zone plastique devient :

$$b = c \frac{d}{2} \left(\frac{E}{H}\right)^{1/2} (\cotan\Psi)^{1/3} \quad (7)$$

où  $c$  est une constante géométrique voisine de 1.

Cette relation sera utilisée pour les modèles d'indentation de revêtement (chapitre II) et pour la mesure de la ténacité par indentation (chapitre III).

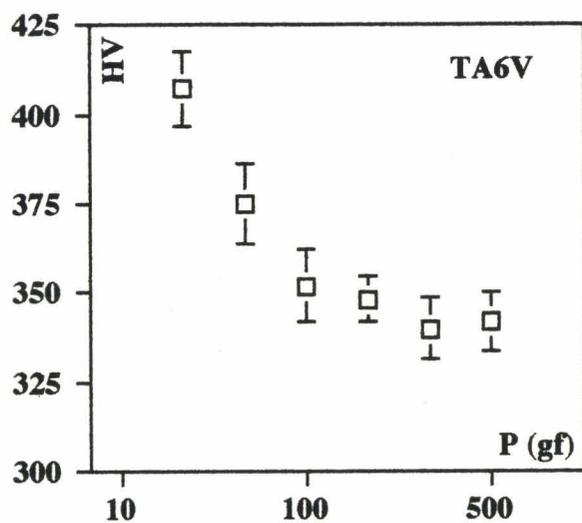
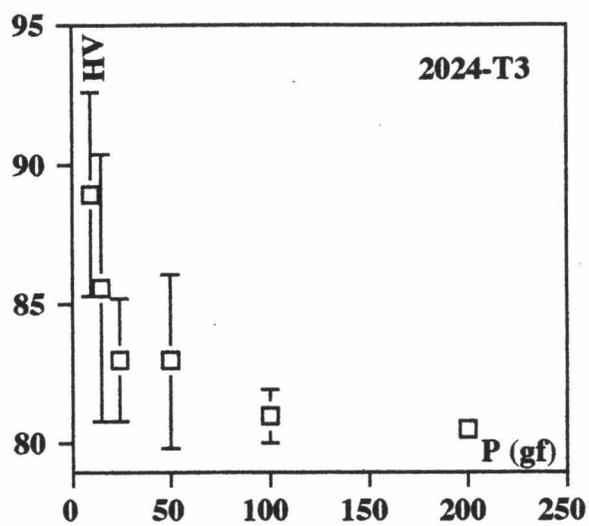
# III. INFLUENCE DE LA CHARGE SUR LA DURETE MESUREE

## III.A. REPRESENTATION DE LA VARIATION DE LA DURETE AVEC LA CHARGE

Pour les indenteurs pointus (Vickers, Rockwell, Berkovitch...), l'empreinte ne change pas de forme quand l'indenteur pénètre dans le matériau et le principe de similitude géométrique peut s'appliquer. La force d'indentation croît avec le carré de la profondeur, et la pression moyenne agissant sur l'indenteur est la même quelle que soit la taille de l'empreinte. En conséquence, la dureté doit être indépendante de la charge appliquée.[5]. Cependant, on observe, dans le domaine de la microdureté, une variation de la dureté avec la charge. La figure 3 illustre les observations sur les échantillons de TA6V et de 2024-T3. Cette variation, qui correspond le plus souvent à une augmentation de la dureté pour les faibles charges, est largement décrite dans la littérature. Elle est appelée par les Anglo-saxons "The Indentation Size Effect", ou ISE, et concorde avec la diminution de la taille de la zone plastique sous l'empreinte. Donner une valeur de dureté pour un matériau est donc insuffisant, puisque cette valeur dépend des conditions expérimentales. Il faut indiquer la charge avec laquelle la dureté a été mesurée, ou mieux exprimer la variation de la dureté avec la charge appliquée.

### III.A.1. Hypothèses concernant la variation de la dureté en fonction de la charge

De nombreuses hypothèses ont été avancées pour exprimer la variation de la dureté avec la charge dans le domaine de la microdureté. Ce domaine correspond à des diamètres d'empreinte dont les dimensions varient du micromètre à une dizaine de micromètres. Quelques hypothèses sont données ici de façon synthétique, leur développement est accessible dans les articles de Bückle [58] et de Tabor.[5, 59].



**Fig. 3 : Variation de la dureté en fonction de la charge pour le TA6V et le 2024-T3**

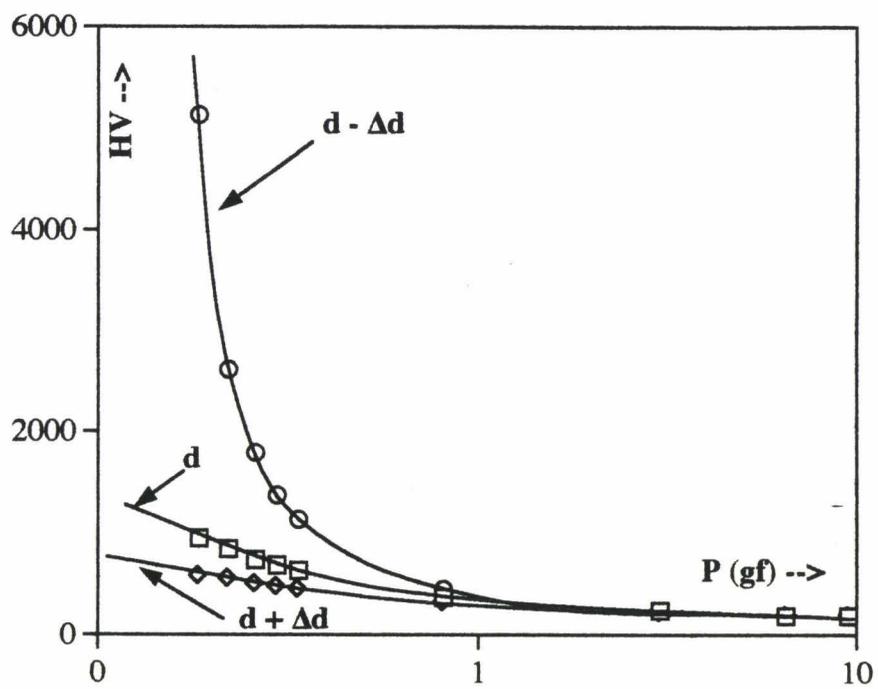
Les premières tentatives d'explication sont reliées aux conditions expérimentales :

\* il est possible de rendre responsable la limite de résolution du microscope optique avec lequel la diagonale de l'empreinte est mesurée. L'incertitude est constante, de l'ordre de  $\pm 0,5 \mu\text{m}$ , et devient proportionnellement plus importante quand la taille de l'empreinte est de l'ordre du  $\mu\text{m}$ . Par exemple, pour un matériau de dureté 800,  $d = 3,4 \mu\text{m}$  pour une charge appliquée de 5 gf ; en tenant compte de l'incertitude,  $d$  est compris entre 2,9 et 3,9  $\mu\text{m}$  soit une variation de dureté de 609 à 1102 HV. Haglung et al. [60] proposent de diminuer cette incertitude en mesurant les empreintes en microscopie à balayage et le développement de la microscopie à champ proche devrait permettre de réduire encore cette incertitude. Mott [61] suggère que les petites empreintes sont systématiquement mesurées par défaut, et que l'erreur de mesure est sensiblement constante. En fait, si nous supposons une répartition gaussienne de l'erreur sur  $d$ , on peut déterminer les bornes entre lesquelles se situent les valeurs de dureté. La figure 4 permet de constater que celles-ci ne sont pas symétriques par rapport à la valeur vraie. La borne inférieure, correspondante à  $d = d + \Delta d$ , est plus proche de la valeur vraie que la borne supérieure, correspondante à  $d = d - \Delta d$ , en particulier pour de faibles charges appliquées. Ce résultat contredit l'hypothèse de Mott,

\* l'appareil avec lequel on effectue l'essai peut également avoir sa part de responsabilités puisque l'effet des vibrations (qui augmentent la diagonale de l'empreinte - donc diminuent la dureté mesurée) devient proportionnellement plus sensible pour les faibles charges. Avec les duromètres conventionnels, il est illusoire de mesurer des duretés avec des charges inférieures à 5 gf. Il faut tenir également compte :

- des phénomènes de diffraction (on doit opérer en lumière monochromatique),
- de la vitesse de mise en charge (qui, d'après Bückle [53], doit être inférieure à  $9,1 (dP/m)^{1/2}$  -  $m$  étant la masse mobile exprimée en grammes),
- de la durée de maintien de la charge sur certains matériaux qui peut provoquer un fluage,
- de la bonne perpendicularité entre le pénétrateur et la surface de l'échantillon,

\* il est enfin possible de mettre en cause la méthode de préparation du matériau (ou l'opérateur). La surface de l'échantillon doit être polie ce qui risque d'entraîner la création de contraintes superficielles en compression - liées à l'écrouissage du matériau - donc une augmentation de la dureté [53, 58, 61]. Pour avoir un ordre de grandeur, un polissage à l'aide d'une pâte diamantée de  $1 \mu\text{m}$  provoque une perturbation du matériau sur une profondeur de  $10 \mu\text{m}$ . A l'opposé, Pethica et Tabor [62] observent une diminution de dureté - aux très faibles charges - qu'ils attribuent



**Fig. 4 : Incertitude sur la valeur de la dureté**

à un adoucissement du matériau en surface ou à la formation d'un film d'oxyde.

Cette dernière constatation nous amène à mettre en cause le matériau lui-même :

\* à l'échelle de l'empreinte le matériau est rarement homogène. Des défauts tels que les impuretés, les joints de grains et les précipités peuvent venir perturber la mesure. Pour Bückle.[53], la taille de l'empreinte doit être inférieure au cinquième du diamètre du grain. S.Takamura et S.Muira [63] observent une augmentation linéaire de la dureté en fonction de la racine carrée de la distance au joint de grain que Bückle.[53] relie à la longueur de l'empilement des dislocations émises aux joints de grains. Cependant il est généralement possible de s'affranchir de cet effet en répétant un nombre suffisant de fois l'expérience et en observant par microscopie les zones indentées. Le matériau peut également devenir hétérogène en surface si des impuretés sont ségréguées pendant des traitements thermiques éventuels,

\* la pénétration de l'indenteur dans le matériau se traduit par la somme d'une déformation plastique et d'une déformation élastique. La première entraîne une déformation permanente, lorsqu'on retire l'indenteur, ce qui permet de mesurer l'empreinte, tandis que la récupération de la deuxième entraîne une relaxation de l'empreinte.[64]. La part de la déformation élastique est proportionnellement moindre pour les faibles volumes indentés ce qui se traduit par une augmentation apparente de la dureté.[61, 65]. L'erreur peut atteindre 5% pour les matériaux fragiles [2], mais la géométrie du diamant Vickers, dont les arrêtes vives entraînent une concentration de contraintes importante, limite l'influence du retour élastique sur la mesure de  $d$ . Par ailleurs, cette concentration de contraintes peut induire la formation de fissures dans les matériaux fragiles qui affectent la mesure de la dureté [66] ; nous utiliserons cette propriété dans un prochain chapitre afin de caractériser l'adhérence d'un revêtement. Berriche [67] montre que l'influence de la charge est plus grande pour les matériaux les plus denses. Pour ces derniers, la charge critique d'apparition des fissures est faible, et Niihara.[68] assimile l'effet de taille d'empreinte à la formation de fissures de type Palmqvist [69],

\* il se produit un écrouissage pendant l'essai dont les effets ne sont pas encore bien élucidés. Il semblerait que l'énergie emmagasinée dans le réseau cristallin, sous la forme d'un champ de contraintes, diminue le libre parcours moyen des dislocations et augmente la dureté apparente du matériau,

\* pour les plus faibles charges, le volume indenté est si petit qu'il ne contient pas de dislocations ou de défauts majeurs. La déformation plastique n'apparaît que pour une charge

suffisante pour engendrer des dislocations mobiles. Il est très difficile d'activer des sources de dislocations dans un cristal parfait [70], et on peut supposer que la résistance du matériau devient égale à la résistance théorique. Gilman [4] montre expérimentalement que des matériaux ductiles deviennent très durs si aucune dislocation mobile n'est présente. Les pressions atteintes peuvent être énormes - jusqu'à 1 Mbar [4] et peuvent entraîner des changements de structure (fusion ou transformations allotropiques dans les solides). Il est bien connu par exemple que l'indentation de la glace par un couteau de patin à glace provoque la fusion de celle-ci. Cependant, l'augmentation de dureté pour les faibles charges est associée parfois à l'existence d'un film de contamination à la surface de l'échantillon. Ce film agit par ses facultés lubrifiantes qui changent le coefficient de frottement entre le diamant et le matériau pendant la pénétration [71] et non, comme on pourrait le supposer, par ses caractéristiques mécaniques propres (son épaisseur n'est que de quelques distances inter - atomiques). Par contre d'autres auteurs [72] constatent une diminution de dureté pour les très faibles charges associée à une transition dans la géométrie des dislocations émises,

\* le frottement entre le diamant et le matériau joue certainement un rôle important mais est difficile à modéliser. Lee [73] montre par simulation numérique que la dureté peut varier de 14 % en fonction du coefficient de frottement, tandis que Shi et Atkinson [74] indiquent que la nanodureté peut varier jusqu'à 50% dans le cas du cuivre recuit. Pour de l'aluminium, cette variation est estimée à 30% dans les mêmes conditions expérimentales que précédemment.

Toutes ces hypothèses ont été vérifiées expérimentalement pour quelques matériaux, mais n'ont pu être généralisées. Nous allons voir maintenant différents modèles sensés représenter la variation de la dureté avec la charge appliquée. Ces modèles sont essentiellement empiriques ou phénoménologiques, mais permettent d'émettre des hypothèses en vue d'une interprétation physique.

### III.A.2. Modèles de la variation de la dureté avec la charge

Différents modèles sont proposés dans la littérature. Dès le début du siècle, Meyer propose d'exprimer la variation du diamètre de l'empreinte (pour l'essai Brinell) en fonction de la charge à l'aide de la relation (8) :

$$P = A d^n \quad (8)$$

dans laquelle les deux paramètres A et n sont obtenus en représentant la variation de P avec la taille de l'empreinte dans une échelle bi-logarithmique (figure 5). L'indice n, appelé indice de Meyer, varie - suivant le matériau et les conditions expérimentales - entre 0,6 pour des monocristaux de tartrate de strontium [75], 1,5 pour du cuivre écroui en surface [76] ou le plan (001) du diamant monocristallin [1], 1,58 pour le plan (110) de monocristaux de  $\text{LaBO}_3$  [77] et 4 pour du Tellure de plomb [76].

En combinant cette relation avec celle de la définition de la dureté Vickers, (4), on obtient :

$$HV = 1,8544 A d^{(n-2)} \quad (9)$$

Si l'indice de Meyer, n, est égal à 2, la dureté reste constante avec la charge (la relation (9) est alors appelée la loi de Kick [78]), si n est inférieur à 2 - ce qui correspond au cas expérimental le plus fréquent - la dureté augmente lorsque la charge diminue et inversement elle diminue si n est supérieur à 2. De plus la formule (9) indique, si  $n > 2$ , que HV tend vers l'infini lorsque d augmente. Or il est bien connu que la dureté est constante dans le domaine de la macrodureté (figure 1) démontrant que la représentation de Meyer n'est valable que dans un domaine de charge limité.

En reprenant la définition de la dureté Vickers (4) et la modélisation de Meyer, différents auteurs dont Lebouvier [79] rapportent la dureté à une valeur standard notée  $HV_s$  par la relation :

$$HV = HV_s \left(\frac{d}{s}\right)^{(n-2)} \quad (10)$$

où s est la diagonale de l'empreinte pour une dureté de  $HV_s$

Sargent [76] justifie le choix de  $HV_s = HV_{10\mu m}$ , dureté correspondant à une empreinte dont la diagonale est de 10  $\mu m$ , par le fait que cette dureté est facile à obtenir pour l'ensemble des matériaux avec des charges habituelles. En regroupant les valeurs, pour un ensemble de matériaux, sur un graphique représentant n en fonction de HV, l'auteur définit un lieu géométrique (figure 6) dans lequel se situe 95 % des points.

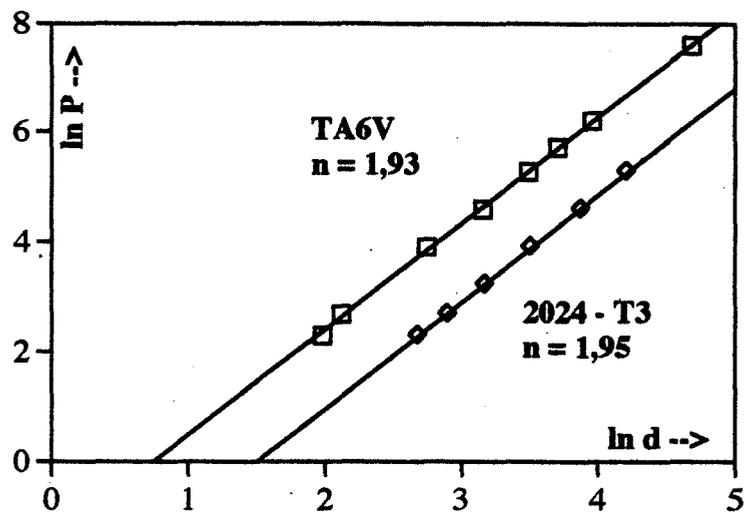


Fig. 5 : Détermination de l'indice de Meyer

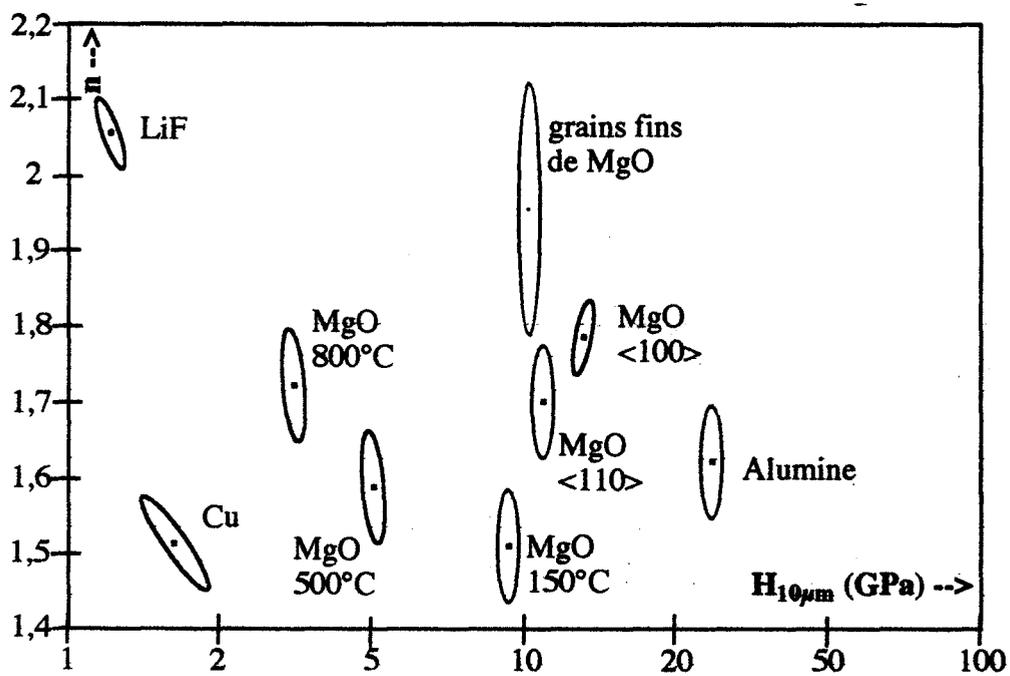


Fig. 6 : Ellipsoïdes de confiance d'après Sargent [76]

Sargent et Page [80], repris par McColm.[1] définissent ce lieu par une étude minimisant le paramètre  $S'$ , écart entre la relation de Meyer et les points expérimentaux :

$$S' = \sum [\ln(d_i) - X - Y \ln(P_i)]^2 \quad (11)$$

$$\text{avec } X = -\ln \frac{A}{n} \text{ et } Y = \frac{1}{n}$$

où  $n$  et  $A$  sont les constantes de la représentation de Meyer et l'indice  $i$  repère chaque point expérimental.

Finalement, la représentation des points expérimentaux dans le plan  $(X, Y)$  définit une ellipsoïde nommée "ellipsoïde de confiance".

De nombreuses recherches, effectuées pour trouver une signification physique à ces coefficients  $A$  et  $n$ , font le plus souvent intervenir soit les effets de l'écroutissage.[50], soit l'interaction des boucles de dislocations entre elles ou avec la surface du matériau.[71]. Cependant aucune explication ne semble convaincante et deux valeurs de  $n$  peuvent même être trouvées pour le même matériau suivant l'intervalle de charge considéré. Sargent.[76] et Sargent et Page.[80] montrent que ce comportement existe pour les polycristaux en fonction de la taille des grains. Pour des monocristaux de cassitérite [81], de rutile [82] et de  $\text{LaB}_6$  [83], Li et Bradt obtiennent une relation linéaire entre ces deux coefficients avec une valeur limite  $n = 2$  (pour les deux premiers matériaux) quand la courbe est extrapolée pour  $A = 0$  (figure 7). Ces auteurs en déduisent que la relation entre  $A$  et  $n$  est fonction de la structure du matériau. Il faut toutefois se méfier d'une explication physique pour une telle relation puisque les unités de  $A$  dépendent de la valeur du  $n$  correspondant. La relation de Meyer sert de première approximation qui n'est toutefois pas satisfaisante lorsque le domaine de variation de la charge devient trop grand. Pour ces raisons, d'autres formules ont été proposées afin de mieux rendre compte des résultats expérimentaux. Mitshe et Onitsch [84], Bernhardt [85] et Fröhlich et al. [86] proposent de représenter la variation de la charge avec le diamètre de l'empreinte non pas suivant une loi puissance, mais suivant un développement en puissances de  $d$  :

$$P = A_1 + A_2 d + A_3 d^3 \dots \quad (12)$$

où les coefficients sont reliés à la déformation élastique, au glissement cristallographique, au glissement basal ou encore aux tensions superficielles.[84].

Augmenter le nombre de paramètres, permet bien sûr d'obtenir de meilleures corrélations, mais la signification physique des paramètres est bien souvent inversement proportionnelle à leur nombre.

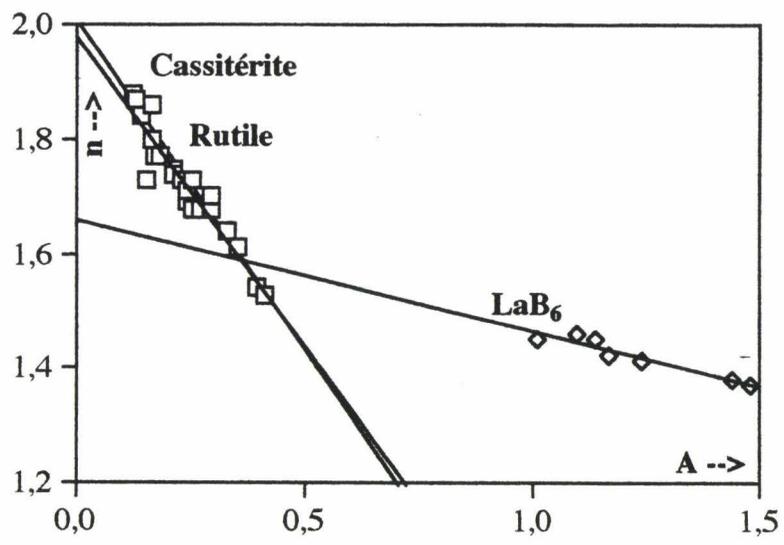


Fig. 7 : Relations entre les coefficients A et n d'après les résultats de Li et Bradt [81-83]

Hayes et Kendall [87] introduisent une constante,  $W$ , qui représente la résistance du matériau à la pénétration :

$$P = W + A d^2 \quad (13)$$

D'après cette relation, le matériau ne se déforme de façon plastique que lorsque la charge appliquée est supérieure à  $W$ . L'existence d'une valeur critique est maintenant bien établie grâce aux travaux effectués en nanodureté [88]. Tazaki et al. [89] constatent expérimentalement l'existence d'une charge critique en dessous de laquelle aucune empreinte rémanente n'est observée alors que théoriquement - d'après Pollock et al. [90] - on ne soit plus dans le domaine élastique. La relation (13) semble bien représenter le comportement des aluminates de terres rares [91], mais Li et Bradt [82] qui ont tenté de l'appliquer à des monocristaux de  $TiO_2$  et de  $SnO_2$  constatent que les valeurs de  $W$  extrapolées par régression sont trop grandes pour avoir une signification physique. Notons également que la valeur expérimentale de  $W$  peut être très faible (correspondant à une profondeur de pénétration de 26 nm pour l'or [38]) ce qui entraîne une erreur sur les dimensions de l'empreinte bien inférieure à l'incertitude de mesure. Aussi Li et Bradt [82], à la suite de Fröhlich et al. [86] proposèrent-ils la formule (14) :

$$P = A_1 d + A_2 d^2 \quad (14)$$

Cette formule ne fait intervenir que deux paramètres. Contrairement à l'équation (13), le terme correctif n'est plus constant mais augmente avec le diamètre de l'empreinte, donc avec la charge appliquée. Le coefficient  $A_1$ , serait lié à la résistance élastique du matériau indenté (module d'Young), et au frottement entre ce dernier et l'indenteur (travail fourni pour agrandir la surface de contact). Cette contribution joue un rôle uniquement aux faibles charges, et devient négligeable quand le diamètre d'empreinte est grand (domaine de la macrodureté). Le coefficient  $A_2$  correspond au terme constant de la dureté ( $HV = 1,8544 A_2$ ) et pourrait s'appeler la dureté intrinsèque du matériau. Il correspond au travail fourni pendant la déformation. Dans cette même étude, les auteurs montrent également qu'au delà d'une charge critique, la dureté devient indépendante de la charge, ce qui correspond aux observations expérimentales. Combinons maintenant cette dernière équation avec (4). Nous obtenons ainsi :

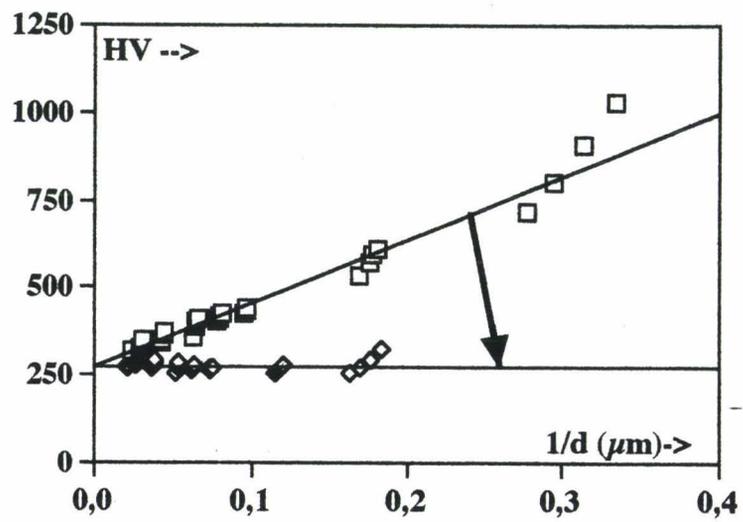
$$HV = 1,8544 A_1/d + 1854,4 A_2 \quad (15)$$

qui est équivalente à (16) :

$$HV = H_0 + B/d \quad (16)$$

avec  $H_0 = 1854,4 A_2$  et  $B = 1854,4 A_1$

Cette dernière représentation utilisée aussi bien en dureté Knoop [92] qu'en dureté Vickers [93,94] peut être validée en représentant la variation de la dureté en fonction de l'inverse de la diagonale de l'empreinte. Nous constatons effectivement sur la figure 8 une variation linéaire de la dureté en fonction de  $1/d$  dans tout le domaine de charge étudié (de 5 gf. à 50 Kgf.). Iost et al. [95] ont montré que la relation (16) permet de mieux rendre compte des résultats expérimentaux que la relation (8) qui ne s'applique que dans un domaine restreint de charge. Cette représentation linéaire présente aussi l'avantage de pouvoir exprimer facilement la dureté d'un matériau et sa variation avec la charge. Deux valeurs seulement sont nécessaires :  $H_0$  qui est appelée la dureté intrinsèque du matériau (valeur qui correspond à la macrodureté que l'on sait être indépendante de la charge) et la pente,  $B$ , qui représente la variation de la dureté avec la charge appliquée. Pour différents auteurs [93, 96, 97], la correction nécessaire pour obtenir une dureté constante consiste à ajouter une constante à la diagonale de l'empreinte. Cette correction correspond au retrait élastique [92] ou à la résolution du système optique de mesure [96]. Nous avons vu que plusieurs hypothèses ont été émises concernant cette effet de la charge. Nous allons voir dans le prochain paragraphe que la formation d'un bourrelet - au bord de l'empreinte de dureté - peut à lui seul expliquer cette variation.



**Fig. 8 : Variation de la dureté du TA6V en fonction de l'inverse de la diagonale (16) et représentation de la dureté corrigée à partir de  $d_c$  (18)**

## III.B. INFLUENCE DE LA FORMATION D'UN BOURRELET SUR LA VARIATION DE LA DURETE AVEC LA CHARGE APPLIQUEE

### III.B.1. Forme de l'empreinte de dureté

Tabor.[5], Bückle.[58] ainsi que Meyers et al. [98] ont montré que la forme de l'empreinte de dureté est directement reliée au comportement plastique du matériau qui à l'état écroui peut être modélisé comme idéal rigide plastique (déformation élastique négligeable et limite d'élasticité constante). Au cours de l'indentation la déformation s'effectue dans un volume constant. La matière déplacée est refoulée le long des faces de l'indenteur provoquant un bourrelet. Le comportement des matériaux recuits est nettement différent car la pénétration de l'outil provoque d'abord un écrouissage du matériau. La couche déformée plastiquement se déplace ensuite en avant de l'indenteur, ce qui correspond à une augmentation des dimensions de ce dernier, et une légère dépression peut être observée sur les bords de l'empreinte. Pour les polycristaux, ces différentes géométries laissées par l'empreinte à la surface de l'échantillon ont clairement été mises en évidence par micrographie en contraste interférentiel par Bückle.[58]. Pour les monocristaux la géométrie est plus complexe, puisque la déformation plastique dépend en plus de l'orientation cristallographique. Dans les deux cas, Tabor.[59] préconise de mesurer la surface indentée réelle plutôt que de la calculer à partir du diamètre de l'empreinte. Rowe.[99] utilise pour cela une table à digitaliser, mais cette mesure est délicate, et les résultats sont difficiles à interpréter.

Les cristaux qui solidifient à basse température sont généralement plus mous et peu sensibles à la vitesse de déformation. Ils activent des systèmes de glissement secondaires qui provoquent de grands volumes de déformation autour de l'empreinte, si bien que  $n$  est voisin de 2.[76]. Les observations de Dugdale [100], Kalpakjian [101], Woodward [102], Bhasin et al. [103], montrent que l'écrouissage du matériau a pour effet de diluer les déformations et de changer la forme du bourrelet sans modifier profondément les modes de déformation.

### III.B.2. Revue bibliographique des observations effectuées sur le bourrelet

Les premières mesures du bourrelet ont été effectuées pour des essais de dureté Brinell ou Rockwell. Les raisons en sont évidentes : les charges appliquées sont très élevées (jusqu'à 3000 Kgf), et la taille du bourrelet peut atteindre 50  $\mu\text{m}$  [64, 104]. Cette hauteur a été mesurée et modélisée par Francis [105] et Mathews [106] pour l'essai Brinell. Pour Francis, le bourrelet apparaît à partir d'une déformation critique, et le rapport de sa hauteur sur la profondeur de l'empreinte varie ensuite de façon linéaire avec le facteur  $\Phi = (2 h/d_0) (E/\sigma)$  où  $h$  est la profondeur de l'empreinte et  $d_0$  son diamètre. Pour Mathews, le rapport  $h/d_0$  ne dépend que de l'indice de Meyer (mais nous avons vu que le domaine de validité de cet indice est limité) et est constant pour un même matériau. Pour un indenteur sphérique, Tirupataiah et Sundarajan [64] obtiennent des résultats voisins de ceux de Francis. Mais il faut remarquer que la précision dans la mesure de la hauteur du bourrelet est de deux ordres de grandeur inférieure à celle que nous utilisons dans cette étude ( $\pm 2 \mu\text{m}$  au lieu de  $\pm 0,02 \mu\text{m}$ ) ce qui explique que ces auteurs n'observent pas les bourrelets pour les petites charges. Les expériences récentes de Yokohata et Kato [38] (nanodureté effectuée sur de l'or à l'aide d'un diamant Berkovich) confirment que le bourrelet est visible pour des empreintes inférieures au  $\mu\text{m}$ . Nous avons effectué les mêmes constatations pour le TA6V [107].

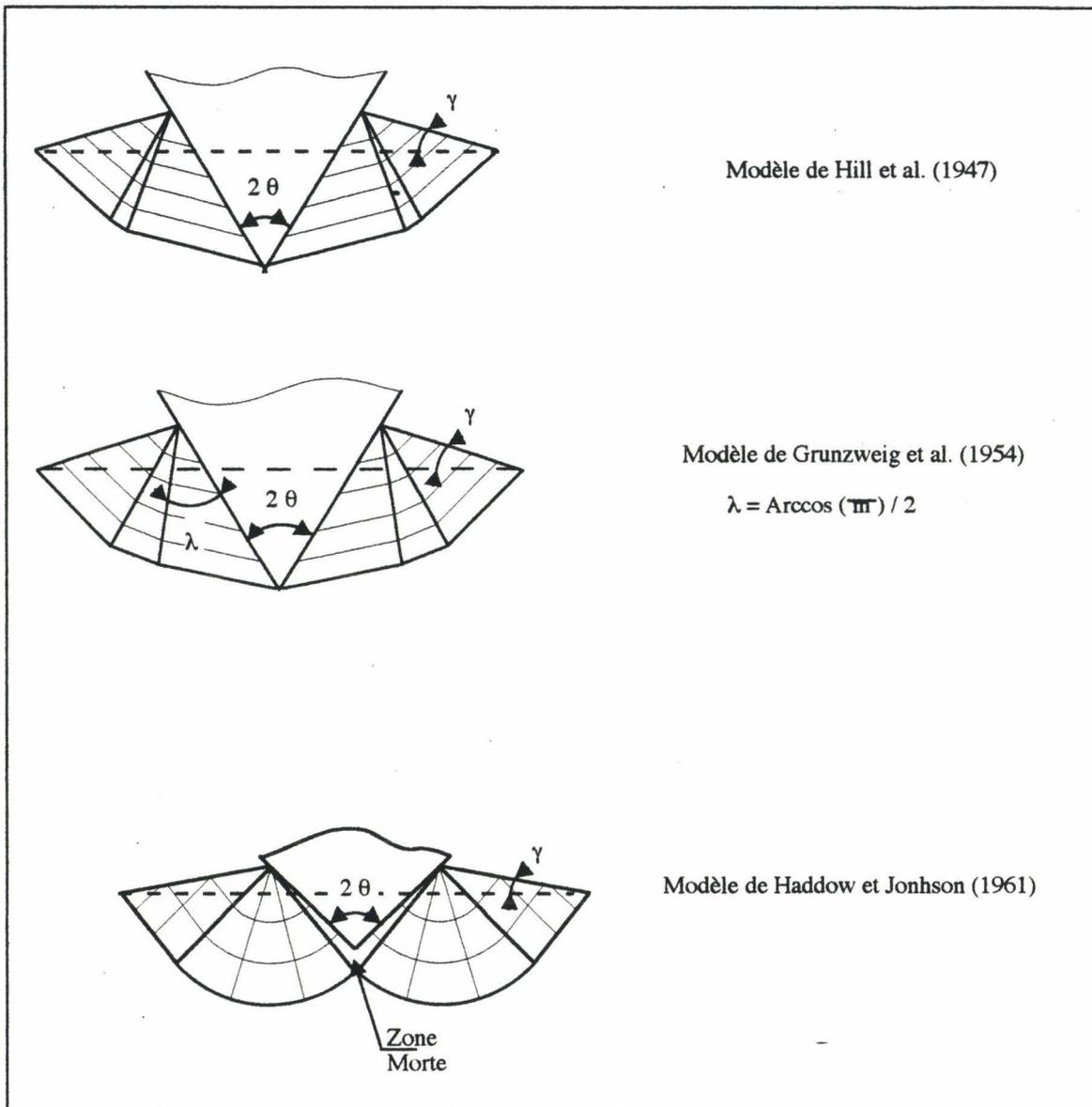
Pour des indenteurs en forme de cône d'angle au sommet  $100^\circ$ , le rapport de la hauteur du bourrelet sur la profondeur de l'empreinte est constant [108] et dépend de la plasticité du matériau. Pour des aciers, des alliages d'aluminium ou d'autres matériaux, le rapport de la hauteur du bourrelet sur le diamètre de l'empreinte diminue lorsque la ductilité (déformation à la striction) augmente. Plus récemment, Jaramillo et al. [109] observent une variation semblable pour des indenteurs en forme de lames de couteaux d'angle au sommet  $30^\circ$ . Indépendamment du matériau, le rapport de la hauteur sur la largeur du bourrelet varie de façon exponentielle avec la déformation à la striction : plus les matériaux sont durs, plus le bourrelet est important. Cela est dû au fait que ce type d'indenteur introduit une déformation moyenne constante dans la zone de la déformation plastique, indépendante de la profondeur de pénétration donc de la charge.

### III.B.3. Modélisation du bourrelet

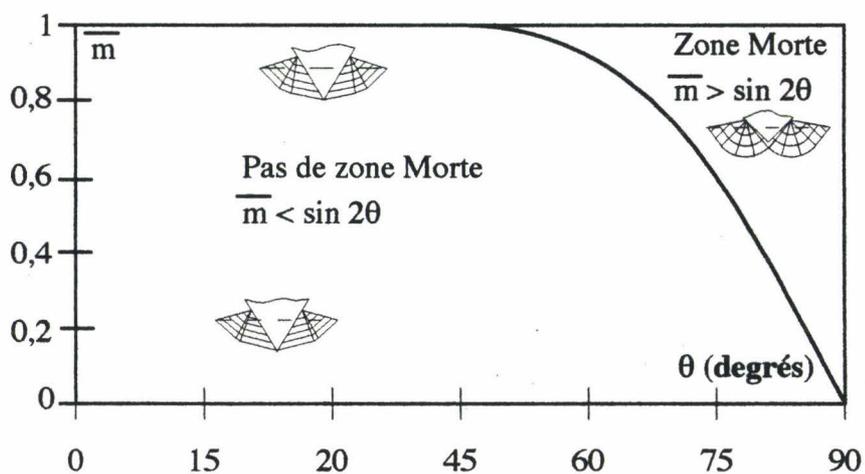
Plusieurs modélisations de l'essai Vickers ont été effectuées pour des matériaux massifs ou revêtus en remplaçant l'indenteur par un dièdre. Lee [73] puis Lebouvier [79] font une synthèse des différents travaux de Hill et al. [110], de Grunzweig et al. [111] et de Haddow et Johnson [112, 113] (figure 9). Les travaux de Hill furent repris par Bhasin et al. [103] pour la détermination expérimentale des lignes de glissement établies par ce premier modèle. Woodmard [102] détermine les champs de contraintes lors de l'indentation par un dièdre dont il fait varier l'angle au sommet, mais ne prend pas en considération le frottement entre l'indenteur et le matériau.

Lebouvier [79] compare la validité des modèles par la valeur du coefficient de frottement selon Tresca,  $\bar{m}$ , relié au demi - angle au sommet de l'indenteur,  $\theta$  (figure 10). Si  $\bar{m}$  est supérieure à  $\sin 2\theta$ , on privilégiera le modèle de Haddow et Johnson contrairement à celui de Grunzweig qui ne permet pas un champ de contraintes dans des zones non - déformées. Si le coefficient de frottement est inférieur à cette valeur critique, les deux modèles sont donc admissibles, avec toutefois une restriction pour le modèle de "la zone morte" pour lequel  $\theta$  doit être supérieur à  $45^\circ$ . Deux modèles sont donc possibles et ce qui contredit la loi d'unicité de Hill. Cette contradiction n'est qu'apparente car les conditions aux limites ne sont pas toutes imposées notamment la forme du bourrelet. Les essais de simulation effectués sous le logiciel Forge2 mettent en évidence la limite définie (figure 11). La géométrie du diamant Vickers impose  $\theta = 68^\circ$ , le paramètre de l'étude est le coefficient  $\bar{m}$  variant de 0 à 1 en passant par la valeur critique de 0,7. Ce logiciel a permis de simuler en deux dimensions l'indentation d'un matériau, ici un acier de type XC 35, afin de mettre en évidence les zones de déformations plastiques. Nous retrouvons l'existence d'une zone morte, conformément aux résultats de Lebouvier. Ces simulations permettront également l'étude des paramètres influençant l'essai de dureté dans la dernière partie de ce chapitre.

Pour un diamant Vickers l'angle du bourrelet,  $\gamma$ , est de  $7^\circ$  d'après le modèle de Hill. En introduisant un coefficient de frottement de 0,3, le modèle de Grunzweig donne un angle de  $5,8^\circ$  et celui de Haddow et Johnson un angle de  $3^\circ$ , nous verrons par la suite qu'il n'est pas possible de déterminer un tel angle  $\gamma$ .

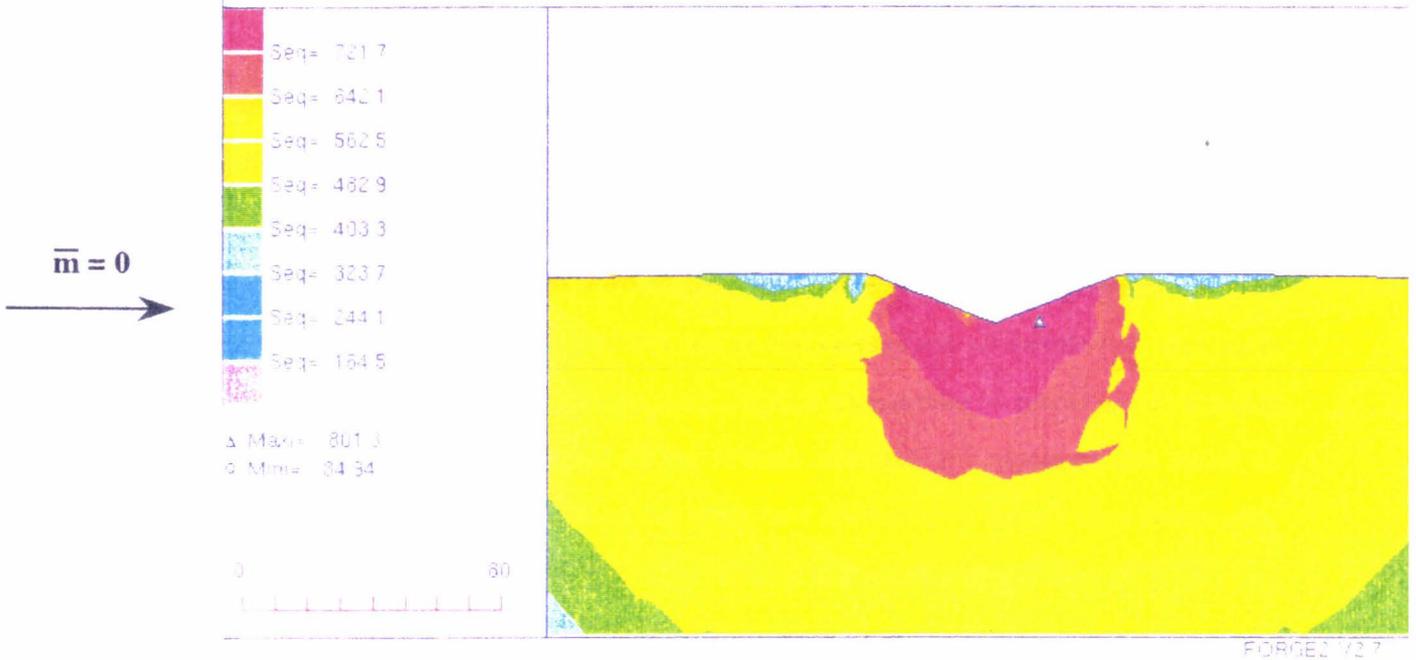


**Fig. 9 : Modélisation de l'indentation par un dièdre**

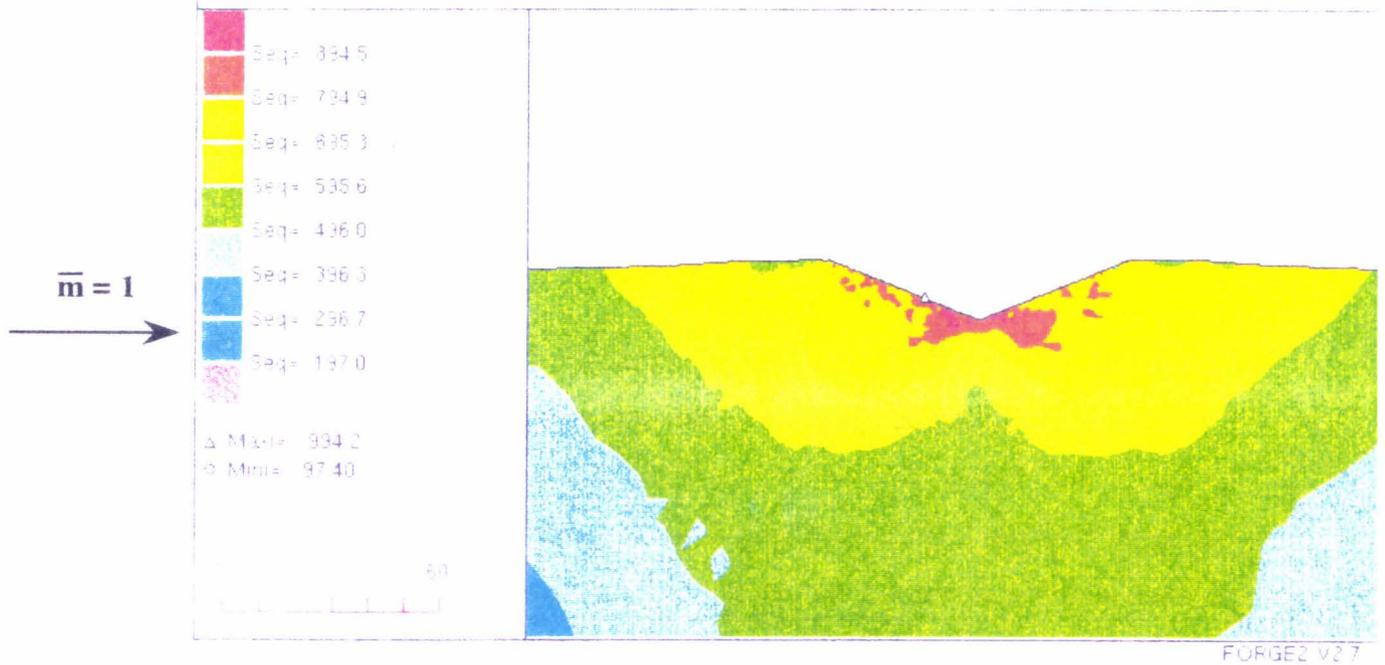


**Fig. 10 : Domaines de validité des modèles d'indentation**

ISO VALEURS DE CONTRAINTE SIGMAequivalente (Mpa)  
 INCR CALCUL No 70 h = 1.659(mm) t = 1410(s) FICHER elp2.don



ISO VALEURS DE CONTRAINTE SIGMAequivalente (Mpa)  
 INCR CALCUL No 140 h = 1.668(mm) t = 1401(s) FICHER elp2.don



**Fig. 11 : Simulations d'indentation d'un matériau massif par un indenteur Vickers à l'aide du logiciel Forge2**

### III.B.4. Influence sur la dureté

Si la variation de la dureté avec la charge appliquée n'est qu'un artefact, cela signifie que la mesure est entachée d'une erreur systématique qu'il convient de corriger. Hayes et Kendall [87] puis Li et Bradt [82] ont effectué une correction sur la charge. On peut également effectuer une correction sur le diamètre de l'empreinte. Cela rejoint l'hypothèse de Mott [61] qui avait supposé que la mesure de la diagonale de l'empreinte comprenait une erreur systématique dont l'ordre de grandeur dépend du pouvoir de résolution du microscope optique. Mais cette correction est souvent insuffisante pour que la dureté soit constante. Par exemple, dans le cas du composé intermétallique  $\delta$  obtenu pendant la galvanisation de l'acier, la correction à apporter sur le diamètre de l'empreinte serait supérieure à 2  $\mu\text{m}$  [95] et ne peut être imputable à la seule incertitude sur la mesure de la diagonale de l'empreinte. Nous avons mesuré la diagonale de l'empreinte de façon plus précise qu'en microscopie optique, en microscopie électronique à balayage, en microscopie confocale à balayage laser ou par microscopie à champ proche et la dureté n'est pas constante pour autant.

La représentation de la dureté avec l'inverse du diamètre de l'empreinte (figure 8) suggère une correction "mathématique" [114, 115]. Si  $HV_c$  est la dureté corrigée, constante quelque soit la diagonale de l'empreinte donc égale à  $H_0$ , nous obtenons :

$$\frac{HV}{HV_c} = \frac{d_c^2}{d^2} = 1 + \frac{B}{H_0 d} \quad (17)$$

En utilisant cette relation et la définition de la dureté Vickers (4), on introduit une diagonale corrigée "mathématiquement", notée  $d_c$ , dont l'expression est obtenue directement par :

$$d_c^2 = d^2 + \frac{B}{H_0} d \quad (18)$$

Connaissant  $H_0$ , ordonnée à l'origine ou macrodureté du matériau, et la pente  $B$ , on obtient la correction de la diagonale de l'empreinte. Celle-ci n'est pas constante et varie avec la charge.

La signification physique de cette correction peut être illustrée par le schéma de la figure 12 proposé par Farges et Dégout [115]. Ce bourrelet, dû au déplacement de matière pendant l'indentation et à la restauration élastique, entraîne une surface de contact entre l'indenteur et le matériau supérieure à celle obtenue par la mesure de la diagonale de l'empreinte (puisque les contraintes de cisaillement très importantes aux coins de l'indenteur font que cet effet y est nul [5]). La surface de contact étant plus grande que prévue, la dureté du matériau est en réalité plus faible que celle qui est mesurée, ce qui

permet d'expliquer la variation de la dureté avec la charge si l'effet relatif est d'autant plus marqué que la charge appliquée est faible. A partir de la modélisation géométrique proposée (figure 12), la surface réelle de contact se détermine à partir de la surface obtenue par la lecture de la diagonale en y ajoutant celle des bourrelets paramétrée par leur largeur,  $f$ . En reprenant la définition de la dureté Vickers, on introduit les paramètres  $f$  et  $d$  permettant l'obtention de HV. Par analogie avec la formule (4), la diagonale corrigée "géométriquement", notée  $d'$ , peut être introduite :

$$d'^2 = d^2 + 4 f d \sqrt{2} \quad (19)$$

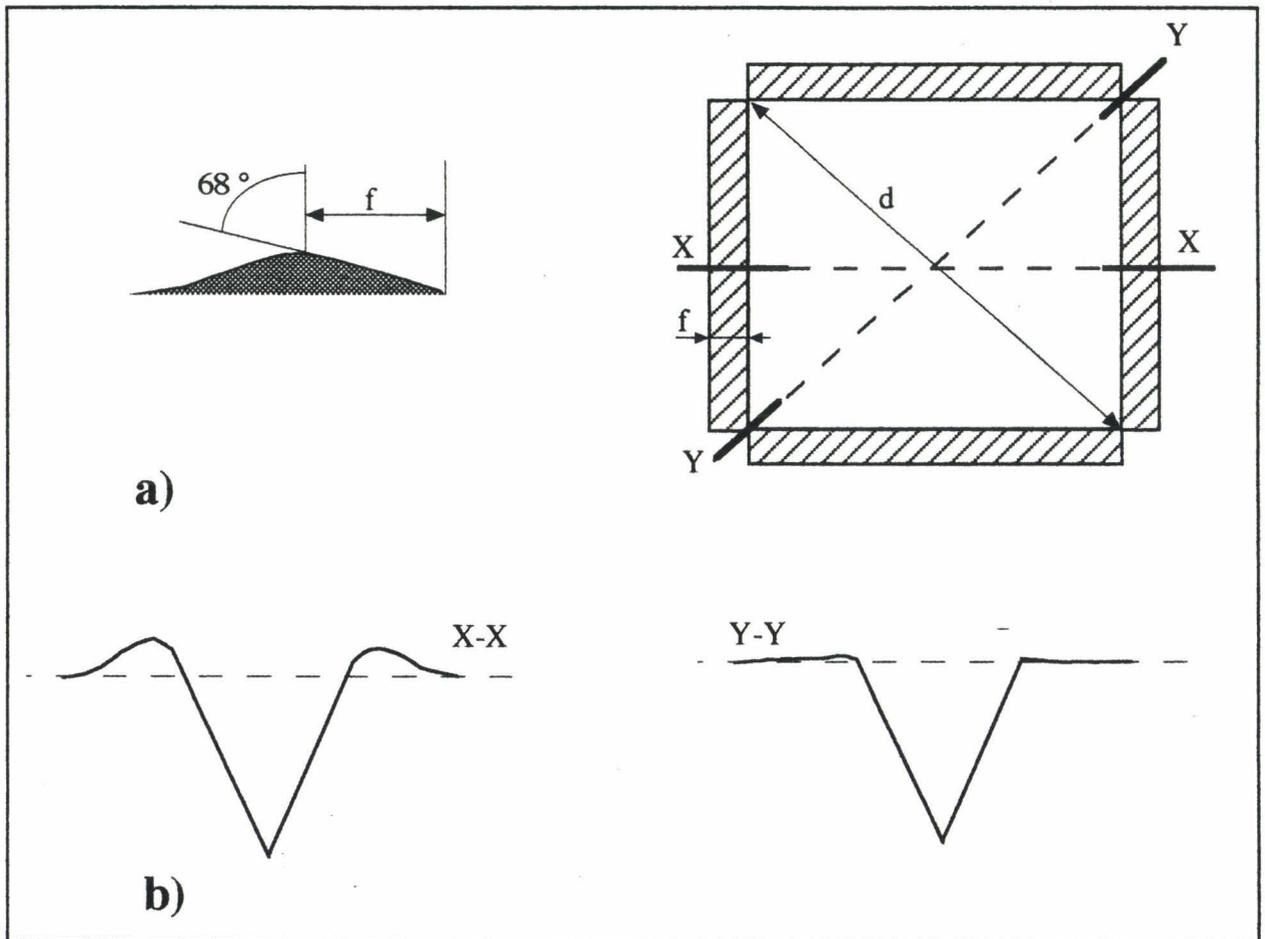
Pour vérifier ce modèle, nous avons effectué des observations du bourrelet et la mesure de celui-ci en microscopie électronique à balayage et en microscopie confocale à balayage laser.

### III.B.5. Expérimentation

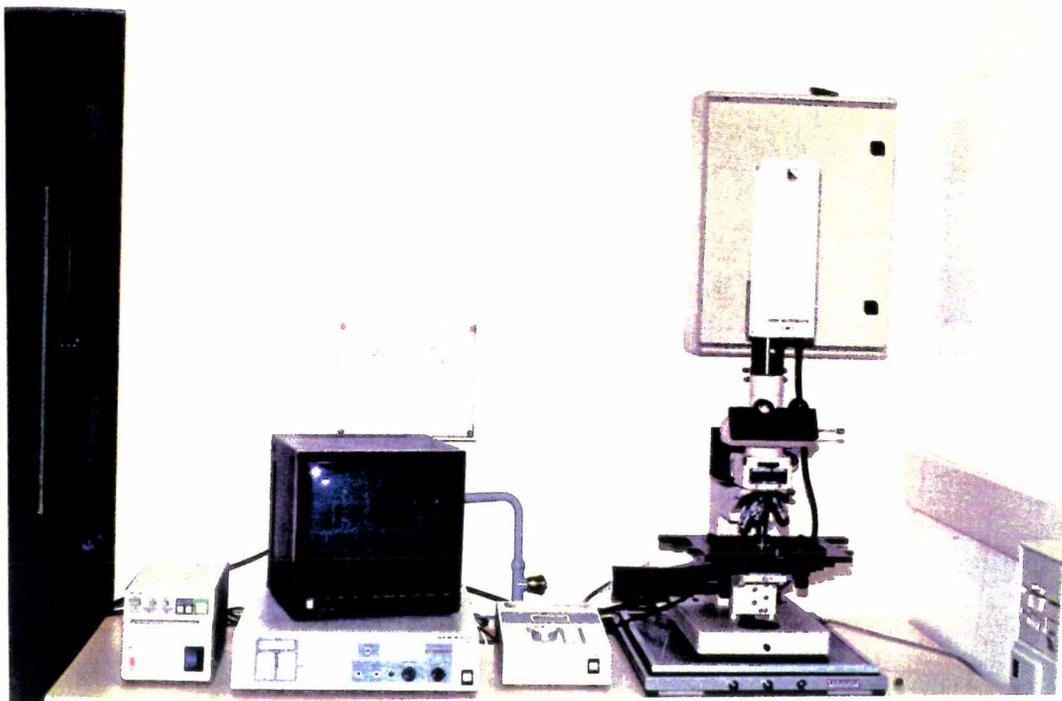
Le bourrelet, engendré par une empreinte de dureté Vickers, est observé à l'aide du microscope confocale (figure 13). Ce microscope a comme particularité de pouvoir relever, sans contact mécanique, un profil d'une surface de l'échantillon. De part son absence de profondeur de champ (figure 14), un balayage entre les références haute et basse permet de mesurer les coordonnées des points formant le profil de la surface. L'acquisition s'effectue sans contact mécanique avec la surface de l'échantillon, donc sans le lissage engendré par un palpeur mécanique. Cet appareil permet d'observer une surface de  $50 \times 50 \mu\text{m}$  pour un grossissement de 4800. Les profils relevés selon la diagonale et perpendiculairement aux cotés de l'empreinte confirment les hypothèses sur la formation du bourrelet (figure 15).

Le profil acquis est contenu dans un plan  $(x, y)$  à  $z$  constant (figure 16). Le déplacement selon l'axe  $z$  permet d'effectuer des coupes de la surface et de restituer une image tridimensionnelle de l'échantillon. La résolution en  $x$  et en  $z$  est de  $\pm 0,2 \mu\text{m}$ , celle selon l'axe  $y$  est de  $\pm 0,02 \mu\text{m}$ . Ces résolutions ont été vérifiées statistiquement et un étalonnage régulier est effectué à l'aide d'un réseau micrométrique.

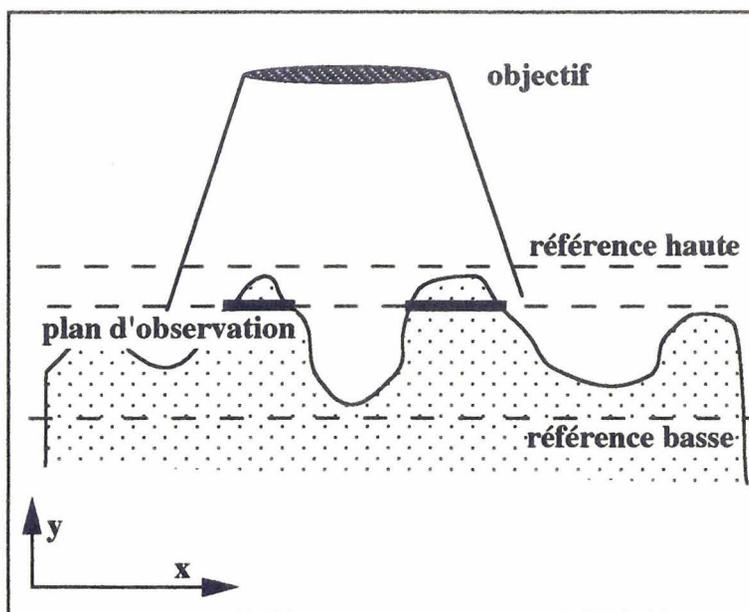
L'observation du bourrelet, pour l'ensemble des charges, est systématique pour l'échantillon de TA6V, et des mesures sont également effectuées sur l'alliage d'aluminium 2024-T3, un acier XC 38 et un acier XC 80 pour armature de précontrainte. Des essais sur des intermétalliques de couches de galvanisation et sur des matériaux à outils permettent également de conforter les résultats obtenus.



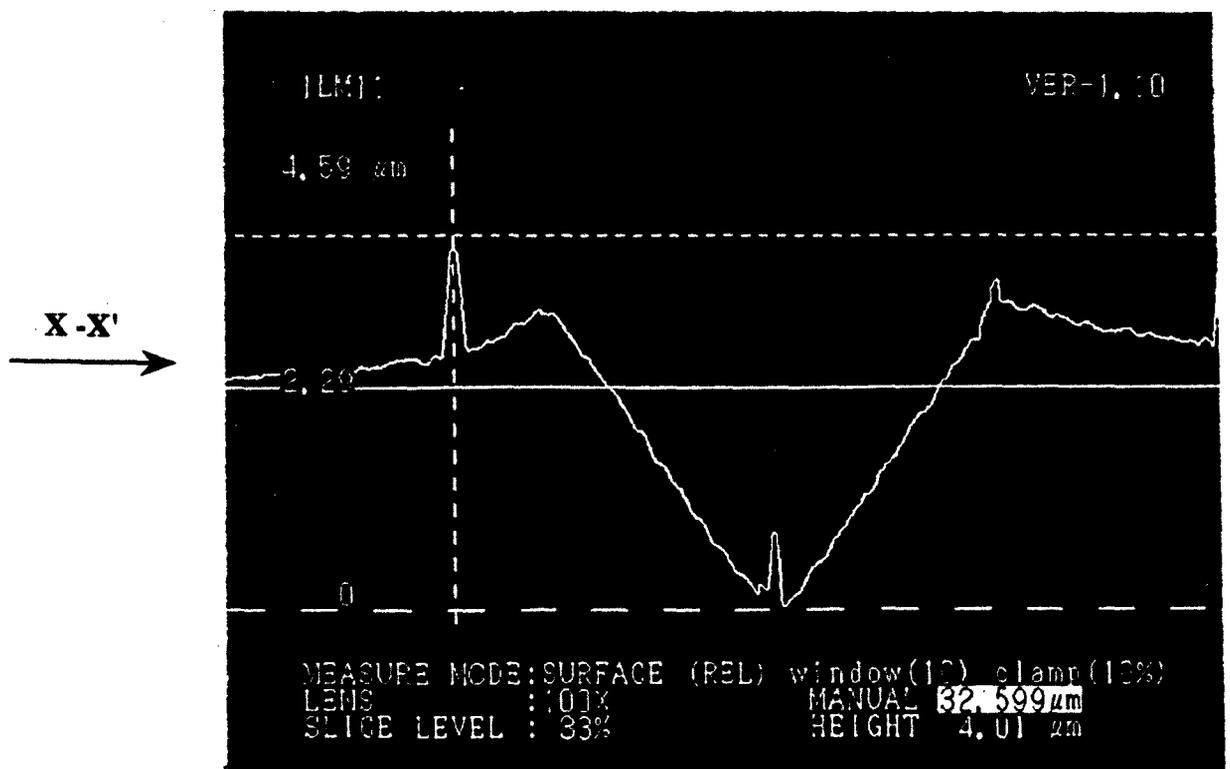
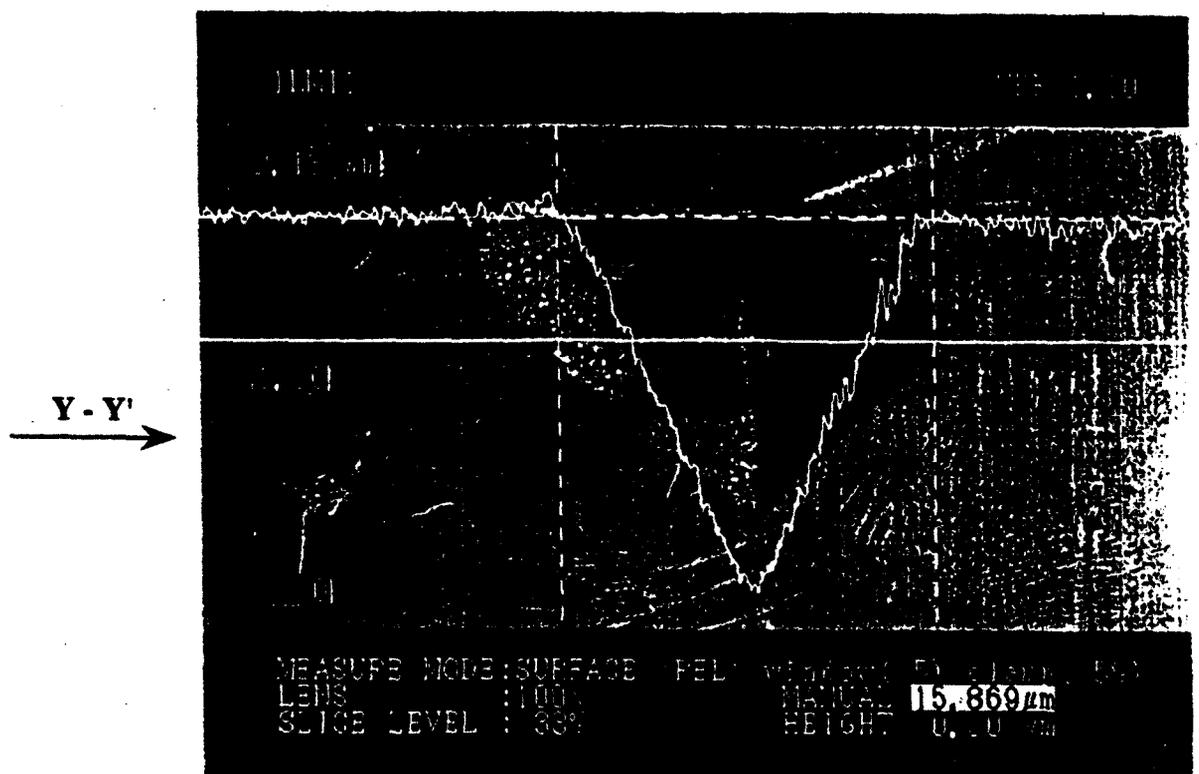
**Fig. 12 : a) Modélisation de la géométrie du bourrelet [114-115]  
b) Profils de la surface après indentation**



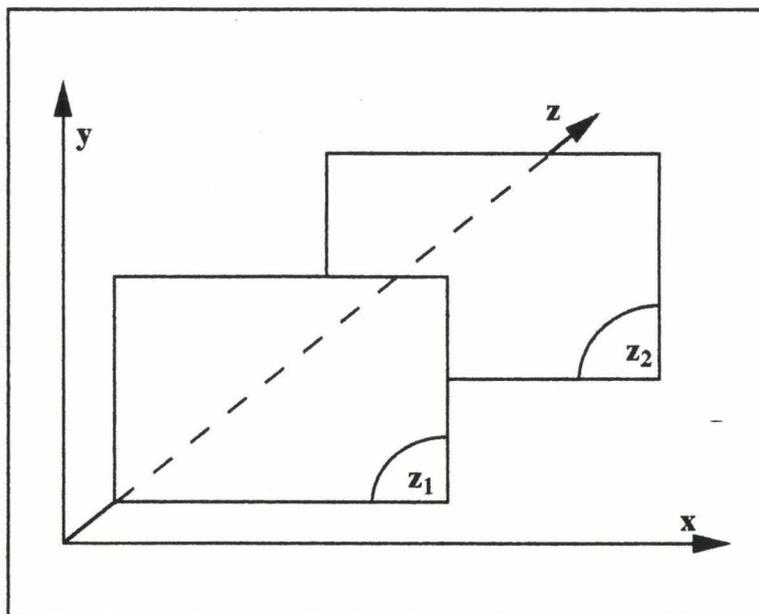
**Fig. 13 : Vue d'ensemble du microscope confocale à source laser**



**Fig. 14 : Principe d'acquisition d'un profil par le microscope confocale**



**Fig 15 : Profils acquis le long de la diagonale et perpendiculairement aux faces de l'empreinte Vickers pour un échantillon de TA6V**



**Fig. 16 : Mise en place du repère d'acquisition des profils**

### III.B.6. L'outil informatique

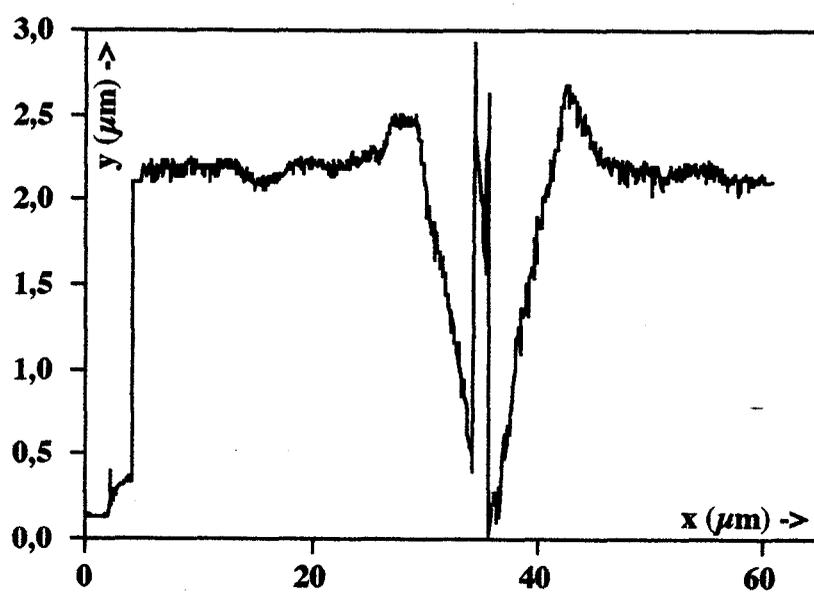
Le profil brut provenant directement de l'acquisition du microscope est illustré sur la figure 17. Il est décrit par un fichier hexadécimal de forme :

```
Three dimensional picture file
15
W
W 09 09 09 08 08 09 0A 09 08 08 08 09 09 09 09
W 09 09 09 09 0A 09 09 09 09 09 08 08 08 08 07
W 08 08 08 0E 1B 15 0D 14 13 0F 14 13 13 14 13 15
.....
.....
W 88 8A 8A 8B 87 8C 8A 88 88 88 87 8C 88 87 8A 86
W 85 8A 8A 88 87 87 8A 88 88 88 87 8A 8A 87 88 86
W 87 87 87 87 87 87 87 87 87 87 87 87 87 87 87
S2703040
A,1101012,1301012,2010051,2000002,2000001
R0003.8019
H0000.0597
```

Il comporte le nombre de profils acquis, ici 15 profils, les valeurs hexadécimales en fin de fichier sont les échelles selon les axes. Pour étudier la forme du bourrelet de façon systématique, l'outil informatique est indispensable afin d'augmenter la vitesse de dépouillement.

La première étape est la traduction en décimale du fichier hexadécimal. A l'aide des informations précitées, le fichier prend la forme :

```
15 1023
0.059700 0.134185 0.597000
0.119400 0.134185 0.597000
0.179100 0.134185 0.597000
.....
.....
60.953700 2.012771 8.955000
61.013400 2.012771 8.955000
61.073100 2.012771 8.955000
x y z
```



**Fig. 17 : Profil "brut" acquis directement par le microscope confocale**

Le nombre de profils, le nombre de points retenus par profil, les coordonnées (x, y, z) des points deviennent directement lisibles par les logiciels de D.A.O. tels qu'Autocad ou bien Euclid. Il est nécessaire de traiter ces fichiers en trois étapes :

- \* suppression des pics, qui correspondent aux artefacts du laser,
- \* lissage du profil,
- \* suppression des points non significatifs.

### III.B.6.a. Suppression des pics

Une observation générale et rapide des profils met en évidence le problème de la variation brutale des cotes, qui se traduit par un "pic" sur le profil acquis (figure 18). Ce pic est brutal selon l'axe y et s'étend sur peu de points, c'est à dire que le gradient, traduit par la différence entre les extremum en y supérieure à une limite nommée "Critère", est important :

$$|y_{\min} - y_{\max}| \geq \text{Critère} \quad (20)$$

La valeur "Critère" est bien sûr fonction du nombre de points, N, selon l'axe x. Avec l'hypothèse de 1024 points retenus par profil, l'algorithme de lissage peut donc être exprimé :

```

pour j variant de 0 à 1023
  pour i variant de j à j + N
    si |y[j] - y[i]| > Critère
      alors si |y[j] - y[j + N]| <= Critère
        alors interpolation linéaire entre j et j + N
        sinon aucune modification
      fin de si
    sinon aucune modification
  fin de si
fin de pour
fin de pour
  
```

Il est à noter que les algorithmes sont donnés, dans le but d'une meilleure compréhension, pour des valeurs consignées dans des tableaux. En réalité la programmation s'effectue avec des pointeurs pour accélérer l'exécution et pour les problèmes de taille de la mémoire ; mais le principe de l'algorithme reste le même.

Les valeurs retenues expérimentalement pour N et Critère sont :

$$N = 30 \text{ points}$$

$$\text{Critère} = 0,5 \mu\text{m}$$

Utilisant cet algorithme le profil "brut" prend alors la forme de la figure 19.

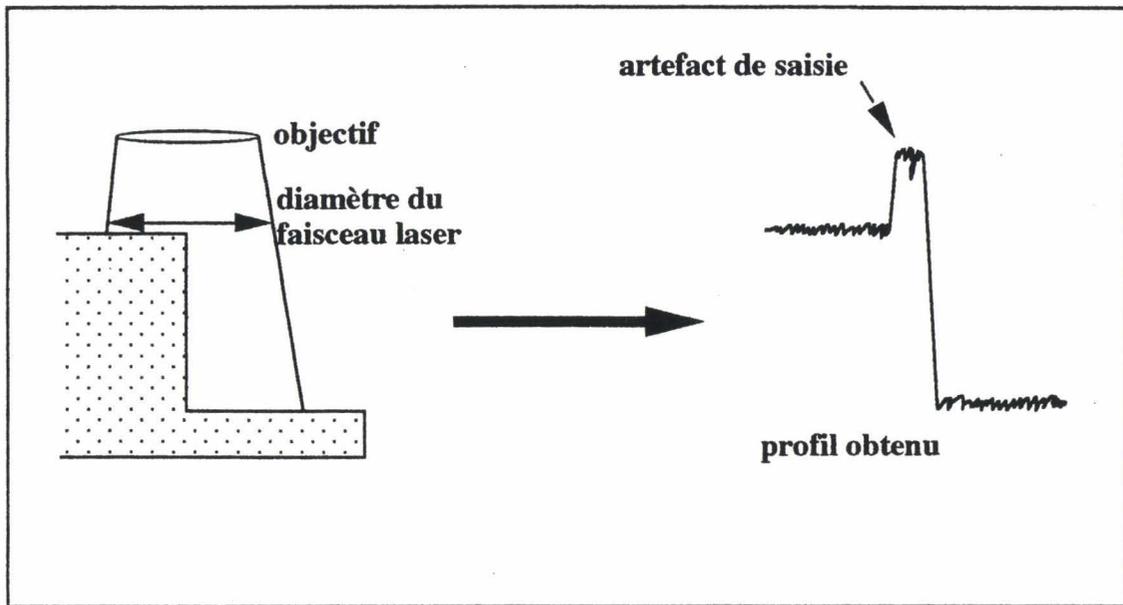


Fig. 18 : Mise en évidence de l'artefact du microscope confocale à source laser.

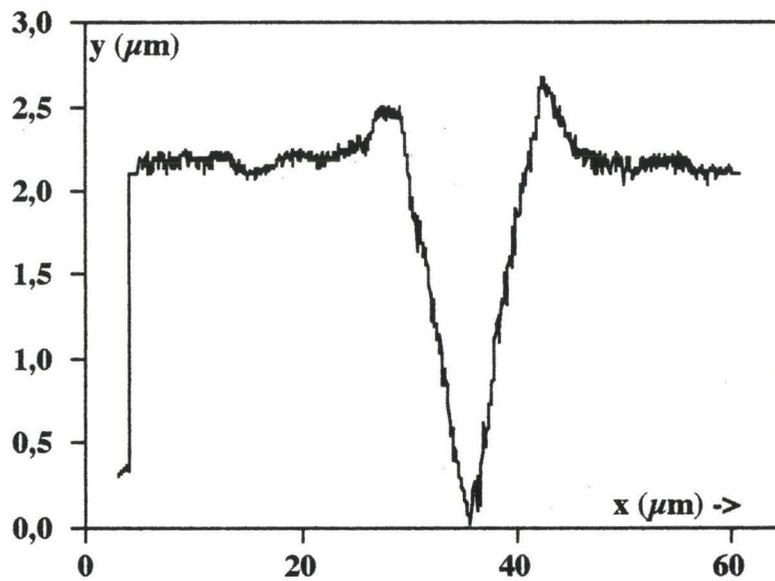


Fig. 19 : Profil obtenu après la suppression des pics

### III.B.6.b. Lissage des profils

Un lissage est nécessaire afin de s'affranchir du bruit existant lors de l'acquisition du profil. Diverses méthodes sont possibles, analyse spectrale de Fourier ..., mais nous retenons pour sa simplicité de programmation la méthode du lissage par la moyenne. En fait la valeur,  $y$ , du point d'indice  $i$  est remplacée par la moyenne des  $n$  points précédents et des  $n$  points suivants le point considéré. En reprenant les hypothèses précédentes, l'algorithme prend la forme :

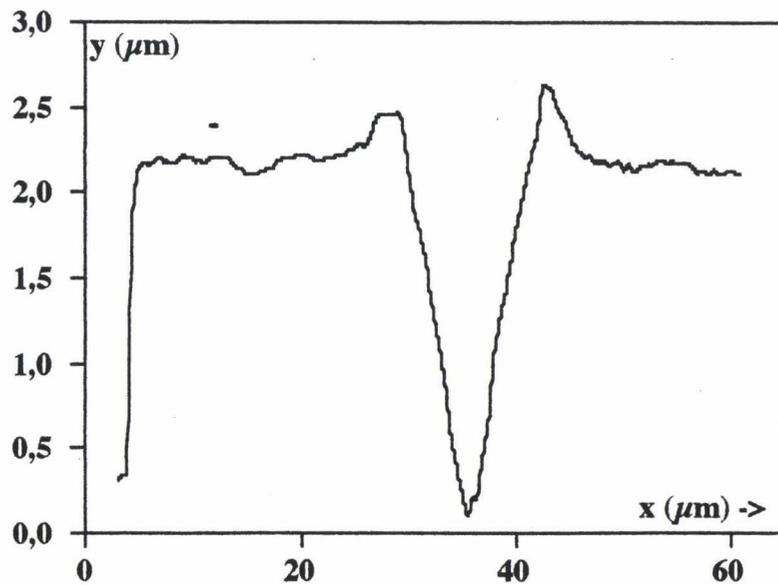
```
pour i variant de 0 + n à 1023 - n
  pour j variant de - n à + n
    somme = 0;
    pour l variant de i - j à i + j
      somme = somme + x[l];
    fin de pour
    x[i] = somme / (2n + 1);
  fin de pour
fin de pour
```

L'application de cet algorithme au profil - "exemple" précédant est illustrée sur la figure 20.

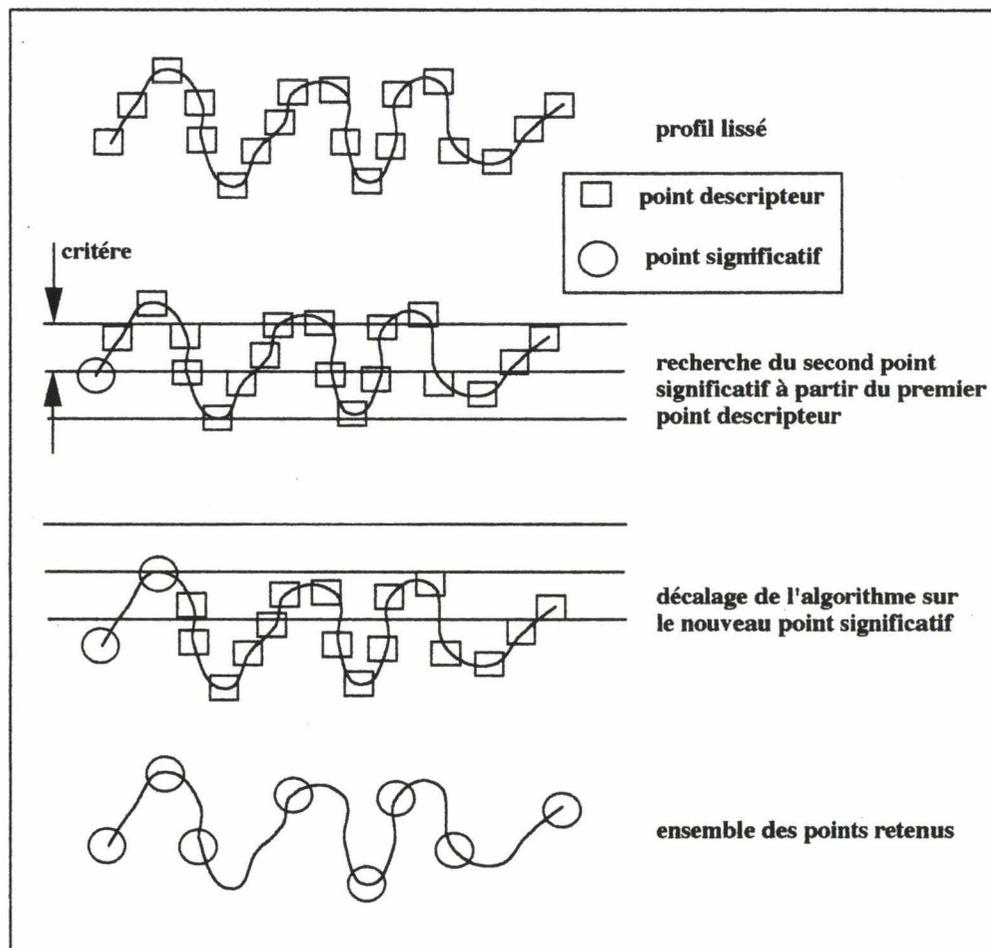
### III.B.6.c. Suppression des points non significatifs

Une fois que les traitements qui précèdent sont effectués, le profil contient toujours 1024 points et la taille du fichier est de 500 Ko. Aussi, dans le but de diminuer cette taille et de faciliter le traitement qui suit, une suppression des points non significatifs est effectuée. Cette méthode est basée sur la méthode connue des mathématiciens sous le nom de "méthode du boyau" (figure 21). Elle consiste à supprimer les points qui se situent à l'intérieur d'un boyau de rayon "critère" et centré sur le point d'indice  $i$ . L'algorithme correspondant s'écrit :

```
i = 0;
conserver le point d'indice 0;
tant que i <= 1023
  tant que (|y[j] - y[i]| < critère) ou (j < 1023)
    j = j + 1;
  fin de tant que
  conserver le point d'indice j;
  i = j;
fin de tant que
```



**Fig. 20 : Profil obtenu après lissage des points.**



**Fig. 21 : Principe de la méthode de suppression des points non - significatifs.**

La valeur de "critère" est le paramètre d'entrée de l'algorithme, en général elle est de  $0,02 \mu\text{m}$ , ce qui correspond à l'incertitude du confocale. La programmation de l'algorithme est aisée dans la continuité de la philosophie des deux algorithmes précédents. D'autres méthodes de suppression de points existent, notamment celle de Sequeria [116]. Le profil est tout d'abord décrit par les points extrêmes formant la première droite. Ensuite la distance maximale du profil par rapport à cette droite permet de retenir un point significatif du profil, la droite initiale est donc scindée en deux (figure 22). De nouveau la distance maximale est recherchée indiquant un point supplémentaire décrivant de façon significative le profil. Cette opération est répétée jusqu'à ce que la distance maximale entre le profil et la droite brisée soit inférieure à une valeur critique.

Cette méthode est plus restrictive au point de vue du nombre de points. Le "boyau" est facile de mise en oeuvre et réduit d'un facteur 4 les points d'un profil. Ce facteur est satisfaisant compte tenu du but de l'étude en cours. Néanmoins la méthode utilisée peut être optimisée afin de considérer l'orientation éventuelle du profil par rapport à l'axe des abscisses (figure 23).

L'ensemble des trois algorithmes permet d'obtenir une vue en trois dimensions d'une empreinte de dureté Vickers sur un échantillon de TA6V (figure 24), cette figure illustre aussi l'importance du traitement informatique pour une meilleure visualisation du profil.

### III.B.7. La géométrie du bourrelet

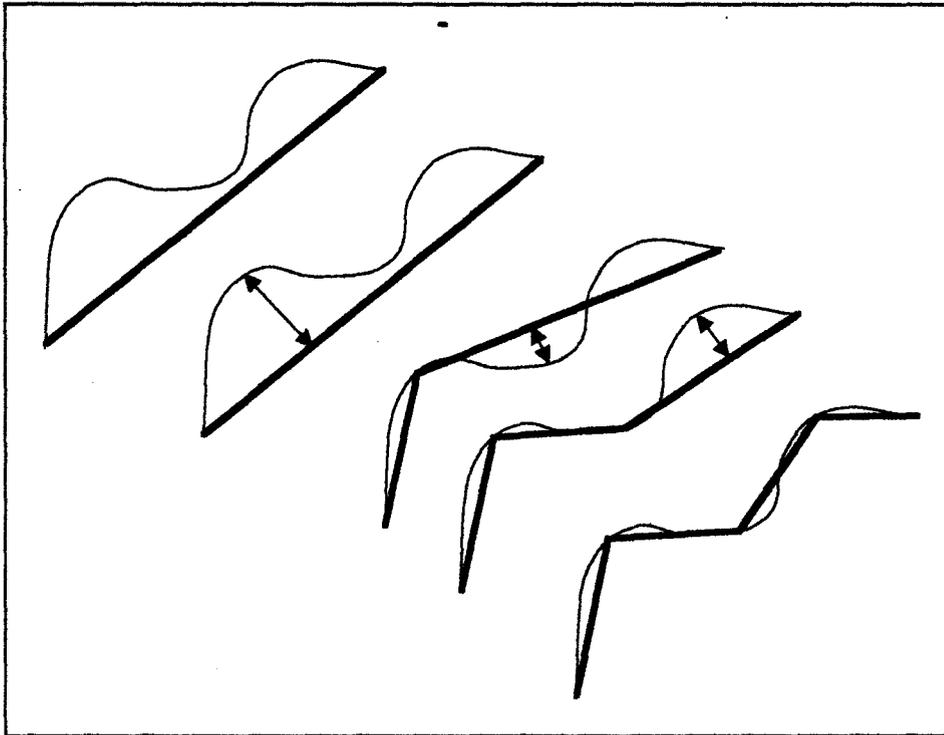
Les caractéristiques du bourrelet sont déterminées à partir du profil traité. La géométrie est définie par la longueur du bourrelet, notée  $l$ , sa hauteur  $h$  et la largeur de contact entre l'indenteur et le matériau,  $f$ , (figure 25). Les indices  $g$  et  $d$  indiquent respectivement la partie gauche du bourrelet qui sera définie ultérieurement et la partie droite du bourrelet.

Les paramètres se définissent ainsi :

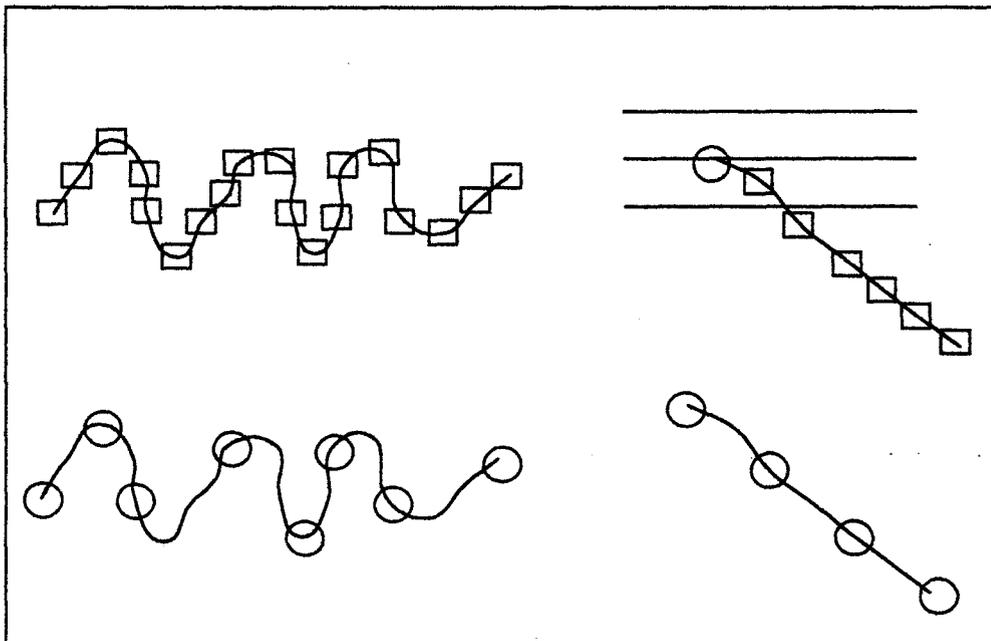
$$l = |x_M - x_N| \quad (21)$$

$$h = |y_H - y_N| \quad (22)$$

$$f = |x_L - x_N| \quad (23)$$

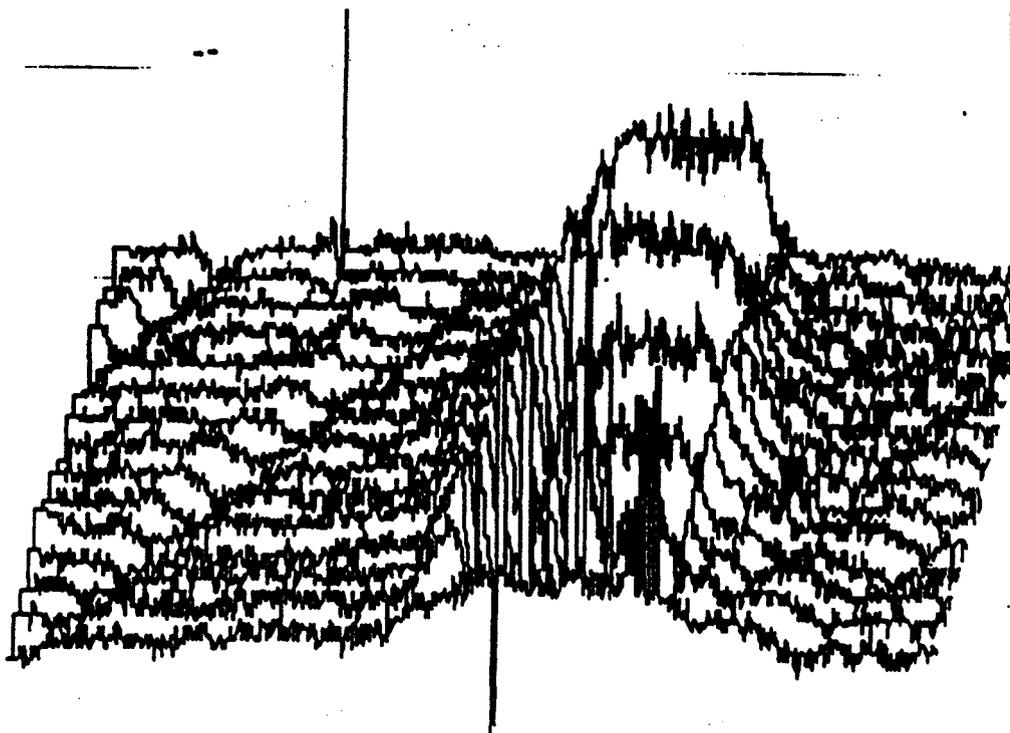


**Fig. 22 : Principe de la rupture de pente**

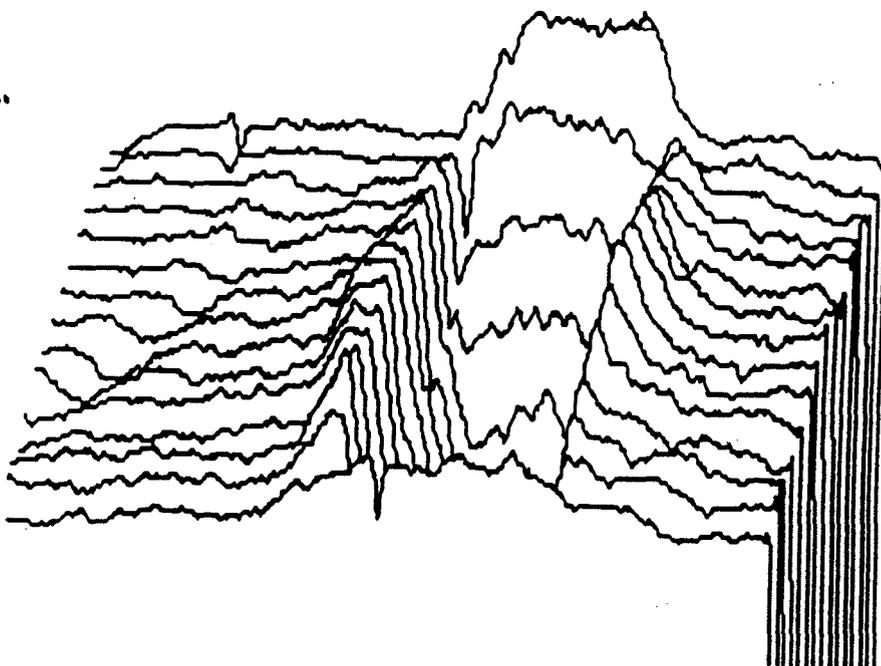


**Fig. 23 : Influence de l'orientation du profil sur la suppression des points**

avant traitement informatique



après traitement informatique



**Fig. 24 : Représentation tridimensionnelle d'une empreinte Vickers avant et après traitement informatique**

la recherche des points caractéristiques s'effectue suivant six étapes :

\* la recherche par les moindres carrés de la droite de base du profil qui symbolise la surface avant indentation (figure 26). Les abscisses  $x_i$  sont des paramètres d'entrée de l'algorithme, ils sont déterminés par une visualisation préalable du profil,

\* la recherche du fond de l'empreinte par le minima des valeurs selon l'axe y, ce point est noté I. Bien évidemment, lorsque ce point n'existe pas (absence d'empreinte) la caractérisation du bourrelet devient caduque et s'arrête donc à ce niveau. L'existence de I est définie par :

$$|y_i - (a x_i + b)| > \text{écart\_mini} \quad (24)$$

Le paramètre  $\text{écart\_mini}$  est égal à 0.35, valeur optimisée expérimentalement. En fait, il peut être optimisé en prenant l'écart maximal entre les points utilisés à l'étape précédente et la droite de base,

\* recherche des points N par intersection entre le profil et la droite de base à partir du point I. La gauche et la droite sont définies par :

$$\text{si } x_N > x_i \text{ alors } N = N_d$$

$$\text{si } x_N < x_i \text{ alors } N = N_g$$

\* détermination des points H, définis par le maximum en y,

\* détermination des points L par intersection du profil avec la droite de base à la valeur  $\text{écart\_mini}$  près,

\* recherche des points M par la rupture de pente. L'algorithme s'écrit, pour  $M_d$ , sous la forme :

pour i variant de  $i_{Nd} - 5$  à  $i_{Hd} - 5$

calcul de la pente, p1, pour la droite passant par les points d'indice j compris entre i et i + 5;

calcul de la pente, p2, pour la droite passant par les points d'indice j compris entre i + 1 et (i + 5) + 1;

si  $p1 \neq p2$  à e% près

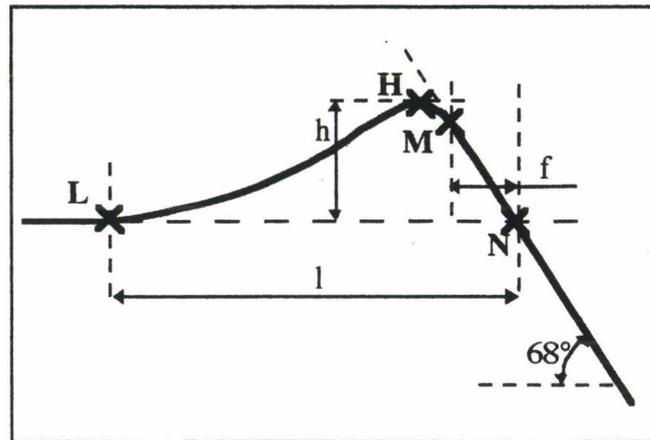
alors  $M_d$  a pour indice (i + 5) + 1;

i =  $i_{Hd}$ ;

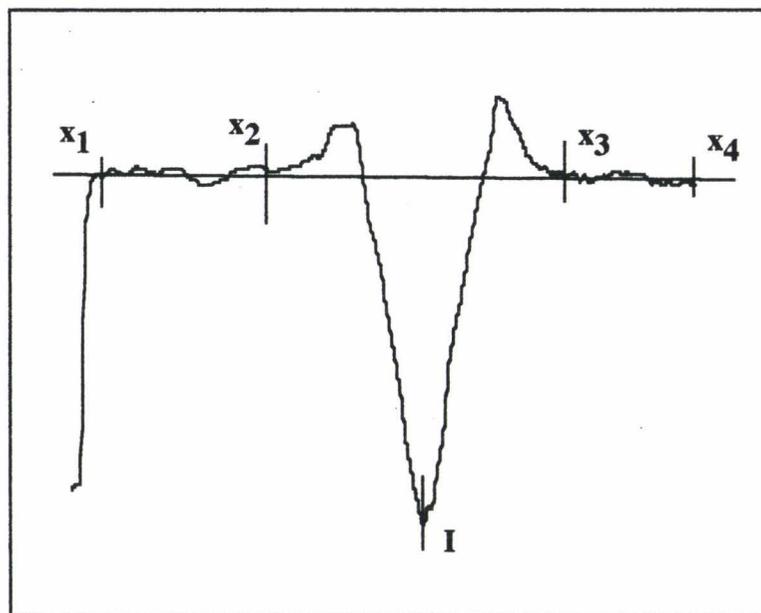
fin alors

fin de si

fin de pour



**Fig. 25 : Mise en place des paramètres de la géométrie du bourrelet**



**Fig. 26 : Mise en place de la droite symbolisant la surface avant indentation**

La détermination de Mg est identique au signe près :

pour  $i$  variant de  $i_{Ng} + 5$  à  $i_{Hg} + 5$  avec un pas de -1

calcul de la pente,  $p1$ , pour la droite passant par les points d'indices  $j$  compris entre  $i$  et  $i + 5$ ;

calcul de la pente,  $p2$ , pour la droite passant par les points d'indices  $j$  compris entre  $i - 1$  et  $(i + 5) - 1$ ;

si  $p1 \neq p2$  à  $e\%$  près

alors Mg a pour indice  $(i + 5) - 1$ ;

$i = i_{Hg}$ ;

fin alors

fin de si

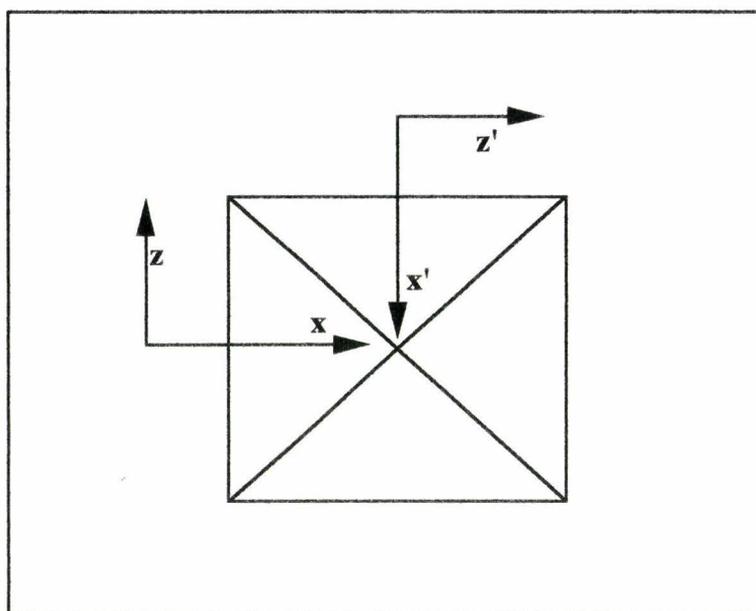
fin de pour

La valeur  $e\%$  permet de s'affranchir de l'incertitude du microscope confocale, la valeur utilisée est de 5 %.

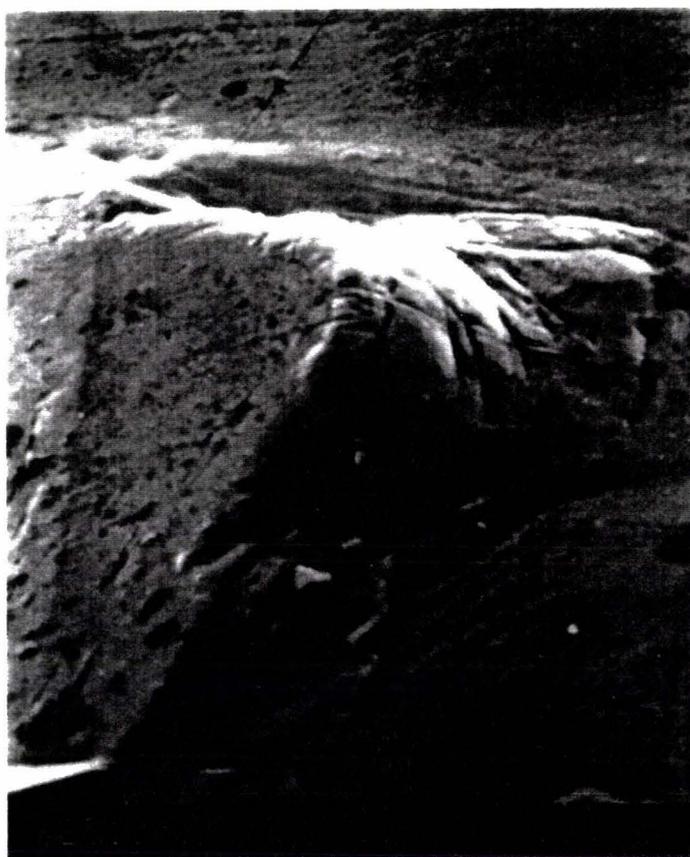
Ces algorithmes de recherche des points caractéristiques sont d'abord essayés sur des fichiers "tests", profils artificiels générés par calculs permettant de mettre en évidence, outre les erreurs de programmation, la sensibilité des paramètres  $e\%$  et écart\_minimal ainsi que la "non-importance" du point d'indice 0. Les algorithmes ainsi définis et les valeurs des variables ne sont certes pas optimum. Diverses améliorations sont possibles, mais le but de l'étude n'est pas une optimisation des algorithmes. Les résultats obtenus restent cohérents lorsque les variables fluctuent. Toute optimisation ne permettra pas une meilleure compréhension car l'incertitude expérimentale sera le facteur limitant. L'ensemble de ces algorithmes définis ci-dessus est appliqué à chacun des  $2 \times 96$  profils selon l'axe de déplacement en  $z$  (figure 27) d'une empreinte issue des cinq empreintes effectuées pour chaque charge appliquée dans le domaine de microdureté. Chaque charge est ainsi étudiée à l'aide de 960 profils, aussi les résultats présentés ci-dessous ne sont que synthétiques et représentatifs des phénomènes observés.

### III.B.7.a. Largeur du bourrelet

Le modèle de Farges et Dégout [115] s'appuie sur l'hypothèse de la constance de la largeur  $f$  du bourrelet. Une observation rapide du bourrelet engendré lors de l'indentation (figure 28) ne permet pas de justifier cette hypothèse.



**Fig. 27 : Axes de déplacement pour la saisie des profils**



**Fig. 28 : Empreinte de dureté Vickers effectuée sur un alliage d'aluminium 2024-T3 sous 1 Kgf.**

Le traitement des profils donne deux conclusions :

\* la largeur du bourrelet est constante le long du coté de l'empreinte (figure 29). Ainsi la géométrie de la surface du bourrelet au contact de l'indenteur peut être assimilée, comme l'ont proposé les auteurs, à un rectangle de largeur  $f$  et de longueur  $d/\sqrt{2}$ .

\* la largeur du bourrelet  $f$  est constante, quelque soit la charge appliquée (figure 30) dans le domaine de charge étudié, ce qui justifie l'affirmation que la variation de la dureté avec la charge est un artefact. De plus dans le cas du TA6V, la largeur  $f$  s'écrit de façon théorique, en reprenant la relation de Vingsbo (16) :

$$f = \frac{B}{4 H_0 \sqrt{2}} = \frac{731}{4 \cdot 322 \sqrt{2}} = 0,4 \mu\text{m} \quad (25)$$

Cette valeur est en accord avec les mesures effectuées au microscope confocale (figure 29).

### III.B.7.b. Longueur du bourrelet

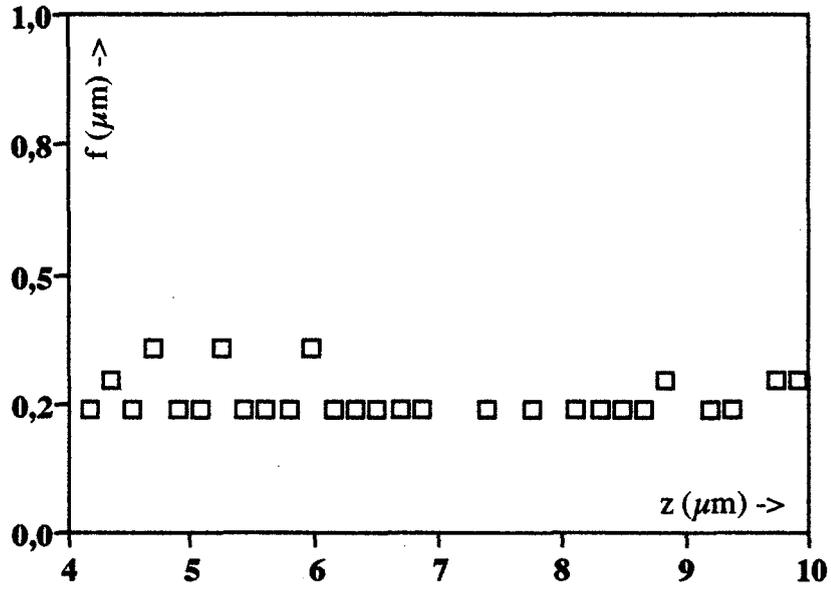
Les résultats qui suivent sont présentés en utilisant la variable  $z_n$ , variable normalisée par rapport à  $d/\sqrt{2}$  et centrée par rapport à 0,5 :

$$z_n = \frac{z}{d/\sqrt{2}} - 0,5 \quad (26)$$

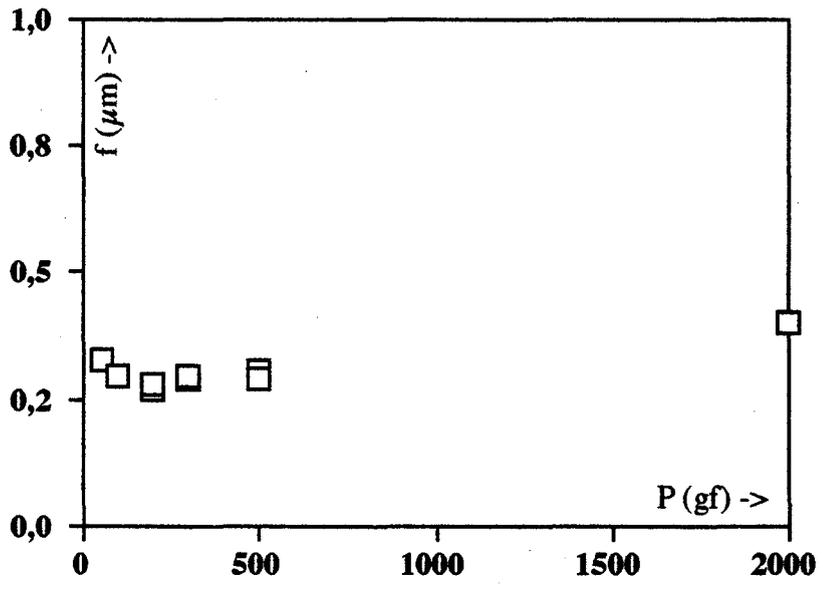
Cette normalisation permet de superposer les graphes obtenus sous des charges différentes afin de mieux comprendre et d'analyser l'influence de la charge sur le bourrelet. Une représentation significative de la variation de la longueur du bourrelet en fonction du coté "normalisé" (figure 31) permet une modélisation sous forme de trapèze à l'aide de deux paramètres  $c$  et  $a$ . La valeur  $c$  caractérise la longueur maximale du bourrelet, valeur maximale au centre du coté en accord avec les modèles bibliographiques. L'importance du gradient de la longueur est indiquée par le paramètre  $a$ . Les variations de ces paramètres (figure 32) en fonction de la charge sont approchées par une fonction puissance qui permet l'interpolation de la longueur du bourrelet pour une charge quelconque.

### III.B.7.c. Hauteur du bourrelet

La hauteur est également modélisée de façon trapézoïdale par les coefficients  $a'$  et  $c'$ . La figure 33 illustre les variations de ces coefficients en fonction de la charge ainsi que les équations des courbes extrapolées. La hauteur varie donc avec la charge montrant la non - relation géométrique avec la constante  $f$ .



**Fig. 29 : Évolution de la largeur du bourrelet le long d'un côté de l'empreinte Vickers**



**Fig. 30 : Évolution de la largeur du bourrelet en fonction de la charge appliquée**

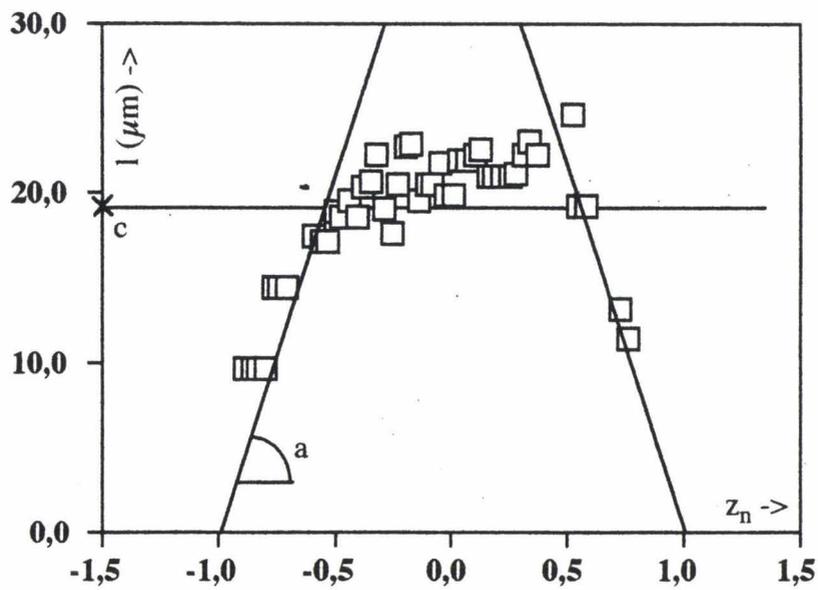


Fig. 31 : Mise en place des paramètres modélisant la longueur du bourrelet

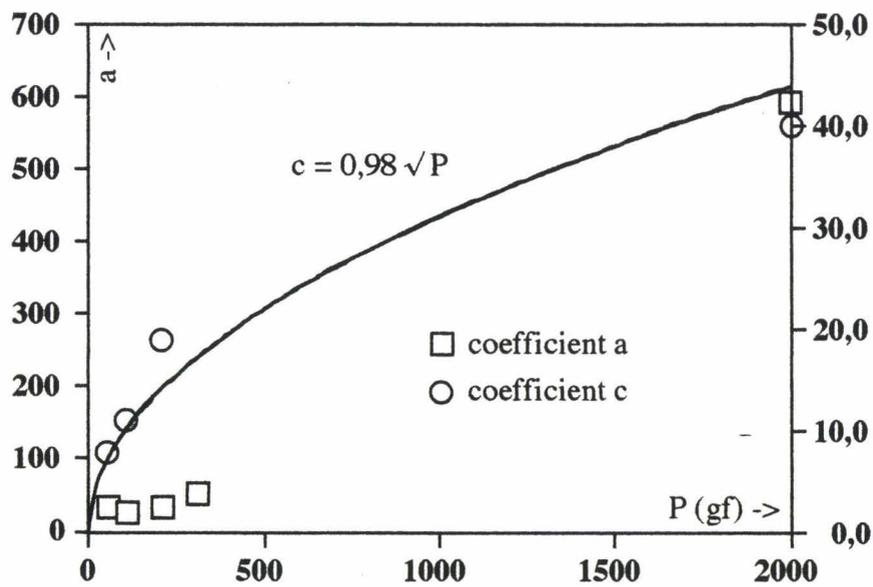


Fig. 32 : Évolution des paramètres a et c en fonction de la charge appliquée

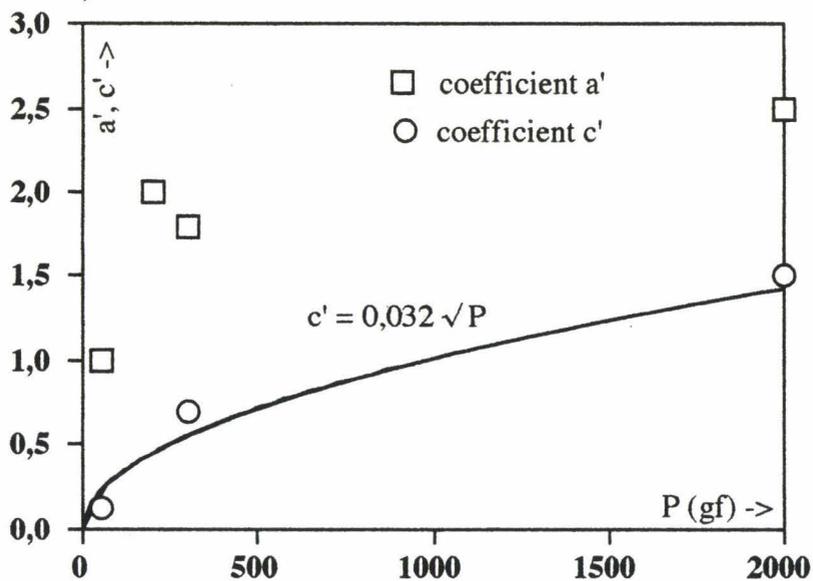


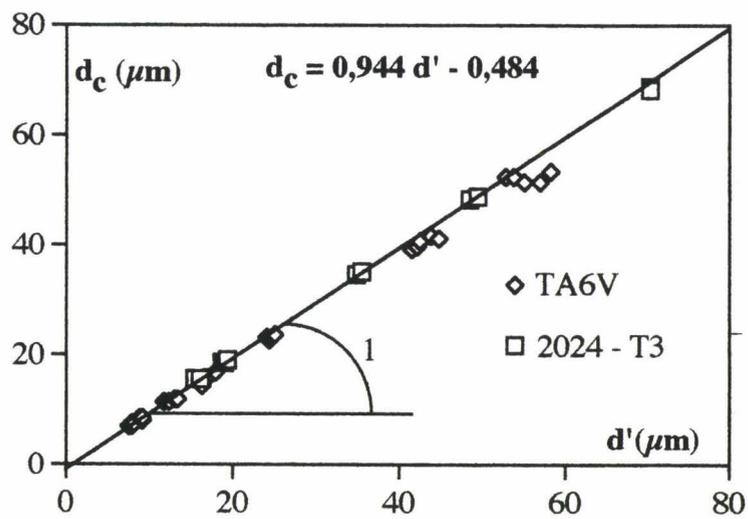
Fig. 33 : Évolution des paramètres a' et c' en fonction de la charge appliquée

### III.B.8. Résultats

Par corrélation, les valeurs maximales de  $h$  et de  $l$  sont sensiblement proportionnelles à la racine carrée de la charge appliquée. Ainsi le rapport  $h/l$  est constant et voisin de  $3,26 \cdot 10^{-2}$ . La forme du bourrelet ne permet pas de mesurer un angle  $\gamma$  et il est impossible de relier nos résultats à ceux de la bibliographie [110 - 113]. Cela est particulièrement vrai pour les charges élevées, et il nous semble plus judicieux d'utiliser le rapport  $h/l$  que l'angle  $\gamma$ .

En utilisant la valeur expérimentale de  $f$ , il est possible de représenter  $d_c$ , diagonale corrigée "mathématiquement", en fonction de  $d'$ , diagonale corrigée "expérimentalement". La figure 34 montre le bon accord entre le modèle et les résultats expérimentaux pour le TA6V et l'alliage d'aluminium 2024-T3.

Ces résultats peuvent également être renforcés par l'analyse de la bibliographie. Par exemple, Stelmashenko et al. [117] ont étudié la dureté de monocristaux de molybdène et de tungstène en fonction de l'orientation cristallographique des plans indentés. Ils observent que la dureté varie fortement avec la charge appliquée, quand celle-ci est comprise entre 10 mN et 10 N : les plans (100) étant plus durs que les plans (110) et (111). Par contre, quand la charge augmente, la différence de dureté entre les différents plans s'atténue pour devenir négligeable à  $P = 100$  N. Le bourrelet est plus marqué pour les plans (100) que pour (110) et (111). Ces résultats confirment l'influence du bourrelet sur la mesure de la dureté. Nous en déduisons que la dureté intrinsèque,  $H_0$ , est la même quelque soit le plan cristallographique indenté, mais l'influence de la charge est d'autant plus importante que le bourrelet est grand, ce qui confirme nos résultats expérimentaux.



**Fig. 34 : Corrélation entre les diagonales corrigées mathématiquement et géométriquement**

### III.C. INFLUENCE DES PARAMETRES INTRINSEQUES DU COUPLE MATERIAU / INDENTEUR SUR LA FORMATION DU BOURRELET

Il semble que la variation de la dureté avec la charge appliquée dépend de l'étendue du bourrelet qui est formé pendant l'indentation du matériau. Il est donc intéressant de se demander pourquoi et comment ce bourrelet se forme, et de relier sa formation aux propriétés intrinsèques du matériau.

Stelmashenko et al. [117] considèrent deux cas limites. Pour le premier, le champ de déformation plastique possède une divergence qui conduit à une accumulation de la matière dans le volume du matériau et entraîne une contrainte de compression élastique compensée par une contrainte de tension en dehors du champ de déformation plastique. Le terme rotationnel est nul. Comme il y a accumulation de contraintes élastiques, cet état limite est favorisé dans les matériaux dont la dureté est faible. Cet état se caractérise par une restauration élastique qui est fonction des contraintes résiduelles, c'est à dire par une remontée du fond de l'empreinte lors du retrait de l'indenteur. Il a été constaté par microscopie confocale à balayage laser sur des matériaux polymères revêtus d'un dépôt métallique, une remontée élastique très importante du substrat [118]. Par contre, dans le deuxième cas limite, le champ de déformation plastique est uniquement rotationnel (le terme de divergence est nul) et tout le volume sous l'indenteur est déplacé vers la surface et se concrétise par la formation d'un bourrelet. Dans ce cas, il n'y a pas de déformation élastique. Plus la dureté du matériau est élevée, plus la restauration est faible et plus le bourrelet est important. Cependant la modélisation effectuée par ces auteurs conduit à une variation de la dureté en  $1/\sqrt{d}$  qui ne correspond pas aux résultats trouvés. Pour les résultats relevés dans la bibliographie sur divers matériaux, ainsi que pour nos résultats expérimentaux, nous avons vérifié l'hypothèse précédente. Si la hauteur du bourrelet est plus élevée lorsque la dureté du matériau est grande, nous devons observer une variation de la pente B de la formule (16) avec  $H_0$ . La figure 35 représente cette variation pour les données du tableau 2 : on constate une tendance à l'augmentation de la pente avec la dureté du matériau. La représentation de la largeur du bourrelet en fonction de la dureté intrinsèque (figure 36), conclue à une valeur moyenne de f constante quelque soit la charge. Sur les essais effectués, la hauteur du bourrelet est plus importante pour des matériaux de dureté élevée que dans le cas de matériau de dureté faible. On constate

également que les matériaux pour lesquels le module d'élasticité est le plus grand sont ceux pour lesquels la pente est la plus élevée ce qui correspond aux hypothèses faites par Li et Bradt [82] sur les facteurs influençant le coefficient  $A_1$  de la formule (12). La dispersion est néanmoins importante : pour la phase delta de galvanisation, B peut varier du simple au double alors que la dureté intrinsèque reste la même. D'autres facteurs sont donc à prendre en compte. Parmi ces facteurs, quatre semblent jouer un rôle important :

- \* l'orientation cristallographique a déjà été mentionnée ci-dessus pour les résultats de Stemashenko et al. [117],

- \* les contraintes résiduelles semblent avoir une influence plus marquée pour les faibles charges que dans le domaine de la macrodureté. La figure 37 (d'après [95]) montre que la phase delta de galvanisation ayant subi un traitement de recuit présente une variation de la dureté avec la charge beaucoup plus faible que le matériau brut de traitement alors que la dureté intrinsèque est inchangée. Cet aspect est en désaccord avec les résultats de Frankel et al. [43] qui utilisent des charges importantes, en dureté Rockwell C, pour déterminer les contraintes résiduelles,

- \* Une diminution du coefficient de frottement entre l'indenteur et le matériau engendre une chute de la largeur du bourrelet formé selon Bystrzycki et Varin [122] et Li et al. [123]. Ainsi l'ISE est plus faible lorsqu'un lubrifiant est utilisé alors que la dureté intrinsèque reste inchangée. Nous avons vérifié cette influence par des essais de simulation sous Forge2 (figure 38) où la valeur de  $f$  pour  $\bar{m} = 0$  est plus faible que pour  $\bar{m} = 1$ ,

- \* L'état d'écouissage influe non seulement sur la dureté intrinsèque mais également sur la variation de la dureté avec la charge selon Li et al. [123]. Nos essais sur un acier pour armature de précontrainte écroui et recuit montrent une augmentation de  $H_0$  mais une diminution de B en fonction de l'écouissage (figure 39). L'ISE est donc plus limitée lorsque l'échantillon est écroui de par le manque de mobilité des dislocations.

H <sub>0</sub>	B	f (μm)	Materiau	référence
245	1153	0,832	35CD4 recuit	[114]
400	842	0,372	35NCD16	[114]
780	2461	0,558	acier outil	[114]
852	1685	0,350	acier outil	[114]
103	380	0,652	cuivre	[114]
1111	1093	0,174	chrome dur	[114]
2251	6195	0,487	Ti nitide	[114]
322	731	0,401	TA6V	ce travail
78	147	0,333	2024-T3	ce travail
762	2270	0,527	acier outil	[119]
800	1640	0,362	acier outil	[119]
798	1540	0,341	acier outil	[119]
755	2700	0,632	acier outil	[119]
673	2450	0,644	acier outil	[119]
736	1590	0,382	acier outil	[119]
860	860	0,177	acier rapide	[120]
620	600	0,171	acier galeté	[120]
470	510	0,192	HSLA	[120]
170	410	0,426	inox	[120]
90	90	0,177	cuivre	[120]
285	1732	1,073	delta	[95]
281	1514	0,954	"	[95]
280	1240	0,784	"	[95]
293	1219	0,736	"	[95]
292	1252	0,758	"	[95]
278	1357	0,862	"	[95]
281	1686	1,059	"	[95]
282	884	0,554	"	[95]
85	91	0,189	Cu 15 % Fe	[121]
59	83	0,249	Cu 2% Fe	[121]
50	52	0,182	Cu	[121]
458	845	0,326	Ni3Al	[122]
484	326	0,119	Ni3Al lub	[122]
271	1370	0,894	NiAl	[122]
282	534	0,335	NiAl lub	[122]
219	326	0,263	Li2Al3 + Cr	[122]
221	306	0,245	Li2Al3 + Cr lub	[122]
217	591	0,481	acier	[123]
439	583	0,235	fil tréfilé	ce travail
260	887	0,603	fil tréfilé recuit	ce travail

Tab 2 : Valeurs des paramètres H<sub>0</sub> et B.

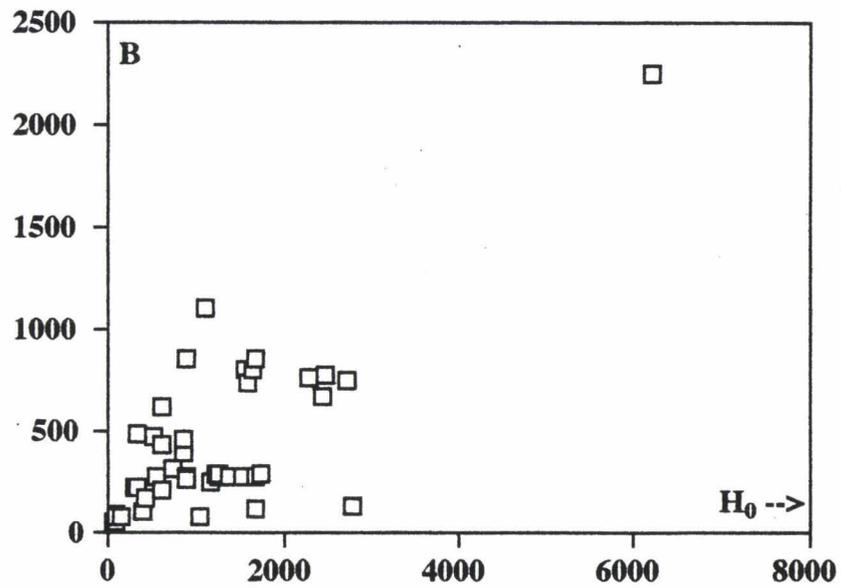


Fig. 35 : Variation de la pente B en fonction de la dureté intrinsèque  $H_0$ .

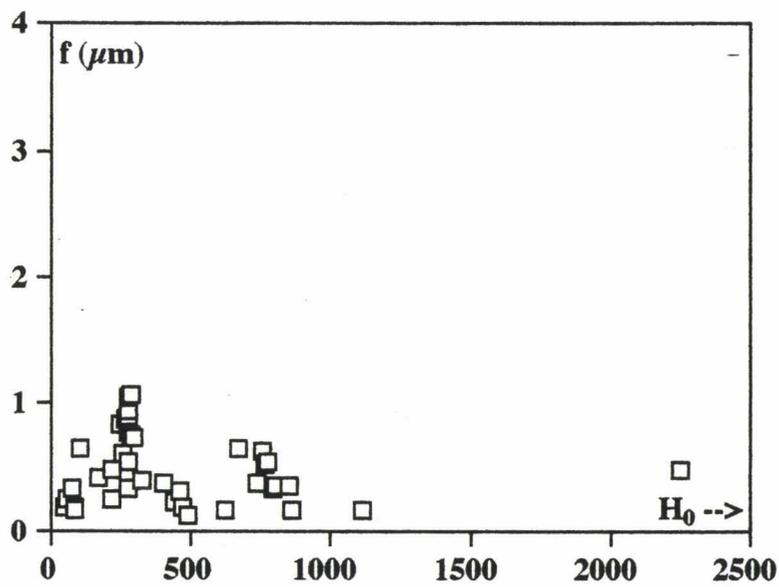
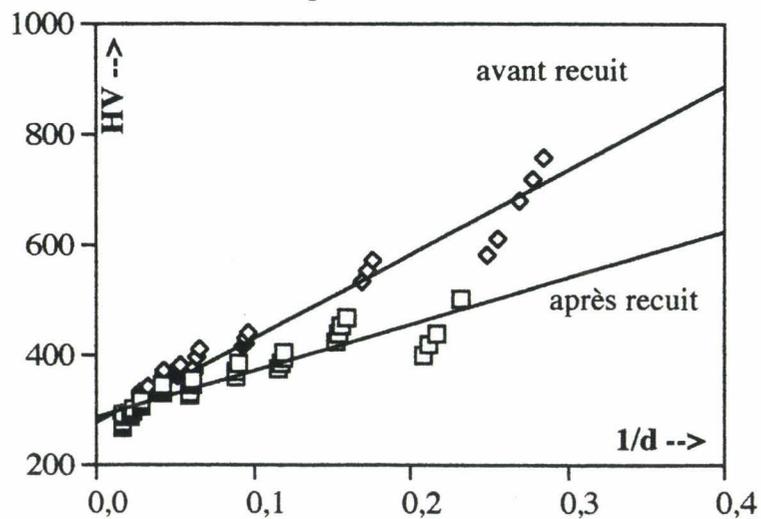
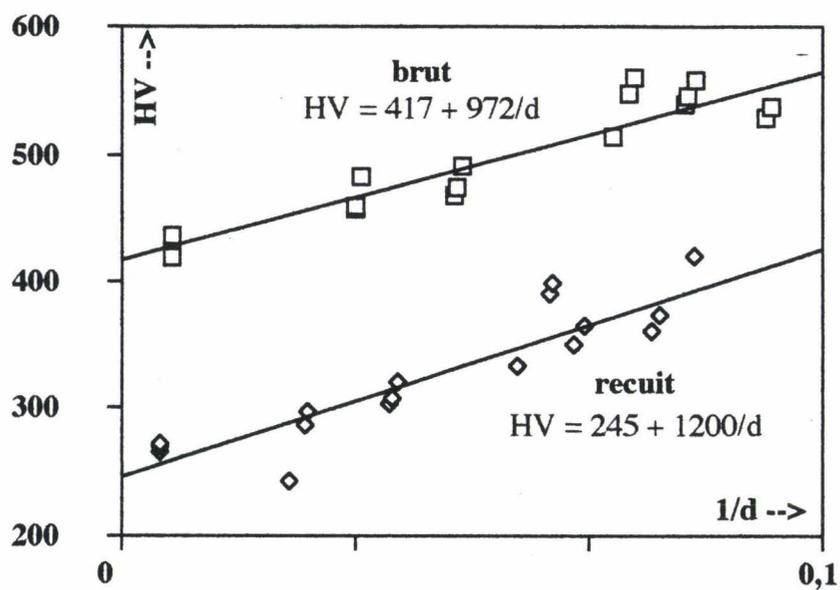


Fig. 36 : Évolution de la largeur de bourrelet f en fonction de la dureté intrinsèque  $H_0$ .



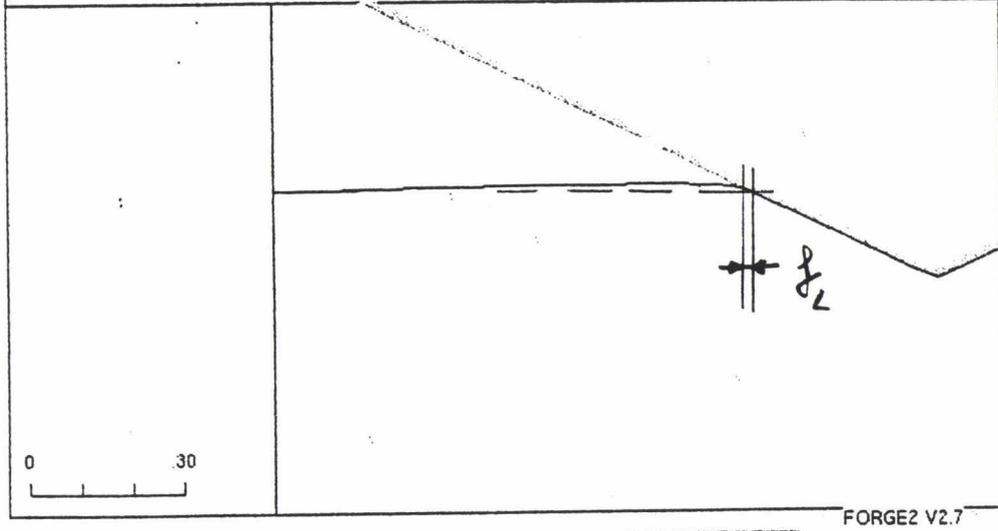
**Fig. 37 : Influence d'un recuit ( 850 °C, 8 h ) sur la dureté de la couche delta de galvanisation [95]**



**Fig. 39 : Influence d'un recuit sur la variation de la dureté pour un acier XC 80**

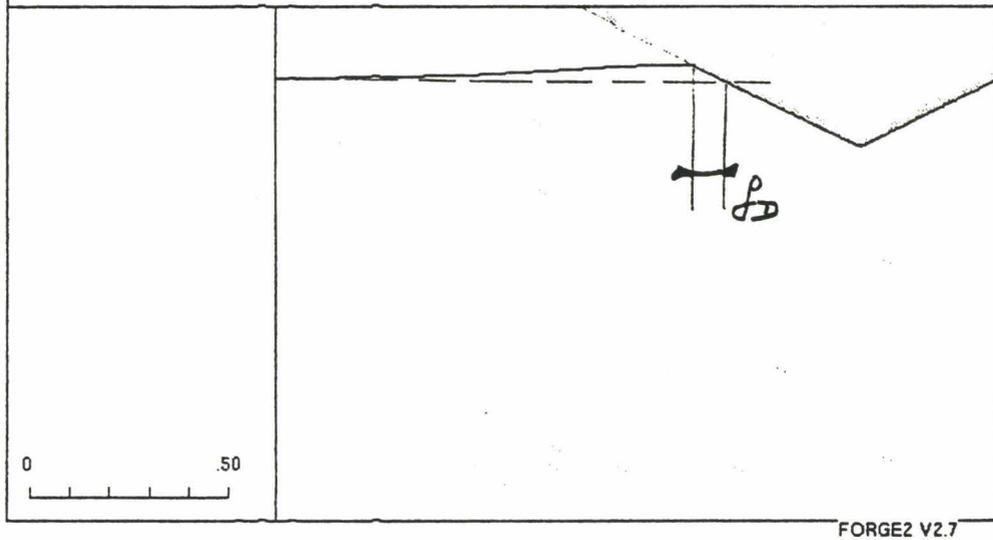
INCR. CALCUL No : 70 h = 1.859(mm) t = .1410(s) FICHIER: elp2.don

$\bar{m} = 0$   

INCR. CALCUL No : 140 h = 1.860(mm) t = .1401(s) FICHIER: ep2.don

$\bar{m} = 1$   

**Fig. 38 : Simulations de l'évolution de la largeur du bourrelet en fonction du coefficient de frottement**

## IV. CONCLUSION

Les quelques exemples traités dans cette partie montrent que l'essai de dureté est bien plus complexe qu'il n'apparaît à première vue. Bien sûr, il est toujours possible de caractériser un matériau homogène (à l'échelle de l'empreinte) par un essai de macrodureté. Les enseignements obtenus : dureté, ordre de grandeur de la limite d'élasticité, effet des traitements thermiques ... sont généralement fiables. Mais en dehors de ces applications triviales, les difficultés rencontrées pour interpréter les résultats semblent augmenter en même temps que les charges appliquées diminuent. Ainsi, il est périlleux d'utiliser un essai de microdureté pour rendre compte de l'influence d'un traitement thermique sans se poser la question de savoir si le classement obtenu ne dépend pas de la charge avec laquelle l'essai a été effectué [95]. Mais en prenant la précaution de mesurer l'ISE par la largeur du bourrelet sous diverses charges, la caractérisation intrinsèque du matériau devient possible en microdureté. Les innombrables interprétations possibles de l'ISE rendent compte de la complexité des phénomènes qui interviennent pendant l'essai : déformations élastique et plastique, recouvrance élastique de l'empreinte, formation de microfissures, et de l'hétérogénéité du matériau pour les faibles charges : précipités, joints de grains, écrouissage dû à la préparation de l'échantillon, coefficient de frottement entre le pénétrateur et le matériau indenté ... Cette complexité est responsable des nombreux travaux publiés récemment dans le domaine de la microdureté. Les différentes simulations menées ont permis de mieux comprendre les domaines de validité des modélisations proposées ou encore de mettre en évidence les paramètres liés au couple matériau / indenteur. De nouvelles études sont menées pour simuler l'essai et l'instrumenter, et ces nouvelles techniques élargissent le champ d'application de l'essai de dureté. Ainsi des fabricants proposent maintenant des appareils permettant de mesurer également le module d'élasticité du matériau à partir de l'enregistrement de la courbe force - déplacement. Ces études présentent un intérêt théorique certain mais les applications pratiques sont également nombreuses : nanodureté, comportement du matériau au frottement, critère de plasticité [124], fluage [88, 125, 126], fatigue [27-29, 127, 128], mécanique de la rupture [16, 129-132], adhésion des couches minces [17], mesure des contraintes résiduelles [16, 20, 23, 24]... essais qui étaient faciles sur des matériaux massifs, mais très difficiles sur des matériaux de dimensions réduites.

Il est évident que ces développements vont de pair avec celui des multimatériaux, et des applications sont également possibles pour les matériaux composites (zone d'interphase, ténacité des interfaces, "pull out"...). L'objet du chapitre suivant concerne l'application de la dureté aux matériaux revêtus et utilise les résultats que nous venons d'obtenir.

## V. LEGENDE DES FIGURES

- Tab. 1 : Définition et utilisation des différents essais de dureté.  
*Definition and uses of hardness tests.*
- Fig. 1 : Définition des différents domaines de dureté selon Bückle [53].  
*The different hardness range from Bückle [53].*
- Fig. 2 : Distribution des pressions de contact sous un indenteur d'après Johson [54].  
*Indentation of a surface by a rigid wedge from Johson [54].*
- Fig. 3 : Variation de la dureté en fonction de la charge pour le TA6V et le 2024-T3.  
*Representation of hardness versus applied load for TA6V and 2024-T3 samples.*
- Fig. 4 : Incertitude sur la valeur de la dureté.  
*Generated error on hardness value.*
- Fig. 5 : Détermination de l'indice de Meyer.  
*The Meyer's relationship.*
- Fig. 6 : Ellipsoïdes de confiance d'après Sargent [76].  
*Sargents's confidence ellipsoids.*
- Fig. 7 : Relations entre les coefficients A et n d'après les résultats de Li et Bradt.  
*Relation between the factors n and A from Li and Bradt.*
- Fig. 8 : Variation de la dureté en fonction de l'inverse de la diagonale.  
*Plot of hardness against reciprocal diagonal.*

- Fig. 9 : Modélisation de l'indentation par un dièdre.  
*Analysis of hardness test by a dihedral.*
- Fig. 10 : Domaines de validités des modèles d'indentation.  
*Validity domains of hardness analysis.*
- Fig. 11 : Simulations d'indentation d'un matériau massif sous Forge2.  
*Computer simulations of hardness test on Forge2.*
- Fig. 12 : a) Modélisation de la géométrie du bourrelet.  
b) Profils de la surface après indentation.  
*a) Modelisation of the bulge geometry.*  
*b) Surface profiles after indentation prints.*
- Fig. 13 : Vue d'ensemble du microscope confocale à source laser.  
*View on laser scanning confocale microscopy.*
- Fig. 14 : Principe d'acquisition d'un profil par le microscope confocale.  
*Acquisition principle of profile on laser scanning confocale microscopy.*
- Fig. 15 : Profils acquis le long de la diagonale et perpendiculairement aux faces de l'empreinte Vickers pour un échantillon de TA6V.  
*Surface morphology of the indentation print showing the surface profiles in the X-X' and Y-Y' directions.*
- Fig. 16 : Mise en place du repère d'acquisition des profils.  
*Used reference definition of profiles acquisition.*
- Fig. 17 : Profil "brut" acquis directement par le microscope confocale.  
*"Direct" profile given by laser scanning confocale microscopy.*

- Fig. 18 : Mise en évidence de l'artefact du microscope confocale à source laser.  
*Illustration artefact of laser scanning confocale microscopy.*
- Fig. 19 : Profil obtenu après la suppression des pics.  
*Result profile after the artefact treatments.*
- Fig. 20 : Profil obtenu après lissage des points.  
*Result profile after the point smoothing.*
- Fig. 21 : Principe de la méthode de suppression des points non - significatifs.  
*Principle of no-significant points smoothing.*
- Fig. 22 : Principe de la rupture de pente.  
*Principle of the break-slope method.*
- Fig. 23 : Influence de l'orientation du profil sur la suppression des points.  
*Profile slope influence on points smoothing.*
- Fig. 24 : Représentation en trois dimensions d'une empreinte Vickers avant et après traitement informatique (TA6V, 50 gf).  
*Vickers indentation illustration before and after computer treatments.*
- Fig. 25 : Mise en place des paramètres de la géométrie du bourrelet.  
*Parameters definition for the bulge characterisation.*
- Fig. 26 : Mise en place de la droite symbolisant la surface avant indentation.  
*Line symbolised the surface before indentation.*
- Fig. 27 : Axes de déplacement pour la saisie des profils.  
*Displacement axes used for acquisition profile.*

- Fig. 28 : Empreinte de dureté Vickers effectué sur un alliage d'aluminium 2024-T3.  
*Vickers hardness test on aluminium alloy.*
- Fig. 29 : Evolution de la largeur du bourrelet le long d'un côté de l'empreinte Vickers.  
*The bulge wide progression about the Vickers prints.*
- Fig. 30 : Evolution de la largeur du bourrelet en fonction de la charge appliquée.  
*Plot of bulge wide against the applied load.*
- Fig. 31 : Mise en place des paramètres modélisant la longueur du bourrelet.  
*Parameters definition for the bulge length modelisation.*
- Fig. 32 : Evolution des paramètres  $a$  et  $c$  en fonction de la charge appliquée.  
*Plot of  $a$  and  $c$  parameters against the applied load.*
- Fig. 33 : Evolution des paramètres  $a'$  et  $c'$  en fonction de la charge appliquée.  
*Plot of  $a'$  and  $c'$  parameters against the applied load.*
- Fig. 34 : Corrélation entre les diagonales corrigées mathématiquement et géométriquement.  
*Relation between theoretic and experimental relations of diagonals.*
- Tab. 2 : Valeurs des paramètres  $H_0$  et  $B$  d'après la bibliographie.  
 *$H_0$  and  $B$  data.*
- Fig. 35 : Variation de la pente  $B$  en fonction de la dureté intrinsèque  $H_0$ .  
*Relation between the slope  $B$  and the intrinsic hardness  $H_0$ .*
- Fig. 36 : Evolution de la largeur de bourrelet  $f$  en fonction de la dureté intrinsèque  $H_0$ .  
*Plot of bulge wide,  $f$ , against the intrinsic hardness,  $H_0$ .*
- Fig. 37 : Influence d'un recuit (850 °C, 8 h) sur la dureté de la couche delta de galvanisation.  
*Decrease the hardness of delta phase as a function of the heat treatment (850 °C, 8h).*

Fig. 38 : Simulations de l'évolution de la largeur du bourrelet en fonction du coefficient de frottement.

*Computer simulations of the bulge wide as function of friction coefficient.*

Fig. 39 : Influence d'un recuit sur la variation de la dureté pour un acier XC 80.

*Heat treatment influence on hardness variation for XC 80 sample.*

## VI. BIBLIOGRAPHIE

- 1 I. J. McCOLM, " *Applied load, Environnement, and Time as External Determinants of Ceramic Hardness*", in *Ceramics Hardness : Contents, Introduction and Overview, scratch test, hardness of ceramic single crystals.*, 1990, pp 119-143.
- 2 G. BECKMANN, P. DIERICH, P. GRAU, M. PETZOLD and F. FRÖHLICH, *A representation of the microhardness distribution and its consequences for wear prognoses.*, *Wear*, **107**, 1986, pp 195-212.
- 3 F. MOHS, *Grundriss der Mineralogie*, English translation by W. Haidinger, 1825, *Treatise on Mineralogie* (Edinburgh Constable), 1824.
- 4 J. J. GILMAN, " *Hardness - A strength microprobe*" in *Science of hardness testing and its research applications.*, Edited by J.H. WESTBROOK and A. CONRAD, Metals park, Ohio, 1971, pp 51-74.
- 5 D. TABOR, *The hardness of solids*, *Review of physics in technology*, **1**, 1970, pp 145-179.
- 6 M. T. LAUGIER, *An energy approach to the adhesion of coatings using the scratch test.*, *Thin Solid Films*, **117**, 1984, pp 243-249.
- 7 A. J. PERRY, *Scratch adhesion testing of hard coatings*, *Thin Solid Films*, **107**, 1983, pp 167-180.
- 8 L. J. BREDELL and J. B. MALHERBE, *Microhardness of a nitrogen-implanted layer on mild steel.*, *Thin Solid Films*, **125**, 1985, pp L25-L28.
- 9 P. A. ENGEL, *Vickers microhardness evaluation of multilayer platings for electrical contacts.*, *Proceeding 37th IEEE (Chicago) Holm Conference on electrical contacts.*, 1991, pp 66-72.
- 10 D. CHOULIER, P. FLUZIN and C. CODDET, *Mesure de l'adhérence de revêtements projetés à la torche à plasma : mise au point d'un test d'indentation à l'interface.*, *Mém. Et. Sci. Rev. Mét.*, 1990, pp 560.
- 11 H. R. BROWN and A. C. M. YANG, *The propagation of cracks and crack-like defects in thin adhered polymer films.*, *J. Mater. Sc.*, **25**, 1990, pp 2866-2868.
- 12 J. LANKFORD and D. L. DAVIDSON, *The crack-initiation threshold in ceramic materials subject to elastic/plastic indentation.*, *J. Mater. Sc.*, **14**, 1979, pp 1662-1668.
- 13 D. B. MARSHALL, *Controlled flaws in ceramics : a comparison of Knoop and Vickers indentation.*, *J. Am. Ceram. Soc.*, **66**, 1983, pp 127-131.
- 14 J. J. HANSEN, R. A. CUTLER, D. K. SHETTY and A. V. VIRKAR, *Indentation fracture response and damage resistance of  $Al_2O_3$ - $ZrO_2$  composites strengthened by transformation-induced residual stresses.*, *Comm. of the Am. Ceram. Soc.*, **71**, 12, 1988, pp C501-C505.
- 15 J. G. P. BINNER and R. STEVENS, *The measurement of toughness by indentation.*, *British Ceram. Trans. J.*, **83**, 1984, pp 168-172.
- 16 A. G. EVANS, *Fracture toughness : the role of indentation techniques.*, in *Fracture Mechanics Applied to Brittle Materials*, 1979, pp 112-135.
- 17 P. LAVAL and E. FELDER, *Caractérisation de l'adhérence des revêtements par indentation normale.*, *Mat. et Techn.*, **1**-2-3, 1993, pp 93-105.
- 18 D. B. MARSHALL, B. R. LAWN and A. G. EVANS, *Elastic/plastic indentation damage in ceramics : the lateral crack system.*, *J. Am. Ceram. Soc.*, **65**, 1982, pp 561-566.
- 19 C. ROSSINGTON, A. G. EVANS, D. B. MARSHALL and B. T. KHURI-YAKUB, *Measurement of adherence of residually stressed thin films by indentation. II. Experiments with ZnO/Si.*, *J. Appl. Phys.*, **56**, 10, 1984, pp 2639-2644.
- 20 D. B. MARSHALL and A. G. EVANS, *Measurement of adherence of residually stressed thin films by indentation. I. Mechanics of interface delamination.*, *J. Appl. Phys.*, **56**, 10, 1984, pp 2632-2638.
- 21 J. E. RITTER and L. G. ROSENFELD, *Use of the indentation technique for studying delamination of polymeric coatings.*, *J. Adhesion Sci. Technol.*, **4**, 7, 1990, pp 551-571.
- 22 M. R. LIN, J. E. RITTER, L. ROSENFELD and T. J. LARDNER, *Measuring the interfacial shear strength of thin polymer coatings on glass.*, *J. Mater. Res.*, **5**, 5, 1990, pp 1110-1117.
- 23 S. S. CHIANG, D. B. MARSHALL and A. G. EVANS, *The response of solids to elastic/plastic indentation. I. Stresses and residual stresses.*, *J. Appl. Phys.*, **53**, 1, 1982, pp 298-311.
- 24 D. B. MARSHALL and B. R. LAWN, *Residual stress effects in sharp contact cracking. Part I : indentation fracture mechanics.*, *J. Mater. Sc.*, 1979, pp 2001-2012.
- 25 T. R. GOVINDAN KUTTY, *Indentation fatigue of ceramic nuclear fuels*, *J. Mater. Sc.*, **25**, 1990, pp 455-458.
- 26 R. F. COOK, E. G. LINIGER, R. W. STEINBRECH and F. DEUERLER, *Sigmoidal indentation-strength characteristics of polycrystalline alumina*, *J. Am. Ceram. Soc.*, **77**, 1994, pp 303-314.
- 27 M. O. GUILLOU, J. L. HENSHALL and R. M. HOOPER, *Indentation cyclic fatigue of single-crystal magnesium oxide*, *J. Am. Ceram. Soc.*, **76**, 1993, pp 1832-1836.
- 28 M. REECE and F. GUIU, *Repeated indentation method for studying cyclic fatigue in ceramics*, *J. Am. Ceram. Soc.*, **73**, 1990, pp 1004-1013.
- 29 D. S. RICKERBY, *A review of the methods for the measurement of coating-substrate adhesion.*, *Surface and Coatings Technology.*, 1988, pp 541-557.

- 30 J. UNDERWOOD, *Residual-stress measurement using surface displacements around an indentation*, Exp. Mech., 13, 9, 1973, pp 373-380.
- 31 M. J. MATTHEWSON, *Axi-symmetric contact on thin compliant coatings*, J. Mech. Phys. Solids, 29, 2, 1981, pp 89-113.
- 32 Y. TIRUPATAIAH and G. SUNDARARAJAN, *On the constraint factor associated with the indentation of work-hardening materials with a spherical ball.*, Metall. Trans. A, 22A, 10, 1991, pp 2375-2384.
- 33 J. B. DAVIS, H. C. CAO, G. BAO and A. G. EVANS, *The fracture energy of interfaces : an elastic indentation technique*, Acta Metall. Mater., 39, 1991, pp 1019-1024.
- 34 M. C. SHAW, "The Fundamental Basis of the Hardness Test" in ref 4, 1971, pp 1-15.
- 35 H. H. RACKE and T. FETT, *Die Bestimmung biaxialer Eigenspannungen in Kunststoff-Oberflächen durch Knoop-Härtemessungen*, Materialprüf, 13, 2, 1971, pp 37-42.
- 36 D. B. MARSHALL, T. NOMA and A. G. EVANS, *A simple method for determining elastic - modulus - to hardness ratios using Knoop indentation measurements.*, Comm. of the Am. Ceram. Soc., 10, 1982, pp C175-C176.
- 37 H. LI and R. C. BRADT, *Knoop Microhardness Anisotropy of Single-Crystal Rutile*, J. Am. Ceram. Soc., 73, 1990, pp 1360-1364.
- 38 T. YOKOHATA and K. KATO, *Mechanism of nanoscale indentation.*, Wear, 168, 1993, pp 109-114.
- 39 P. K. MEHROTRA and D. T. QUINTO, *Techniques for evaluating mechanical properties of hard coatings.*, J. Vac. Sci. Technol. A, 3, 6, 1985, pp 2401-2405.
- 40 H. D. CONWAY and J. P. R. THOMSIN, *The determination of bond strength of polymeric films by indentation debonding.*, J. Adhesion Sci. Technol., 2, 3, 1988, pp 227-236.
- 41 P. C. JINDAL, D. T. QUINTO and G. J. WOLFE, *Adhesion measurements of chemically vapor deposited and physically vapor deposited hard coatings on WC-Co substrates.*, Thin Solid Films., 154, 1987, pp 361-375.
- 42 V. M. SURA and R. RHINEHART, *Indentation test for adhesion measurement of polyimide films.*, J. Adhesion Sci. Technol., 4, 3, 1990, pp 161-168.
- 43 F. FRANKEL, A. ABBATE and W. SCHOLZ, *The effect of residual stresses on hardness measurements*, Exp. Mech., 33, 1993, pp 164-168.
- 44 M. GRUMBACH, L. REGNIER, L. ROESCH and R. ROCHE, *Conversion dureté-résistance à la traction*, Métaux, Corrosion, Industrie, 58, 690, 1983, pp 69-74.
- 45 M. GRUMBACH, "La dureté" dans Le livre de l'acier., Eds G. BERANGER G. H. SANZ et SOLLAC., 1994, pp 207-220.
- 46 M. GRUMBACH, "Les essais de dureté" dans Propriétés d'emploi des aciers. Etudes de bases., C.I.T OTUA., 1977.
- 47 C. TOURNIER, *Choix d'un essai de dureté pour le contrôle des traitements thermiques superficiels.*, Traitement Thermique, 246, 1991, pp 57-60.
- 48 L. PRANDT, Math-Phys. Klasse, 1920, pp 74.
- 49 R. HILL, The Mathematical Theory of Plasticity., O. Clarendon Press, 1950.
- 50 D. TABOR, The Hardness of Metals., O. Clarendon Press, 1951.
- 51 R. BEEUWKES, R. CHAIT and H. LIN, "The practical determination of flow curves by indentation hardness methods" in ref 4, 1971, pp 75-90.
- 52 G. DAWSON, *Conversion of Knoop to Rockwell C*, Advanced Materials and Processes, 146, 1994, pp 87-88.
- 53 H. BÜCKLE, *Les possibilités et les limites d'application des essais de microdureté pour les revêtements métalliques.*, La Machine - Outil française, 206, 1965, pp 125-147.
- 54 K. L. JOHNSON, *The correlation of indentation experiments*, J. Mech. Phys. Solids, 18, 1970, pp 115-126.
- 55 B. LAWN and R. WILSHAW, *Review : indentation fracture : principles and applications*, J. Mater. Sc., 10, 1975, pp 1049-1081.
- 56 B. R. LAWN, A. G. EVANS and D. B. MARSHALL, *Elastic / plastic indentation damage in ceramics : the median / radial crack system*, J. Am. Ceram. Soc., 63, 9-10, 1994, pp 574-581.
- 57 L. E. SAMUELS and T. O. MULHEARN, *An experimental investigation of the deformed zone associated with indentation hardness impressions*, J. Mech. Phys. Sol., 5, 1957, pp 125-134.
- 58 H. BÜCKLE, "Use of the hardness test to determine other material properties." in ref 4, 1971, pp 453-491.
- 59 D. TABOR, "Indentation hardness and its measurement : some cautionary comments." in Microindentation Techniques in Materials Science and Engineering, ASTM STP 889, P. J. BLAU & B. R. LAWN, American Society for Testing Metals, Philadelphia, 1986, pp 129-159.
- 60 B. O. HAGLUNG, Prakt. Metall., 7, 1970, pp 173.
- 61 B. W. MOTT, Micro-indentation Hardness Testing. Butterworth Scientific Pub. U.K., 1956, pp 101-109.
- 62 J. B. PETHICA and D. TABOR, *Contact of characterized metal surfaces at very low loads : deformation and adhesion.*, Surface Science, 89, 1979, pp 255-282.
- 63 S. TAKAMURA and S. MUIRA, J. Phys. Soc. Japan, 13, 1958, pp 1421.
- 64 Y. TIRUPATAIAH and G. SUNDARARAJAN, *A comprehensive analysis of the static indentation process.*, Mat. Sci. Engng., 91, 1987, pp 169-180.
- 65 G. E. DIETER, Mechanical Metallurgy., N. Y. McGraw - Hill VBook Co., 1986, pp 335.
- 66 I. S. VIRK, M. B. WINNICKA and R. A. VARIN, *Dependence of Vickers microhardness on load in the L1<sub>2</sub> Titanium and Zirconium ternary trialuminides.*, Scripta Metall. et Mater., 24, 1990, pp 2181-2185.
- 67 R. BERRICHE and R. T. HOLT, *Effect of load on the hardness of hot isostatically pressed silicon nitride*, J. Am. Ceram. Soc., 76, 1993, pp 1602-1604.

- 68 K. NIIHARA, K. MORENA and D. P. HASSELMANN, "Toughness of Brittle Materials for Palmqvist Cracks" in Fracture Mechanics of Ceramics, R.C. BRADT, A. G. EVANS, D.P. HASSELMANN, F.F. LANGE Eds, Plenum Press, New York, 1983, pp 97-105.
- 69 S. PALMQVIST, *Method of determining the toughness of brittle materials, particularly sintered carbides.*, Translation N° BISI 1865, January 1961, of Jernkontorets Annaler, 141, 1957, pp 300-307.
- 70 N. GANE and J. M. COX, *The micro-hardness of metals at very low loads*, Phil. Mag., 22, 1970, pp 881.
- 71 G. UPIT and S. VARCHENYA, "The size effect in the hardness of single crystals" in ref 4, 1971, pp 135-146.
- 72 C. CHEN and A. HENDRICKSON, "Microhardness phenomenon in silver" in ref 4, 1971, pp 274-290.
- 73 D. LEE, "Plasticity considerations for anisotropic materials in hardness indentation" in ref 4, 1971, pp 147-166.
- 74 H. SHI and M. ATKINSON, *A friction effect in low-load hardness testing of copper and aluminium.*, J. Mater. Sc., 25, 1990, pp 2111-2114.
- 75 F. JESU RITHERNAM, S. RAMASAMY, D. ARIVUOLI and P. RAMASAMY, *Microhardness studies of doped and undoped strontium tartrate tetrahydrate single crystals*, J. Mater. Sc. Lett., 13, 1994, pp 263-265.
- 76 P. M. SARGENT, "Use of Indentation Size Effect on Microhardness for Materials Characterization." in ref 59, 1986, pp 160-174.
- 77 A. JAIN, A. K. RAZDAN, P. N. KOTRU and B. M. WANKLYN, *Load and directional effects on microhardness and estimation of toughness and brittleness for flux-grown LaBO<sub>3</sub> crystals*, J. Mater. Sc., 29, 1994, pp 3847-3856.
- 78 F. KICK, *The Law of Proportional Resistances and its Application*, Felix, Leipzig., 1885.
- 79 D. LÉBOUVIER, "L'essai de dureté sur les matériaux revêtus.", *Thèse, Mines de Paris*, 1987
- 80 P. M. SARGENT and T. F. PAGE, *The influence of microstructure on the microhardness of ceramic materials*, Proc. Brit. Ceram. Soc., 26, 1978, pp 209-224.
- 81 H. LI and R. C. BRADT, *Knoop Microhardness Anisotropy of Single-Crystal Cassiterite (SnO<sub>2</sub>)*, J. Am. Ceram. Soc., 74, 1991, pp 1053-1060.
- 82 H. LI and R. C. BRADT, *The microhardness indentation load/size effect in rutile and cassiterite single crystals.*, J. Mater. Sc., 28, 1993, pp 917-926.
- 83 H. LI and R. C. BRADT, *Knoop Microhardness Anisotropy of Single-Crystal LaB<sub>6</sub>*, Mat. Sci. Engng., A142, 1991, pp 51-61.
- 84 R. MITSHE and E. M. ONITSH, *Micro. Acta*, 36-37, 1971, pp 841.
- 85 E. O. BERNHARDT, *Z. Metallkde*, 33, 1941, pp 135.
- 86 F. FRÖHLICH, P. GRAU and W. GRELLMANN, *Performance and analysis of recording microhardness tests.*, Phys. Stat. Solid., A 42, 1977, pp 79-89
- 87 C. HAYES and E. G. KENDALL, *Metallogr.*, 6, 1973, pp 275.
- 88 W. LI and R. WARREN, *A model for nano-indentation creep*, Acta Metall. Mater., 41, 1993, pp 3065-3069.
- 89 M. TAZAKI, N. NISHIBORI and K. KINOSITA, *Ultra-microhardness of vacuum deposit films II: results for silver, gold, MgF<sub>2</sub>, LiF and ZnS*, Thin Solid Films, 51, 1978, pp 13-21.
- 90 H. M. POLLOCK, D. MAUGIS and M. BARQUINS, "Characterization of submicrometer surface layers by indentation" in ref 59, 1986, pp 47-71.
- 91 P. N. KOTRU, A. K. RAZDAN and B. M. WANKLYN, *Microhardness of flux grown pure doped and mixed rare earth aluminates and orthochromites.*, J. Mater. Sc., 24, 1989, pp 793-803.
- 92 D. R. TATE, *A comparison of microhardness indentation tests*, Trans. ASM, 35, 1945, pp 374.
- 93 B. JÖNSSON and S. HOGMARK, *Hardness measurements of thin films*, Thin Solid Films, 114, 1984, pp 257-269.
- 94 A. THOMAS, *Microhardness measurement as a quality control technique for thin, hard coating.*, Surf. Engng., 3, 1987, pp 117-122.
- 95 A. IOST, J. ARYANI-BOUFFETTE and J. FOCT, *Microdureté de composés intermétalliques : application aux couches de galvanisation*, Mém. Et. Sci. Rev. Mét., 1992, pp 681-691.
- 96 L. P. TARASOV and N. W. THIBAUT, *Determination of Knoop hardness numbers independant of load*, Trans. ASM, 38, 1947, pp 331.
- 97 A. R. G. BROWN and E. INESON, *Experimental survey of low-loads hardness testing instruments*, J. Iron Steel Inst., 169, 1951, pp 376.
- 98 M. A. MEYERS, L. E. MURR, C. Y. HSU and G. A. STONE, *Mat. Sci. Engng.*, 57, 1983, pp 113.
- 99 G. W. ROWE, E. SMETHURST and A. H. DOWNING, *A reassessment of accuracy in diamond pyramid hardness testing*, J. Mater. Sc., 1, 1982, pp 109-112.
- 100 D. S. DUGDALE, *Experiments with pyramidal indentators II*, J. Mech. Phys. Solids, 3, 1955, pp 197-205.
- 101 S. KALPAKJIAN, A. KHILNANI and A. L. MARKUNAS, "Surfaces profiles in wedge indentation" in Proc. First North American Metal Working Research Conf., Hamilton, Ontario., 1973.
- 102 R. L. WOODWARD, *Strain fields associated with the indentation of metals.*, Journal of the Australian Institute of Metals., 19, 2, 1974, pp 128-135.
- 103 Y. P. BHASIN, P. L. B. OXLEY and R. N. ROTH, *An experimentally-determined slip-line field for plane-strain wedge indentation of a strain-hardening material.*, J. Mech. Phys. Solids, 28, 1980, pp 149-165.
- 104 C. H. LEE, S. MASAKI and S. KOBAYASHI, *Int. J. Mech. Sci.*, 14, 1972, pp 417.
- 105 H. A. FRANCIS, *J. Eng. Mater. Technol.*, 1976, pp 272.
- 106 J. R. MATHEWS, *Acta Metall.*, 28, 1980, pp 311.

- 107 A. IOST and R. BIGOT, *Influence de la charge appliquée en microdureté Vickers*, Mém. Et. Sci. Rev. Mét., **9**, 1994, pp 1339.
- 108 R. BÖKLEN, "A simple method for obtained the ductility from a 100° cone impression." in ref 4, 1971, pp 109-116.
- 109 D. JARAMILLO, S. KURIYAMA and M. A. MEYERS, *A continuous indentation test for metals*, Acta Metall., **34**, 2, 1986, pp 313-324.
- 110 R. HILL, E. H. LEE and S. J. TUPPER, *The theory of wedge indentation of ductile materials*, Proc. R. Soc., **A188**, 1947, pp 273-290.
- 111 J. GRUNGWEIG, I. M. LONGMAN and N. J. PETCH, *Calculations and measurements on wedge indentation*, J. Mech. Phys. Solids, **2**, 1954, pp 81-86.
- 112 J. B. HADDOW and W. JOHNSON, *Indentation with pyramids :II Experimental*, Int. J. Mech. Sci., **3**, 1962, pp 1-13.
- 113 J. B. HADDOW and W. JOHNSON, *Indentation with pyramids :I Theory*, Int. J. Mech. Sci., **3**, 1961, pp 229-238.
- 114 G. FARGES and D. DEGOUT, *Interpretation of the indentation size effect in Vickers microhardness measurements-absolute hardness of materials*, Thin Solids Films, **181**, 1989, pp 365-374.
- 115 G. FARGES and D. DEGOUT, *Effet de taille d'empreinte en microdureté Vickers*, Traitement Thermique, **246**, 1991, pp 81-88.
- 116 J. SEQUEIRA, "Modélisation interactive d'objets de forme complexe à partir de données hétérogènes.", Thèse, Université de Franche Comté - Besançon, 1987.
- 117 N. STELMASHENKO, M. WALLS, L. BROWN and Y. MILMAN, *Microindentations on W and Mo oriented single crystals : an STM study.*, Acta Metall. Mater., **41**, 10, 1993, pp 2855-2865.
- 118 V. GUEGUEN, J. J. HANTZPERGUE and A. IOST, *Metallic coatings on polymer substrats : surface characterization and microhardness modelisation*, SMT 88 (8ème Conf. Int. Technologies de Modification des Surfaces), Nice, **9**, 1994, pp 555-560.
- 119 J. P. RIVIERE, P. GUESDON, G. FARGES and D. DEGOUT, *Microhardness and adhesion of TiB<sub>2</sub> coatings produced by dynamic ion mixing.*, Surface and Coatings Technology, **42**, 1990, pp 81-90.
- 120 O. VINGSBO, S. HOGMARK, B. JÖNSSON and A. INGEMARSSON, "Indentation hardness of surface-coated materials." in ref 90, 1986, pp 257-271.
- 121 K. YASUDA, K. SHINOHARA, C. KINOSHITA and M. ARAI, *An interpretation of the indentation size/load effect on diamond pyramidal hardness.*, Strength of materials, Eds OIKAWA et al., the Japan Institute of metals, 1994, pp 865-868.
- 122 J. BYSTRZYCKI and R. A. VARIN, *The frictional component in microhardness testing of intermetallics*, Scripta Metall. et Mater., **29**, 1993, pp 605-609.
- 123 H. LI, A. GHOSH, Y. H. HAN and R. C. BRADT, *The frictional component of the indentation size effect in low load microhardness testing*, J. Mater. Res., **8**, 1993, pp 1028-1032.
- 124 Y. MILMAN, B. GALANOV and S. CHUGUNOVA, *Plasticity characteristic obtained through hardness measurement.*, Acta Metall. Mater., **41**, 9, 1993, pp 2523-2532.
- 125 J. MATTHEWS, *Indentation hardness and hot pressing*, Acta Met., **28**, 1979, pp 311-318.
- 126 S. N. G. CHU and J. C. M. LI, *Impression creep : a new creep test.*, J. Mater. Sc., **12**, 1977, pp 2200-2208.
- 127 F. GUIBERTEAU, N. T. PADTURE, H. CAI and B. R. LAWN, *Indentation fatigue. A simple cyclic Hertzian test for measuring damage accumulation in polycrystalline ceramics.*, Phil. mag. A, **68**, 5, 1993, pp 1003-1016.
- 128 E. TAKAKURA and S. HORIBE, *Fatigue damage in ceramic materials caused by repeated indentation*, J. Mater. Sc., **27**, 1992, pp 6151-6158.
- 129 J. T. EVANS, *Fracture and subcritical crack growth in alumina-fiber/magnesium composites.*, Acta Met., **34**, 10, 1986, pp 2075-2083.
- 130 B. R. LAWN and A. G. EVANS, *A model for crack initiation in elastic/plastic indentation fields.*, J. Mater. Sc., **12**, 1977, pp 2195-2199.
- 131 R. F. COOK, M. R. PASCUCCI and W. H. RHODES, *Laterals cracks and microstructural effects in the indentation fracture of yttria.*, J. Am. Ceram. Soc., **73**, 1990, pp 1873-1878.
- 132 R. F. COOK and L. M. BRAUN, *Trapped cracks at indentations. Part II Fracture mechanics model*, J. Mater. Sc., **29**, 1994, pp 2192-2204.

**CHAPITRE II : APPLICATION DE LA DURETÉ  
VICKERS AUX MATÉRIAUX REVÊTUS**



# CHAPITRE II : APPLICATION DE LA DURETÉ VICKERS AUX MATÉRIAUX REVÊTUS

I. INTRODUCTION .....	83
II. MATERIAUX ET METHODES EXPERIMENTALES .....	85
II.A. L'OBTENTION D'ECHANTILLONS CHROMES .....	85
II.A.1. Les spécificités du chromage "dur" .....	85
II.A.2. La préparation de surface .....	86
II.A.3. La composition du bain électrolytique .....	87
II.A.4. Les réactions aux électrodes .....	87
II.A.5. L'influence des paramètres principaux sur le revêtement .....	88
II.B. METHODES EXPERIMENTALES .....	88
III. LES DIFFERENTS MODELES .....	89
III.A. LA DURETE D'UN MATERIAU REVETU ET LES LOIS DE MELANGES DES AIRES .....	89
III.B. MODIFICATION DU MODELE DE JÖNSSON ET HOGMARK .....	101
III.B.1. Intersection de la représentation de $H_c$ et de $H_f$ .....	101
III.B.2. Tangente à l'origine .....	102
III.B.3. Point d'inflexion de la courbe .....	102
III.B.4. Tangente à la courbe .....	103
III.C. LOI DES MELANGES EN VOLUME .....	106
IV. APPLICATIONS ET DISCUSSION .....	115
V. CONCLUSION .....	123
VI. LEGENDE DES FIGURES .....	124
VII. BILIOGRAPHIE .....	128



# I. INTRODUCTION

Bien souvent les propriétés macroscopiques de la pièce sont antagonistes avec les caractéristiques microscopiques de sa surface. La surface d'une pièce doit posséder des propriétés spécifiques : résistance à la corrosion, au frottement ou à l'usure, biocompatibilité, aspect esthétique ... qui peuvent ne pas être propres au matériau massif. Les quelques matériaux satisfaisants sont d'un coût élevé et d'une utilisation très restreinte.

Une solution développée intensivement ces dernières années consiste à effectuer des revêtements de surface ou à utiliser des multimatériaux. Dans ce cas, les qualités des différents matériaux peuvent se combiner pour répondre aux critères demandés. C'est le cas des revêtements durs en céramique pour les applications tribologiques, du dépôt d'un film métallique pour favoriser la conduction électrique, du dépôt d'hydroxyapatite pour améliorer la biocompatibilité, de la galvanisation pour obtenir une meilleure résistance à la corrosion, de l'implantation ionique ...

Les couches déposées sont souvent minces : de 1000 Å pour l'implantation ionique, à 20 µm pour un dépôt de nitrure de titane sur un acier à outil, et on conçoit parfaitement que les propriétés mécaniques de ces couches soient difficiles à déterminer.

Les premières tentatives de caractérisation utilisaient l'essai de macrodureté, mais la profondeur de pénétration de l'indenteur est telle que l'on mesure principalement les propriétés du substrat. Plus récemment sont apparus les essais d'ultra microdureté [1,2]. Avec des charges de l'ordre du mN et des profondeurs de pénétration aussi faibles que 200 Å, il est possible de mesurer la dureté propre du film et même de faire des filiations perpendiculairement à une couche implantée ioniquement [3]. Malheureusement ces essais sont difficiles à effectuer et ne se prêtent guère au contrôle de qualité. De plus, leur interprétation est complexe, et les résultats diffèrent sensiblement de ceux obtenus sur les matériaux massifs. Une troisième solution consiste à utiliser les appareils de microdureté classiques avec des charges variant de 5 à 500 gf. La profondeur de l'empreinte est voisine ou supérieure à l'épaisseur du film, et la dureté mesurée représente celle d'un matériau composite "film + substrat". Les comportements élémentaires sont ensuite séparés à l'aide de modèles physiques faisant intervenir une loi de couplage entre les surfaces indentées ou les volumes déformés du film et du substrat.

L'objet de ce travail est d'effectuer une revue critique des modèles utilisés dans cette troisième méthode et de montrer comment il est possible de déterminer la dureté d'un film à partir des duretés de l'ensemble "composite" et du substrat seul. Ces remarques nous conduiront à une amélioration d'un modèle existant et à son application aux résultats bibliographiques ainsi qu'au chromage dur.

## II. MATÉRIAUX ET MÉTHODES

### EXPERIMENTALES

Les échantillons étudiés sont des dépôts de chrome dur sur un substrat en acier doux ou en inox, pour lesquels la différence de dureté entre le film et le substrat est importante. Ces revêtements ont été conçus en collaboration avec les établissements Verbrugge, entreprise effectuant des chromisations industrielles à Lille. Quelques rappels sur le chromage précéderont la description des méthodes expérimentales.

#### II.A. L'OBTENTION D'ÉCHANTILLONS CHROMES

##### II.A.1. Les spécificités du chromage "dur"

Les revêtements de chrome "dur" à usage industriel sont plus épais (3 à 800  $\mu\text{m}$ ) que les dépôts de chrome pour usages décoratifs ( $\leq 1 \mu\text{m}$ ) qui se superposent à du cuivre ou du nickel.

Outre ses propriétés connues telles qu'une résistance à l'usure élevée et une dureté importante, le chrome dur présente comme caractéristiques :

- \* une bonne adhérence des vernis sur le fer chromé. Utilisé dans des fabrications comportant des phases d'emboutissage-réemboutissage, le couple métal-vernis supporte correctement ces sollicitations mécaniques. De plus, le vernis permet une protection anti-corrosive du métal que n'assure pas le chrome si l'épaisseur du revêtement est inférieure à 30  $\mu\text{m}$ .

- \* une mauvaise soudabilité du fer chromé à grande vitesse. Différents matériaux ont été développés récemment au Japon pour palier à cette lacune, notamment le fer chromé granulaire permettant le passage du courant de soudure grâce à des granules de chrome métallique protubérants.

- \* un faible coefficient de frottement du chrome électrolytique permet son utilisation au niveau mécanique (pistons, vérins, coulisseaux, arbres, ...).

Le tableau ci dessous permet de comparer les coefficients de frottement d'un acier durci superficiellement et d'un acier chromé :

revêtement Cr / acier	0.16	acier durci / acier	0.20
revêtement Cr / fonte	0.06	acier durci / fonte	0.22
revêtement Cr / bronze	0.05	acier durci / bronze	0.11

Ces propriétés ne sont pas exhaustives et l'évolution permanente du procédé électrolytique engendre de nouvelles caractéristiques du chromage "dur". Explicitons schématiquement les étapes de base du dépôt électrolytique.

## II.A.2. La préparation de surface

Suite aux préparations mécaniques des surfaces, comme la rectification, le polissage ou le sablage, permettant d'obtenir des états de surface après chromage très variés, les pièces subiront un dégraissage et un décapage.

Le dégraissage s'opère électrolytiquement dans un bain alcalin contenant quelques dizaines de g/l de dégraissant. Les polarités peuvent être différentes (anodique ou cathodique). L'élimination des graisses s'effectue par imprégnation de l'huile, mouillage du métal par le milieu alcalin, décollement mécanique du film d'huile par le dégagement gazeux dû à l'électrolyse, émulsification des particules liquides d'huile en fines gouttelettes, mise en suspension des particules solides et saponification lente de l'huile de laminage et des acides gras en savon soluble de sodium. Cette opération est suivie d'un rinçage à l'eau par immersion et/ou aspersion.

Le décapage a lieu chimiquement dans un bain d'acide sulfurique à température ambiante. La concentration en  $H_2SO_4$  se situe en général entre 40 et 70 g/l. L'efficacité du bain est vérifiée par sa concentration en fer sous forme ionique. Tout comme le dégraissage, l'opération de décapage est suivie par un rinçage à l'eau. Ce décapage peut être effectué dans le bain lui-même et consiste alors en une attaque anodique du support (courant inversé par rapport à l'opération cathodique du chromage).

### II.A.3. La composition du bain électrolytique

Le chrome est fréquemment déposé à partir d'un bain au sulfate constitué d'acide sulfurique ou d'un sulfate chromique, dont la concentration est de l'ordre de 2.5 g/l en  $\text{SO}_4^{2-}$ . On utilise aussi comme catalyseur des ions fluorures qui sont indispensables pour obtenir un dépôt de chrome.

La source d'ions est constituée par l'anhydride chromique,  $\text{CrO}_3$ , dont la concentration est de l'ordre de 250 g/l.

La tension varie de 4 à 12 V avec la densité de courant, la distance entre les électrodes et les surfaces en regard.

Il existe une relation étroite entre la température de l'électrolyte et les densités de courant nécessaires à l'obtention d'un dépôt correct.

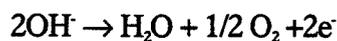
### II.A.4. Les réactions aux électrodes

Les réactions à la cathode sont la réduction du chrome VI en chrome métallique et la réduction du proton :



Le rendement faradique du dépôt est faible, de l'ordre de 10 à 30 %. Ainsi une grande partie de l'énergie consommée alimente la réaction de dégagement gazeux.

Les électrodes, insolubles, sont souvent constituées d'un alliage de plomb et d'étain, et le bain doit donc être approvisionné régulièrement en  $\text{CrO}_3$ . Les réactions principales anodiques sont :



## II.A.5. L'influence des paramètres principaux sur le revêtement

La concentration en  $\text{CrO}_3$  influence fortement le rendement faradique du dépôt en chrome métallique. Il apparaît un optimum pour une concentration de 250 g/l, valeur utilisée en milieu industriel. Le rendement dépend également du rapport des concentrations acide/sulfate, ce rapport optimum est bien sûr paramétré par la densité de courant. Enfin un dernier paramètre important concernant le rendement faradique du procédé de chromage est la nature du catalyseur.

Les conditions de dépôt sont également influencées par le couple densité de courant - température de l'électrolyte.

Nos échantillons sont élaborés dans un bain de composition industrielle, avec l'objectif d'effectuer un dépôt homogène en limitant, voire en évitant, les effets de bord. Leurs dimensions est de 150 x 30 mm avec une épaisseur du substrat de 2 mm. Le dépôt de chrome est effectué sur les deux faces avec une épaisseur recherchée de 100  $\mu\text{m}$ . Des observations microscopiques permettent de mesurer son épaisseur réelle.

## II.B. METHODES EXPERIMENTALES

Les essais de dureté sont d'abord effectués sur une coupe perpendiculaire au dépôt avec des charges comprises entre 5 et 2000 gf, appliquées à l'aide d'un microduromètre Leitz (cf chapitre précédent). Une attention particulière est apportée à la préparation de surface de façon à éviter tout artefact sur les résultats de dureté. Un second échantillon est utilisé pour l'indentation normale. Les charges sont appliquées de la même manière que pour les essais en coupe.

Une observation au microscope électronique à balayage permet de déterminer le type de déformation du substrat et donc le choix du modèle de couplage des duretés. Les observations au microscope confocale ont pour objectif de diminuer les erreurs de lecture des empreintes de dureté.

### III. LES DIFFERENTS MODELES

#### III.A. LA DURETE D'UN MATERIAU REVETU ET LES LOIS DE MELANGES DES AIRES

Le premier modèle proposé par Bückle [4-6] considère un matériau dont la dureté varie avec la distance à la surface. Celui-ci est divisé arbitrairement en 12 couches d'épaisseurs égales à la profondeur de pénétration,  $D$ , du diamant dans le matériau. La couche  $i$ , participe à la dureté de l'ensemble par sa dureté propre,  $H_i$ , pondérée par un facteur  $p_i$  qui dépend de la distance de la couche à la surface. A partir de filiations de duretés mesurées dans un plan perpendiculaire à la surface d'un film épais, Bückle calcule ce coefficient de pondération et montre qu'il est indépendant du matériau et calcule sa valeur (figure 1). La dureté composite,  $H_c$ , est obtenue à partir de la formule :

$$H_c = \frac{\sum H_i p_i}{\sum p_i} \quad \text{avec } \sum p_i = 100 \quad (1)$$

Pour un substrat homogène, de dureté  $H_s$ , revêtu par un film de dureté  $H_f$ , et d'épaisseur  $t$ , cette formule se simplifie :

$$H_c = a H_s + b H_f \quad \text{avec } a + b = 1 \quad (2)$$

où  $a$  et  $b$  sont calculés à partir de (1) et des coefficients  $p_i$ .

La variation de ces coefficients, en fonction du rapport  $D/t$ , est représentée sur la figure 2. Les facteurs  $a$  et  $b$  déterminent la façon dont les duretés du substrat et du film influencent celle du composite.

Dans le cas d'une profondeur de pénétration égale au dixième de celle du film, nous obtenons :

$$H_c = 0,98 H_f + 0,02 H_s \quad (3)$$

Ainsi, la dureté mesurée est voisine de celle du film seul, ce qui correspond à la règle empirique suivant laquelle on ne peut mesurer la dureté propre d'une couche que si la profondeur de l'empreinte est inférieure au dixième de son épaisseur.

Dans le cas d'une profondeur de pénétration égale à celle du film, on obtient :

$$H_c = 0,09 H_f + 0,91 H_s \quad (4)$$

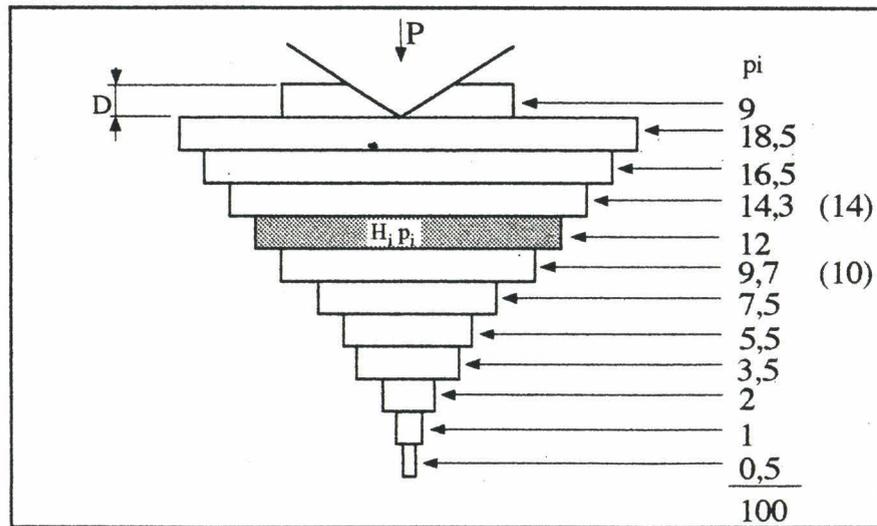


Fig. 1 : Répartition empirique des poids dans les sous-couches de la zone d'influence d'une empreinte d'après Bückle [4-6]

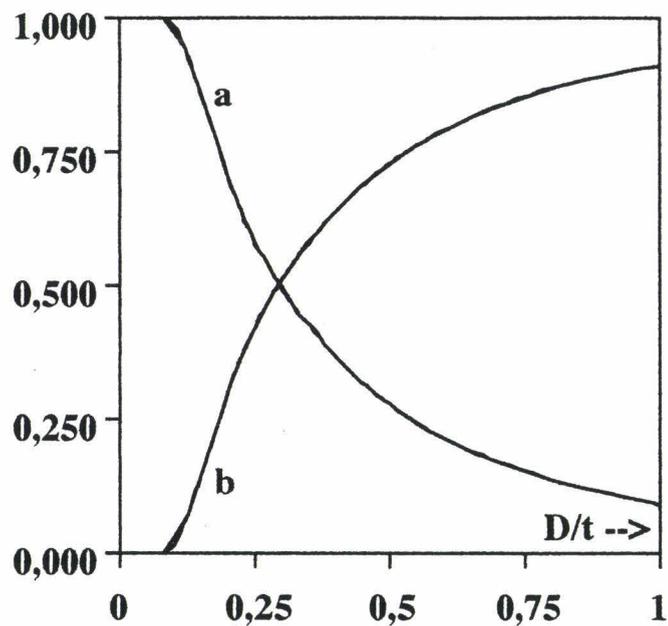


Fig. 2 : Variation des coefficients de pondération  $a$  et  $b$  introduits par Bückle [4] en fonction du rapport  $D/t$

on mesure principalement la dureté propre du substrat et l'influence du film est souvent faible.

Cette méthode est reprise par Kao et al. [7] en dureté Knoop pour comparer différents traitements d'implantation ionique sur un même substrat. La couche implantée est très fine et le modèle de Bückle doit être modifié car la première couche de la figure 1 comporte à la fois la zone affectée par le traitement et le substrat (figure 3). La dureté de cette première couche,  $H_c$  est proportionnelle aux surfaces projetées (on est en dureté Knoop) indentées dans le film et le substrat.

$$H_c = \frac{H_f A_f}{A} + \frac{H_s A_s}{A} \quad (5)$$

avec

$$A = A_f + A_s$$

et

$$\frac{A_s}{A} = \left(\frac{D-t}{D}\right)^2$$

En combinant ces relations avec (1) on obtient :

$$H_c = p_1 \left\{ H_f \left[ \left(\frac{2t}{D}\right) - \left(\frac{t}{D}\right)^2 \right] + H_s \left[ \left(\frac{t}{D}\right)^2 - \left(\frac{2t}{D}\right) + 1 \right] \right\} + H_s (1-p_1) \quad (6)$$

En considérant que l'épaisseur de la couche implantée est faible devant la profondeur de pénétration,

les termes en  $\left(\frac{t}{D}\right)^2$  sont négligés devant ceux en  $\frac{t}{D}$  :

$$H_c = H_s + \frac{2 p_1}{D} t (H_f - H_s) \quad (7)$$

avec  $p_1 = 9\%$  (Figure 2) et  $D = d/30$  pour la géométrie d'un diamant Knoop.

Kao et al. [4] vérifient cette relation en traçant la variation de la dureté en fonction de l'inverse de la profondeur de l'empreinte. Cette relation est linéaire, et le produit de la différence des duretés du film et du substrat par l'épaisseur du film :  $t (H_f - H_s)$  est utilisé pour représenter l'effet durcissant de l'implantation ionique et comparer les traitements effectués.

Dans cette première approche, on trouve les principaux éléments du modèle proposé par Jönsson et Hogmark [8] qui sera amélioré par Vingsbo et al. [10] :

- \* la mesure de la dureté "film + substrat" sous des charges variables en microdureté,
- \* la modélisation de la dureté en supposant qu'elle est proportionnelle aux surfaces indentées,
- \* l'intégration de l'effet d'échelle par une représentation de la dureté en fonction de l'inverse de la diagonale de l'empreinte.

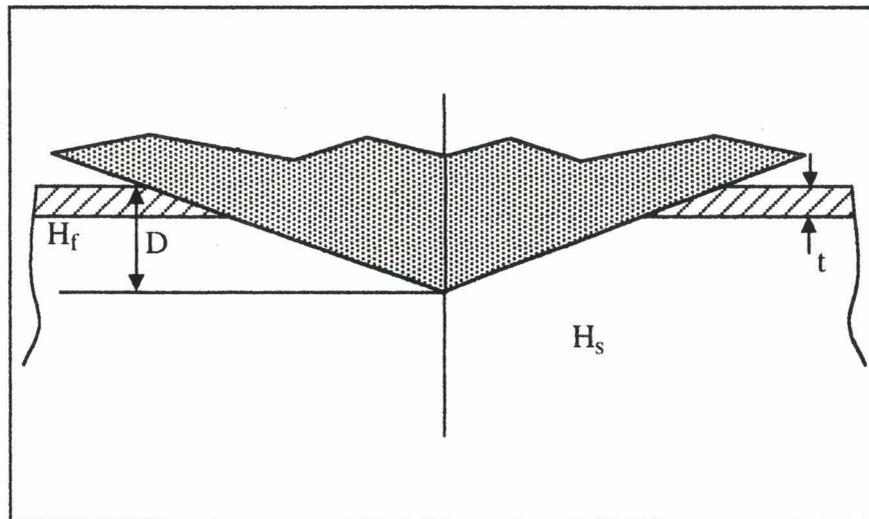


Fig. 3 : Indentation d'une couche implantée d'épaisseur  $t$  et de dureté  $H_f$  sur un substrat de dureté  $H_s$  par un diamant Knoop (d'après [7]).

Jönsson et Hogmark [8] supposent également une loi de mélanges des aires selon l'équation (5).  
 Pour la géométrie du diamant Vickers (figure 4-a) :

$$A_f = \left(\frac{d}{\sqrt{2}}\right)^2 - \left(\frac{d}{\sqrt{2}} - 2x\right)^2 \quad (8-a)$$

et

$$\frac{A_f}{A} = 2 C \frac{t}{d} - C^2 \left(\frac{t}{d}\right)^2 \quad (8-b)$$

où C est une constante qui dépend de la déformation du film.

Deux cas limites sont considérés :

\* le premier (figure 4-b) suppose que le film épouse la forme de l'empreinte : toute la déformation plastique du film est localisée dans le volume ABC, le reste du film ne servant qu'à transmettre la pression de l'indenteur au substrat. La constante C a pour valeur :

$$C = C_1 = 2\sqrt{2} \sin 22^\circ \cos 22^\circ = 0,98 \approx 1 \quad (9-a)$$

\* le deuxième (figure 4-c) correspond à un film fragile qui ne peut pas accommoder la déformation plastique du substrat, et se fissure. La déformation plastique du film est confinée dans la zone A'B'C' et la constante devient :

$$C = C_2 = 2\sqrt{2} \tan 11^\circ \cos 22^\circ = 0,509 \approx 0,5 \quad (9-b)$$

En introduisant  $A_f$  et  $A_s$  dans l'équation (7), la dureté du composite s'écrit :

$$H_c = H_s + \left[ \left(2\frac{Ct}{d}\right) - \left(\frac{Ct}{d}\right)^2 \right] (H_f - H_s) \quad (10)$$

et celle du film :

$$H_f = H_s + \frac{H_c - H_s}{\left(2\frac{Ct}{d}\right) - \left(\frac{Ct}{d}\right)^2} \quad (11)$$

Ce modèle est validé pour un dépôt de chrome dur d'épaisseur 1  $\mu\text{m}$  sur différents substrats, en traçant la variation de  $(H_c - H_s)$  en fonction de la différence de charge,  $\Delta P$ , à appliquer pour obtenir la même taille d'empreinte dans le substrat et le composite.

En effet, en différenciant la définition de la dureté Vickers à d constant :

$$\Delta H = \frac{2 \cos 22^\circ \Delta P}{d^2} \quad (12)$$

et en introduisant cette valeur dans la relation (10) :

$$\Delta P = \frac{1}{2 \cos 22^\circ} (2 C t d - C^2 t^2) (H_f - H_s) \quad (13)$$

soit une relation linéaire entre  $\Delta P$  et la diagonale de l'empreinte.

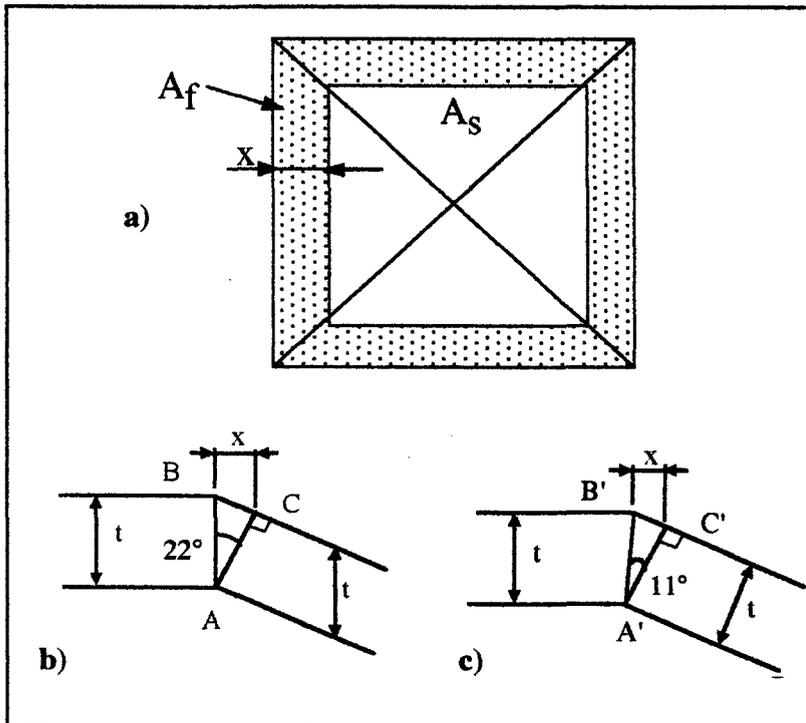


Fig. 4 : Modèle géométrique de Jönsson et Hogmark [8]

(a) Aires indentées dans le film ( $A_f$ ) et dans le substrat ( $A_s$ ).

(b) Déformation plastique du film qui épouse la forme de l'empreinte ( $C = C_1$ )

(c) Rupture du film ( $C = C_2$ )

Cette relation est vérifiée expérimentalement pour des diagonales supérieures à 10  $\mu\text{m}$ , c'est à dire 10 fois l'épaisseur du film déposé à la surface de l'échantillon. Pour les charges inférieures à cette valeur critique, la représentation est parabolique et correspond à la variation de la dureté avec la charge dans le film seul. Une variation parabolique est observée également pour les plus grandes diagonales d'empreintes et représente la variation de la dureté avec la charge pour le substrat seul, ce qui est conforme à la formule (3) proposée par Bückle. A noter que la dureté du film peut être déduite de la partie linéaire de la relation (13).

La deuxième amélioration du modèle concerne l'introduction par Thomas [9] et Vingsbo et al. [10] de la dépendance de la dureté avec la charge par l'intermédiaire de la formule :

$$HV = H_0 + \frac{B}{d} \quad (14)$$

Thomas suppose que les duretés du substrat et du composite suivent cette relation :

$$H_s = H_{os} + \frac{B_s}{d} \quad (15-a)$$

$$H_c = H_{oc} + \frac{B_c}{d} \quad (15-b)$$

En combinant ces équations avec la relation (11) il obtient :

$$H_f = H_{os} + \frac{B_s}{d} + \frac{B_c - B_s}{2 C t - \frac{C^2 t^2}{d}} \quad (16)$$

avec  $H_{oc} = H_{os}$ , puisque le rôle du film est négligeable pour les charges élevées.

Pour les matériaux étudiés (un dépôt de TiN d'environ 3  $\mu\text{m}$  sur un acier rapide) les termes  $\frac{B_s}{d}$  et  $\frac{C^2 t^2}{d}$  peuvent être négligés lorsque les diagonales d'empreintes sont supérieures à 10  $\mu\text{m}$ . La dureté du film devient :

$$H_{of} = H_{os} + \frac{B_c - B_s}{t} \quad (17-a)$$

en prenant  $C = 0,5$  puisque le film est fragile.

En faisant varier la charge et en reprenant la représentation de Thomas appliquée au film (17-a), cette formule permet le calcul de l'épaisseur d'un film en contrôle de fabrication à partir des valeurs expérimentales de  $H_{os}$ ,  $B_c$  et  $B_s$ .

$$H_f = H_{of} + \frac{B_f}{d} \quad (17-b)$$

Bestofen [11] utilise ces équations pour des dépôts de TiN sur différents aciers, mais constate une différence sensible entre les épaisseurs calculées et celles mesurées expérimentalement.

Il préfère utiliser une relation empirique, établie à partir de l'étude de la variation de  $B_c$  avec l'épaisseur des échantillons :

$$t = -0,8 + 0,72 \cdot 10^{-3} B_c \quad (18)$$

Vingsbo et al. [10] déposent des couches de chrome dur ou de nitrure de titane d'environ  $1 \mu\text{m}$  sur différents supports, et introduisent une variation de la dureté du substrat et du film en fonction de l'inverse de la diagonale de l'empreinte. En négligeant comme Thomas les termes en  $\frac{C^2 t^2}{d^2}$  devant ceux en  $1/d$ , ils obtiennent la dureté du composite et celle du film :

$$H_c = H_{os} + \frac{B_c}{d}$$

$$H_{of} = H_{os} + \frac{B_c - B_s}{2 C t}$$

avec :

$$B_c = B_s + \frac{2 C t}{d} (H_{of} - H_{os}) \quad (19)$$

Ils vérifient que le substrat n'a pas d'influence sur la dureté quand la diagonale de l'empreinte est inférieure à l'épaisseur du film (ce qui corrobore les observations précédentes de Bückle et la règle empirique du dixième). Ils constatent également que la dureté du film varie avec son épaisseur.

La constante  $C$  dépend de la nature du film mais aussi de celle du substrat : elle varie de 1 pour un substrat dur, à 0,5 pour un substrat mou. Ceci est confirmé par des observations effectuées en Microscopie Électronique à Balayage qui montrent que le film se fissure plus facilement si le substrat est mou.

D'après les résultats expérimentaux :

$$- C = 1 \text{ pour } \frac{H_f}{H_s} = 2$$

$$- C = 0,5 \text{ pour } \frac{H_f}{H_s} = 13$$

et la valeur de  $C$  est intermédiaire pour  $\frac{H_f}{H_s} = 6$ .

Nemec et Navratil [12] reprennent le modèle de Jönsson et Hogmark [8] dans le cas d'un film se fissurant ( $C = 0,5$  et figure 5) et calculent la différence de diagonale d'indentation dans le substrat et le composite :

$$d_s - d_c = 2 (x + y) = \frac{(8 t)^{1/2}}{\sin 22^\circ} \quad (20)$$

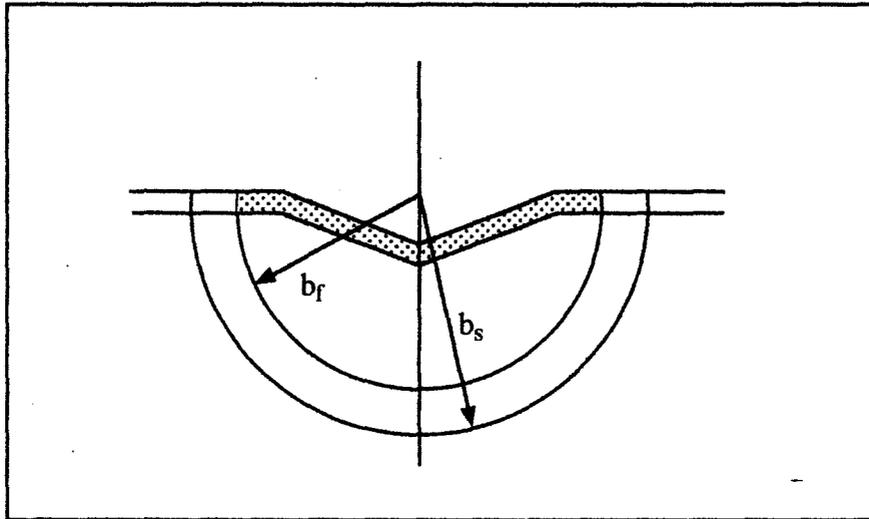


Fig. 5 : Indentation d'un matériau revêtu par un diamant Vickers : modèle de Nemeč et Navrátil [12].

Mais cette relation est moins bien vérifiée que l'équation (21) pour des substrats d'aluminium recouverts d'un film de cuivre, dont l'épaisseur est comprise entre 100 et 1000 nm :

$$(d_s - d_c)^2 = kt \quad (21)$$

Ils proposent donc d'utiliser une loi de couplage empirique :

$$\frac{1}{\sqrt{H_s}} - \frac{1}{\sqrt{H_c}} = \sqrt{\frac{kt}{2 \cos 22^\circ P}} \quad (22)$$

à laquelle correspond une nouvelle formulation pour la dureté du composite :

$$H_c = \frac{2 \cos 22^\circ P H_s}{\cos 22^\circ P + kt H_s - 2 \sqrt{\cos 22^\circ k P H_s}} \quad (23)$$

Le modèle de Jönsson et Hogmark amélioré par Vingsbo et al. est appliqué à divers types de revêtements avec succès [13]. Cependant des désaccords peuvent apparaître entre les résultats expérimentaux et les valeurs supposées être celles du film. Ces différences sont attribuées à :

- \* un changement de morphologie du revêtement [14],
- \* une dépendance de la dureté du film avec son épaisseur [8] due à la présence de contraintes résiduelles dans le film [9],
- \* une diminution de la dureté près de la surface [15] dans le cas des couches d'implantation ionique,
- \* l'incertitude résultant de la mesure de l'épaisseur du film [15, 16].

D'autres différences sont plus difficiles à expliquer :

- \*  $H_{oc}$  peut être différent de  $H_{os}$  [11, 17] alors que pour des charges très grandes le film ne doit pas influencer sur la valeur de dureté trouvée,
- \* la représentation de la variation de la dureté avec l'inverse de la diagonale de l'empreinte n'est pas linéaire : elle peut diminuer pour les faibles charges (dépôt de chrome sur un acier à haute résistance) ou augmenter (dépôt de chrome sur le cuivre) [10].

Pour ces diverses raisons le modèle est limité à certains matériaux et épaisseurs de film.

Chicot et Lesage [18-20] critiquent en particulier l'application du modèle de Jönsson et Hogmark dans le cas des couches épaisses. Ils observent expérimentalement une variation de dureté du composite présentant un point d'inflexion (figure 6). Selon ces auteurs, le modèle précédent ne s'applique pas car :

- \*  $H_{oc}$  peut être inférieur à  $H_{os}$ ,
- \* quand la charge devient infinie  $H_{oc} = H_{os}$  donc  $B_c = B_s$  et  $C = 0$ ,
- \* pour les faibles charges, la dureté du composite tend vers la dureté du film pour les plus faibles charges :  $A_f = A$ ,  $\frac{Ct}{d} = 1$ , donc  $C = 1$ .

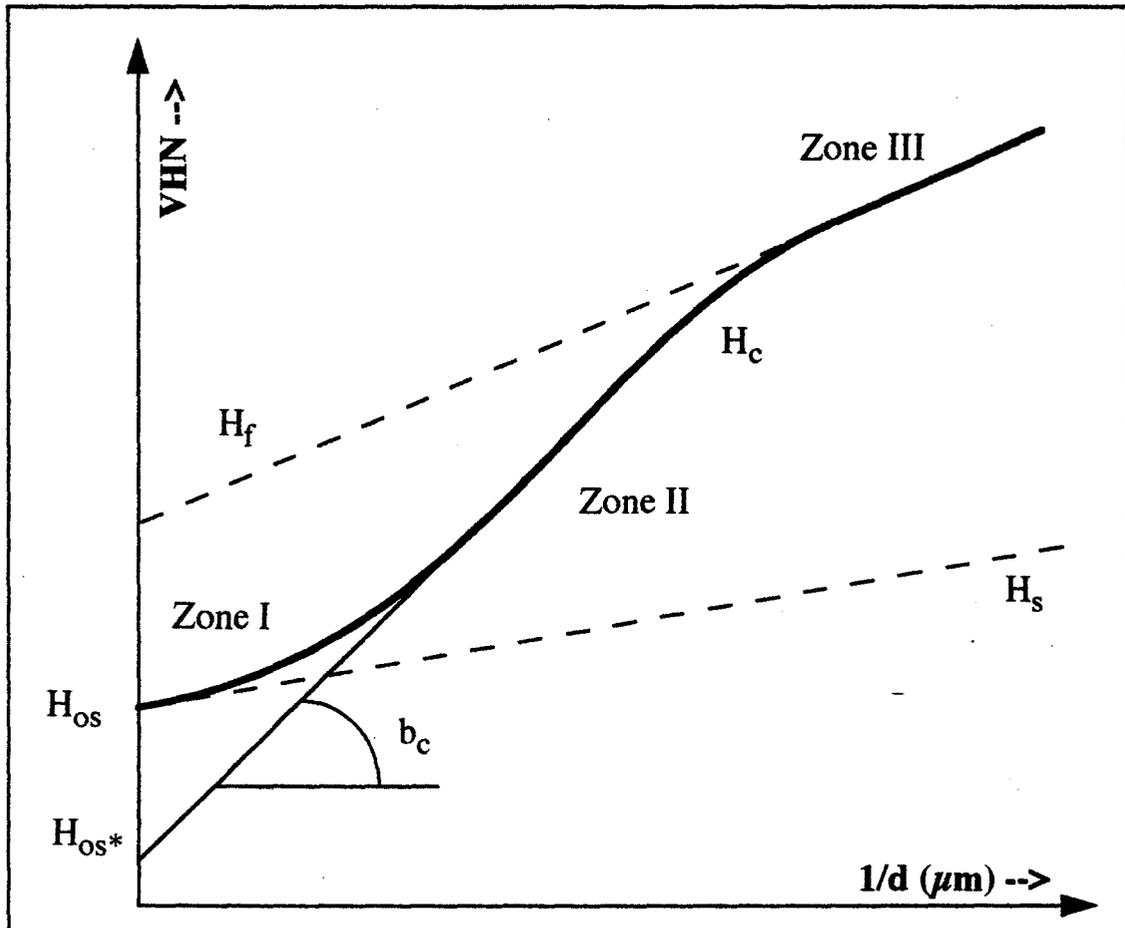


Fig. 6 : Variation de la dureté avec l'inverse de la diagonale de l'empreinte pour un film épais (modélisation de Chicot et Lesage [19]).

Ils en déduisent que  $C$  varie entre 0 (pour les charges élevées) et 1, et proposent de remplacer la constante  $C$  du modèle de Jönsson et Hogmark par une fonction dépendant du rapport de l'épaisseur sur la diagonale de l'empreinte :

$$C = \left(\frac{t}{d}\right)^{n'} \quad (24)$$

avec  $n' = \frac{3}{4}$  expérimentalement

La dureté du composite devient alors:

$$H_c = \left[ 2 \left(\frac{t}{d}\right)^{n'+1} - \left(\frac{t}{d}\right)^{2(n'+1)} \right] H_f + \left[ 1 - 2 \left(\frac{t}{d}\right)^{n'+1} + \left(\frac{t}{d}\right)^{2(n'+1)} \right] H_s \quad (25)$$

Bien que cette relation soit en bon accord avec les résultats expérimentaux pour un dépôt épais de  $Cr_3C_7 / NiCr$  sur un substrat d'acier (mais l'introduction d'une constante supplémentaire permet toujours d'obtenir une meilleure corrélation), ce modèle appelle quelques remarques :

\* si la variation de la dureté avec l'inverse de la diagonale de l'empreinte est linéaire et correspond physiquement à la formation d'un bourrelet sur le bord de l'empreinte (se reporter au chapitre précédent), rien ne justifie que la dureté du composite obéisse à une loi semblable. Cette erreur est commise quand on utilise la relation de Thomas (équation (15-b)), qui est approchée et vérifiée que dans un domaine expérimental réduit. Chicot et Lesage commettent cette erreur en négligeant (comme tous les autres auteurs) les termes en  $\left(\frac{Ct}{d}\right)^2$  devant ceux en  $\frac{Ct}{d}$ . Cette erreur est en outre d'autant plus importante que le rapport  $\frac{Ct}{d}$  est grand.

\* l'affirmation  $B_c$  tend vers  $B_s$  devient donc fausse,

\* de plus, l'affirmation  $\frac{Ct}{d} = 1$  donc  $C = \frac{d}{t} = 1$  est évidemment fausse puisqu'elle suppose que

$\frac{d}{t} = 1$  ce qui n'est vérifié que ponctuellement.

Nous allons voir maintenant comment le modèle de Jönsson et Hogmark doit être appliqué pour rendre compte des résultats expérimentaux.

## III.B. MODIFICATION DU MODELE DE JÖNSSON ET HOGMARK

Nous reprenons le modèle de Jönsson et Hogmark mais sans effectuer de simplification. La représentation de la variation de la dureté en fonction de l'inverse de la diagonale est retenue pour une mise en évidence plus aisée des particularités. Il est évident que le mode de représentation n'a aucune influence sur le modèle. Dans ces conditions, et en tenant compte de tous les termes, l'équation [16] s'écrit sous la forme :

$$H_c = H_{os} + \frac{A_1}{d} + \frac{A_2}{d^2} + \frac{A_3}{d^3} \quad (26)$$

avec

$$A_1 = 2 C t (H_{of} - H_{os}) + B_s$$

$$A_2 = 2 C t (B_f - B_s) - C^2 t^2 (H_{of} - H_{os})$$

$$A_3 = - C^2 t^2 (B_f - B_s)$$

En introduisant les variables  $\Delta H_0 = (H_{of} - H_{os})$  et  $\Delta B = (B_f - B_s)$ , les facteurs s'écrivent :

$$A_1 = 2 C t \Delta H_0 + B_s$$

$$A_2 = 2 C t \Delta B - C^2 t^2 \Delta H_0$$

$$A_3 = - C^2 t^2 \Delta B$$

Dans le cas où le film est plus dur que le substrat,  $\Delta H_0$  et  $\Delta B$  sont tous deux positifs. On vérifie bien sûr que si le substrat et le film sont identiques :  $H_c = H_s = H_{os} + B_s/d$

$H_c$  correspond à une équation du troisième degré en fonction de  $\frac{1}{d}$  qui présente quelques particularités qui sont décrites ci dessous.

### III.B.1. Intersection de la représentation de $H_c$ et de $H_f$

D'après la relation [16], les duretés du composite et du film sont égales quand :

$$1 - \left( 2 \frac{C t}{d} \right) + \left( \frac{C t}{d} \right)^2 = 0 \quad (27)$$

c'est à dire pour  $d = d^0 = C t$

La dureté du composite est égale à celle du film pour une diagonale d'empreinte  $d^0 = t$  soit une profondeur de pénétration du diamant Vickers :  $D = \frac{t}{7}$  dans le cas d'un film non fissuré ( $C = 1$ )

(figure 4-b), ou pour  $d^0 = \frac{t}{2}$  soit  $D = \frac{t}{14}$  pour un film fissuré ( $C = 0,5$ ) (figure 4-c).

Ainsi pour :

$$\frac{1}{d^0} > \frac{1}{Ct} \quad (28)$$

la dureté du composite est égale à celle du film et l'équation (26) ne s'applique plus.

### III.B.2. Tangente à l'origine.

La tangente à l'origine a pour équation :

$$H'_c = H_{0s} + \frac{2 C t \Delta H_0 + B_s}{d} \quad (29)$$

Cette équation est identique à celle obtenue par Thomas [9]. La tangente coupe la droite représentant la dureté du film en fonction de l'inverse de la diagonale de l'empreinte au point d'abscisse :

$$\frac{1}{d} = \frac{1}{d_0} = \frac{\Delta H_0}{2 C t \Delta H_0 + B_s} \quad (30)$$

Ce point existe si sa valeur est positive ce qui conduit à la condition :

$$\Delta \geq \frac{1}{2Ct} \quad \text{en posant } \Delta = \frac{\Delta B}{\Delta H_0} \quad (31)$$

La courbe représentative de  $H_c$  se situe entièrement au dessus de sa tangente si :

$$\frac{1}{d_0} > \frac{1}{d^0}$$

soit

$$\frac{1}{2Ct} < \Delta < \frac{1}{Ct} \quad (32)$$

### III.B.3. Point d'inflexion de la courbe.

Les points d'inflexion sont obtenus en résolvant l'équation :

$$H''_c = 2 \left[ 2 C t (B_f - B_s) - C^2 t^2 (H_{of} - H_{os}) \right] + 6 \frac{-C^2 t^2 (B_f - B_s)}{d} = 0 \quad (33)$$

La solution à cette équation donne l'abscisse du point d'inflexion :

$$\frac{1}{d} = \frac{1}{d_1} = \frac{2}{3 C t} - \frac{\Delta}{3} \quad (34)$$

L'existence de ce point d'inflexion impose une condition sur la variable  $\Delta$  :

$$\frac{1}{d_1} \geq 0 \Rightarrow \Delta < \frac{2}{C t} \quad (35)$$

### III.B.4. Tangente à la courbe

Le coefficient directeur de la tangente à la courbe  $H_c = f(1/d)$  a pour équation :

$$H'_c = 2 C t (\Delta H_o) + B_s + 2 \frac{2 C t (\Delta B) - C^2 t^2 (\Delta H_o)}{d} + 3 \frac{- C^2 t^2 (\Delta B)}{d^2} \quad (36)$$

Ce coefficient est égal à la pente  $B_f$  pour :

$$\frac{1}{d} = \frac{1}{d^*} = \frac{1}{C t} \quad (37-a)$$

ou 
$$\frac{1}{d} = \frac{1}{d^{**}} = \frac{1 - 2 C t}{3 C t} \quad (37-b)$$

Nous notons que le point d'intersection entre  $H_c$  et  $H_f$  a pour particularité d'avoir en plus une tangente commune, autrement dit le raccord entre  $H_c$  et  $H_f$  est de classe  $C_1$ . De plus, on remarque rapidement

que  $\frac{1}{d^*} > \frac{1}{d^{**}}$  car  $C t$  et  $\Delta$  sont positifs. Ainsi la condition d'existence de ces deux points est limitée à

la condition d'existence de  $\frac{1}{d^{**}}$  :

$$\frac{1}{2 C t} < \Delta \quad (38)$$

En fonction du produit  $\Delta C t$ , il est possible de définir 4 types de représentation de la dureté (tableau 1 et figure 7 a, b, c, d) alors que les études effectuées jusqu'à maintenant n'en considéraient qu'un. Ces courbes mettent en évidence l'importance de l'épaisseur du revêtement par rapport aux caractéristiques de dureté de chaque matériau. Il est impossible d'avoir une allure commune quelles que soient les caractéristiques du revêtement, ce qui permet d'expliquer les erreurs relevées dans la littérature. Les résultats de Lesage et Chicot peuvent alors être interprétés dans le cas de la figure 7 b.

	$0 < \Delta C t < 0,5$	$0,5 < \Delta C t < 1$	$1 < \Delta C t < 2$	$2 < \Delta C t$
point d'inflexion ■	oui	oui	oui	non
$1/d_0$ ●	$< 0$	$> 1/d^0$	$0 < \text{et} < 1/d^0$	$0 < \text{et} < 1/d^0$
existence de $1/d^{**}$ ○	oui	non	non	non
Figure n° 7	a	b	c	d

Tab. 1 : Mise en place des représentations graphiques en fonction du produit  $\Delta C t$

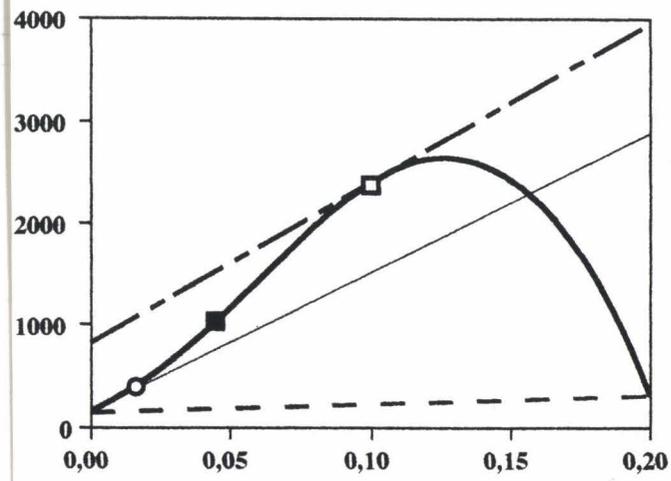


Figure 7 a

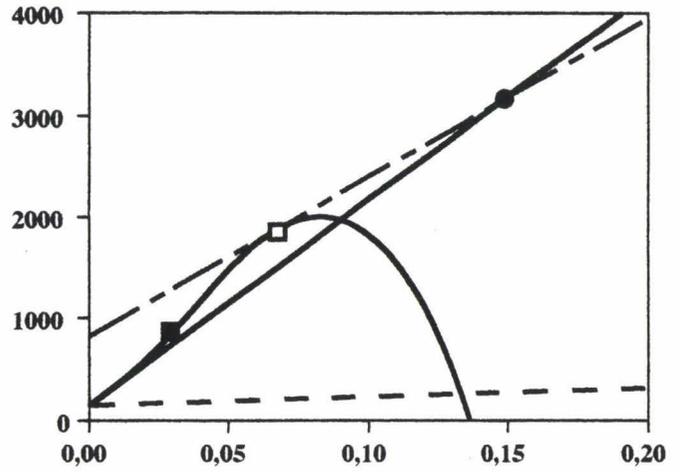


Figure 7 b

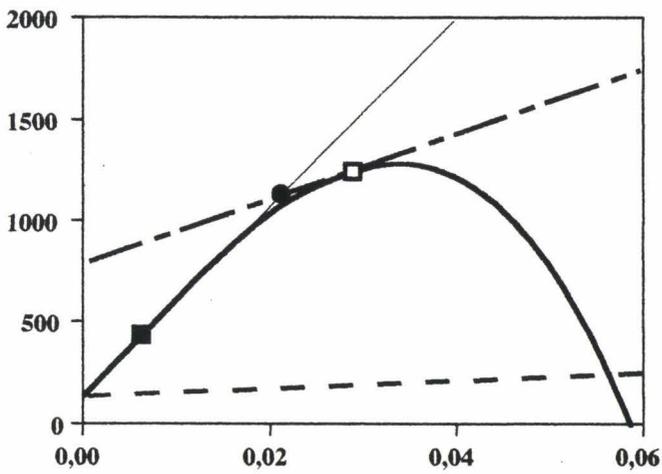


Figure 7 c

Figure 7 d

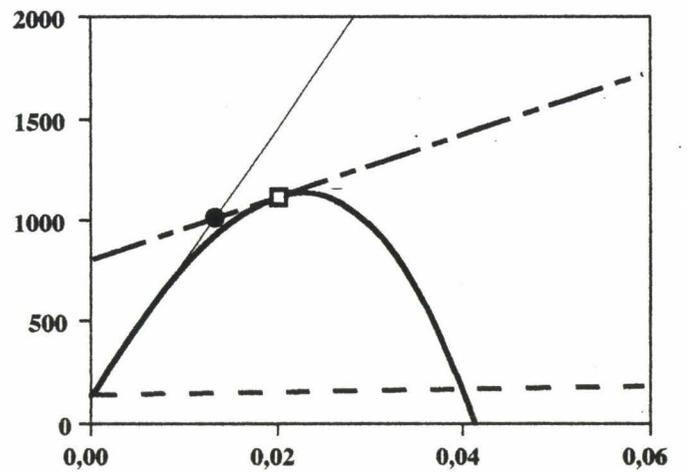


Fig. 7 : Variation de la dureté du film, du substrat et du "composite" en fonction de l'inverse de la diagonale de l'empreinte pour différentes valeurs du produit  $\Delta C t$ .

- tangente à la représentation de  $H_f$
- - - représentation de  $H_s$
- · - · - représentation de  $H_f$
- modèle

- point d'abscisse  $1/d^\circ$
- point d'intersection entre la tangente et  $H_f$ ,  $1/d_0$
- point d'inflexion  $1/d_1$
- tangente à la courbe correspondant à  $B_f$ ,  $1/d^{**}$

### III.C. LOI DES MELANGES EN VOLUME

Le deuxième type de modèles est basé sur une loi des mélanges des volumes déformés plastiquement. Sargent.[21, 22] propose la loi de couplage suivante :

$$H_c = \frac{H_f V_f + H_s V_s}{V_s + V_f} \quad (39)$$

où les volumes déformés sont compris à l'intérieur d'une calotte sphérique dont le diamètre est la diagonale de l'empreinte (figure 8). Ce modèle, qui donne des résultats corrects quand on est en présence d'un film dur sur un substrat mou, est repris par différents auteurs.

Une première amélioration est proposée par Burnett et Page [23] qui étudient la dureté des plans (111) du silicium implanté par de l'azote. Ils constatent une diminution de la dureté en surface (formation d'une couche amorphe), et un effet de taille (variation avec la charge appliquée) que ne peut représenter le modèle de Sargent. Ils introduisent alors une variation de la dureté du substrat par l'intermédiaire de la relation de Meyer qui permet d'expliquer ce comportement observé.

Une seconde amélioration est apportée par l'introduction d'un facteur  $\frac{V_s}{V_s + V_f}$  dans la dureté du substrat de la formule (39) :

$$H_s V_s = \alpha d^{n-2} \frac{V_s^2}{V_s + V_f} \quad (40)$$

Ce facteur pondère l'importance de la dureté du substrat pour les faibles charges. Pour  $V_s \gg V_f$ , ce facteur est voisin de 1, la dureté  $H_c$  est proche de la valeur de  $H_s$ . Il devient peu différent de 0, pour  $V_s \ll V_f$ , ce qui signifie que le substrat n'a plus d'influence sur la dureté du matériau revêtu. Ce facteur rend compte de la différence des zones déformées plastiquement dans le substrat et dans la couche déposée en diminuant le rôle du substrat qui est plus dur.

Burnett et Rickerby [24] tentent alors de définir de façon plus précise la zone d'influence en utilisant la taille de la zone plastique calculée par Lawn et al. [25] à partir du modèle d'expansion d'une cavité sphérique de Marsh et Hill. Le comportement du matériau sous indentation correspond aux deux cas représentés sur la figure 9. Cette géométrie doit être modifiée si on suppose que l'adhésion du film sur le substrat engendre une continuité des déformations à l'interface. Si cette condition n'est pas vérifiée, une fissure se propage entre le film et le substrat et la dureté mesurée n'est plus celle du matériau composite.

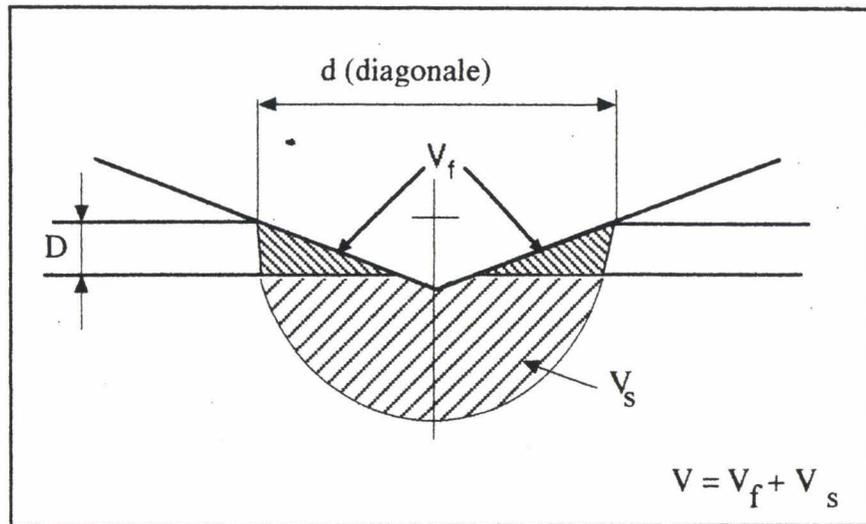


Fig. 8 : Modèle de Sargent [21,22] : la zone influencée par l'indentation est une calotte sphérique dont le diamètre est la diagonale de l'empreinte

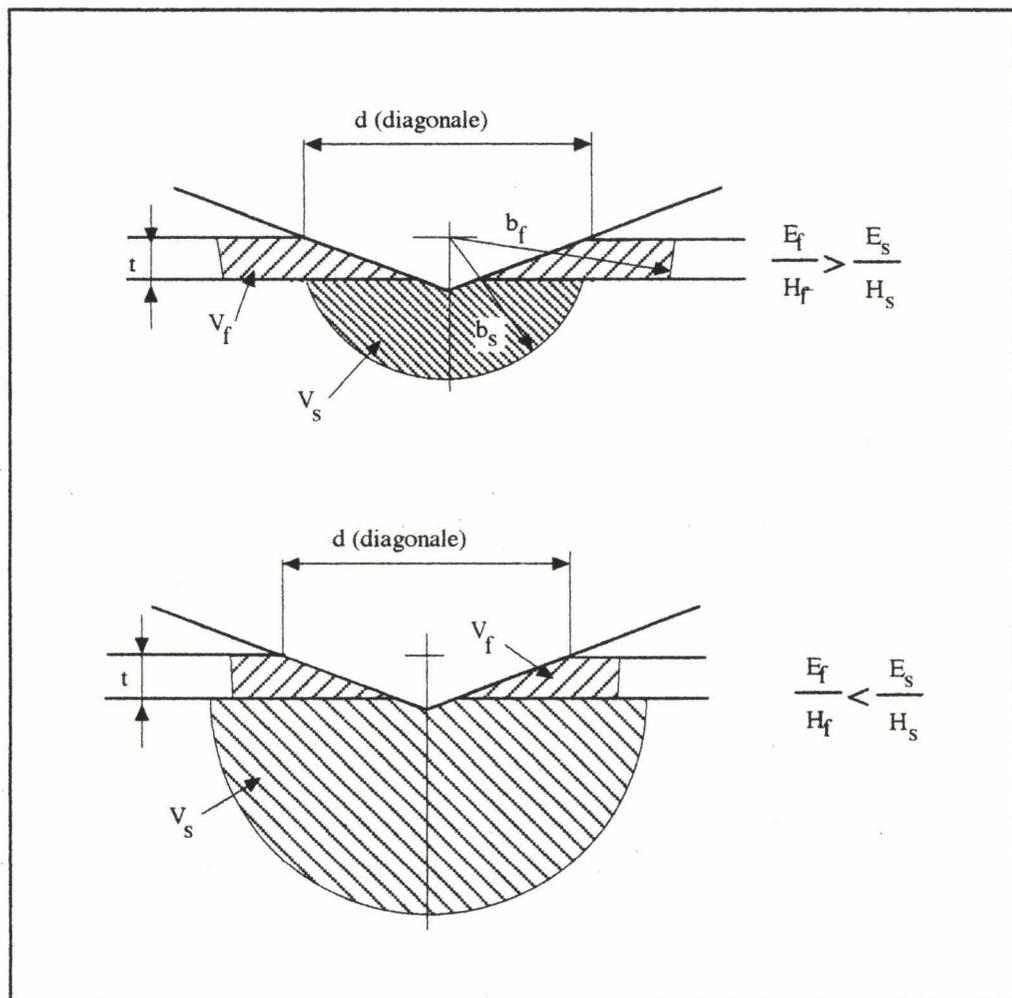


Fig. 9 : Représentation des zones déformées plastiquement par le diamant Vickers

Burnett et Rickerby [24] supposent alors qu'en présence d'une interface rigide, le matériau dur n'est plus capable d'accommoder la déformation plastique du matériau mou puisque sa limite d'élasticité est supérieure. La réciproque est vraie : la déformation du matériau dur crée à l'interface une contrainte de cisaillement suffisante pour provoquer la déformation plastique du matériau mou. La modification des tailles de zone plastique est représentée schématiquement sur la figure 10, et correspond sensiblement à ce qui est obtenu par simulation à l'aide des éléments finis [24]. Cette modification de la taille des zones de déformation plastique engendrées par le diamant Vickers est introduite dans les équations par l'intermédiaire d'un facteur  $\chi$  :

$$H_c = \frac{H_f V_f}{V} + \chi^3 \frac{H_s V_s}{V} \quad \text{si } H_s < H_f \quad (41-a)$$

$$H_c = \chi^3 \frac{H_f V_f}{V} + \frac{H_s V_s}{V} \quad \text{si } H_s > H_f \quad (41-b)$$

où  $V_s$  et  $V_f$  sont les volumes déformés plastiquement calculés par la relation (7) du chapitre précédent.  $V$  est le volume total déformé plastiquement ( $V = V_s + \chi^3 V_f$ , ou  $\chi^3 V_s + V_f$ ), et  $\chi$  un paramètre empirique qui représente la variation de volume de la zone plastique en fonction de l'adhérence de l'interface.

Comme  $\chi$  représente une variation de rayon de la zone plastique, il est de la forme :

$$\chi \approx \left( \frac{E_f H'_s}{E_s H'_f} \right)^q \quad (42)$$

où  $q$  varie théoriquement entre  $\frac{1}{2}$  et  $\frac{1}{3}$  [26],  $H'_s$  et  $H'_f$  sont les duretés caractéristiques du film et du substrat pour une diagonale d'empreinte fixe (par exemple pour un diamètre d'empreinte de  $10 \mu\text{m}$ , noté  $H_{f(10\mu\text{m})}$ ).

Bull et Rickerby [26] appliquent ce modèle à de nombreux matériaux : WC, acier à outil, acier inoxydable, recouverts d'une couche de nitrure de titane dont l'épaisseur varie de  $0,5$  à  $20 \mu\text{m}$ . L'accord entre le modèle et les résultats expérimentaux est meilleur que celui obtenu par le modèle de Jönsson et Hogmark [8] surtout quand la diagonale de l'empreinte est du même ordre de grandeur que l'épaisseur du film. Le modèle de Jönsson et Hogmark est particulièrement mauvais pour des dépôts de nitrure de titane d'épaisseur de  $2$  ou  $5,5 \mu\text{m}$  sur un substrat en acier inoxydable.

Comme le facteur  $\chi$  dépend de l'adhérence du film sur le substrat, le modèle de Burnett et Rickerby devient difficile à appliquer dans le cas des revêtements fragiles qui se fissurent sous l'effet de la pression d'indentation.

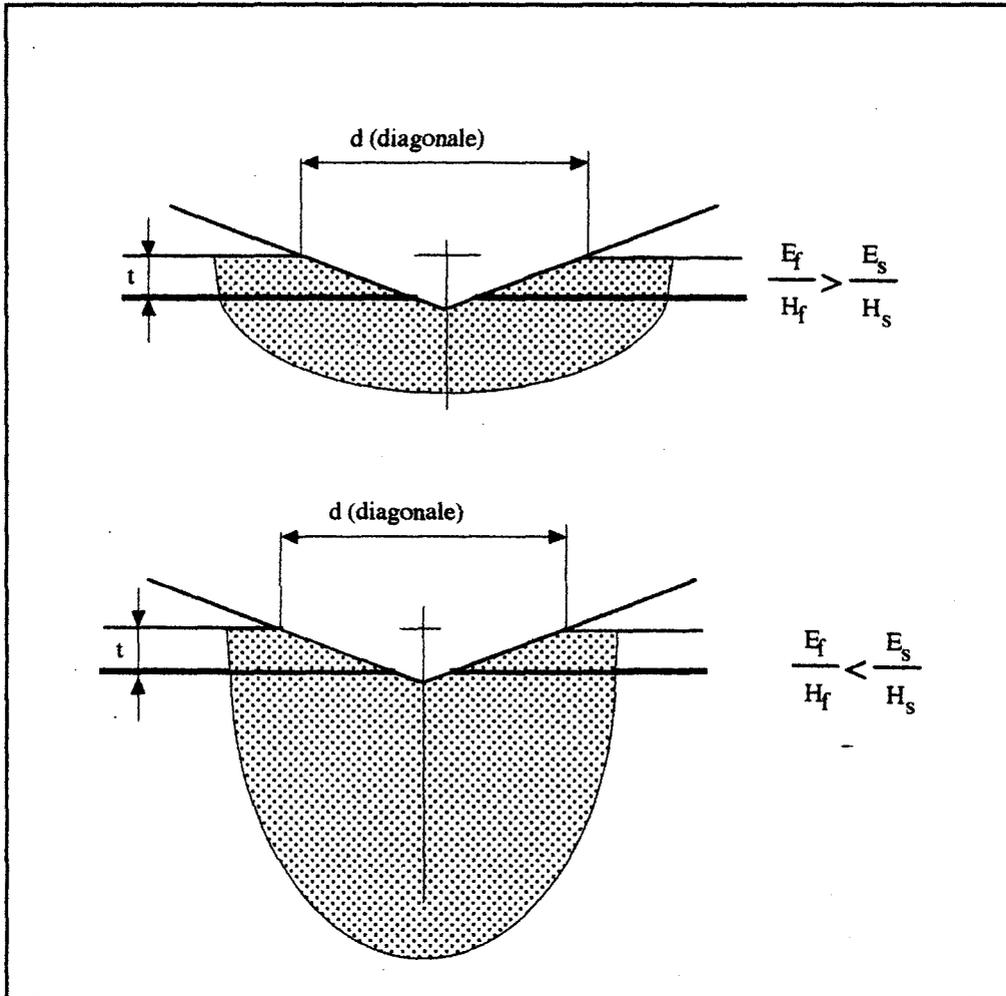


Fig. 10 : Modification apportée pour rendre compte de la continuité des zones de déformations (d'après [24])

Il devient impossible alors de calculer le volume déformé et le modèle donne des résultats sensiblement différents des valeurs expérimentales.[26].

Constatant que de faibles variations de  $H_{f(10\mu m)}$  et de  $n$  entraînent des variations importantes de  $H_c$  calculé, Bull et Rickerby.[39] proposent d'utiliser la démarche suivante pour optimiser les coefficients du modèle :

\* le facteur  $\chi$  est d'abord calculé à partir de l'équation (43) déduite de la relation (41- a) :

$$\chi = \left[ \frac{V_f (H_f - H_c)}{V_s (H_c - H_s)} \right]^{1/3} \quad (43)$$

\* ils vérifient ensuite que cette valeur calculée varie bien de façon linéaire en fonction de  $\frac{E_f H_s}{E_s H_f}$  en coordonnées bilogarithmiques, et que la pente est voisine de  $\frac{1}{2}$ ,

\* cette valeur de  $\chi$  permet de calculer  $H_c$  et le coefficient de corrélation du modèle,

\* ils font varier  $H_f$  et  $n$  pour optimiser le coefficient de corrélation entre  $H_c$  mesuré et  $H_c$  calculé.

Malgré cette optimisation, le modèle ne donne toujours pas de résultats corrects quand la profondeur de pénétration est supérieure à l'épaisseur du film. Dans ce cas, la figure 11 représente mieux le comportement du film pendant l'indentation. Le film est comprimé entre l'indenteur et le substrat, alors que dans la figure 8 on supposait implicitement la disparition du volume du film qui occupait celui de l'empreinte, cela est d'ailleurs confirmé par des observations en coupe effectuées au M.E.B. On observe également la formation d'un bourrelet autour de l'empreinte, mais le volume déplacé est considéré comme négligeable devant celui de la zone plastique.

Pour les charges élevées,  $\chi$  calculé devient supérieur aux valeurs extrapolées à partir des charges plus faibles, ce qui correspond à une diminution du volume de substrat déformé consécutif à l'effet de compression du film. Pour des charges encore plus grandes, il y a rupture du film. Cette rupture intervient quand la profondeur de pénétration est voisine de l'épaisseur du film. Ce résultat est conforme aux premières observations de Bückle .[5] et  $\chi$  doit vérifier une fonction linéaire décroissante du rapport  $D/t$  pour que le modèle soit vérifié.

Le principal reproche que nous pouvons faire à cette méthode tient au caractère semi - empirique du coefficient  $\chi$  qui doit être optimisé pour que le modèle soit vérifié. Une approche récente de Chicot et Lesage.[18-20, 27] semble apporter une solution à ce problème.

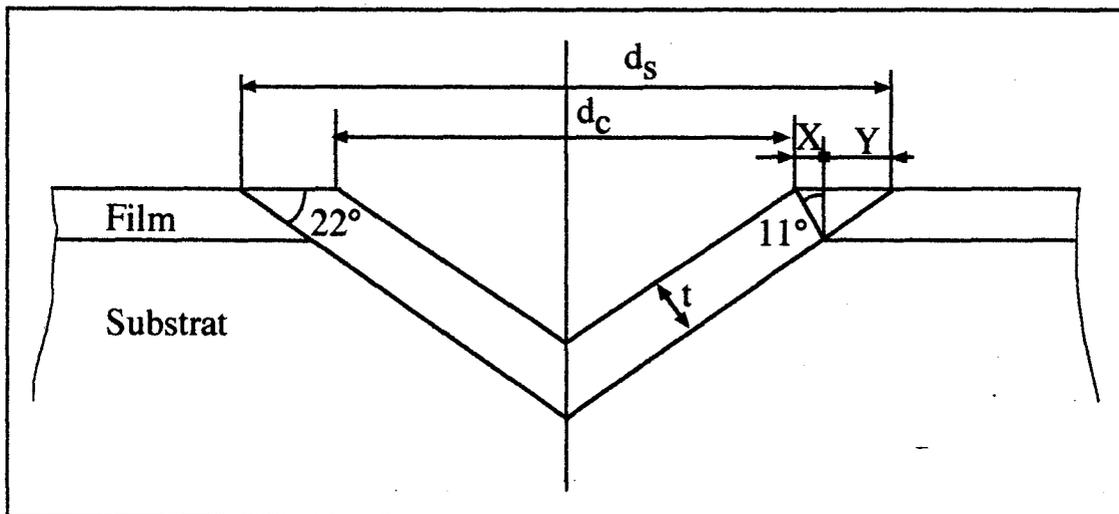


Fig. 11 : Représentation de la déformation du film lorsque la profondeur de pénétration est supérieure à l'épaisseur du film (d'après [26])

Ils considèrent que les zones déformées plastiquement dans le substrat et le revêtement sont modifiées, par rapport à ce qu'elles seraient dans un matériau homogène, et se combinent suivant une loi de couplage en série (figure 12). La dureté du composite s'écrit alors :

$$H_c = a H_f + b H_s \quad \text{avec } a + b = 1 \quad (44)$$

ou

$$H_c = \frac{1}{2} \left( \frac{V_{ff}}{V_f} + \frac{V_{sf}}{V_s} \right) H_f + \frac{1}{2} \left( \frac{V_{fs}}{V_f} + \frac{V_{ss}}{V_s} \right) H_s \quad (45)$$

Les volumes déformés  $V_i$  et  $V_{if}$  sont assimilés à des calottes hémisphériques ou cylindriques :

$$V_i = \frac{2}{3} \pi b_i^3 \quad (46-a)$$

$$V_{if} = \pi b_i^2 t \quad (46-b)$$

si bien que le coefficient pondérateur,  $a$ , s'écrit :

$$a = \frac{3}{4} t \left( \frac{1}{b_f} + \frac{1}{b_s} \right) \quad (47)$$

Les différents modèles utilisés pour représenter la dureté d'un film sur un substrat peuvent être adaptés pour les études effectuées sur des multimatériaux ou en ultra microdureté.

Dans cette dernière hypothèse, le modèle volumique est adapté par Fabes et al. [28, 29] pour rendre compte des différentes valeurs relatives de profondeur d'empreinte par rapport à l'épaisseur de la couche. Trois stades sont considérés :

\* le premier est celui où l'empreinte et la déformation plastique créées sont intégralement situées à l'intérieur du film. La dureté trouvée est donc celle du film,

\* dans le second : l'indenteur est toujours situé à l'intérieur du film, mais la zone plastique déborde dans le substrat. La formule donnant la dureté mesurée est semblable à celle de Burnett et Rickerby (3-a) [24]:

$$H_c = \frac{H_f V_f \left( \frac{E_f H_s}{E_s H_f} \right)^\alpha + H_s V_s}{V_f \left( \frac{E_f H_s}{E_s H_f} \right)^\alpha + V_s} \quad (48)$$

$\alpha = 3 q$  et varie de 1 à 1,5 en fonction de l'adhérence de l'interface film - substrat,

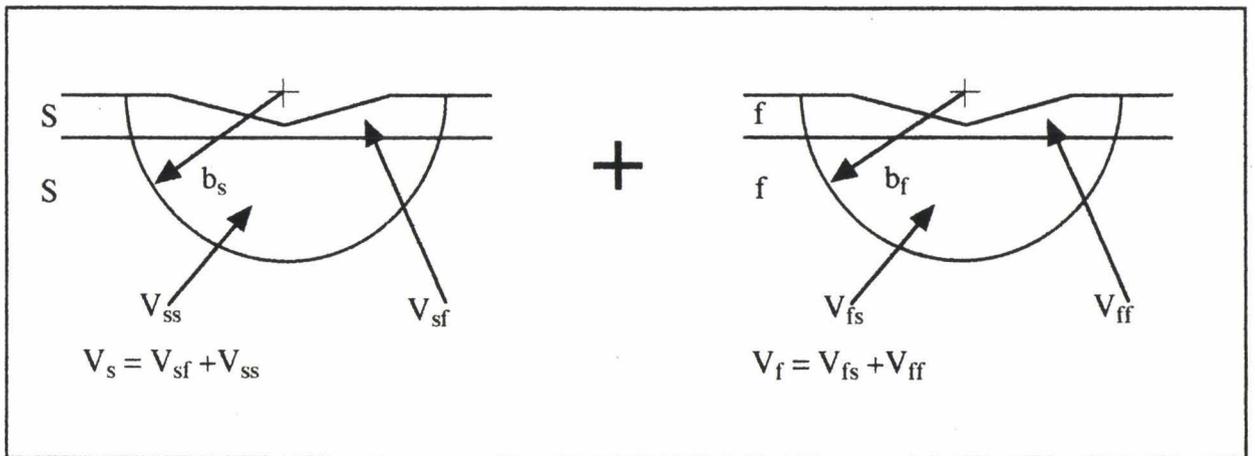


Fig. 12 : Loi de couplage en série selon Chicot et Lesage [18-20,27]

\* dans le troisième : l'indenteur pénètre à l'intérieur du substrat. La formule (48) est revue en faisant intervenir la déformation plastique créée par l'indenteur,  $V_{sd}$  :

$$H_c = \frac{H_f V_f \left( \frac{E_f H_s}{E_s H_f} \right)^\alpha + H_s V_s + H_s V_{sd}}{V_f \left( \frac{E_f H_s}{E_s H_f} \right)^\alpha + V_s + V_{sd}} \quad (49)$$

Fabes et al. utilisent un indenteur conique d'angle au sommet de  $45^\circ$ , si bien que les valeurs de  $V_f$  et  $V_s$  diffèrent de celles calculées précédemment.

D'après les résultats expérimentaux, la dureté du film est indépendante de son épaisseur. Ce résultat contredit les affirmations précédentes et laisse supposer que ces dernières soient dues à une imprécision des modèles utilisés. L'augmentation de dureté apparente du film ne serait pas due à un changement de sa structure ou aux contraintes résiduelles, mais à une interaction du champ de déformation dans le film avec le substrat.

La deuxième généralisation est effectuée par Engel et al. [30, 31] et concerne le dépôt de multicouches sur un substrat effectué pour des applications électroniques. La méthode utilisée est une généralisation du modèle de Jönsson et Hogmark [8] dans lequel le substrat prend la forme de l'indenteur et chaque couche intermédiaire se déforme suivant des plans parallèles aux faces de l'indenteur. La dureté mesurée devient :

$$H_c = \frac{A_s}{A} H_s + \sum \frac{A_i}{A} H_i \quad (50)$$

Il est possible d'utiliser cette formule en contrôle de qualité soit pour :

- \* calculer la dureté intrinsèque d'un matériau si celle des autres et les épaisseurs sont connues,
- \* calculer l'épaisseur d'une couche si les duretés intrinsèques et les autres épaisseurs sont connues.

## IV. APPLICATIONS ET DISCUSSION

L'hypothèse consistant à assimiler les zones de déformation plastique à l'intérieur du film à une calotte cylindrique ne peut pas être validée pour des diamètres d'empreintes correspondant à l'épaisseur du film. En effet, le rayon de la zone plastique  $b_f$  est voisin de  $t$  donc l'approximation est caduque.

Si Burnett et Rickerby [32] ne peuvent obtenir une bonne corrélation avec le modèle de Jönsson et al. c'est qu'ils utilisent la relation simplifiée dans laquelle ils introduisent la correction de l'effet de taille à l'aide de l'indice de Meyer au lieu de la relation (8) (il faut noter également que les relations (49) utilisent un paramètre ajustable supplémentaire qui varie en fonction du type de substrat de 0,69 à 1,67 pour les matériaux étudiés).

Nous avons repris les points expérimentaux de [28] et appliqué le modèle modifié de Jönsson et Hogmark que nous avons présenté dans le paragraphe précédent pour lequel :

- \*  $H_{of} = 1200$  (valeurs de la macrodureté du film d'après [28])
- \*  $H_{os} = 113$  et  $B_s = 838$ , valeurs calculées par régression à partir des données de [28]
- \*  $B_f = 3000$  estimé à partir de la relation entre  $H_o$  et  $B$  mise en place au chapitre I

Avec ces valeurs estimées ou calculées d'après les résultats expérimentaux de Burnett et Rickerby, nous constatons (figure 13) l'accord du modèle de Jönsson, que nous avons généralisé, avec les résultats expérimentaux [33]. Il faut également remarquer que la représentation de la dureté en fonction de la charge appliquée ne permet pas d'estimer correctement les écarts entre les points expérimentaux et les modèles car les écarts semblent faibles selon l'axe des abscisses mais sont en fait bien plus importants selon l'axe des ordonnées car la courbe possède une tangente élevée. Nous avons préféré utiliser la représentation de la dureté en fonction de l'inverse de la diagonale pour laquelle les écarts sont plus visibles.

L'application aux matériaux chromés est effectuée après la réalisation d'un polissage de la surface de façon à éliminer une couche de chrome sur l'une des faces de l'échantillon. L'observation au M.E.B. met en évidence la présence de fissures engendrées lors de l'indentation (figure 14), le paramètre  $C$  est donc égal à 0,5.

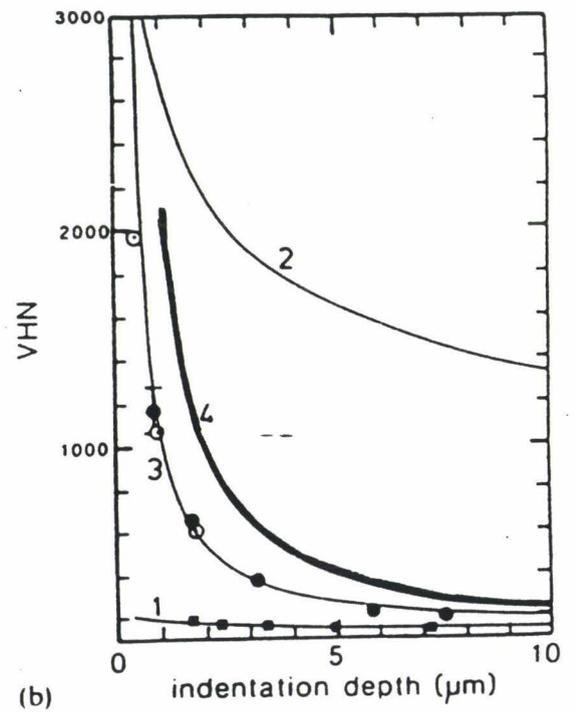
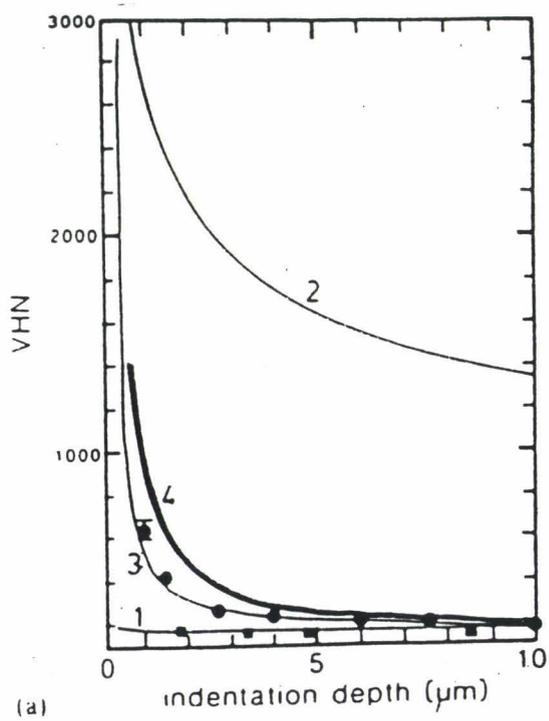


Fig 13a : Résultats obtenus par Burnett et Rickerby pour des revêtements de TiN sur WC-Co d'épaisseur 2,5  $\mu\text{m}$  et 5  $\mu\text{m}$

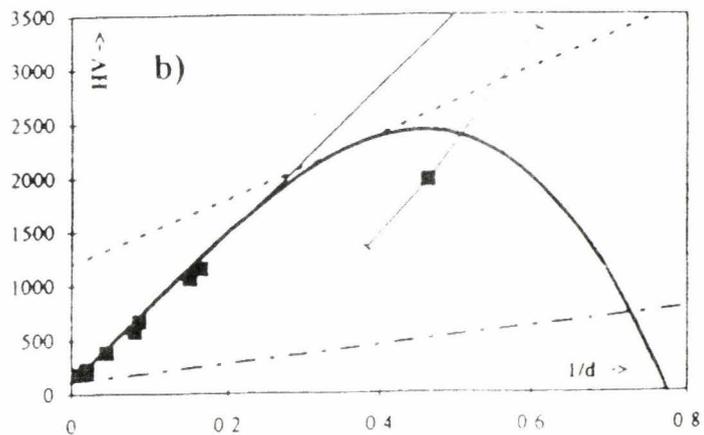
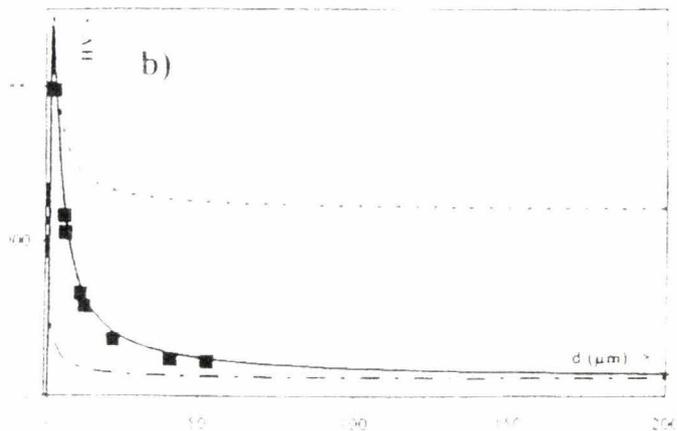
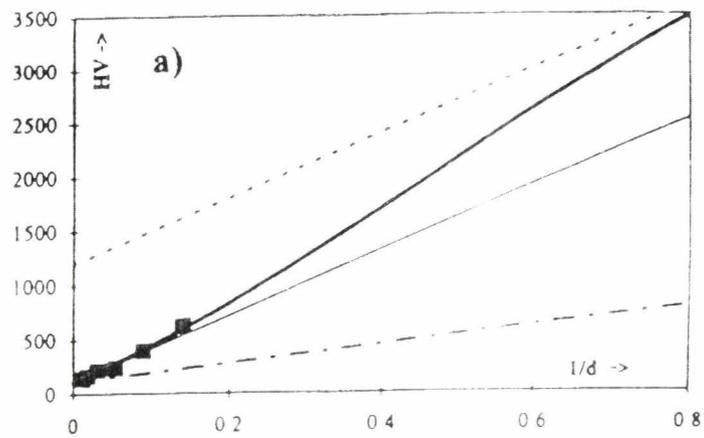
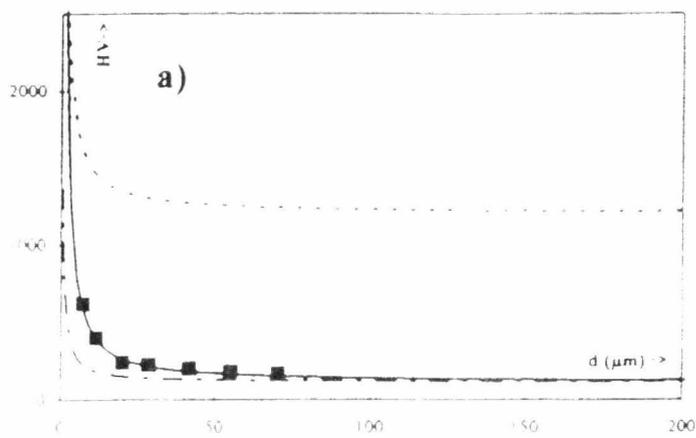


Fig. 13 : Représentation de la dureté Vickers avec l'inverse de la diagonale de l'empreinte pour les résultats de [32]. La courbe tracée correspond au modèle de Jönsson et Hogmark modifié et la droite correspond au modèle initial.

- (a) pour une épaisseur du film de  $2 \mu\text{m}$
- (b) pour une épaisseur de  $5,5 \mu\text{m}$ .



Fig. 14 : Observation d'une empreinte Vickers sur un dépôt de chrome montrant l'existence de fissures ce qui justifie le choix de la constante C.

Pour une épaisseur de 51  $\mu\text{m}$ , nous appliquons le modèle développé précédemment (figure 15) et nous constatons une bonne corrélation entre le modèle et les points expérimentaux. Les constantes de dureté intrinsèque sont obtenues sur une coupe pour le substrat, mais pour le dépôt la régression linéaire est effectuée sur les points obtenus sous de faibles charges. Dans les conditions expérimentales, nous nous trouvons dans le cas de la figure 7 d, illustrant la cohérence entre les valeurs expérimentales et le modèle développé, malgré une dispersion importante due à la porosité du revêtement.

Les modèles basés sur la loi de mélange des volumes des zones plastiques considérant les rayons de zones plastiques calculés par Hill [34] (équation 7 du chapitre II) fonction du rapport  $E/H$ . Lors du "couplage" des volumes de déformation plastique dans les différents modèles, l'hypothèse utilisée suppose que le rayon de la zone plastique du substrat est plus grand que celui du film. Or l'hypothèse inverse n'est pas à exclure et permet la compréhension des erreurs rencontrées dans la bibliographie. La figure 16 résume schématiquement l'évolution des zones plastiques selon les deux hypothèses probables. Les volumes des zones indentées peuvent être alors calculés selon les différents cas (tableau 2). L'ensemble des auteurs négligent le volume occupé par l'indenteur, la figure 17 illustre l'évolution du rapport entre la zone occupée par l'indenteur et le volume de la zone plastique. Ce rapport est de 2% dès que  $d$  est supérieur à  $0.5\mu\text{m}$ , valeur très inférieure à nos conditions expérimentales. Il est donc justifié de négliger le volume occupé par l'indenteur dans la film par rapport au volume de la zone plastique. Par contre, Chicot et al. [35] affirment que si le rapport entre  $d$  et  $t$  est inférieur à 1 alors l'influence du substrat est négligeable. Cette affirmation est fautive si les matériaux entrent dans le cadre du cas I (figure 12). Or dans le cas du revêtement de  $\text{Cr}_3\text{C}_2 / \text{NiCr}$  sur un acier ferritique les rapports sont respectivement de 0,15 et de 0,96. Nous nous trouvons dans le cas I où la zone plastique dans le substrat existe avant que la diagonale devienne égale à l'épaisseur du substrat. Pour les matériaux étudiés, si  $d > 0.457 t$ , la zone plastique dans le substrat existe. La condition sur le rapport inférieur à l'unité n'est pas assez restrictive pour pouvoir négliger l'influence du substrat.

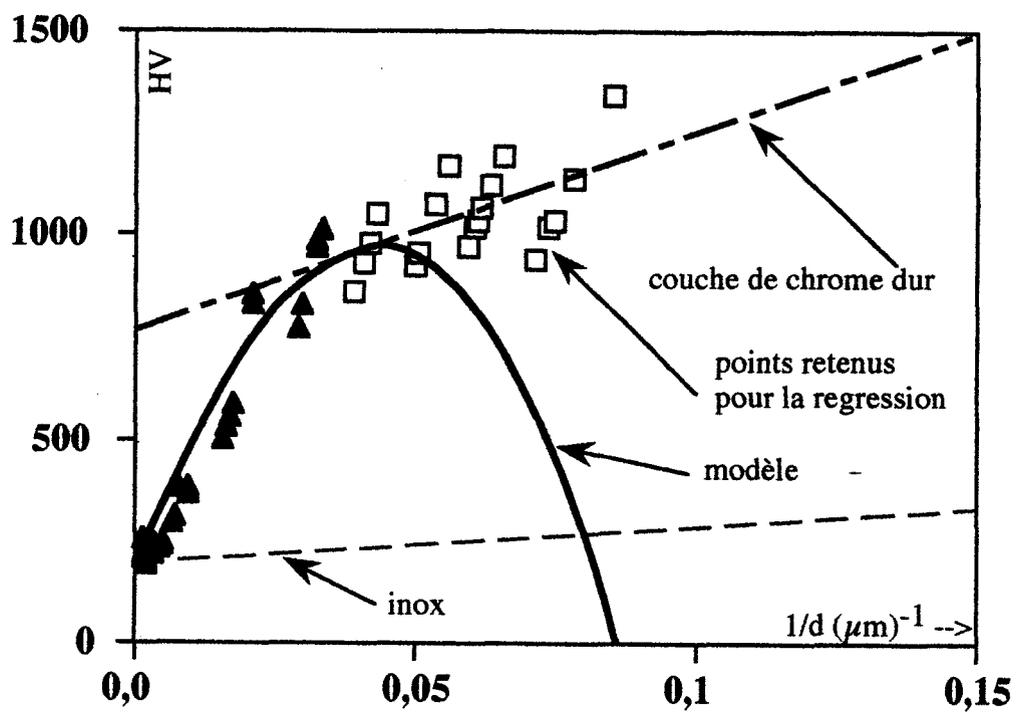


Fig. 15 : Application du modèle à la chromisation d'un acier inox (316L)

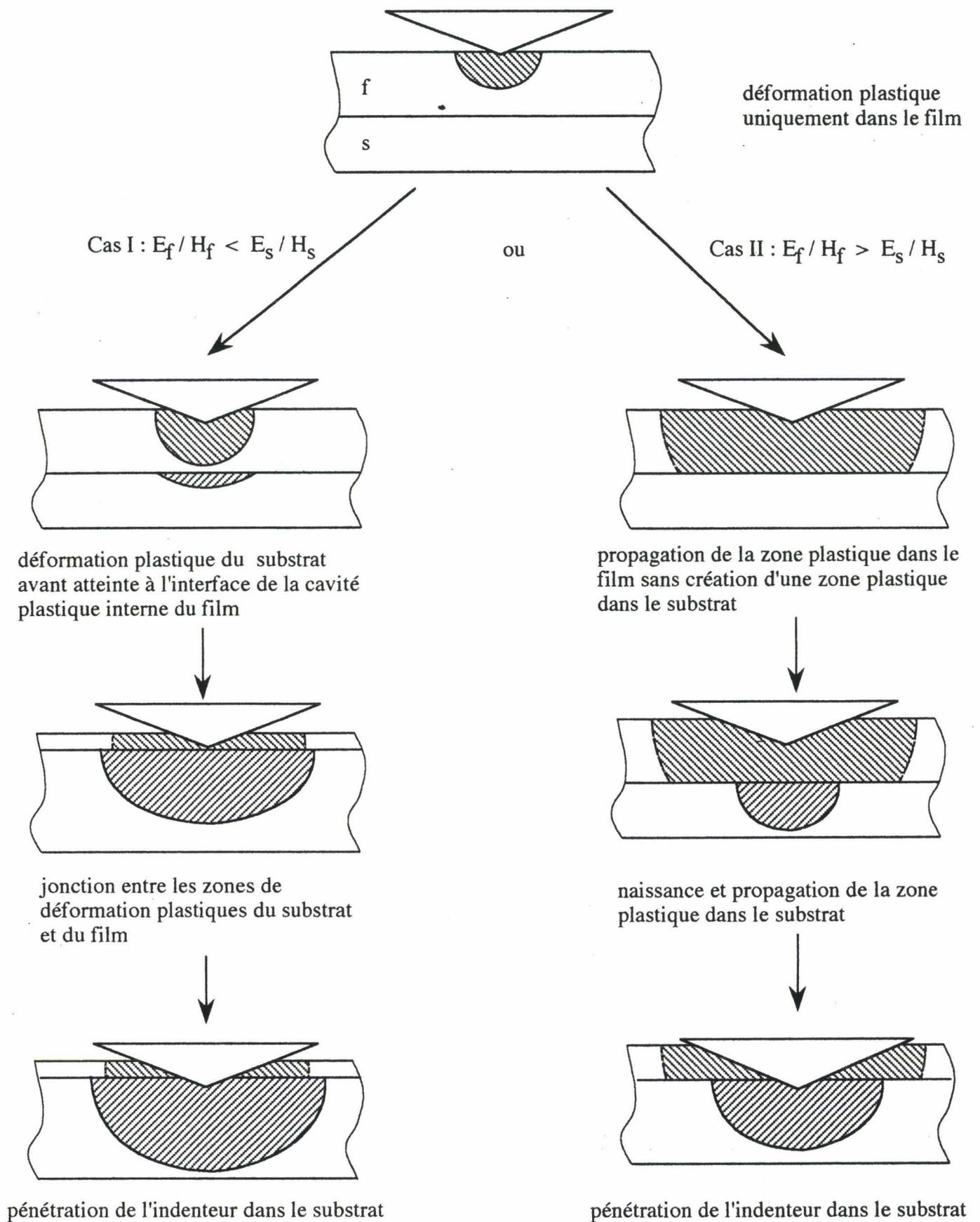
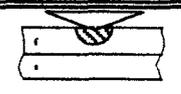
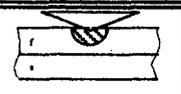
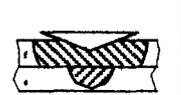
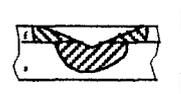


Fig. 16 : Evolution des zones de déformation plastiques selon le rapport entre les modules d'Young et les duretés.

$\frac{E_f < E_s}{H_f < H_s}$	$\frac{E_f > E_s}{H_f > H_s}$	conditions géométriques	$V_f$	$V_s$	$V_r$	$V_c$
		$b_f < t$ $\frac{d}{7} < t$ $b_s < t$	$\frac{d^3}{42}$	0	$\frac{2}{3} \pi b_f^3$	0
		$b_f < t$ $\frac{d}{7} < t$ $b_s > t$	$\frac{d^3}{42}$	0	$\frac{2}{3} \pi b_f^3$	$\frac{1}{3} \pi (b_s - t)^2 (2b_s + t)$
		$b_f < t$ $\frac{d}{7} > t$ $b_s > t$	$\frac{d^3}{42}$	0	$\pi t \left( b_f^2 - \frac{t^2}{3} \right)$	0
		$b_f < t$ $\frac{d}{7} > t$ $b_s > t$	$\frac{d^3}{42}$	0	$\pi t \left( b_f^2 - \frac{t^2}{3} \right)$	$\frac{1}{3} \pi (b_s - t)^2 (2b_s + t)$
		$\frac{d}{7} > t$ donc : $b_f > t$ $b_s > t$	$2 t (d - t \tan \xi)^2$	$\frac{(d - 2 t \tan \xi^2)}{42}$	$\pi t \left( b_f^2 - \frac{t^2}{3} \right)$	$\frac{1}{3} \pi (b_s - t)^2 (2b_s + t)$

Tab 2 : Equations des volumes indentés ou occupés par l'indenteur selon l'évolution de l'indentation

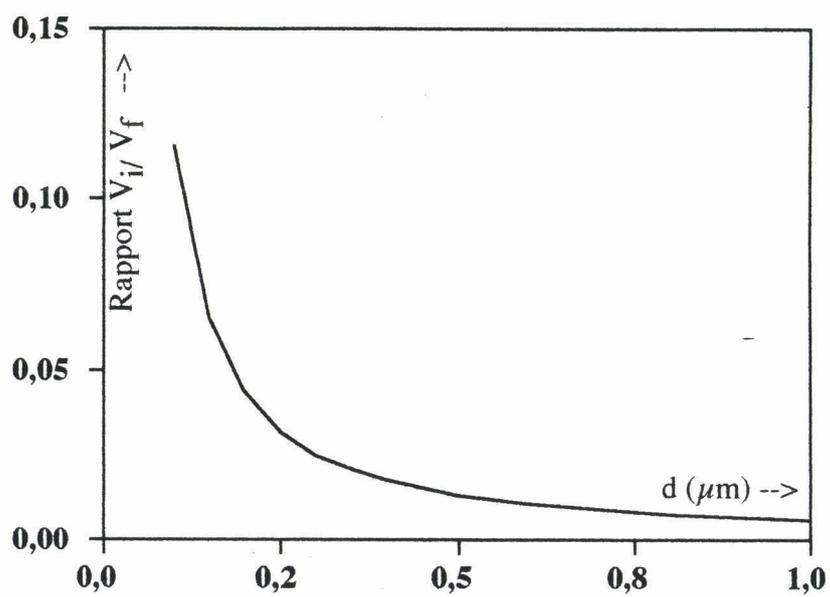


Fig. 17 : Évolution du volume occupé par l'indenteur sur celui de la zone plastique en fonction du diamètre d'empreinte

## V. CONCLUSION

Dans ce chapitre, nous montrons que l'essai de dureté Vickers permet de mesurer la dureté d'un film mince, même si les dimensions de l'empreinte sont supérieures à l'épaisseur de la couche déposée. Certaines précautions sont cependant nécessaires pour que le résultat obtenu soit correct. En particulier, nous avons montré qu'il n'est pas toujours possible d'appliquer les simplifications proposées dans la bibliographie, qui sont souvent la source d'erreurs. La modification du modèle de Jönsson et Hogmark et son application aux résultats de Burnett et Rickerby illustrent l'importance de tous les termes générés par l'I.S.E. La généralisation de la formulation de la dureté du composite substrat - film ne peut s'effectuer qu'à partir de la connaissance des caractéristiques intrinsèques des deux matériaux en présence,  $B$  et  $H_0$ .

Par ailleurs les différents modèles proposés dans la littérature introduisent des constantes,  $C$  et  $\chi$ , qui influent considérablement sur les résultats et doivent être justifiées soit par des observations de la déformation du film sur des coupes métallographiques, soit par des représentations graphiques de l'évolution de ces paramètres.

L'ensemble de ces résultats et de ces méthodes soulignent l'attention à apporter à la mise en oeuvre de l'essai Vickers. Le chapitre suivant montre l'intérêt de cette technique à la caractérisation des interfaces et effectue la comparaison avec l'ensemble des autres méthodologies possibles.

## VI. LEGENDE DES FIGURES

Fig. 1 : Répartition empirique des poids dans les sous-couches de la zone d'influence d'une empreinte d'après Bückle [4-6].

*Repartition of the "weights"  $p_i$  expressing the relative contributions of the sublayers in the influence zone of a Vickers indentation to the measured hardness (empirical evaluation) from Bückle [4-6].*

Fig. 2 : Variation des coefficients de pondération  $a$  et  $b$  introduits par Bückle [4] en fonction du rapport  $D/t$ .

*The variation of coefficients  $a$  and  $b$  versus  $D/t$ .*

Fig. 3 : Indentation d'une couche implantée d'épaisseur  $t$  et de dureté  $H_f$  sur un substrat de dureté  $H_s$  par un diamant Knoop (d'après [7]).

*Knoop indenter penetrating a film of thickness  $t$  and hardness  $H_f$ , on a substrate of hardness  $H_s$  (from [7]).*

Fig. 4 : Modèle géométrique de Jönsson et Hogmark [8].

(a) Aires indentées dans le film ( $A_f$ ) et dans le substrat ( $A_s$ ).

(b) Déformation plastique du film qui épouse la forme de l'empreinte.

(c) Rupture du film correspondant à la valeur  $C_2$  de la constante  $C$ .

*Jönsson and Hogmark geometrical model [8].*

(a) Load supporting area  $A_f$  and  $A_s$  of the film and the substrate.

(b) Idealised film deformation at the rim of the indentation print for a plastically strained film.

(c) Idealised film deformation for crack formation (hard and brittle film on a soft substrate).

Fig. 5 : Indentation d'un matériau revêtu par un diamant Vickers : modèle de Nemeč et Navrátil [12].

*Nemeč and Navrátil model [12] for Vickers indentation of a hard film on a soft substrate.*

Fig. 6 : Variation de la dureté avec l'inverse de la diagonale de l'empreinte pour un film épais (modélisation de Chicot et Lesage [19]).

*Hardness of a thick coating versus the reciprocal length of the diagonal from Chicot and Lesage [33].*

Tab. 1 : Mise en place des représentations graphiques en fonction du produit  $\Delta C t$ .

*Typical graphics versus  $\Delta C t$  parameter.*

Fig. 7 : Variation de la dureté du film, du substrat et du "composite" en fonction de l'inverse de la diagonale de l'empreinte pour différentes valeurs du produit  $\Delta C t$ .

———— tangente à la représentation de  $H_f$

----- représentation de  $H_s$

----- représentation de  $H_c$

———— modèle

point d'abscisse  $\frac{1}{d_0}$

point d'intersection entre la tangente et  $H_f$ ,  $\frac{1}{d_0}$

point d'inflexion  $\frac{1}{d_1}$

tangente à la courbe correspondant à  $B_f$ ,  $\frac{1}{d^{**}}$

*Variation of composite, substrate and coating hardness versus  $1/d$  in function  $\Delta C t$  parameter.*

———— tangent at the origin

-----  $H_s$

-----  $H_f$

\_\_\_\_\_ *original model*  
 point for  $\frac{1}{d^{\circ}}$   
 intersection between  $H'_c$  and  $H_f \frac{1}{d_0}$   
 inflexion point  $\frac{1}{d_1}$   
 point where the slope is  $B_f \frac{1}{d^{**}}$

Fig. 8 : Modèle de Sargent [21,22] : la zone influencée par l'indentation est une calotte sphérique dont le diamètre est la diagonale de l'empreinte.

*Influence zone around a Vickers indentation (from Sargent [21,22]).*

Fig. 9 : Représentation des zones déformées plastiquement par le diamant Vickers.

*Deformation geometries used in the volume law-of-mixtures.*

Fig. 10 : Modification apportée pour rendre compte de la continuité des zones de déformations (d'après [24]).

*Modification of the deforming volumes due to the adhesive coupling (from [34]).*

Fig. 11 : Représentation de la déformation du film lorsque la profondeur de pénétration est supérieure à l'épaisseur du film (d'après [26]).

*Deforming volume when the coating is pressed into the indent (from [26]).*

Fig. 12 : Loi de couplage en série selon Chicot et Lesage [18-20,27].

*Volume series law of mixtures from Chicot et Lesage [18-20,27].*

Fig 13 a : Résultats obtenus par Burnett et Rickerby [32] pour des revêtements de TiN sur WC-Co d'épaisseur 2,5  $\mu\text{m}$  et 5  $\mu\text{m}$ .

*Burnett and Rickerby data for TiN coating on WC-Co substrate with 2.5  $\mu\text{m}$  or 5  $\mu\text{m}$  thickness.*

Fig. 13 b : Représentation de la dureté Vickers avec l'inverse de la diagonale de l'empreinte pour les résultats de [28]. La courbe tracée correspond au modèle de Jönsson et Hogmark modifié et la droite correspond au modèle initial.

(a) pour une épaisseur du film de 2  $\mu\text{m}$

(b) pour une épaisseur de 5,5  $\mu\text{m}$ .

*Vickers hardness versus the reciprocal length of the indentation print for [41] results. The curve corresponds to the modified Jönsson and Hogmark model and the line is the plot of the first model.*

*(a) for 2  $\mu\text{m}$  thick coating*

*(b) for 5,5 thick coating.*

Fig. 14 : Observation d'une empreinte Vickers sur un dépôt de chrome justifiant le choix de la constante C.

*Vickers print observation of Cr coating on steel justifying the C value.*

Fig. 15 : Application du modèle au revêtement de chrome sur un acier inox.

*Model application for Cr coating on 316L substrate.*

Fig. 16 : Evolution des zones de déformation plastique lors de l'indentation d'un bicouche.

*Elastic / plastic zones evolution during the bi-material indentation.*

Tab. 2 : Equations des volumes indentés ou occupés par l'indenteur selon l'évolution de l'indentation d'un bicouche.

*Mathematic equations of indented or diamond occupied volumes in the bi - material hardness.*

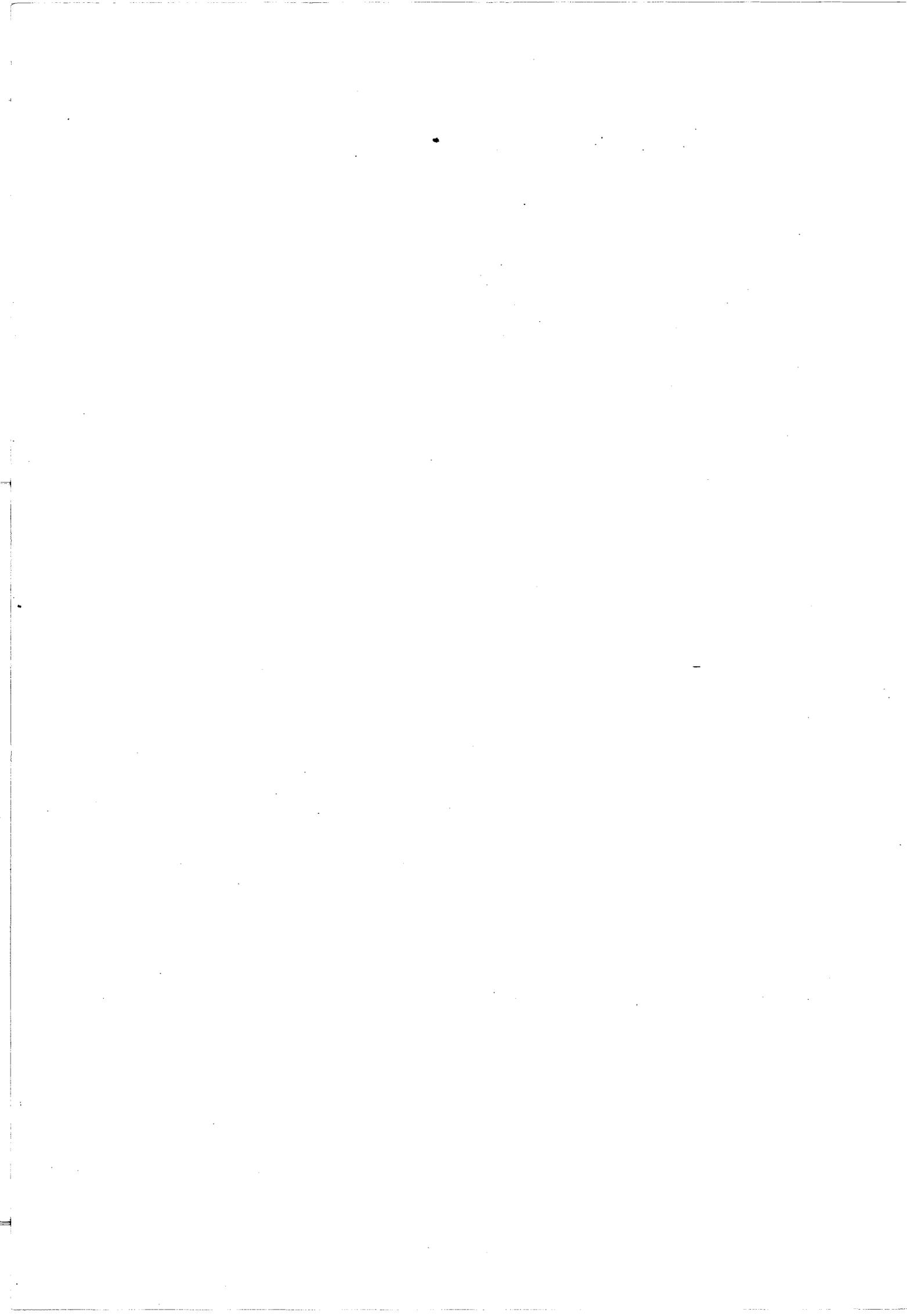
Fig. 17 : Evolution du volume occupé par l'indenteur et du volume de la zone plastique.

*Indenteur and plastic zone ratio evolution versus the print diagonal.*

## VII. BIBLIOGRAPHIE

1. W. D. NIX, *Mechanical properties of thin films*, Met. Trans., **20A**, 11, 1989, pp 2217-2245.
2. W. C. OLIVIER, R. HUTCHINGS and J. B. PETHICA, "Measurement of hardness at indentation depths as low as 20 nanometres" in *Microindentation Techniques in Materials Science and Engineering*, ASTM STP 889, P. J. & LAWN BLAU B. R. American Society for Testing Metals, Philadelphia, 1986, pp 90-108.
3. J. B. PETHICA and D. TABOR, *Contact of characterized metal surfaces at very low loads : deformation and adhesion.*, Surface Science, **89**, 1979, pp 255-282.
4. H. BÜCKLE, *Les possibilités et les limites d'application des essais de microdureté pour les revêtements métalliques.*, La Machine - Outil française, **206**, 1965, pp 125-147.
5. H. BÜCKLE, "Use of the hardness test to determine other material properties." in *Science of hardness testing and its research applications.*, ASM Edited by J.H. WESTBROOK and CONRAD Metals Park, Ohio, 1971, pp 453-491.
6. H. BÜCKLE, *L'essai de microdureté et ses applications*, Publications Scientifiques et Techniques du Ministère de l'Air, **90**, 1960.
7. P. W. KAO and J. G. BYRNE, *Ion implantation effects on fatigue and surface hardness.*, Fatigue Engng. Mat. Struct., **3**, 1981, pp 271-276.
8. B. JÖNSSON and S. HOGMARK, *Hardness measurements of thin films*, Thin Solid Films, **114**, 1984, pp 257-269.
9. A. THOMAS, *Microhardness measurement as a quality control technique for thin, hard coating.*, Surf. Engng., **3**, 2, 1987, pp 117-122.
10. O. VINGSBO, S. HOGMARK, B. JÖNSSON and A. INGEMARSSON, "Indentation hardness of surface-coated materials." in ref 2, 1986, pp 257-271.
11. S. BETSOFEN, *A study of thin ceramic coatings by microhardness measurements.*, Russian Metallurgy, **2**, 1993, pp 156-161.
12. P. NEMEC and V. NAVRATIL, *A model for hardness response of coated materials*, J. Mater. Sc. Lett., **13**, 1994, pp 1179-1180.
13. V. GUEGUEN, J. J. HANTZPERGUE and A. IOST, *Metallic coatings on polymer substrats : surface characterization and microhardness modelisation*, SMT 88 (8ème Conf. Int. Technologies de Modification des Surfaces), Nice, **9**, 1994, pp 555-560.
14. J. P. RIVIERE, P. GUESDON, G. FARGES and D. DEGOUT, *Microhardness and adhesion of TiB<sub>2</sub> coatings produced by dynamic ion mixing.*, Surface and Coatings Technology, **42**, 1990, pp 81-90.
15. L. J. BREDELL and J. B. MALHERBE, *Microhardness of a nitrogen-implanted layer on mild steel.*, Thin Solid Films, **125**, 1985, pp L25-L28.
16. D. TABOR, *The hardness of solids*, Review of Physics in Technology, **1**, 1970, pp 145-179.
17. G. FARGES and D. DEGOUT, *Effet de taille d'empreinte en microdureté Vickers*, Traitement Thermique, **246**, 1991, pp 81-88.
18. J. LESAGE, P. DEMARECAUX and D. CHICOT, *Hardness of films and coatings*, Int. Cong. on Metallurgy and Materials Technology, Associação Brasileira de Metalurgica Materials, A.B.H., Soa Paulo, Brésil, 9-14 Oct., 1994, à paraître.
19. D. CHICOT and J. LESAGE, *Absolute hardness of films and coatings*, Thin Solid Films, **254**, 1995, pp 123.
20. D. CHICOT and J. LESAGE, *Influence de l'interaction substrat / revêtement sur la mesure de la dureté. Cas des revêtements épais*, Méc. Ind. Mat., **47**, 3, 1994, pp 374-377.
21. P. M. SARGENT, "Factors affecting the microhardness of solids", Thèse, University of Cambridge, England, Septembre 1979.
22. P. M. SARGENT, "Use of Indentation Size Effect on Microhardness for Materials Characterization." in ref 2, 1986, pp 160-174
23. P. J. BURNETT and T. F. PAGE, *Surface softening in silicon by ion implantation*, J. Mater. Sc., **19**, 1984, pp 845-860.
24. P. J. BURNETT and D. S. RICKERBY, *The mechanical properties of wear-resistant coatings. I : Modelling of hardness behaviour.*, Thin Solid Films., **148**, 1987, pp 41-50.
25. B. R. LAWN, A. G. EVANS and D. B. MARSHALL, *Elastic / plastic indentation damage in ceramics : the median / radial crack system*, J. Am. Ceram. Soc., **63**, 9-10, 1980, pp 574-581.
26. S. J. BULL and D. S. RICKERBY, *New developments in the modelling of the hardness and scratch adhesion of thin film*, Surface and Coatings Technology, **42**, 1990, pp 149-164.
27. D. CHICOT and J. LESAGE, *Dureté des matériaux déposés en couches minces*, Mat. et Techn., 10-11, 1994, pp 19-23.
28. B. D. FABES, W. C. OLIVIER, R. A. McKEE and F. J. WALKER, *The determination of film hardness from the composite response of film and substrate to nanometer scale indentations.*, J. Mater. Res., **7**, 11, 1992, pp 3056-3064.
29. B. D. FABES and W. C. OLIVIER, *Mechanical properties of coatings and interfaces*, Mat. Res. Soc. Symp. Proc., **188**, 1990, pp 127-132.

- 30 P. A. ENGEL, E. Y. HSUE and R. G. BAYER, *Hardness, friction and wear of multilayered electrical contact*, *Wear*, **162-164**, 1993, pp 538-551.
- 31 P. A. ENGEL, A. R. CHITSAZ and E. Y. HSUE, *Interpretation of superficial hardness for multilayer platings*, *Thin Solid Films*, **207**, 1992, pp 144-152.
- 32 P. J. BURNETT and D. S. RICKERBY, *The mechanical properties of wear-resistant coatings. II. Experimental studies and interpretation of hardness*, *Thin Solid Films*, **148**, 1987, pp 51-65.
- 33 A. IOST and R. BIGOT, *Hardness of coating*, *Surf. and Coat. Techn.*, 1995, sous presse.
- 34 R. HILL, *The Mathematical Theory of Plasticity*, Oxford Clarendon Press, 1950.
- 35 D. CHICOT, I. HAGE and J. LESAGE, *Estimation du module d'Young par analyse de la géométrie de l'empreinte résiduelle après indentation Vickers*, *Rev. metall.*, **5**, 1995, pp 635-643.

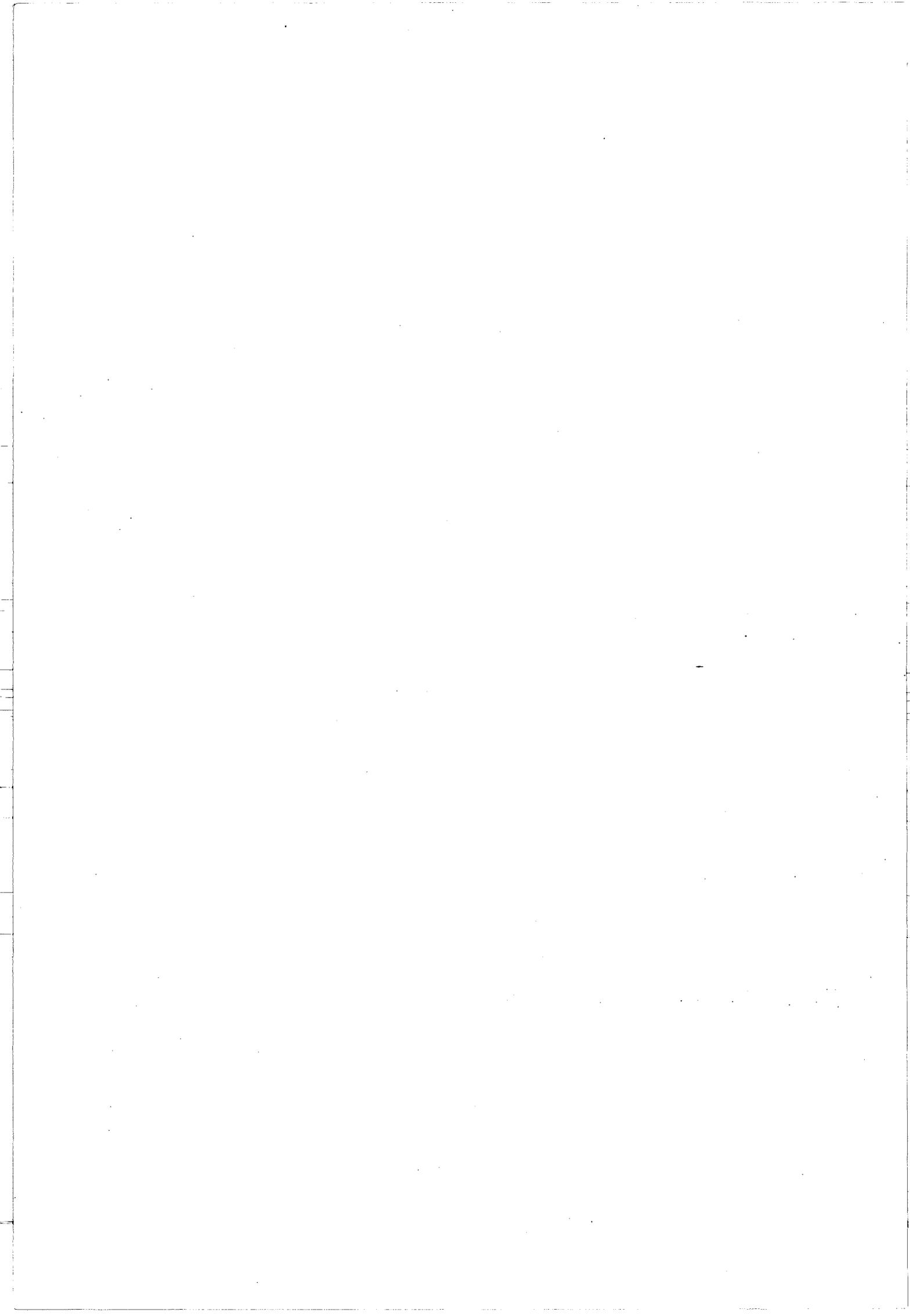


**CHAPITRE III : TÉNACITÉ ET ADHÉRENCE DES  
REVÊTEMENTS : CARACTÉRISATION PAR LES  
ESSAIS D'INDENTATION**



# CHAPITRE III : TÉNACITÉ ET ADHÉRENCE DES REVÊTEMENTS : CARACTÉRISATION PAR LES ESSAIS D'INDENTATION

I. INTRODUCTION .....	135
II. LES REVETEMENTS DE VERRE .....	137
III. TENACITE DES REVETEMENTS .....	143
III.A. LA FORME DES FISSURES .....	143
III.B. DETERMINATION DE LA TENACITE A PARTIR DE LA LONGUEUR DES FISSURES.....	145
III.B.1. Calcul de la ténacité à partir des fissures de type circulaire .....	145
III.B.2. Calcul de la ténacité à partir des fissures de type Palmqvist.....	151
IV. COMMENT MESURER L'ADHERENCE D'UN FILM SUR UN SUBSTRAT .....	153
IV.A. LES PRINCIPAUX ESSAIS DE MESURE DE L'ADHERENCE.....	153
IV.B. LE SCRATCH TEST .....	154
IV.C. L'INDENTATION.....	155
IV.C.1. L'indentation normale.....	155
IV.C.1.a. L'approche de Chiang et al.....	156
IV.C.1.b. L'approche de Mehrotra et Quinto.....	162
IV.C.2. L'indentation interfaciale.....	164
V. CARACTERISATION DES REVETEMENTS DE VERRE .....	167
V.A. OBSERVATION DES ECHANTILLONS REVETUS DE VERRE.....	167
V.B. DETERMINATION DE LA CHARGE CRITIQUE D'APPARITION DE FISSURES.....	167
V.C. GEOMETRIE DES FISSURES.....	169
V.D. CALCUL DE LA TENACITE DU VERRE.....	173
V.E. CARACTERISATION INTERFACIALE DU REVETEMENT DE VERRE.....	173
VI. CONCLUSION.....	178
VII. LEGENDES DES FIGURES.....	179
VIII. BIBLIOGRAPHIE.....	182



# I. INTRODUCTION

Les revêtements donnent la possibilité de changer les propriétés volumiques du substrat. Comme nous venons de l'étudier, le test d'indentation normale permet de caractériser la dureté du film. Ce chapitre est consacré à l'adhésion et à l'adhérence entre le revêtement et le substrat.

Roche [1] définit les phénomènes de l'**adhésion**, d'un dépôt de polymère dans son cas, à partir d'un ensemble de diverses théories :

- \* la théorie mécanique. L'adhésion est engendrée par la pénétration du film dans les porosités du substrat créant un ancrage mécanique à l'interface. La rugosité est un facteur important mais non déterminant car l'adhésion d'un verre sur une surface "lisse" est correct malgré la faible rugosité de la surface,

- \* la théorie thermomécanique, basée sur la mouillabilité du revêtement sur la surface de l'adhérent. Les tensions superficielles,  $\sigma_{LV}$  et  $\sigma_{SV}$ , du liquide ou du solide en présence de sa vapeur doivent vérifier la condition nécessaire mais non suffisante :

$$\sigma_{LV} \leq \sigma_{SV} \quad (1)$$

La mesure de l'angle au contact d'une goutte de vapeur du liquide sur le substrat détermine proportionnellement l'énergie d'adhésion,

- \* la théorie de la diffusion, qui explique l'adhésion entre composants polymériques par la diffusion des molécules entre les composants,

- \* la théorie de l'adsorption pour laquelle les molécules du dépôt par physiosorption forment un joint de colle,

- \* la théorie chimique basée sur l'existence de liaisons entre le film et le substrat créé lors du dépôt.

Roche fait part également de la théorie des couches de faible cohésion, c'est à dire l'existence de plusieurs interfaces entre le substrat et le film pour lesquelles il en existe une couche nettement plus "fragile" que les autres. Cette couche de faibles caractéristiques est le facteur limitant l'adhésion du revêtement sur le substrat, c'est pour cette raison qu'on cherche à l'éliminer.

La notion d'**adhérence** est beaucoup plus expérimentale que la notion d'adhésion. Elle caractérise la résistance à la rupture de l'interface par la mesure d'une charge critique  $F$ , ou d'une contrainte moyenne de rupture  $\sigma$ . Deux types de rupture sont distingués :

- \* la rupture cohésive qui se produit à l'intérieur d'un des deux corps,
- \* la rupture adhésive qui a lieu à l'interface des solides.

Maugis [2], repris par Laval et Felder [3], relie l'adhésion et l'adhérence d'un élastomère pour lequel la propagation d'une fissure interfaciale entraîne la rupture entre les deux corps. Cette relation fait intervenir les énergies d'adhésion, la vitesse de propagation de la fissure, la température. Cette relation n'est pas généralisable, nous chercherons donc à caractériser l'adhérence de nos matériaux.

Rickerby [4] reprend la définition de l'adhésion donnée par l'A.S.T.M. (American Society for Testing and Materials) : "l'état dans lequel deux surfaces sont reliées ensemble par des forces interfaciales comprenant principalement des liaisons de valences, des forces d'ancrage ou bien l'ensemble des deux". Cette définition très vague montre bien la difficulté rencontrée dans la bibliographie à distinguer l'adhésion de l'adhérence. Nous attacherons au terme "adhésion" l'ensemble des phénomènes physico-chimiques définis ci-dessus, le terme adhérence inclura l'ensemble des essais permettant de caractériser la résistance d'une interface.

Après une revue bibliographique des différents essais et des méthodes expérimentales utilisés pour obtenir nos revêtements, nous étudierons les différents types de fissures formées aux coins d'un indenteur Vickers. Nous déterminerons la ténacité des revêtements et caractériserons l'interface de nos matériaux en fonction des traitements mis en oeuvre.

## II. LES REVÊTEMENTS DE VERRE

D'après de nombreux auteurs, dont Zarzycki [5], un verre est un solide non cristallin, définition vague qui englobe un grand nombre de matériaux. A l'état fondu, les verres inorganiques, composés de mélanges d'oxydes, présentent une viscosité élevée. Cette viscosité augmente lors du refroidissement figeant le verre. Ces matériaux traversent donc une zone de transition vitreuse et ils sont de plus en plus en état réversible car il est possible de les refondre et de les revitrifier.

Lorsqu'un verre fondu refroidit, il passe sous sa température de fusion,  $T_f$ , sans se solidifier mais sa viscosité augmente. Lorsqu'il traverse la température de transition vitreuse,  $T_g$ , il passe à l'état solide. Cette propriété, particulière aux verres, les distinguent par exemple des matériaux cristallins. La position de cette température de transition dépend de la vitesse de refroidissement, c'est pourquoi on emploie le terme d'intervalle de transition vitreuse. Cette dépendance est justifiée car la transition est directement liée aux phénomènes vibratoires qui ajustent les atomes autour d'une position d'équilibre. Lorsque la température diminue, ces atomes vont modifier leur position vibrationnelle pour conserver l'équilibre. Or près du  $T_g$ , la viscosité augmente engendrant un temps de relaxation plus important. Une fois la température inférieure au  $T_g$ , la position des atomes est figée.

Cette température de transition peut être déterminée par, au moins, deux méthodes expérimentales : l'analyse thermique différentielle (A.T.D.) et la dilatométrie. Une autre méthode de détermination des températures caractéristiques d'un verre largement employée s'appuie sur la variation de la viscosité en fonction de la température (figure 1).

\* L'A.T.D. est basée sur une évolution caractéristique du flux de chaleur échangé entre l'échantillon et une référence. La figure 2 montre une courbe obtenue sur nos échantillons illustrant la particularité de la transition vitreuse. Le passage de la température de transition vitreuse se traduit par un phénomène du second ordre, la température de fusion se caractérise par un phénomène endothermique du premier ordre.

\* Le principe de la dilatométrie est le suivi de la dilatation d'un échantillon, dans notre cas d'un barreau de verre, en fonction de la température. L'augmentation rapide et marquée de la dilatation

symbolise le passage de la température de transition vitreuse. La figure 3 illustre la détermination de la température de transition vitreuse à partir d'une courbe de dilatation pour nos verres.

La connaissance du  $T_g$  permet d'effectuer des évaluations sur les caractéristiques mécaniques du verre (contraintes résiduelles ...). Sa difficulté de détermination est la cause principale des écarts entre les résultats expérimentaux et les valeurs calculées [6].

La structure des verres et le rôle des constituants sont la source de plusieurs théories qui classent les oxydes selon leur rôle dans la structure du verre :

- \* les oxydes formateurs du réseau qui peuvent vitrifier seuls,
- \* les oxydes modificateurs de réseau qui peuvent vitrifier une fois insérés dans le réseau formé par les oxydes précédents,
- \* les oxydes intermédiaires qui jouent l'un ou l'autre des deux rôles précédents selon leur concentration dans le verre.

Goldschmidt [7] explicite les conditions pour qu'un oxyde soit formateur à partir du rapport des rayons ioniques  $r_i/r_o$ , de l'oxyde  $R_xO_y$  qui doit être compris entre 0,2 et 0,4.

D'autre part, la théorie de Zachariasen [8] se base sur deux hypothèses :

- \* les liaisons interatomiques dans le verre doivent être de même type que dans un cristal car leurs propriétés sont identiques,
- \* les verres sont constitués d'un réseau tridimensionnel sans arrangement à grande échelle car ils ne diffractent pas les rayons X.

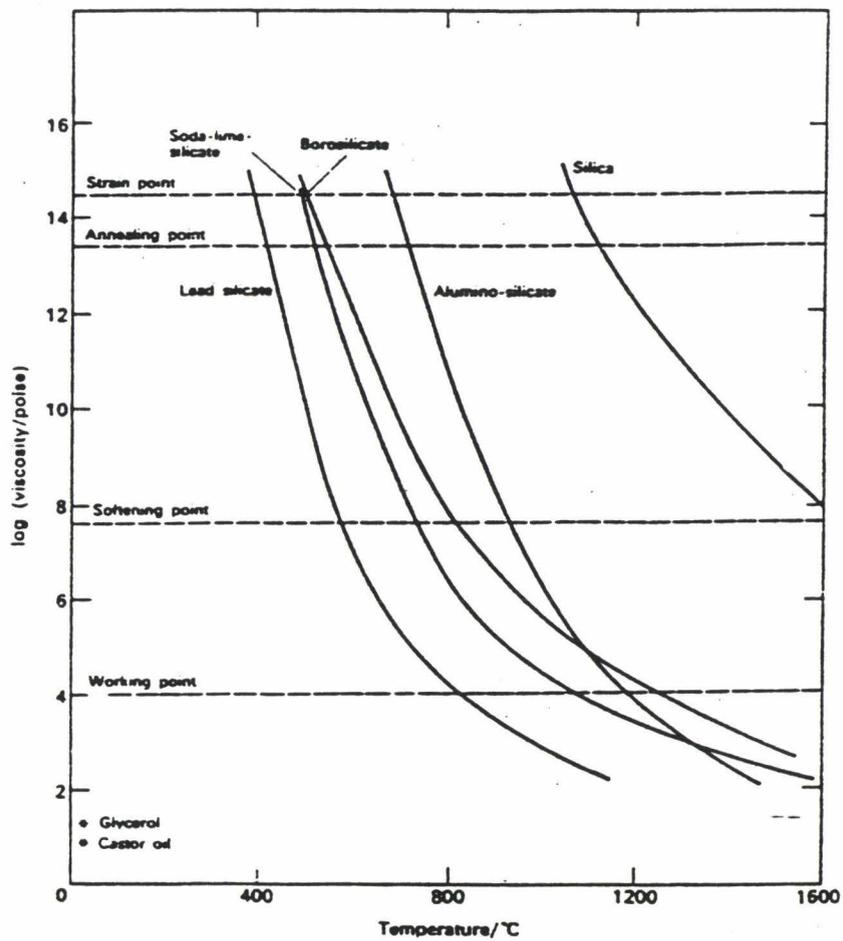


Fig. 1 : Variation de la viscosité de quelques verres en fonction de la température [7]

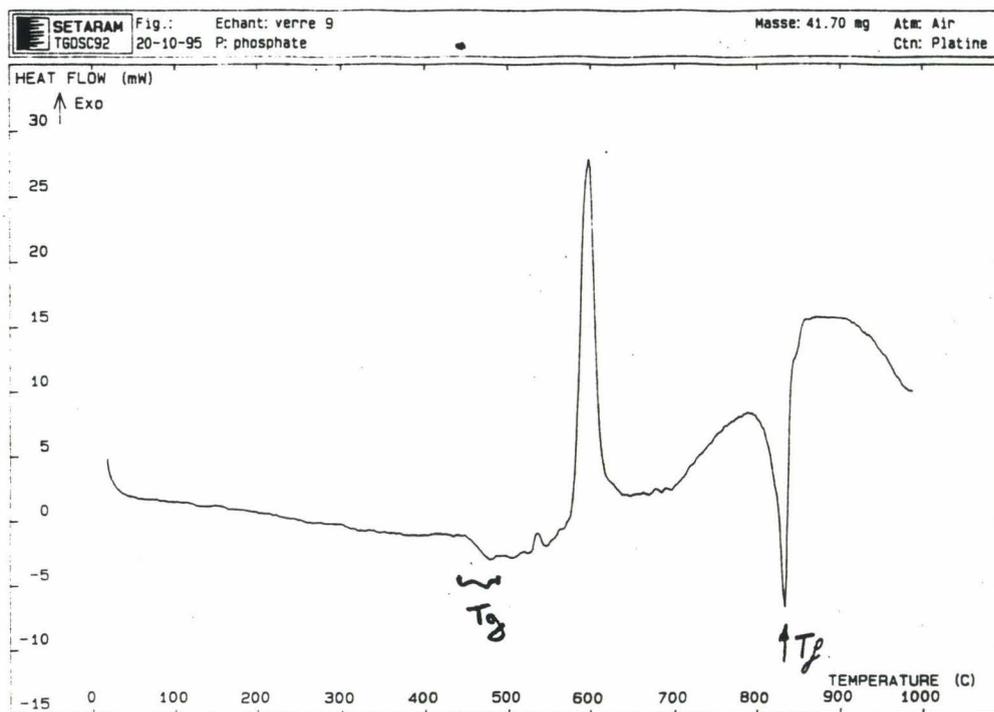


Fig. 2 : Courbe obtenue par A.T.D. : mise en évidence de la température de transition vitreuse

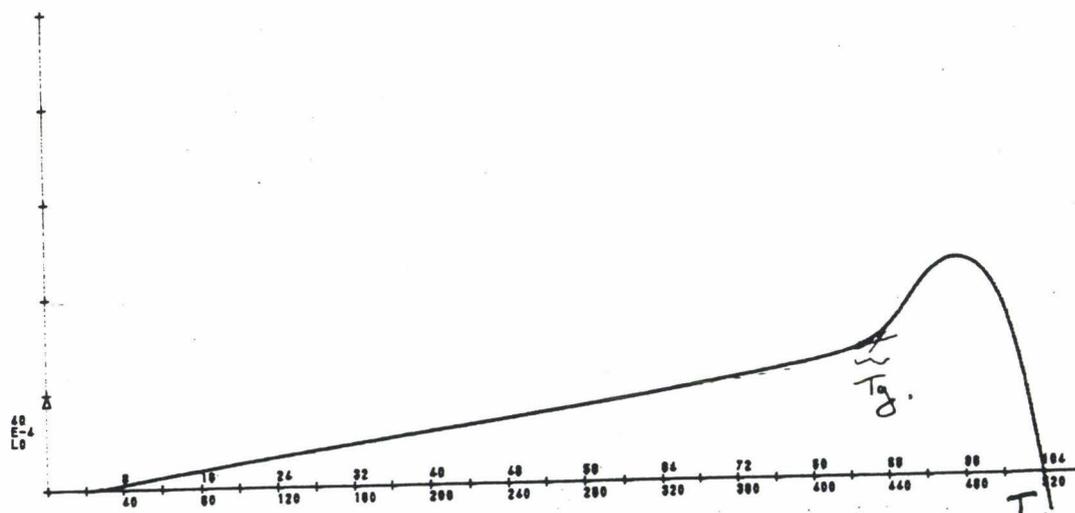


Fig. 3 : Courbe de dilatométrie du verre, mise place de la température de transition vitreuse.

En illustrant la théorie sur une structure à base polyédrique où chaque cation est entouré d'oxygènes, l'arrangement de ces unités formées permet de construire le réseau. Les quatre lois de Zachariasen concernant les oxydes formateurs sont :

- \* le nombre d'O entourant le cation doit être faible,
- \* un atome d'O n'est partagé que par deux cations,
- \* les polyèdres sont reliés par les sommets et ne possèdent pas d'arêtes ni de faces communes,
- \* au moins trois sommets de chaque polyèdre doivent être partagés avec d'autres polyèdres.

Les groupes I et II ( $R_2O$  et  $RO$ ) ne sont pas formateurs contrairement aux oxydes  $SiO_2$ ,  $P_2O_5$ ,  $B_2O_3$ . Les oxydes alcalins et alcalino-terreux sont classés modificateurs de réseau, par exemple  $Na_2O$  et  $K_2O$ . Les oxydes tels que  $Al_2O_3$  et  $TiO_2$  sont classés intermédiaires.

Ces deux théories sont des théories structurales, d'autres théories, moins utilisées, existent :

- \* théorie des liaisons établis à partir des conditions d'existence des liaisons covalentes [9, 10],
- \* l'arrangement spatial [11] basé sur l'évolution de l'angle entre les polyèdres selon la composition respective de chacun.

De nombreuses propriétés des verres peuvent être déterminées par la loi des mélanges [12]. Une loi d'additivité pure et simple, sans correction de volume, suppose que les oxydes individuels gardent leurs propriétés une fois inclus dans le mélange. Cependant les réactions chimiques existent et donnent naissance à de nouvelles entités expliquant la différence entre les résultats théoriques et expérimentaux. La loi des mélanges est toutefois utilisée pour élaborer un verre possédant des propriétés particulières, notamment un coefficient de dilatation déterminé.

La technologie classique d'émaillage se compose schématiquement des étapes suivantes :

- \* les oxydes formant le verre sont cuits dans un four à une température de l'ordre de  $1400\text{ }^\circ\text{C}$ ,
- \* le verre formé est ensuite coulé soit dans l'eau, soit entre deux cylindres afin d'obtenir de fines particules appelées "fritte",
- \* ces particules sont ensuite mélangées dans une solution aqueuse avec les colorants désirés formant la "barbotine",
- \* La capacité de pulvérisation de cette barbotine permet de recouvrir les faces des échantillons,
- \* la vitrification est réalisée à une température de  $800$  à  $900\text{ }^\circ\text{C}$ .

La méthode d'émaillage utilisée [13 - 15] consiste dans les opérations suivantes, effectuées en collaboration avec le laboratoire de chimie appliquée de l'université de Lille :

- \* une solution de sel de phosphate  $\text{NaPO}_3$  est effectuée ; différents chlorures sont ensuite ajoutés, dans notre cas ce sont  $\text{CaCl}_2$  et  $\text{MgCl}_2$

- \* deux composés de viscosité différente apparaissent. Le premier de viscosité importante, donc au fond du récipient, est nommé le coacervat. Il est composé essentiellement des ions  $\text{PO}_3^-$ ,  $\text{Ca}^{++}$ ,  $\text{Mg}^{++}$  et de  $\text{Na}^+$  en quantité très faible. Le second composé est en fait la solution aqueuse comprenant essentiellement des ions  $\text{Na}^+$ ,  $\text{Cl}^-$  et des ions  $\text{Ca}^{++}$  et  $\text{Mg}^{++}$  également en quantité très faible,

- \* Le coacervat une fois extrait est déposé sur l'échantillon. La cuisson à une température de l'ordre de  $900\text{ }^\circ\text{C}$  permet l'obtention du verre.

Les paramètres de cuisson de notre verre ne sont pas déterminés précisément car ils sont l'objet de l'étude de caractérisation effectuée dans ce chapitre. Les variations sont comprises entre  $870\text{ }^\circ\text{C}$  et  $920\text{ }^\circ\text{C}$  pour la température et entre une demi-heure et 4 heures pour la durée de cuisson.

### III. TENACITE DES REVÊTEMENTS

Lorsqu'on effectue un essai d'indentation sur un matériau fragile, un réseau de fissures se propage au coin de l'indenteur pyramidal si la charge utilisée est suffisante. A partir de la connaissance de la longueur des fissures, de la charge appliquée et de la forme des fissures, différents auteurs montrent qu'il est possible de déterminer la ténacité du matériau.

#### III.A. LA FORME DES FISSURES.

Les fissures générées peuvent être regroupées en cinq groupes principaux [16] (figure 4).

Les fissures **coniques** sont souvent générées par un indenteur sphérique ou conique. Elles ne débouchent pas à la surface et se propagent avec un angle qui est fonction de la charge appliquée.

L'ensemble des quatre autres types de fissures sont générées par un indenteur pyramidal.

Les fissures **radiales** se propagent à la surface de l'échantillon. Elles se situent de part et d'autre de l'empreinte. Elles sont également dites de type "Palmqvist" du nom de l'auteur qui est le premier à les avoir observées [17] sur des composites WC-Co.

Les fissures **médianes** contiennent la zone de déformation plastique du matériau. Elles ne débouchent pas à la surface de l'échantillon.

Les fissures **Half - penny** ont une forme semi-circulaire. Les observations microscopiques montrent qu'elles sont l'évolution des fissures radiales lorsque la charge appliquée augmente.

Une charge élevée a pour conséquence la création de fissures **latérales**. Elles sont non débouchantes initialement, mais elles émergent à la surface de l'échantillon, provoquant un écaillage du matériau, quand la charge appliquée augmente.

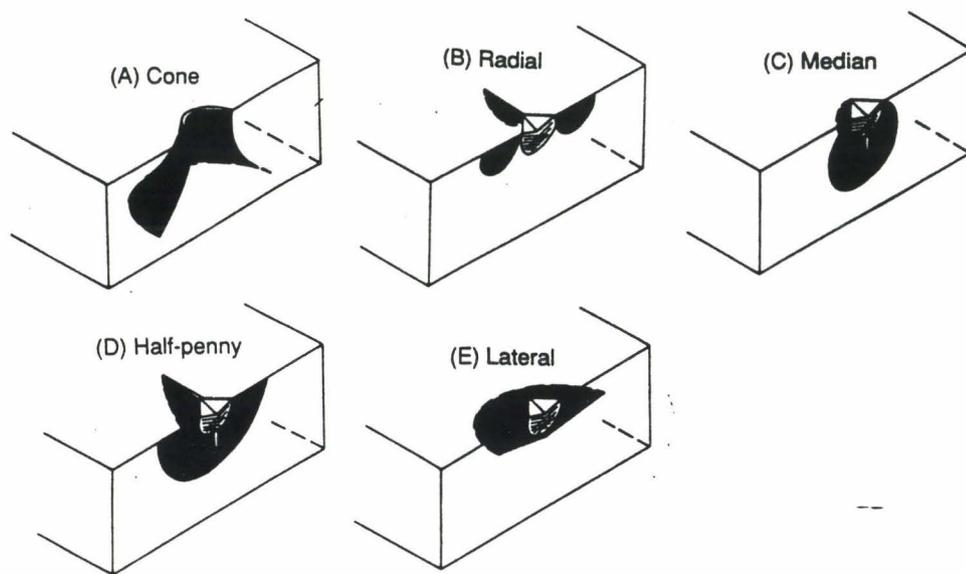


Fig. 4 : Illustration des différents types de fissures engendrées par un indenteur [20]

## III.B. DETERMINATION DE LA TENACITE A PARTIR DE LA LONGUEUR DES FISSURES

Nous allons effectuer un résumé des divers moyens de calcul de la ténacité par indentation, le lecteur intéressé trouvera une discussion plus approfondie dans les références [18-21].

Palmqvist [17] détermine le travail nécessaire à engendrer une fissure sous la forme :

$$W = 0,0649 \frac{P_c^{3/2}}{\sqrt{HV}} \quad (2)$$

où  $P_c$  est la charge critique d'apparition des fissures.

La principale difficulté est la détermination de cette charge critique d'apparition des fissures. L'auteur apporte la solution en remarquant que la somme des longueurs des fissures est proportionnelle à la charge appliquée. La charge critique est déterminée par l'intersection de cette représentation avec l'axe des abscisses correspondant à la charge appliquée. Par la suite, l'équation 2 est modifiée pour déterminer le travail nécessaire à la naissance d'une fissure d'une longueur de 300  $\mu\text{m}$  :

$$W_{300} = 0,0649 \frac{P_{300}^{3/2}}{\sqrt{HV}} \quad (3)$$

### III.B.1. Calcul de la ténacité à partir des fissures de type circulaire

Lawn et Swain [22] proposent la première équation à partir de la théorie de la mécanique linéaire de la rupture dans un matériau isotrope :

$$K_c = \frac{1-2\nu}{2\pi^{5/2}} \left( \frac{P HV}{J} \right)^{1/2} \quad (4)$$

où  $J$  est la profondeur maximale des fissures, directement mesurable dans des matériaux transparents. Les travaux de Lawn et Fuller [23] sur des verres de silicium concluent que la profondeur des fissures est identique à la longueur en surface des fissures,  $c$ .

Les auteurs comparent l'angle de l'indenteur avec l'angle calculé à partir de la ténacité des verres et de la profondeur de la fissure, ou de sa longueur (figure 5), l'approximation  $\mathcal{J} \approx c$  est correcte. En utilisant la définition de la dureté Vickers et  $\nu = 0,3$ , la ténacité devient alors :

$$K_c = 0.0156 \frac{P}{d\sqrt{c}} \quad (5)$$

Lawn et Fuller [19] remarquent que les fissures médianes se transforment en des fissures de type "Half - Penny" semi-circulaires. La formulation de la ténacité est modifiée pour l'indenteur étudié de type conique et ils introduisent également le coefficient de frottement entre l'indenteur et le matériau étudié :

$$K_c = \frac{1}{\pi^{3/2} \tan(\Psi \pm \arctan m)} \frac{P}{c^{3/2}} \quad (6)$$

Ils généralisent néanmoins la formule pour un indenteur de type Vickers et en négligeant le frottement :

$$K_c = 0,0515 \frac{P}{c^{3/2}} \quad (7)$$

Evans et Wilshaw [24] remarquent que l'angle de l'indenteur modifie la zone de déformation plastique engendrée par l'indentation. En reprenant la théorie de Hill [25] et les travaux de Marsch [26], ils utilisent le champ des contraintes induites par l'indenteur pour déterminer la ténacité du matériau. Dans le cas de l'indenteur Vickers, l'expression obtenue est :

$$K_c = 0,079 \frac{P}{\left(\frac{d}{2}\right)^{3/2}} \ln \frac{4,5 \frac{d}{2}}{c} \quad (8)$$

L'ensemble des calculs précédents est réalisé dans un plan, Evans et Charles [27] reprennent les calculs mais en trois dimensions avec l'hypothèse que le mode de propagation de la fissures est de type I,  $K_c \equiv K_{Ic}$ . Avec la remarque que la représentation de  $\frac{K_c \Phi}{HV\sqrt{d/2}} \left(\frac{HV}{\Phi E}\right)^{0.4}$ , terme générique des équations de ténacité par indentation (avec  $\Phi$  une constante proche de 3) est linéaire en fonction de  $c/d$  (figure 6), les auteurs obtiennent la formulation :

$$K_c = 0.0824 \frac{P}{c^{3/2}} \quad (9)$$

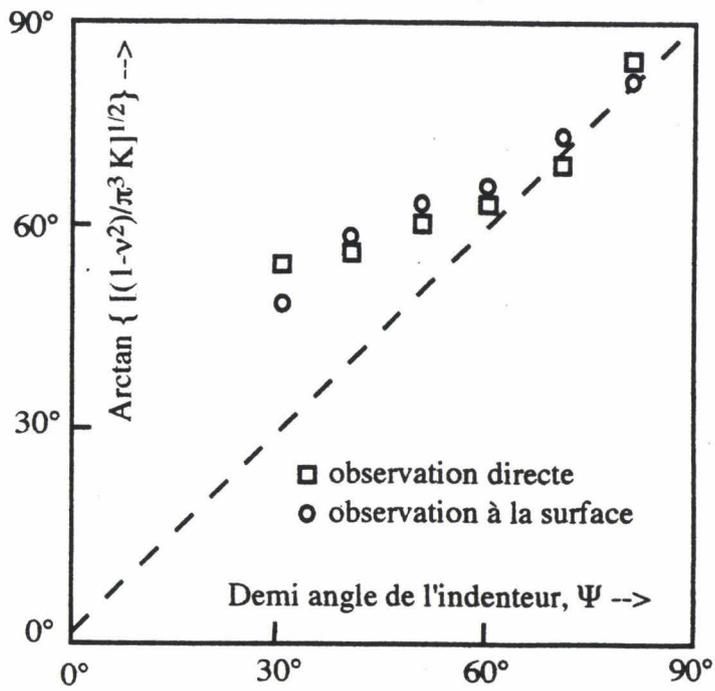


Fig. 5 : Comparaison entre la valeur théorique et expérimentale de l'angle de l'indenteur [23]

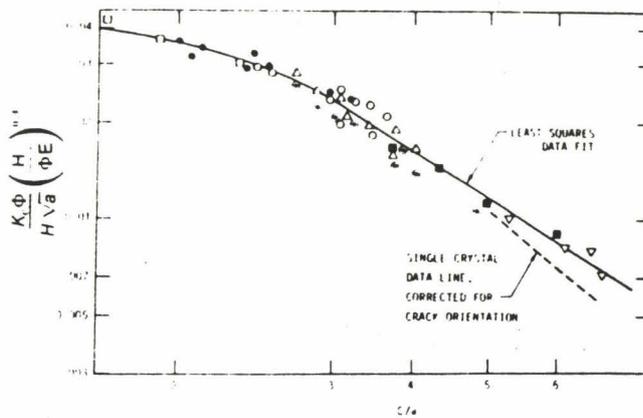


Fig. 6 : Relation entre le paramètre  $E\Phi/H$  et la taille des fissures [27]

Evans [28] étudie l'influence de la déformation plastique introduite par l'indenteur sur la propagation des fissures. Le module d'Young apparaît alors dans la formulation de la ténacité :

$$K_c = 0,6305 E^{0,4} P^{0,6} \left(\frac{d}{2}\right)^{-0,7} 10^F \quad (10)$$

avec  $F = -1,59 - 0,34 \beta - 2,02 \beta^2 + 11,23 \beta^3 - 24,97 \beta^4 + 16,23 \beta^5$  et  $\beta = \ln(2c/d)$

Blendell [29] effectue une démarche identique mais à partir de la formule d'Evans et Wilshaw (8) :

$$K_c = 0,0303 \left(HV \sqrt{d/2}\right) (E/HV)^{2/5} \ln(8,4 (d/2) / c) \quad (11)$$

En utilisant la définition de la dureté Vickers, nous obtenons :

$$K_c = 0,0439 P^{0,6} E^{0,4} d^{-0,7} \ln(4,2d / c) \quad (12)$$

Lawn et al. [30] reprennent le calcul des contraintes engendrées par un indenteur Vickers, définissant ensuite la ténacité sous la forme :

$$K_c = 0,0139 \sqrt{\frac{E}{HV}} \frac{P}{c^{3/2}} = 0,0102 d \sqrt{E} \frac{\sqrt{P}}{c^{3/2}} \quad (13)$$

qu'Anstis et al. [31] reprennent sous la forme :

$$K_c = \Omega (E/HV)^{0,5} \left(P/c^{3/2}\right) \quad (14)$$

où  $\Omega$  est une constante indépendante du matériau.

En traçant  $P/c^{3/2}$  en fonction de  $P$ , les auteurs remarquent que la charge n'a aucune influence, dans le cas des matériaux étudiés, sur la valeur de  $P/c^{3/2}$ . En substituant la valeur de  $K_c$  par la valeur de  $K_c$  obtenue par des méthodes traditionnelles, la constante  $\Omega$  est déterminée par la formule précédente,  $\Omega = 0,016$ . Nous utilisons la définition de la dureté Vickers, permettant d'écrire la ténacité selon Anstis et al. sous la forme :

$$K_c = 0,0117 \sqrt{E} \sqrt{P} \left(\frac{d}{c^{3/2}}\right) \quad (15)$$

Niihara et al. [32] constatent que la relation  $P / c^{3/2} = \text{constante}$  n'est pas valable quel que soit la charge à cause de la transformation des fissures de type "Palmqvist" en fissures de type "Half - penny". Ainsi la figure 5 doit être scindée en deux parties selon le type de fissures. Les auteurs reprennent les résultats des différents travaux antérieurs et représentent les points expérimentaux sur un graphe  $l/a$  en

fonction de  $\frac{K_c \Phi}{HV\sqrt{d/2}} \left(\frac{HV}{\Phi E}\right)^{0.4}$  (figure 7), où  $\Phi$  est une constante proche de 3. Deux parties linéaires apparaissent en fonction du type de fissures existantes. Dans le cas de fissures circulaires, la ténacité devient, avec la condition  $c/a \geq 2,5$  :

$$K_c = 0,0711 (HV\sqrt{d/2}) (E/HV)^{2/5} (2c/d)^{-3/2} = 0,0257 P^{0,6} E^{0,4} d^{0,8} / c^{3/2} \quad (16)$$

Lankford [33] reprend les travaux de Niihara et al., notamment la représentation de  $\frac{K_c \Phi}{HV\sqrt{d/2}} \left(\frac{HV}{\Phi E}\right)^{0.4}$  en fonction de  $c/d$ . mais cette fois-ci la courbe représentative n'est plus interpolée de façon linéaire mais à l'aide d'une fonction puissance, ce qui permet d'écrire :

$$K_c = 0,0262 P^{0,6} d^{0,86} E^{0,4} c^{-1,56} \quad (17)$$

A partir de la constatation de la modification de la forme des fissures en fonction de la charge, Miranzo et Moya [34] utilisent la taille de la zone de déformation plastique pour estimer la ténacité du matériau :

$$K_c = 0,0463 \frac{P}{d\sqrt{c}} f(E/HV) \text{ pour } c \leq 2,8 d/2 \quad (18)$$

$$K_c = 0,0558 \frac{P}{d^{0,42} c^{1,08}} f(E/HV) \text{ pour } c \geq 2,8 d/2 \quad (19)$$

avec  $f(E/HV) = \frac{b_{exp}^2/\delta - 1,5}{1-\nu}$  où  $\delta = 2 \frac{1+3 \ln b_{exp}}{3}$ ,  $b_{exp}$  est la taille de la zone plastique

mesurée expérimentalement. En fait les auteurs utilisent la relation donnée par Chiang et al. [35] :

$$b_{exp} = 0,792 \left(\frac{E}{HV}\right)^{0,408} \quad (20)$$

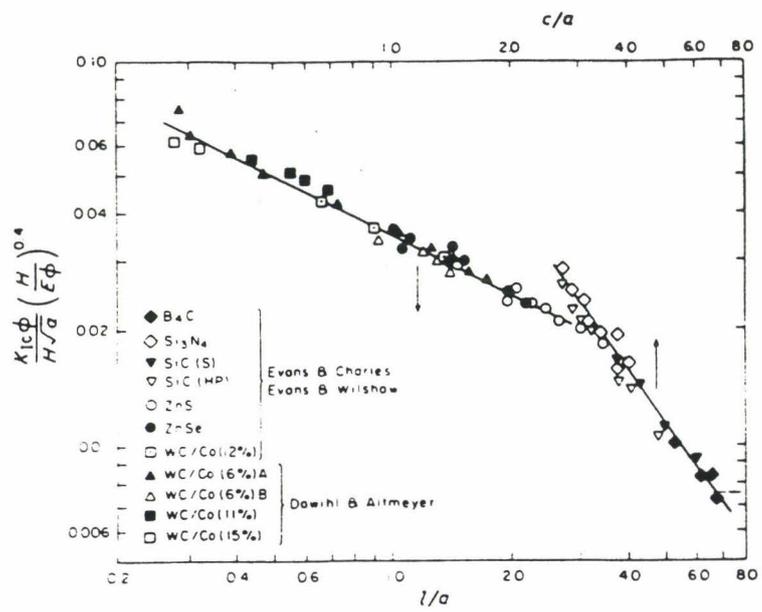


Fig. 7 : Influence de la longueur des fissures sur le rapport de la ténacité normalisée / dureté [32]

Laugier [36] reprend les équations (13) et (14), mais en introduisant l'expression complète du rayon de la zone plastique calculé par Hill [25] :

$$\frac{E}{HV} = 9 \frac{(1-\nu)b^3 - \frac{2}{3}(1-2\nu)}{2(1 + \ln b^3)} \quad (21)$$

ce qui conduit alors à l'expression :

$$K_c = 0,0066 E^{2/3} d^{4/3} \frac{P^{1/3}}{c^{3/2}} \quad (22)$$

La même démarche est appliquée à partir de la relation d'Evans et Charles (9), conduisant à :

$$K_c = 0,0172 E^{0,4} d^{0,8} \frac{P^{0,6}}{c^{1,5}} \quad (23)$$

Tanaka [37] modifie l'hypothèse de calcul de la zone déformée plastiquement, en supposant que la zone affectée par la pression de l'indenteur est un noyau hémisphérique et compressible au lieu d'une cavité sphérique expansible. L'auteur obtient la ténacité du matériau :

$$K_c = 0,03 E^{0,25} \sqrt{d} \frac{P^{0,75}}{c^{1,5}} \quad (24)$$

### III.B.2. Calcul de la ténacité à partir des fissures de type Palmqvist

Niihara et al. [32] ont mis en évidence l'évolution de la forme des fissures selon la charge. Ils en ont déduit une formulation de la ténacité pour des fissures de type "médián", équation (16). Dans le cas d'une géométrie Palmqvist, la ténacité devient :

$$K_c = 0,014 d^{-0,2} E^{0,4} \frac{P^{0,6}}{\sqrt{l}} \quad (25)$$

où  $l$  est la longueur de la fissure à partir du coin de l'empreinte

Niihara [38] reprend les calculs précédents mais en émettant l'hypothèse que les fissures sont semi-elliptiques avec, en particulier, une profondeur maximale de fissures de l'ordre de grandeur de la profondeur d'indentation. La ténacité s'exprime sous la forme :

$$K_c = 0,0191 d^{-0,2} E^{0,4} \frac{P^{0,6}}{\sqrt{l}} \quad (26)$$

Shetty et al. [39] reprennent l'équation du travail nécessaire à la propagation des fissures établie par Exner [40] :

$$W = \frac{P}{4l} \quad (27)$$

La principale hypothèse dans le calcul de la ténacité est que la profondeur des fissures est du même ordre de grandeur que la taille de la zone déformée plastiquement. L'équation de la ténacité devient :

$$K_c = 0,0638 \frac{P}{d\sqrt{l}} \quad (28)$$

Laugier [41] modifie de nouveau les hypothèses de calcul suite aux observations de la forme des fissures. La fissure est modélisée par un demi cercle de diamètre  $l$ , la ténacité est exprimée par :

$$K_c = 0,007 d^{1,83} E^{0,67} \frac{P^{0,33}}{c^{1,5}\sqrt{l}} \quad (29)$$

Ponton et Rawlings [20] ont essayé de standardiser les équations de calcul de la ténacité d'un matériau obtenant sept équations types. Devant le nombre d'équation, il est difficile de choisir l'équation adéquate pour le calcul de  $K_c$ . Dans un second travail [21], les auteurs recommandent les équations d'Evans et Davis (10) et de Lankford (17) pour comparer des matériaux de même type entre eux. Si la comparaison doit être effectuée entre des matériaux de type différents, les auteurs concluent à l'utilisation des équations de Blendell (12), de Evans et Davis (10), de Evans et Charles (9) et de Shetty et al. (28). Récemment Iost et Foct [42] utilisent l'équation de Evans et Charles (9) qui donne une valeur moyenne de l'ensemble des valeurs obtenues par les différentes méthodes et offre l'avantage de ne pas nécessiter la connaissance du module d'Young.

## **IV. COMMENT MESURER L'ADHERENCE D'UN FILM SUR UN SUBSTRAT**

Chapman et al. [43] repris par Roche [1] effectuent une synthèse des différentes méthodes de détermination mécanique d'adhérence. Nous nous intéressons particulièrement aux tests d'indentation et de rayure, dit "scratch test", après avoir énumérer rapidement les principaux essais.

### **IV.A. LES PRINCIPAUX ESSAIS DE MESURE DE L'ADHERENCE.**

Le test d'arrachement sur pion applique une force progressive et normale à l'interface sur un pion. La liaison entre l'échantillon et les pièces mécaniques s'effectue le plus souvent par une colle époxy. Cette mise en place de l'échantillon est la première difficulté et limite de la méthode [44].

La méthode d'Ollard modifiée [45-47] applique une force directement sur un plot de même nature que le substrat.

Dans le cas de la méthode du moment, l'effort n'est plus normale à l'interface mais parallèle à celle-ci [48].

L'ultracentrifugation provoque la ruine de l'interface par les contraintes de cisaillement dues à la rotation de l'échantillon.

Les essais d'arrachement par cisaillement souvent par simple recouvrement ou double recouvrement. Ces essais sont simples mais l'interprétation des résultats n'est pas toujours aisée [49]. La contrainte de cisaillement peut être également engendrée par un couple de torsion [50-52]. Citons aussi l'essai de cisaillement d'un revêtement sur un barreau [53, 54].

Les essais de clivage ont pour principe la propagation d'une fissure à l'interface par l'application d'un effort de part et d'autre de l'interface [55 - 56]

## IV.B. LE SCRATCH TEST

Dans cet essai, une pointe en diamant raye le revêtement. Une force dont l'intensité augmente progressivement est appliquée à la pointe jusqu'à la décohésion du film. Il est difficile de déterminer cette charge critique, car le film ne s'arrache pas de façon uniforme au sein de la rayure. Ceci est mis en évidence par Perry [57], pour des revêtements de TiN et de TiC sur des aciers à outil, en utilisant l'émission acoustique pour déterminer la charge critique (l'arrachement du dépôt s'accompagne de l'émission d'un bruit). Une autre solution est la mesure de la composante tangentielle de l'effort appliqué [58]. Valli et al. [59] mettent en évidence une mesure plus fiable de l'adhésion en utilisant la mesure de la force tangentielle.

Benjamin et Weaver [60] font la première approche théorique de l'essai en calculant la force tangentielle par :

$$F_t = \frac{k A HV}{(R^2 - A^2)^{1/2}} \text{ avec } A = \sqrt{\frac{P_c}{\pi HV}} \quad (30)$$

où  $k$  est un facteur compris entre 0.2 et 1 [60, 61]. Mais l'hypothèse d'une déformation plastique uniforme du revêtement n'est pas suffisante [62] et explique les difficultés d'application de cette relation à la plupart des dépôts [63].

Laugier [64, 65] effectue une nouvelle approche de l'énergie élastique et la compare à l'énergie de liaison entre le substrat et le film. Cette énergie de liaison s'écrit :

$$w = \gamma_s + \gamma_f - \gamma_{sf} \quad (31)$$

Lors de la décohésion, l'énergie mécanique apportée par l'indenteur est égale à cette énergie de liaison :

$$w = \frac{\sigma^2 t}{2 E} \quad (32)$$

où la contrainte  $\sigma$  est la somme de la contrainte engendrée par l'indenteur et des contraintes résiduelles. Dans le cas de dépôts CVD, Laugier calcule ces contraintes à partir des coefficients de dilatation. Nous verrons dans le chapitre suivant les différentes possibilités de détermination des contraintes résiduelles. La contrainte exercée par l'indenteur prend la forme [66] :

$$\sigma = \frac{P}{2 \pi a^2} \left( (4 + \nu_s) \frac{3 \pi \bar{m}}{8} - (1 - 2\nu_s) \right) \quad (33)$$

Le rayon de contact entre l'indenteur et le revêtement s'exprime par [67] :

$$a = \sqrt[3]{\frac{3}{4} P R \left( \frac{1 - \nu_s^2}{E_s} + \frac{1 - \nu_f^2}{E_f} \right)} \quad (34)$$

Burnett et Rickerby [68] ajoutent à ce modèle une contrainte supplémentaire provenant de l'effort tangentielle. L'essai défini ainsi permet de déterminer l'énergie de liaison d'un revêtement à partir des caractéristiques mécaniques de l'expérimentation. Steimann et al. [69] effectuent une revue bibliographique des paramètres intrinsèques influençant le test de rayure, citons par exemple :

- \* la vitesse de déplacement de l'indenteur,
- \* le rayon de l'indenteur,  $R$ ,
- \* le frottement entre l'indenteur et le matériau,  $\bar{m}$ ,
- \* la dureté et le module de Young du revêtement.

Le scratch test apparaît comme la technique la mieux adaptée à la détermination de l'énergie de liaison d'un revêtement sur un substrat en prenant des précautions élémentaires lors de l'expérimentation.

## IV.C. L'INDENTATION

On distingue deux familles d'indentation :

- \* l'indentation normale cherchant à créer une fissure à l'interface.
- \* l'indentation à l'interface, où le diamant est placé de façon à créer une fissure à l'interface entre le film et le substrat.

L'ensemble de ces techniques est appliqué par de nombreux auteurs sur divers matériaux. Des théories multiples ont été développées et deviennent parfois spécifiques au couple film - substrat étudié expérimentalement. Cet alinéa sera consacré à une revue bibliographique concise sans oublier nos applications particulières.

### IV.C.1.L'indentation normale

Laval et Felder [3] ont publié une revue bibliographique des test d'adhérence par indentation normale. Nous ne rappellerons ici que les théories se rapportant à un revêtement plus dur que le substrat, ce qui est le cas de nos échantillons.

#### IV.C.1.a.L'approche de Chiang et al.

Lors d'un déchargement de l'indenteur Vickers dans un matériau fragile, un réseau de fissures se crée grâce au champ de contraintes induit par l'indenteur [70]. Les fissures engendrées, en particulier les fissures latérales, vont se propager à l'interface. Différentes approches existent selon l'importance accordée aux contraintes résiduelles.

Chiang et al. [71] calculent la longueur des fissures à l'interface en l'absence de contraintes résiduelles :

$$a = \hat{\alpha} \left( 1 - \frac{P_c}{P} \right)^{1/2} P^{1/4} \quad (35)$$

Cette équation est établie à partir d'un modèle d'indentation interfaciale (figure 8) et s'applique à des matériaux de caractéristiques semblables (en particulier un revêtement d'oxyde de zinc, sur un support de silicium). Le coefficient  $\hat{\alpha}$  s'exprime sous la forme :

$$\hat{\alpha} = \sqrt{\frac{\langle \hat{\alpha} \rangle t^{3/2} HV^{1/2}}{K_{Ic}}} \quad (36)$$

où la constante  $\langle \hat{\alpha} \rangle$  indépendante du matériau, dont la valeur est  $6.4 \cdot 10^{-8}$ , est déterminée par calibration sur un matériau homogène de dureté et de ténacité connues. La mesure de la longueur des fissures permet de calculer la ténacité de l'interface car la dureté est déterminée par la mesure de la diagonale de l'empreinte, la charge appliquée étant connue.

Marschall et Evans [72] ainsi que Rossington et al. [73] caractérisent l'adhérence d'un revêtement en présence de contraintes résiduelles en trois étapes :

\* mise en place d'une contrainte de limite pour laquelle un défaut de taille  $2a$  se propage, qui permet de calculer la contrainte critique de propagation :

$$\sigma_c = \frac{k_1}{12 (1 - \nu^2)} E \left( \frac{t}{a} \right)^2 \text{ avec } k_1 = 14,68 \quad (37)$$

La force de propagation des fissures,  $G_B$ , s'écrit dans ce cas :

$$G_B = (1 - \nu) (1 - k_2) t (\sigma^2 - \sigma_c^2) / E \text{ avec } k_2 = 0,383 \text{ pour } \nu = 0.3 \quad (38)$$

Si  $G_B$  est supérieure à la  $G_c$ , la décohésion interfaciale sous l'influence des contraintes résiduelles,  $\sigma$ , est engendrée par la propagation de la fissure.

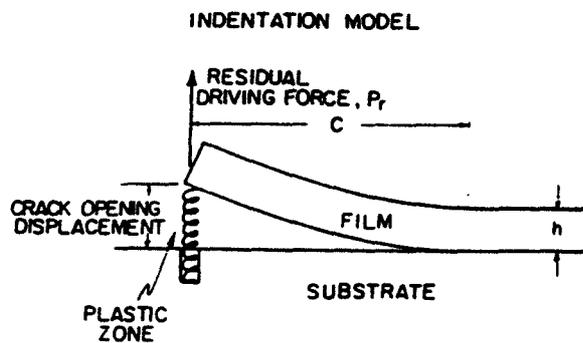


Fig. 8 : Modèle d'indentation interfaciale selon [71]

\* les auteurs cherchent ensuite à déterminer la force de propagation d'une fissure interfaciale sous l'effet de l'indentation dans le cas où aucune contrainte n'est engendrée lors du dépôt. La contrainte induite par le diamant,  $\sigma_H$ , s'écrit, dans le cas où la zone plastique sous l'indenteur peut être assimilée à un cylindre ( $b \gg t$ ) :

$$\sigma_H = \frac{E V_f}{2\pi (1-\nu) a^2 t} \quad (39)$$

où  $V_f$  est le volume de la zone plastique :

$$V_f = 0,24 \left( \frac{P}{HV} \right)^{3/2} \cotan \Psi \quad (40)$$

La force de propagation devient :

$$G_B = (1-\nu)t \left( \sigma_H^2 (1+\nu) / 2 - (1-k_2)(\sigma_H - \sigma_c)^2 \right) / E \quad (41)$$

En réalité, l'indentation de matériaux revêtus est effectuée en présence des contraintes résiduelles. Les auteurs développent un modèle global pour lequel :

\* la force de propagation de fissure interfaciale s'écrit en présence de contraintes internes et engendrées par l'indenteur :

$$G_B = t(1-\nu) \left[ (1-k_2)\sigma^2 + \sigma_H^2 \left[ \frac{1+\nu}{2} - (1-k_2) \left( 1 - \frac{\sigma_c}{\sigma_H} \right)^2 \right] \right] \quad (42)$$

si  $\begin{cases} \sigma_H + \sigma < \sigma_c & \text{pas de flambage du film } k_2 = 1 \\ \sigma_H + \sigma > \sigma_c & \text{flambage du film } k_2 = 0,383 \end{cases}$

Dans le but d'étudier l'influence des contraintes et de l'épaisseur du dépôt sur la propagation des fissures interfaciales, l'expression précédente doit être normalisée selon  $\sigma$  et  $t$ . Sont alors introduits :

$$\mathbf{G} = \frac{G_B E}{(1-\nu)\sigma^2 t} \quad \text{paramètre adimensionnel de la force motrice,}$$

$$\mathbf{P} = \frac{k_2 V_f}{t^3 k_3} \quad \text{paramètre adimensionnel de la charge,}$$

$$\mathbf{A} = \frac{\sigma a^2}{E t^2 k_3} \quad \text{paramètre adimensionnel de la surface,}$$

$$\text{avec } \begin{cases} k_2 = \frac{1}{2\pi(1-\nu)} \\ k_3 = \frac{k_1}{12(1-\nu^2)} \end{cases}$$

L'équation de la forme motrice de la fissure interfaciale devient :

$$\mathbf{G} = (1 - k_1) + \mathbf{P}^2 \mathbf{A}^{-2} \left[ \frac{1 + \nu}{2} - (1 - k_1) (1 - \mathbf{P}^{-1})^2 \right] \quad (43)$$

la condition de flambage du film étant  $\mathbf{P} > \mathbf{P}_c$  avec  $\mathbf{P}_c = 1 - \mathbf{A}$ .

En introduisant deux paramètres supplémentaires :

$$\mathbf{R} = \frac{1 - k_1}{\mathbf{G}} \quad \text{contrainte résiduelle normalisée du dépôt}$$

$$\mathbf{C}^2 = \mathbf{A}^2 \mathbf{G} \quad \text{rayon de fissure normalisée}$$

Les auteurs égalent la force motrice normalisée avec la ténacité de l'interface normalisée,  $\mathbf{G} = \mathbf{G}_c$ , ce qui permet d'exprimer le rayon de fissure normalisé en fonction de la contrainte normalisée :

$$\mathbf{C}^2 = \frac{\mathbf{P}^2 \left[ \frac{1 + \nu}{2} - (1 - k_1) (1 - \mathbf{P}^{-1})^2 \right]}{1 - \mathbf{R}} \quad (44)$$

La représentation de  $\mathbf{C}$  en fonction  $\mathbf{P}$  (figure 9) illustre une propagation importante des fissures dans des films où les contraintes résiduelles sont élevées. La limite du modèle est la détermination de la localisation des fissures. Pour des épaisseurs différentes (figure 10), les fissures apparaissent au sein du film épais faussant ainsi la détermination de la ténacité interfaciale. Par contre pour des films non précontraints,  $k_1 = 1$  et  $\mathbf{R} = 0$ , la relation connue entre la longueur de la fissure et la charge est retrouvée (figure 11) :

$$a = \text{cste } \mathbf{P}^{3/4} \quad (45)$$

La connaissance de  $\mathbf{R}$  permet de remonter à la ténacité interfaciale, ce qui est effectué en écrivant le rapport :

$$\frac{\mathbf{C}}{\mathbf{P}} = \left( \frac{H^3 t}{E(1-\nu)k_4^2} \right)^{1/2} G_c^{1/2} \left( \frac{a}{\mathbf{P}^{3/4}} \right)^2 \quad (46)$$

Sous la charge critique,  $\mathbf{P}_c$ , d'apparition de fissure, ce rapport s'écrit :

$$\left( \frac{\mathbf{C}}{\mathbf{P}} \right)_c = \left( \frac{H^3 t}{E(1-\nu)k_4^2} \right)^{1/2} (G_c)_c^{1/2} \left( \frac{a}{\mathbf{P}^{3/4}} \right)_c^2 \quad (47)$$

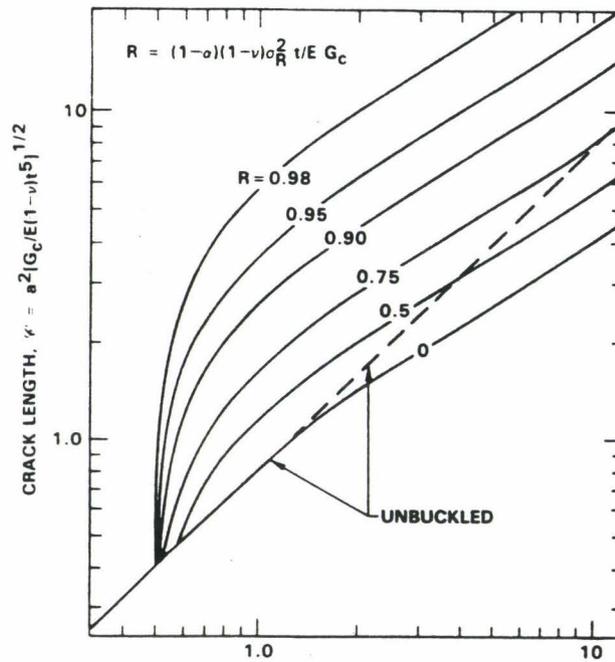


Fig. 9 : Représentation de la longueur normalisée des fissures en fonction de la charge normalisée selon différents taux de contraintes au sein du revêtement [73].

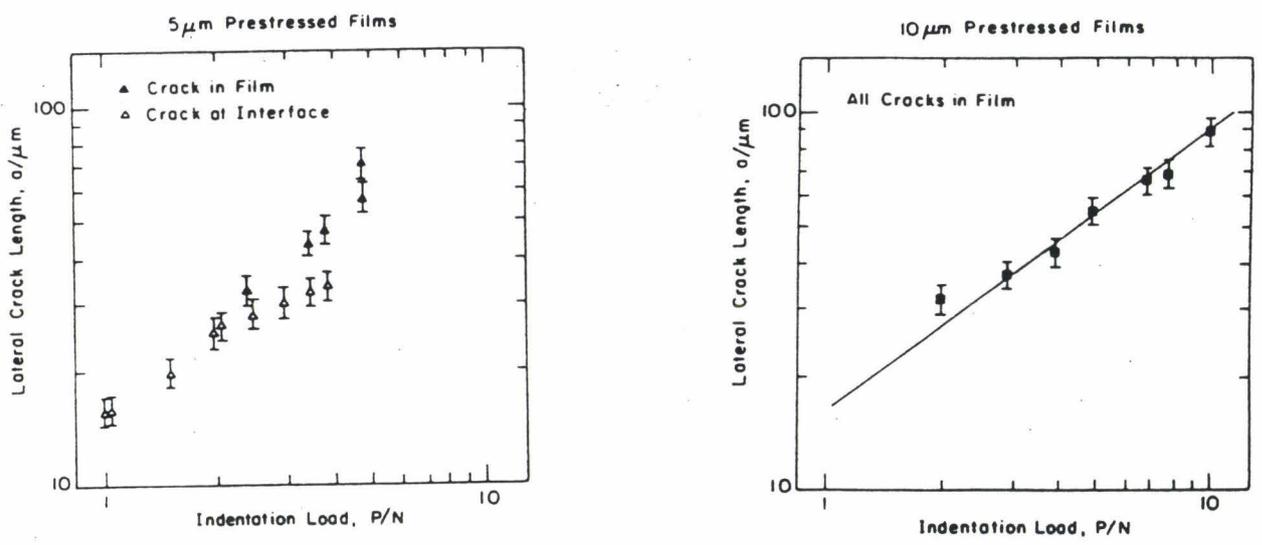


Fig. 10 : Représentation des longueurs de fissures interfaciales et internes au matériau selon la charge appliquée pour deux épaisseurs de revêtement différentes de ZnO sur Si. Mise en évidence de l'interaction entre les fissures [73].

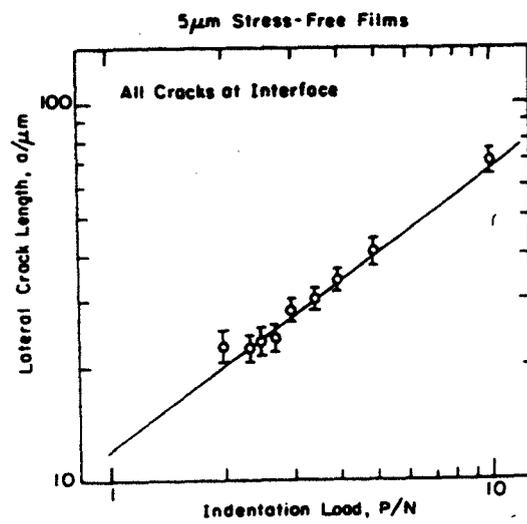


Fig. 11 : Représentation de la longueur des fissures interfaciales en fonction de la charge pour un revêtement sans contrainte résiduelle [73].

Le rapport des équations précédentes donne :

$$\left(\frac{C}{P}\right) / \left(\frac{C}{P}\right)_c = (G_c / (G_c)_c)^{1/2} \left( \left(\frac{at^{1/4}}{P^{3/4}}\right)^2 / \left(\frac{at^{1/4}}{P^{3/4}}\right)_c^2 \right) \quad (48)$$

Le rapport  $G_c / (G_c)_c$  étant égal à l'unité, la représentation de  $a/t^{5/4}$  en fonction de  $P/t^2$  (figure 12) permet d'estimer le rapport de l'équation 48. En utilisant la figure 9 et en sachant que le rapport  $\left(\frac{C}{P}\right)_c$  est constant, la contrainte normalisée du dépôt est estimée à  $0,7 \pm 0,1$ , dans le cas du couple

ZnO/Si. En reprenant la définition de  $R$ , la ténacité s'écrit :

$$G_c = \sigma^2 (1 - \nu)(1 - k_1) t / E R \quad (49)$$

Les contraintes résiduelles sont déterminées à partir du rayon de courbure de l'échantillon, la dernière partie de notre travail sera consacré à leur détermination. Néanmoins  $\sigma$  est évaluée ainsi que la ténacité interfaciale du matériau. Les valeurs sont comparées à un travail précédent de Ruf et Evans [74], montrant une corrélation correcte entre les résultats.

Rappelons que l'ensemble de ces travaux suppose que les deux matériaux en présence possédant des caractéristiques mécaniques similaires (dureté, module d'élasticité, ...). Cette hypothèse est rarement vérifiée limitant ainsi l'application de cette méthode. Une autre approche de l'indentation normale est effectuée par Mehrotra et Quinto [75] pour laquelle aucune condition de similitude des propriétés mécaniques est imposée.

#### IV.C.1.b. L'approche de Mehrotra et Quinto

Ces auteurs [75] comparent les longueurs de fissures obtenues par un indenteur Rockwell avec la ténacité théorique obtenue à partir de la formule de Chiang et al. (35). Ils observent une différence entre la longueur théorique des fissures et la longueur expérimentale (figure 13). Ceci est attribué par les auteurs au fait que les fissures n'apparaissent pas à la surface de l'échantillon. Nous devons ajouter que la formulation utilisée pour évaluer la longueur des fissures suppose que les matériaux utilisés possèdent des propriétés mécaniques similaires.

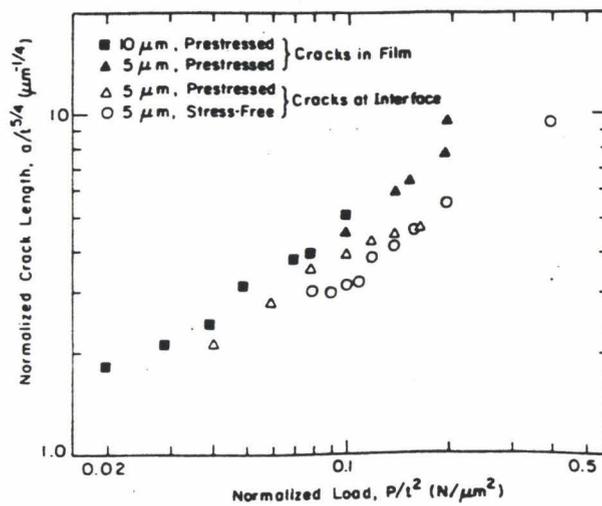


Fig. 12 : Représentation des points expérimentaux en fonction des paramètres normalisés [73]

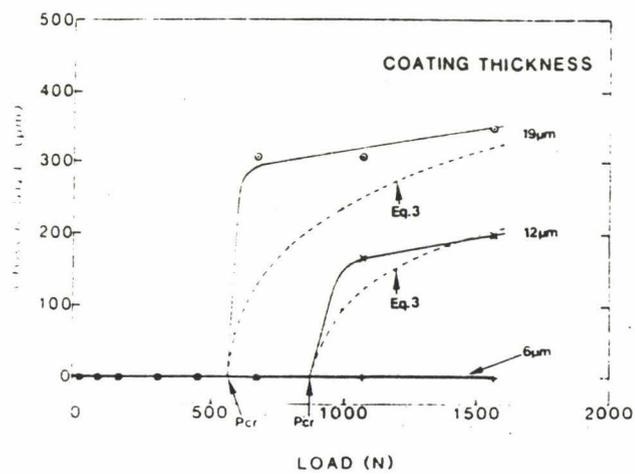


Fig. 13 : Relation entre la taille des fissures interfaciales et la charge appliquée pour trois épaisseurs différentes de TiC [75].

Les revêtements utilisés sont TiC, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, TiN sur un substrat de WC-Co, la ductilité des matériaux est très différente et les hypothèses de calculs ne sont pas remplies.

Reprenant l'indentation normale d'un revêtement par un indenteur Rockwell, Jindal et al. [76] émettent l'hypothèse que la partie linéaire de la courbe  $a$  en fonction de  $P$  est proportionnelle à  $[G_{Ic}]^{-1}$ , la ténacité interfaciale s'exprime alors par :

$$K_{Ic} = \left( \frac{G_{Ic} E_f}{1 - \nu_f^2} \right)^{1/2} \quad (50)$$

Pour comparer l'adhérence des dépôts, soit  $K_{Ic}$ , il suffit de comparer  $G_{Ic}$ . Si les revêtements sont identiques la comparaison des pentes de la figure 12 permet de classer les interfaces. Par contre lorsque les matériaux déposés ne sont pas identiques, il est impossible de les comparer car la constante de proportionnalité est indéterminée. Les auteurs proposent, sans les effectuer, des essais sur un matériau massif mais de même composition que le film afin d'évaluer la constante. Cette méthode est critiquable car les contraintes résiduelles influent sur la ténacité interfaciale ; or dans un matériau massif ces contraintes ne peuvent pas être prises en compte.

### IV.C.2. L'indentation interfaciale

Cette méthode a été développée par Choulier [77]. En reprenant la théorie de propagation des fissures au coin d'un indenteur pyramidal [78], l'auteur exprime la force de propagation d'une fissure interfaciale sous la forme :

$$G_{Ic} = \left[ \left( \frac{3}{2\pi^2} \right) \left( \frac{1 - \nu_1^2}{E_1} \right) \left( \frac{1}{t^3} \right) + \left( \frac{2}{\pi^3} \right) \left( \frac{1 - \nu_2^2}{E_2} \right) \left( \frac{1}{c^3} \right) \right] P_{\perp}^2 \quad (51)$$

où  $P_{\perp}$  représente l'effort d'écartement des deux matériaux en fonction de la géométrie de l'indenteur :

$$P_{\perp} = \frac{P}{2 \tan \Psi} \quad (52)$$

$E_1$ ,  $E_2$ ,  $\nu_1$ ,  $\nu_2$  sont les caractéristiques selon les directions de propagation de la fissure à l'interface (direction 1) et selon la direction perpendiculaire à la normale et contenu dans le plan interfaciale (direction 2).

Leurs déterminations lors de l'application de la technique aux revêtements plasma restent très succinctes, l'auteur ne stipule pas le moyen de calcul excepté une moyenne effectuée sur l'ensemble des échantillons.

Zhang et Lewandowski [79] effectuent des indentations de type Vickers près de l'interface d'un échantillon de type  $Nb_5Si_3/Nb$ . Les fissures perpendiculaires à l'interface se propagent ensuite à l'interface (figure 14). Lorsque l'indentation est effectuée à l'interface, aucune fissure interfaciale n'est observée. Reprenant la définition générale du facteur d'intensité de contraintes :

$$K_c = k_5 \sigma \sqrt{d} \quad (53)$$

les auteurs écrivent la contrainte dans un monocristal sous une forme :

$$\sigma \propto \frac{P}{c^2} \quad (54)$$

En utilisant les deux relations précédentes, la ténacité s'écrit :

$$K_c \propto \frac{P}{c^2} \sqrt{d} \propto \frac{P}{c^{3/2}} \quad (55)$$

L'équation proposée est de forme identique aux ténacités calculées par la propagation de fissures dans un matériau homogène (paragraphe ci-dessus).

En utilisant les paramètres définis à la figure 13, une démarche similaire est appliquée par les auteurs :

$$\sigma \propto \frac{P}{c^2 + d^2} \approx \frac{P}{c^2} \quad (56)$$

La ténacité interfaciale devient :

$$K_i \propto \frac{P}{c^2 + d^2} \sqrt{c} \approx \frac{P}{c^{3/2}} \quad (57)$$

L'application des auteurs conclue à une ténacité interfaciale de  $0.014 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$  au lieu de  $1 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ , valeur obtenue par indentation interfaciale [80]. Une fissure interfaciale est donc plus difficile à créer et à propager directement à l'interface qu'une fissure générée au sein du revêtement se propageant ensuite à l'interface si la ténacité interfaciale est de même ordre que celle du substrat ( $0.08 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$  pour le Nb).

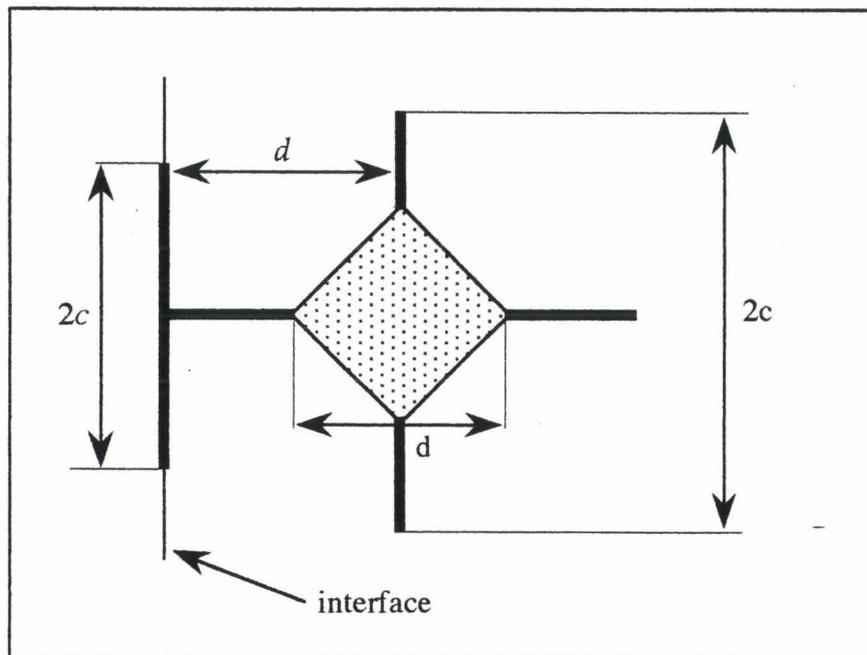


Fig. 14 : Modèle d'indentation proche de l'interface selon [79].

# **V. CARACTERISATION DES REVETEMENTS DE VERRE**

## **V.A. OBSERVATION DES ECHANTILLONS REJETUS DE VERRE.**

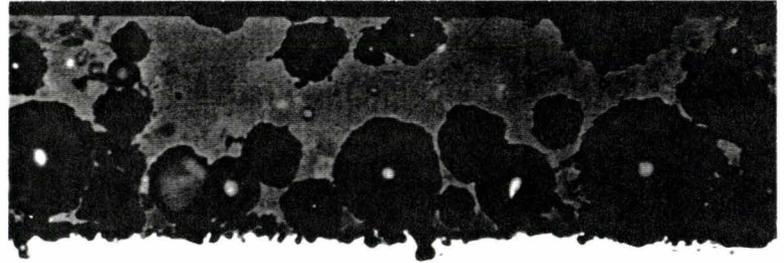
Les observations métallographiques des revêtements montrent l'influence des paramètres de cuisson sur la structure du verre. La différence de dureté entre les matériaux génère une "marche" lors du polissage, cet effet est limité par un polissage le plus court possible surtout pendant l'utilisation de draps. La figure 15 [81] illustre la présence de bulles au sein du dépôt lorsque les paramètres sont minima, 870 °C pendant 30 minutes. Dans ce cas l'application des essais d'indentation est exclue et n'est retenue que pour des échantillons possédant un revêtement plus homogène. Les résultats présentés ci-après sont issus de l'échantillon cuit à 930 °C pendant 30 minutes. =

## **V.B. DETERMINATION DE LA CHARGE CRITIQUE D'APPARITION DE FISSURES.**

Les fissures apparaissent aux coins de l'empreinte Vickers si la charge appliquée est suffisante. La charge critique d'apparition des premières fissures est déterminée de deux manières différentes dans le but de mieux caractériser le cycle de cuisson des revêtements.

La première méthode consiste à déterminer la charge critique en appliquant des charges les plus proches possible de la charge recherchée. Cinq essais à des charges différentes sont effectués pour estimer la répétabilité des essais. La probabilité d'apparition de fissures peut alors être définie comme le rapport du nombre de fissures produites sur le nombre d'essais. Par exemple si trois fissures se propagent après indentation, la probabilité est alors de 3/4. La représentation de la probabilité en fonction de la charge (figure 16) permet de déterminer l'intervalle de la charge critique,  $P_c$ .

870 °C, 30 min.



200  $\mu$ m



920 °C, 4 heures

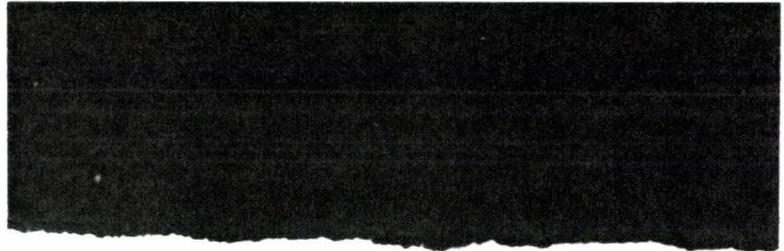


Fig. 15 : Effets du traitement de cuisson sur la structure du verre [81]

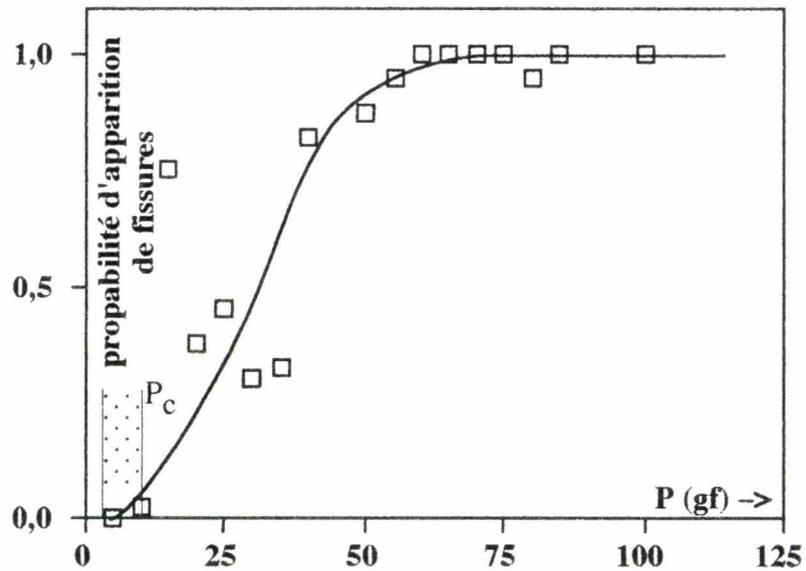


Fig. 16 : Probabilité d'apparition de fissures sur un revêtement de verre (920 °C, 30 min.)

Cet intervalle est estimé entre 5 et 10 gf pour les essais effectués sur un échantillon de verre non chargé ayant subi une cuisson à 930 °C pendant 30 minutes.

La seconde approche est basée sur la représentation de la longueur cumulée des fissures par empreinte en fonction de la charge appliquée. La longueur,  $l$ , de chaque fissure est mesurée à partir du coin de l'empreinte jusqu'à son extrémité. Pour l'échantillon précédent, les paramètres expérimentaux sont représentés sur la figure 17. La régression linéaire permet d'estimer la charge critique d'apparition des fissures à 9 gf, résultat cohérent avec la méthode de probabilité d'apparition des fissures. Seules les premières charges sont retenues pour effectuer la régression linéaire car au delà d'une charge de 200 gf, un écaillage systématique de la surface est constaté (figure 18). De plus cette méthode suppose que les fissures soient de type Palmqvist, hypothèse vérifiée par la suite de l'expérimentation.

La seconde méthode est appliquée à chaque échantillon élaboré mettant en évidence une charge critique d'apparition de fissure comprise entre 5 et 10 gf.

Une fois la charge critique d'apparition déterminée, il devient nécessaire de connaître la géométrie des fissures pour appliquer la formulation de la ténacité correspondante.

## V.C. GEOMETRIE DES FISSURES.

Afin de déterminer la forme des fissures engendrées par indentation, nous avons effectué un polissage de la surface indentée à l'aide d'une pâte diamantée calibrée au quart de micron. A chaque étape, la longueur des fissures est mesurée et l'épaisseur de matière enlevée est calculée par la variation de la longueur de la diagonale de l'empreinte Vickers. La reconstitution de la forme des fissures permet de conclure à une géométrie de type Palmqvist (figure 19) ce qui valide les hypothèses du calcul effectué pour déterminer la charge critique d'apparition des fissures. Au delà de 200 gf, l'apparition de fissures latérales ne permet plus l'utilisation des relations directes entre les variables  $l$  et  $P$ .

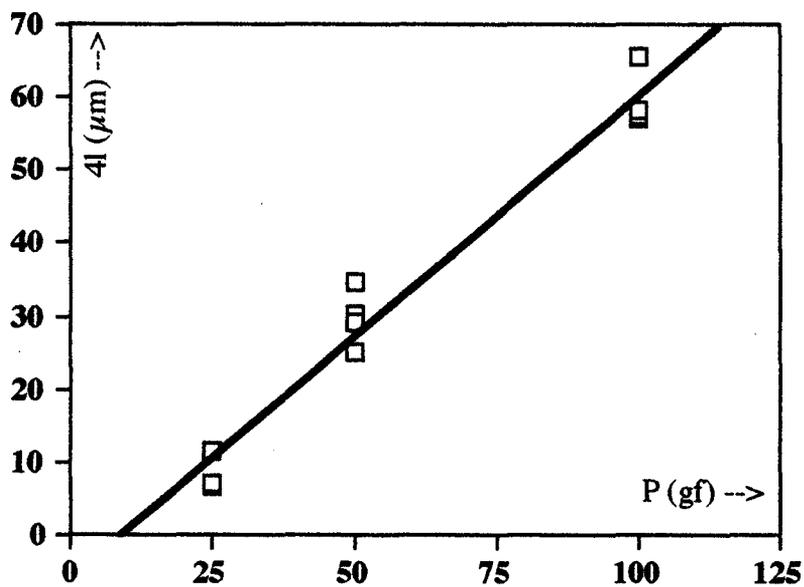
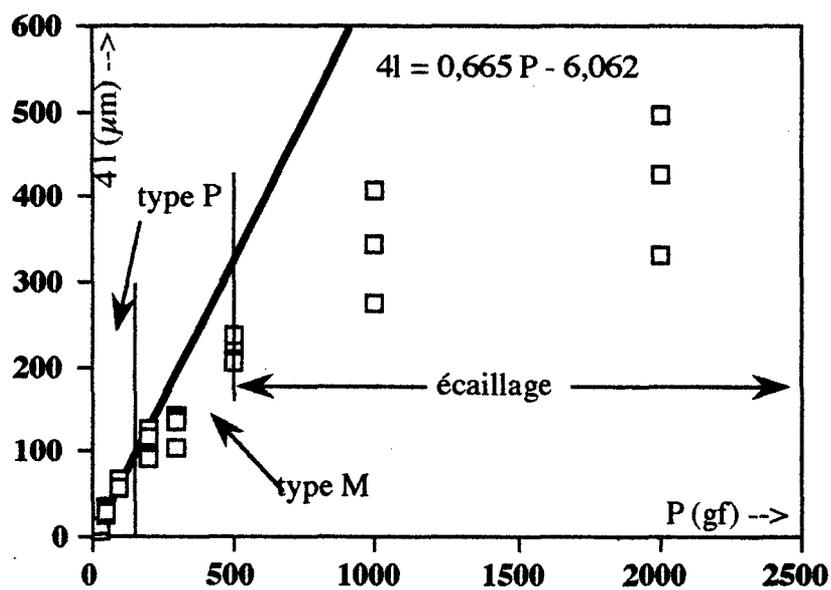
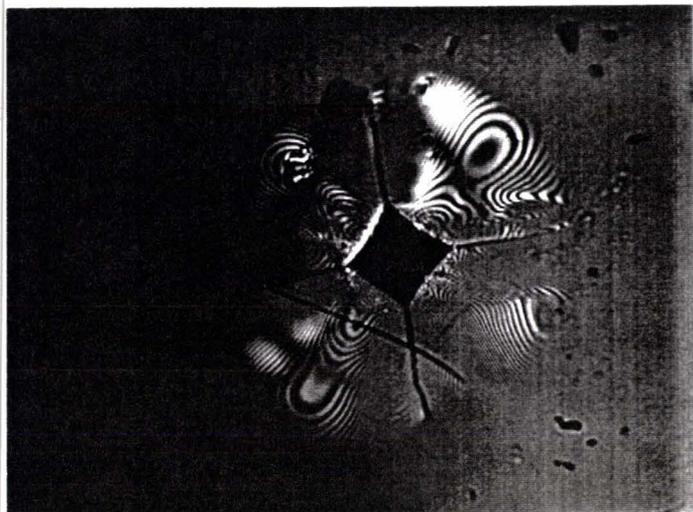


Fig. 17 : Variation de la longueur des fissures de type Palmqvist (4l) en fonction de la charge appliquée.

Absence de fissure (10gf)



Fissures au coin de l'indenteur (200 gf)



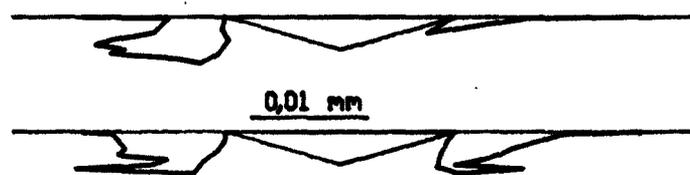
Émergence d'une seule fissure latérale (1 Kgf)



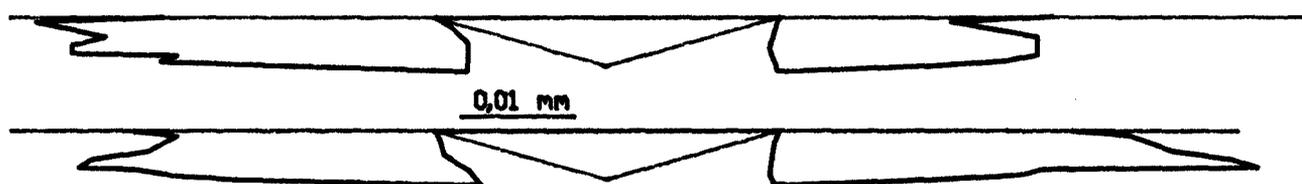
Ecaillage complet (2 Kgf)



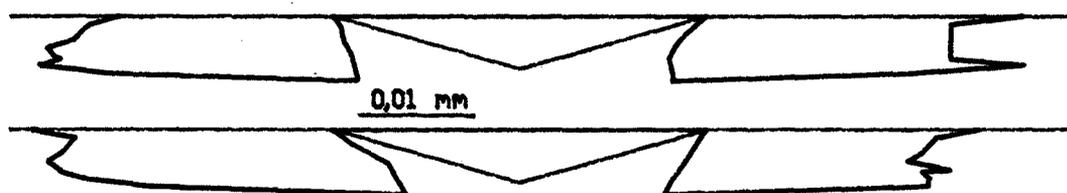
Fig. 18 : Evolution des fissures en fonction de la charge appliquée



50 gf



200 gf



200 gf

Fig. 19 : Reconstitution de la géométrie des fissures par polissage ( 50 gf et 200 gf)

## V.D. CALCUL DE LA TENACITE DU VERRE.

En toute rigueur, la formule employée pour calculer  $K_{Ic}$  doit être de type Palmqvist, par exemple, celle de Shetty et al. pour les charges inférieures à 200 gf. Pour les fissures de types "Half Penny", la formulation d'Evans et al. est retenue car la corrélation entre  $\ln c$  et  $\ln P$  est correcte (figure 20). Néanmoins la représentation des ténacités calculées par l'une ou l'autre des formules ne permet aucune distinction possible entre les formulations pour de faibles charges (figure 21), la formule d'Evans et Charles est donc retenue pour l'ensemble des applications. La représentation de la variation de la ténacité en fonction de  $\sqrt{c}$  permet de déterminer la ténacité intrinsèque du verre :  $1,1 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ , pour une cuisson à  $920^\circ\text{C}$  pendant une demi-heure. La variation de la ténacité avec la charge ne permet pas d'évaluer les contraintes résiduelles, car les incertitudes de mesure perturbent les résultats, d'autant plus que les phénomènes de surface (écaillage ...) modifient la valeur de la ténacité sous des charges élevées. Le traitement de cuisson, en particulier la température et le temps de cuisson, n'ont aucune influence significative sur la ténacité du matériau. L'ensemble des ténacités est compris entre  $0,8$  et  $1,1 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$  (figure 22).

## V.E. CARACTERISATION INTERFACIALE DU REVETEMENT DE VERRE.

Ayant déterminé la ténacité du matériau, nous nous intéressons à l'interface. Comme, l'indentation normale du verre, dans le but de propager une fissure interfaciale, ne peut pas être effectué car l'écaillage est trop important, il convient d'effectuer des essais d'indentation à l'interface.

Les essais permettent de conclure à une ténacité interfaciale supérieure à la ténacité du verre. La figure 23 illustre la propagation d'une fissure dans le verre bien que l'indentation a eu lieu à l'interface, signifiant que le verre est plus "fragile" que l'interface elle-même. L'indentation proche de l'interface n'engendre pas de propagation de fissures à l'interface, bien au contraire les fissures s'arrêtent à l'interface (figure 24). Dans ce cas, plus favorable à la propagation d'une fissure interfaciale que l'indentation purement interfaciale, aucune fissure à l'interface n'est observée. Le revêtement possède donc une adhérence correcte sur le substrat et la ruine du bi - matériau sera la conséquence de l'écaillage du verre. Ainsi aucun essai à la rayure n'a été envisagé.

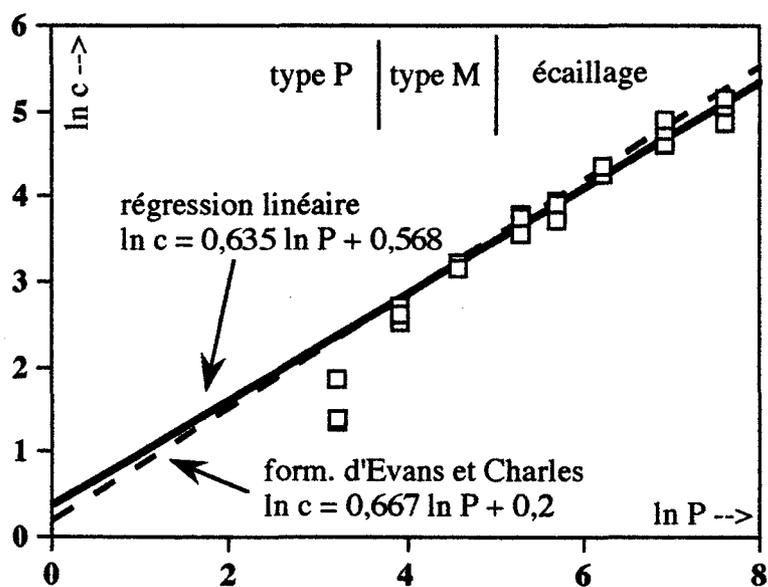


Fig. 20 : Variation de la longueur des fissures en fonction de la charge appliquée en échelle bi - logarithmique.

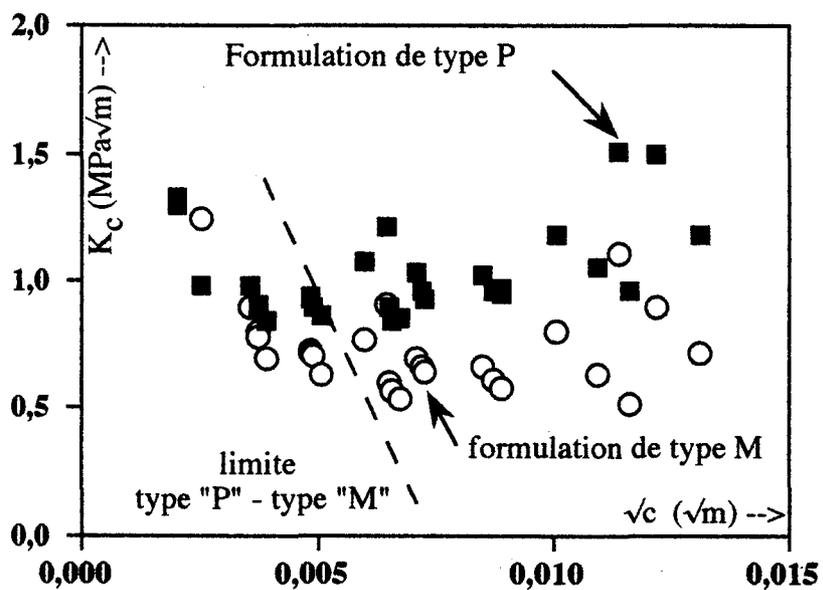


Fig. 21 : Comparaison entre les ténacités calculées à partir de géométries de type "P" ou de type "M".

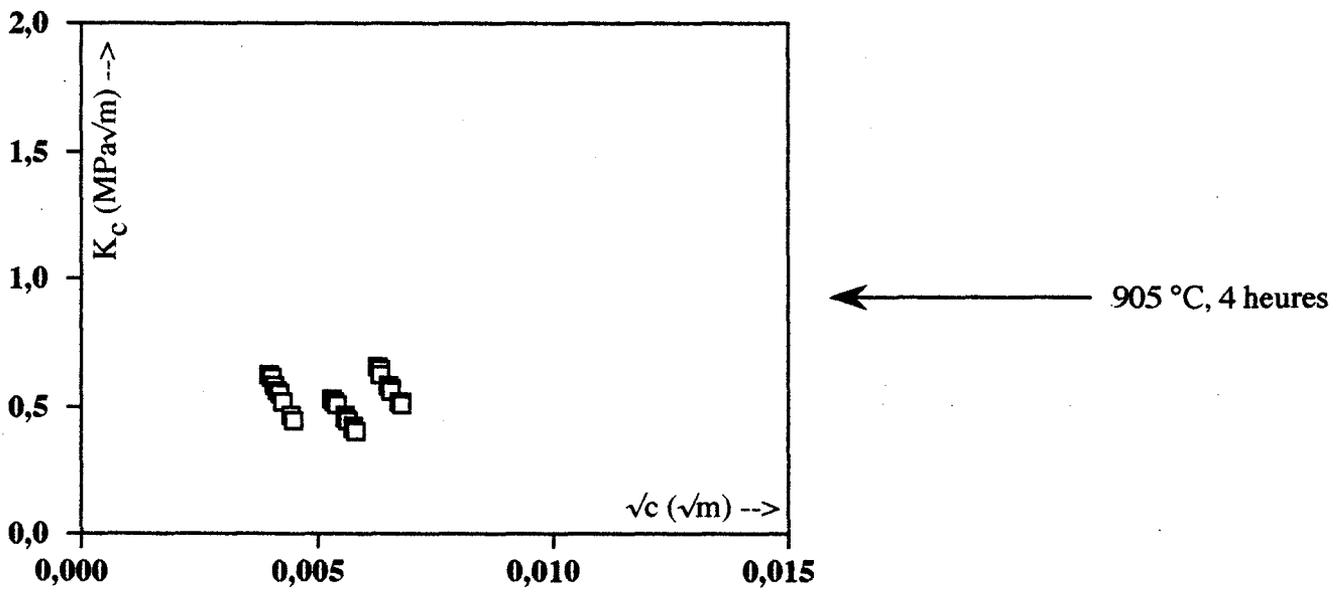
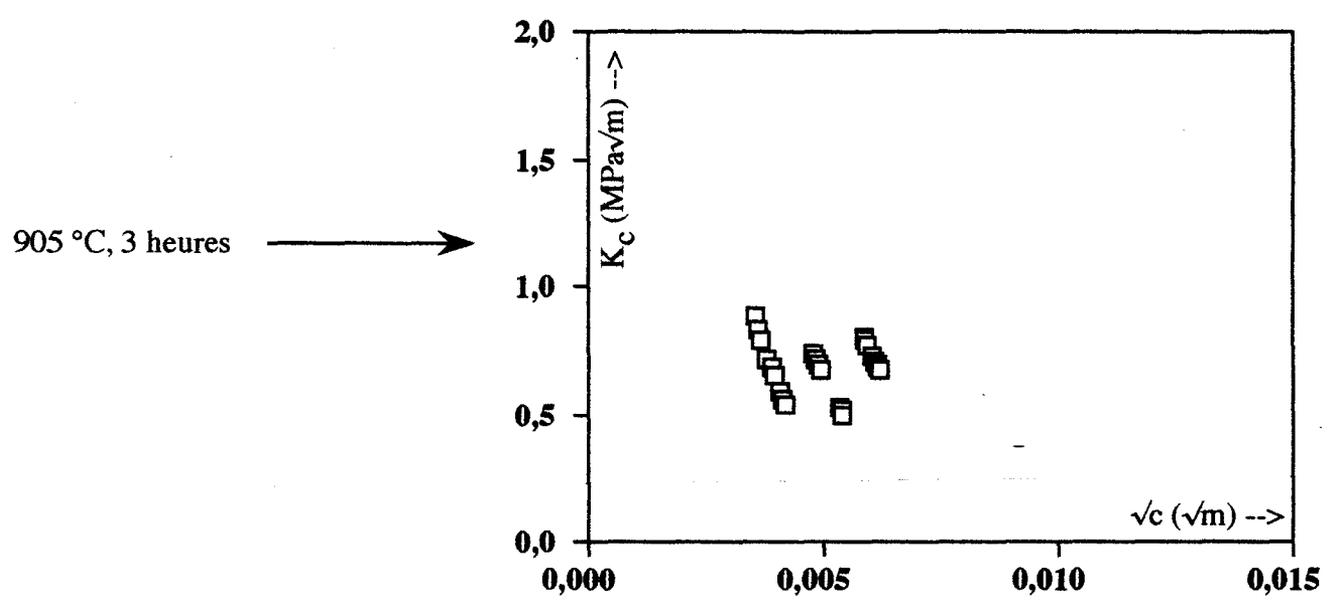
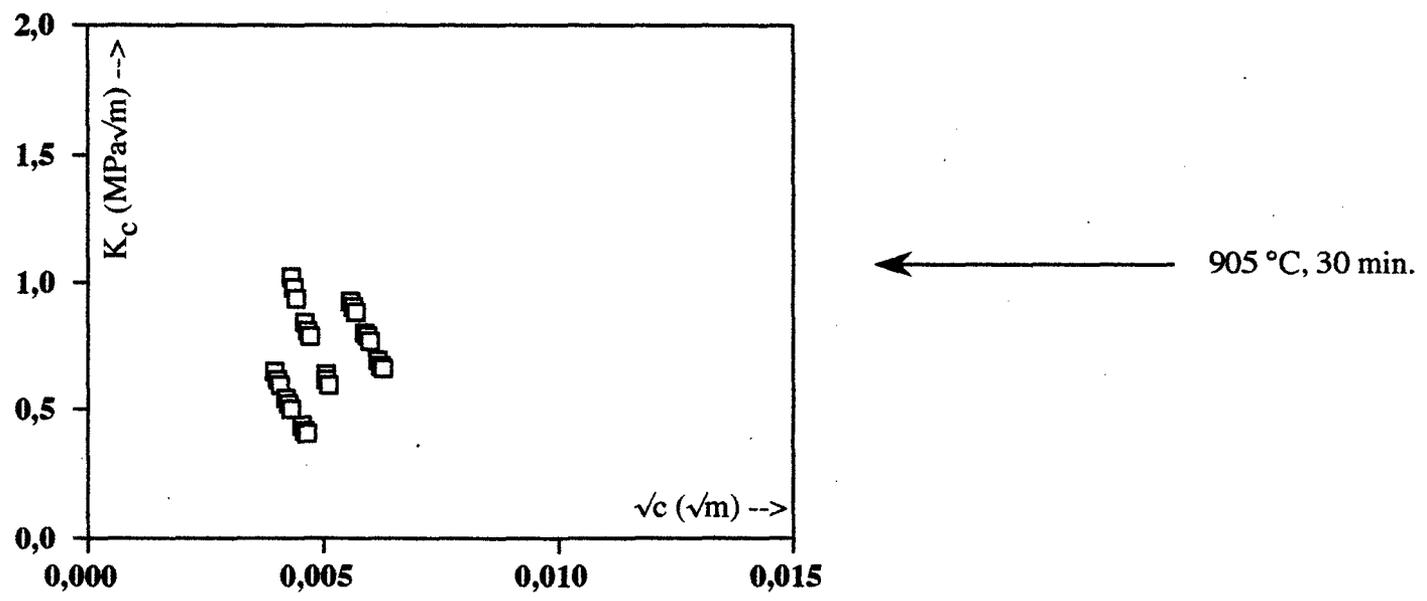
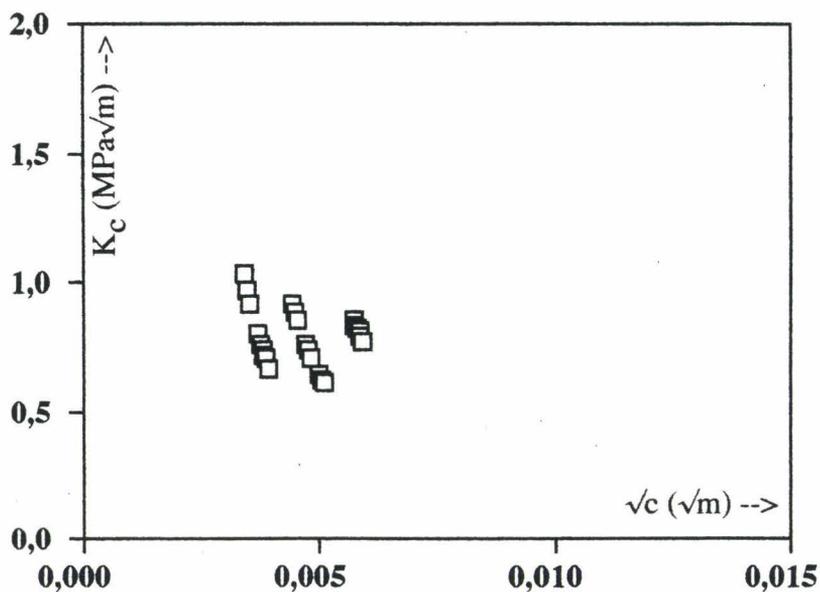


Fig 22 : Ténacité en fonction de la charge pour différentes conditions de cuisson du coacervat



870 °C, 4 heures

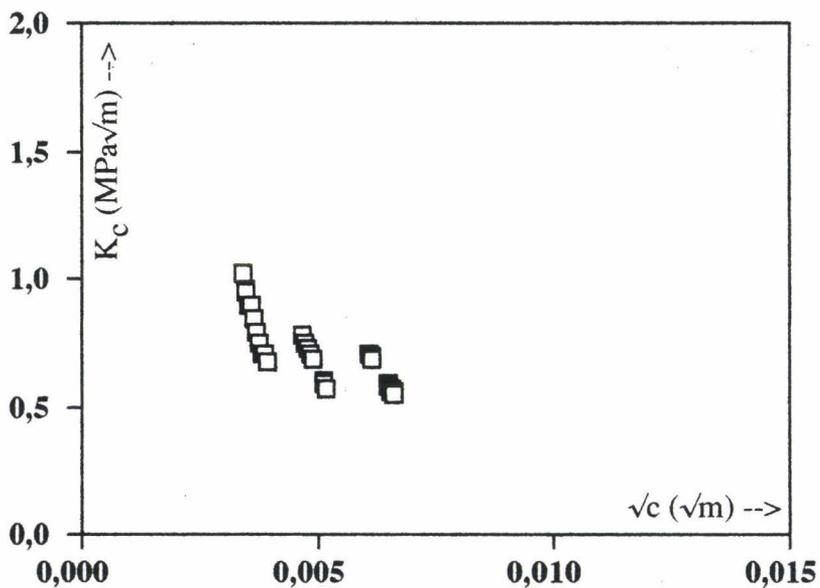
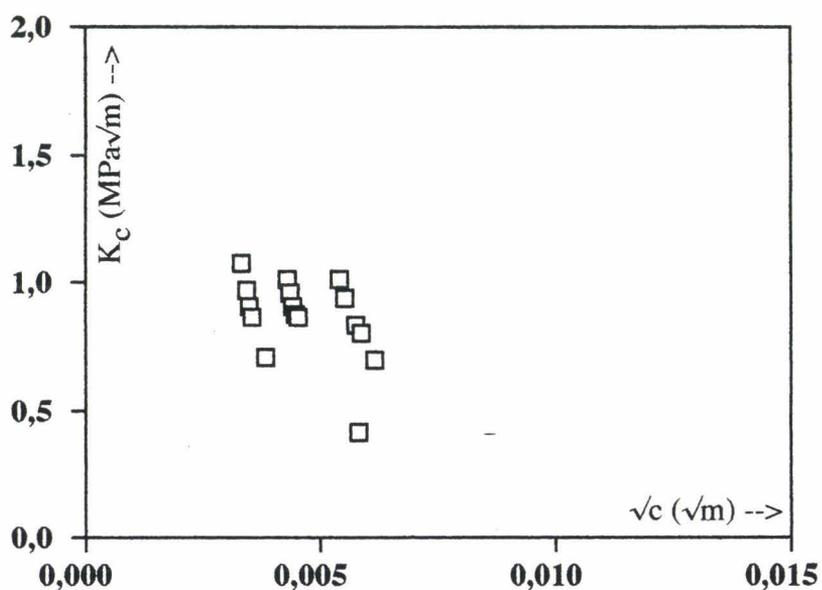


Fig 22 : Ténacité en fonction de la charge pour différentes conditions de cuisson du coacervat (suite)



200  $\mu\text{m}$

Fig. 23 : Indentation à l'interface du revêtement de verre.

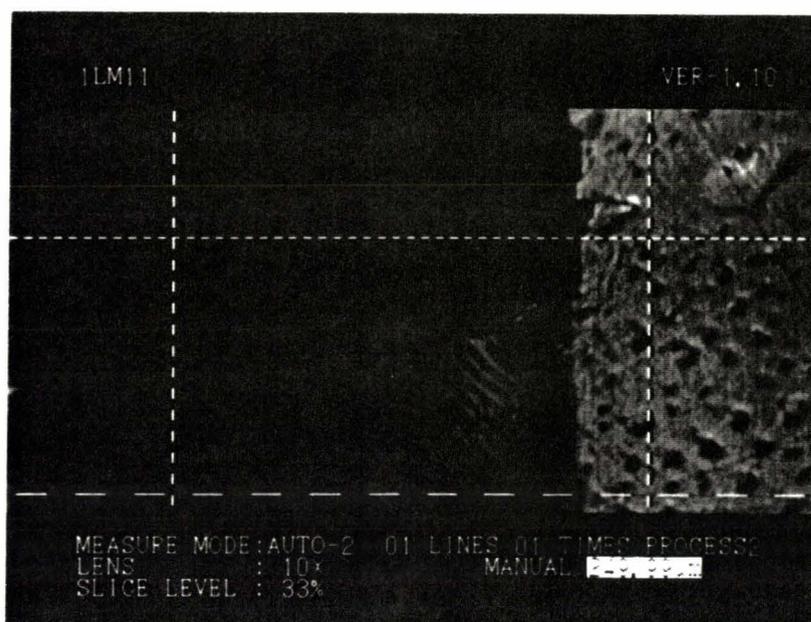


Fig. 24 : Indentation près de l'interface selon le modèle de Zhang et Lewandowski [83]

## VI. CONCLUSION

La revue bibliographique met en évidence la complexité de détermination de la ténacité et de l'adhérence des revêtements. Une approche minutieuse permet néanmoins la détermination de la ténacité par indentation des matériaux fragiles. La comparaison avec d'autres essais d'adhérence est délicate de part leur mise en oeuvre (taille d'échantillon ...). L'essai de rayure rend délicate toute comparaison quantitative par la difficulté à déterminer le stade critique de fissuration.

Ces quelques constatations montrent l'influence des contraintes résiduelles dans les dépôts (émergence de fissures en "scratch test", variation de la ténacité avec la charge ...). Nous cherchons donc dans le chapitre suivant à déterminer les contraintes résiduelles engendrées lors du dépôt.

## VII. LEGENDES DES FIGURES

- Fig. 1 : Variation de la viscosité de quelques verres en fonction de la température [7].  
*Evolution of some glass viscosity versus the temperature [7].*
- Fig. 2 : Courbe obtenue par A.T.D. : mise en évidence de la température de transition vitreuse.  
*D.T.A. plot : softening point definition .*
- Fig. 3 : Courbe de dilatométrie du verre, mise place de la température de transition vitreuse.  
*glass dilatometrie plot :  $T_g$  definition with thermal coefficient.*
- Fig. 4 : Illustration des différents types de fissures engendrées par un indenteur [16].  
*Crack morphologies observed at indentation contacts [16].*
- Fig. 5 : Comparaison entre la valeur théorique et expérimentale de l'angle de l'indenteur [23].  
*Theoretical and experimental indenteur angle [23].*
- Fig. 6 : Relation entre le paramètre  $E\Phi/H$  et la taille des fissures [27].  
*Relation between crack size and  $E\Phi/H$  parameter [27].*
- Fig. 7 : Influence de la longueur des fissures sur le rapport ténacité normalisée / dureté [32].  
*Correlation of the normalised fracture toughness / hardness parameter with the relative length of Palmqvist and Half-penny cracks [32].*
- Fig. 8 : Modèle d'indentation interfaciale selon [71].  
*A schematic of the indentation model from [71].*

- Fig. 9 : Représentation de la longueur normalisée des fissures en fonction de la charge normalisée selon différents taux de contraintes au sein du revêtement [73].  
*Predicated, load / crack - length variations for buckled and unbuckled films, plotted in normalised coordinates [73].*
- Fig. 10 : Représentations des longueurs de fissures interfaciales et internes au matériau selon la charge appliquée pour deux épaisseurs de revêtement différentes de ZnO sur Si. Mise en évidence de l'interaction entre les fissures [73].  
*Variation of interface crack radius with indenteur load for two thickness [73].*
- Fig. 11 : Représentation de la longueur des fissures interfaciales en fonction de la charge pour un revêtement sans contrainte résiduelle [73].  
*Variations of interface crack radius with indenteur load for stress - free films.*
- Fig. 12 : Représentation des points expérimentaux en fonction des paramètres normalisés [73].  
*Experimental points plotted in terms of normalised crack length and load parameters [73].*
- Fig. 13 : Relation entre la taille des fissures interfaciales et la charge appliquée pour trois épaisseurs différentes de TiC [75].  
*The load dependence of crack size in TiC coatings of three different thickness in the indentation test for coating adhesion [75].*
- Fig. 14 : Modèle d'indentation proche de l'interface selon [79].  
*A schematic shows the characteristic of impression near the interface substrate - film [79].*
- Fig. 15 : Effets du traitement de cuisson sur la structure du verre [81].  
*Effect of temperature or length of burning on phosphate glass coating [81].*
- Fig. 16 : Probabilité d'apparition de fissures sur un revêtement de verre (920 °C, 30 min.).  
*Crack probability on glass coating (920 °C, 30 min).*

Fig. 17 : Variation de la longueur des fissures de type Palmqvist (4l) en fonction de la charge appliquée.

*Variation of total Palmqvist crack length with the applied load.*

Fig. 18 : Evolution des fissures en fonction de la charge appliquée

*Cracks geometry in function of the applied load*

Fig. 19 : Reconstitution de la géométrie des fissures sous une empreinte pour une charge de 50 gf et 200 gf.

*Real crack geometric, obtained by polishing, of Vickers print on 50 gf and 200 gf applied load.*

Fig. 20 : Variation de la longueur des fissures en fonction de la charge appliquée en échelle bi-logarithmique.

*Crack length versus the applied load in log - log ordinates.*

Fig. 21 : Comparaison entre les ténacités calculées à partir d'une géométrie de type "P" ou de type "Half Penny".

*Comparison between "P" or "Half Penny" toughness equations.*

Fig. 22 : Ténacité des revêtements de verre pour les traitements étudiés.

*Glass coating toughness for studies heat treatment.*

Fig. 23 : Indentation à l'interface entre le revêtement et le verre.

*Interfacial indentation on glass coating.*

Fig. 24 : Indentation près de l'interface selon le modèle de Zhang et Lewandowski [79].

*Indentation near the interface from Zhang and Lewandowski's model [79].*

## VIII. BIBLIOGRAPHIE

- 1.1. A. ROCHE, *Les théories de l'adhésion et mesure de l'adhérence.*, Le Vide, Les Couches Minces, 257, 1991, pp 197-230.
- 2 D. MAUGIS, *Review Subcritical crack growth, surface energy, fracture toughness, stick-slip and embrittlement.*, J. Mater. Sc., 20, 1985, pp 3041-3073.
- 3 P. LAVAL and E. FELDER, *Caractérisation de l'adhérence des revêtements par indentation normale.*, Mat. et Techn., 1-2-3, 1993, pp 93-105.
- 4 D. S. RICKERBY, *A review of methods for the measurement of coating-substrate adhesion.*, Surface and Coatings technology, 36, 1988, pp 541-557.
- 5 J. ZARZYCKI, *"Glasses and the vitreous state"*, Cambridge solid data science series, 1982.
- 6 P. VAN LANDUYT, *"Revêtements vitreux sur titane pour application aux prothèses articulaires"*, Thèse, Université catholique de Louvain, 1995
- 7 V. M. GOLDSCHMIDT, Oslo Skrifter Norske Videnshaps Akaps, 1926, pp 156.
- 8 W. H. ZACHARIASEN, J. Am. Ceram. Soc., 30, 1932, pp 3841.
- 9 K. H. SUN, J. Am. Ceram. Soc., 54, 1947, pp 277.
- 10 H. RAWSON, Paris, C.R. IV Congrès international du verre, 1956.
- 11 P. BALTA and E. BALTA, "Introduction to the physical chemistry of the vitreous state." in England Abacus Pross. Tunbridge Wells, 1976.
12. S. STEFANOV and S. BATSCHWAROV, "Ceramic glazes", Ed. Bauverlay GmbH, 1988.
- 13 M. DRAOUI, "Application du procédé sol-gel -> verre à l'obtention de matériaux phosphatés utilisables en génie biomédical.", Thèse, USTL, Lille, 1985.
- 14 M. DRAOUI, G. PALAVIT and P. VAST, Rev. Chim. Min., 22, 2,1985, pp 256-267.
- 15 B. DEFFONTAINES, M. DEFFONTAINES-FOUREZ and P. VAST, Silicates indus., LIX, 3-4,1994, pp 145-154.
- 16 R. F. COOK and G. M. PHARR, *Direct observation and analysis of indentation cracking in glasses and ceramics*, J. Am. Ceram. Soc., 73, 4,1990, pp 787-817.
- 17 S. PALMQVIST, *Method of determining the toughness of brittle materials, particularly sintered carbides.*, Translation N° BISI 1865, January 1961, of Jernkontorets Annaler, 141, 5,1957, pp 300-307.
- 18 B. LAWN and R. WILSHAW, *Review : indentation fracture : principles and applications*, J. Mater. Sc., 10, 1975, pp 1049-1081.
- 19 B. R. LAWN and E. R. FULLER, *Equilibrium penny-like cracks in indentation fracture.*, J. Mater. Sc., 10, 1975, pp 2016-2024.
- 20 C. B. PONTON and R. D. RAWLINGS, *Vickers indentation fracture toughness test. Part 1 Review of literature and formulation of standardised indentation toughness equations.*, Mat. Sci. Tech., 5, 1989, pp 865-872.
- 21 C. B. PONTON and R. D. RAWLINGS, *Vickers indentation fracture toughness test. Part 2 Application and critical evaluation of standardised indentation toughness equations.*, Mat. Sci. Tech., 5, 1989, pp 961-976.
- 22 B. R. LAWN and M. V. SWAIN, *Microfracture beneath point indentations in brittle solids*, J. Mater. Sc., 10, 1975, pp 113-122.
- 23 B. R. LAWN and E. R. FULLER, *Equilibrium penny-like cracks in indentation fracture.*, J. Mat. Sc., 10, 1975, pp 2016-2024.
- 24 A. G. EVANS and T. R. WILSHAW, *Quasi-static solid particle damage in brittle solids. I: Observations, analysis and implications.*, Acta Met., 24, 1976, pp 939-956.
- 25 R. HILL, *The Mathematical Theory of Plasticity.*, Oxford Clarendon Press, 1950.
- 26 D. M. MARSH, *Plastic flow in glass*, Proc. Roy. Soc. A, 279, 1964, pp 420-435.
- 27 A. G. EVANS and E. A. CHARLES, *Fracture toughness determination by indentation*, J. Am. Ceram. Soc., 59, 7-8,1976, pp 371-372.
- 28 A. G. EVANS, "Fracture toughness : the role of indentation techniques." in Fracture Mechanics Applied to Brittle Materials, ASTM STP 678 Edited by S. W. FREIMANN Philadelphia., 1979, pp 112-135.
- 29 J. E. BLENDLELL, *Thèse, Massachusetts Institute of Technology*, 1979.
- 30 B. R. LAWN, A. G. EVANS and D. B. MARSHALL, *Elastic / plastic indentation damage in ceramics : the median / radial crack system*, J. Am. Ceram. Soc., 63, 9-10,1980, pp 574-581.
- 31 G. R. ANSTIS, P. CHANTIKUL, B. R. LAWN and D. B. MARSHALL, *A critical evaluation of indentation techniques for measuring fracture toughness : I Direct crack measurements*, J. Am. Ceram. Soc., 64, 9,1981, pp 533-538.
- 32 K. NIIHARA, R. MORENA and D. P. H. HASSELMAN, *Evaluation of  $K_{IC}$  of brittle solids by indentation method with low crack - to - indent ratios.*, J. Mater. Sc. Lett., 1, 1982, pp 13-16.
- 33 J. LANKFORD, *Indentation microfracture in the Palmqvist crack regime : implications for fracture toughness evaluation by the indentation method.*, J. Mater. Sc. Lett., 1, 1982, pp 493-495.
- 34 P. MIRANZO and J. S. MOYA, *Elastic/Plastic indentation in ceramics : a fracture toughness determination method.*, Ceramics International, 10, 4, 1984, pp 147-152.

- 35 S. S. CHIANG, D. B. MARSHALL and A. G. EVANS, *The response of solids to elastic/plastic indentation. I. Stresses and residual stresses.*, J. Appl. Phys., **53**, 1,1982, pp 298-311.
- 36 M. T. LAUGIER, *Toughness determination of some ceramic tool materials using the method of Hertzian indentation fracture*, J. Mater. Sc. Lett., **4**, 1985, pp 1539-1541.
- 37 K. TANAKA, *Elastic/ plastic indentation hardness and indentation fracture toughness : the inclusion core model*, J. Mater. Sc., **22**, 1987, pp 1501-1508.
- 38 K. NIIHARA, *A fracture mechanics analysis of indentation-induced Palmqvist crack in ceramics.*, J. Mater. Sc. Lett., **2**, 1983, pp 221-223.
- 39 D. K. SHETTY, I. G. WRIGHT, P. N. MINCER and A. H. CLAUSER, *Indentation fracture of WC-Co cermets*, J. Mater. Sc., **20**, 1985, pp 1873-1882.
- 40 H. E. EXNER, *The influence of sample preparation on Palmqvist's method for toughness testing of cemented carbides.*, Trans. AIME., **245**, 1969, pp 677-683.
- 41 M. T. LAUGIER, *New formula for indentation toughness in ceramics*, J. Mater. Sc. Lett., **6**, 1987, pp 355-356.
- 42 A. IOST and J. FOCT, *Mesure de la ténacité par indentation : application à la galvanisation.*, Mém. Et. Sci. Rev. Mét., **12**, 1992, pp 757-767.
- 43 B. A. CHAPMAN, H. D. DEFORD, G. P. WIRTZ and S. D. BROWN, "A review of the mechanical testing of the coating substrate bond strength in ceramic metal systems" in Technology of glass, ceramic, or glass ceramic to metal sealing., Edited by MERTEN C. W, MODDEMAN W. E. and KRAMER D. P., American Society of Mechanical Engineers., 1984, pp 77-87.
- 44 R. JACOBSSON and B. KRUSE, *Measurement of adhesion of thin films on glass substrates by means of direct pull method*, Thin Solid Films, **15**, 1973, pp 71-77.
- 45 D. DAVIES and J. A. WHITTAKER, *Methods of testing the adhesion of metal coatings to metals*, Met. Rev., **12**, 1967, pp 15-26.
- 46 C. C. BERNDT and R. McPHERSON, *The adhesion of flame and plasma sprayed coatings - A literature review.*, Aust. Welding Res., **6**, 1979, pp 75-85.
- 47 J. W. DINI and H. R. JOHNSON, *Techniques for quantitatively measuring adhesion of coatings*, Met. Fin., **75**, 1977, pp 42-46, 48-51.
- 48 A. KIKUCHI, S. BABA and A. KINBARA, *Measurement of the adhesion of silver films to glass substrates*, Thin Solid Films, **124**, 1985, pp 343-349.
- 49 D. S. LIN, *The adhesion of metal films to glass and magnesium oxide in tangential shear*, J. Phys. D: Appl. Phys., **4**, 1971, pp 1977-1990.
- 50 T. R. BULLETT and J. L. PROSSER, *The measurement of adhesion*, Prog. Org. Coatings, **1**, 1972, pp 45-73.
- 51 K. KUWAHARA, H. HIROTA and N. UMEMOTO, "Adhesion measurement of thin evaporated films" in Adhesion measurement of thin films, thick films and bulk coatings., ASTM STP 640, 1978, pp 198-207.
- 52 N. A. DEBRUYNE, "The measurement of the strength of adhesive and cohesive joints" in Adhesion and cohesion, Elsevier Pub. Co. P. WEISS New York, 1962, pp 46-64.
- 53 J. W. DINI and H. R. JOHNSON, "Adhesion testing of deposit-substrat combinations" in Adhesion measurement of thin films, thick films and bulk coatings, ASTM STP 640, 1978, pp 305-326.
- 54 R. J. DENT, J. D. PRESTON, J. P. MOFTA and A. CAPUTO, *Effect of oxydation on ceramometal bond strength*, J. Proth. Dent., **47**, 1,1982, pp 59-62.
- 55 A. G. EVANS, "Fracture mechanics determinations" in Fracture mechanics of ceramics, Edited by D.P.H. HASSELMAN, F. E. LANGE and R.C. BRADT Plenum Press, New York., 1983, pp 17-48.
- 56 P. F. BECHER and W. L. NEWELL, *Adherence-fracture energy of a glass-bonded thick film conductor : effect of firing conditions*, J. Mater. Sc., **12**, 1977, pp 90-96.
- 57 A. J. PERRY, *Scratch adhesion testing of hard coatings*, Thin Solid Films, **107**, 1983, pp 167-180.
- 58 S. JACOBSON, B. JÖNSSON and B. SUNDQVIST, *The use of fast heavy ions to improve thin film adhesion.*, Thin Solid Films, **107**, 1983, pp 89-98.
- 59 J. VALLI, U. MAKELA, A. MATTHEWS and V. MURAWA, J. Vac. Sci. Techn. A, **3**, 1985, pp 2411.
- 60 P. BENJAMIN and C. WEAVER, Proc. R. Soc. London Ser. A, **254**, 1960, pp 177.
- 61 C. WEAVER, J. Vac. Sci. Techn. A, **12**, 1975, pp 18.
- 62 J. H. JE, E. GUARMATI and H. E. NAOUMIDIS, Thin Solid Films, **136**, 1986, pp 57.
- 63 P. A. STEINMANN, P. LAENG and H. E. HINTERMANN, Mater. Technl., **13**, 1985, pp 85.
- 64 M. T. LAUGIER, *An energy approach to the adhesion of coatings using the scratch test.*, Thin Solid Films, **117**, 1984, pp 243-249.
- 65 M. T. LAUGIER, *Adhesion of TiC and TiN coatings prepared by chemical vapour deposition on WC-Co based cemented carbides.*, J. Mater. Sc., **21**, 1986, pp 2269-2272.
- 66 G. M. HAMILTON and L. E. GOODMAN, J. Appl. Mech., **33**, 1966, pp 371.
- 67 S. TIMOSHENKO, "Strength of materials", Van Nostrand East West Press, 1958.
- 68 P. J. BURNETT and D. S. RICKERBY, Thin Solid Films, **154**, 1987, pp 403.
- 69 P. A. STEINMANN, Y. TARDY and H. E. HINTERMANN, Thin Solid Films, **154**, 1987, pp 333.
- 70 D. B. MARSHALL, B. R. LAWN and A. G. EVANS, *Elastic/plastic indentation damage in ceramics : the lateral crack system.*, J. Am. Ceram. Soc., **65**, 11,1982, pp 561-566.

- 71 S. CHIANG, D. MARSHALL and A. EVANS, "A simple method for adhesion measurements" in Ceramic and ceramic metal systems, Proc 17 Univ. Conf. NMRD Int. Materials Symp. Univ. California. Berkeley. Edited by S. PARK and A. EVANS, 1981, pp 603-617.
- 72 D. B. MARSHALL and A. G. EVANS, *Measurement of adherence of residually stressed thin films by indentation. I. Mechanics of interface delamination.*, J. Appl. Phys., 56, 1984, pp 2632-2638.
- 73 C. ROSSINGTON, A. G. EVANS, D. B. MARSHALL and B. T. KHURI-YAKUB, *Measurement of adherence of residually stressed thin films by indentation. II. Experiments with ZnO/Si.*, J. Appl. Phys., 56, 1984, pp 2639-2644.
- 74 H. RUF and A. G. EVANS, *Toughening by monoclinic zirconia*, J. Am. Ceram. Soc., 66, 1983, pp 328-332.
- 75 P. K. MEHROTRA and D. T. QUINTO, *Techniques for evaluating mechanical properties of hard coatings.*, J. Vac. Sci. Techn. A, 3, 1985, pp 2401-2405.
- 76 P. C. JINDAL, D. T. QUINTO and G. J. WOLFE, *Adhesion measurements of chemically vapor deposited and physically vapor deposited hard coatings on WC-Co substrates.*, Thin Solid Films, 154, 1987, pp 361-375.
- 77 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, U.T.C. Compiègne, 1989.
- 78 P. OSTOJIC and McPHERSON, *A review of indentation fracture theory : its development, principles and limitations.*, Int. J. Fract., 33, 1987, pp 297-312.
- 79 J. ZHANG and J. J. LEWNDOWSKI, *Interfacial fracture toughness measurement using indentation*, J. Mater. Sc., 29, 1994, pp 4022-1026.
- 80 J. KAJUCH, Thèse, Case Western Reserve University, 1993.
- 81 F. BARBIEUX, R. BIGOT, P. VAST and A. IOST, *Characterization of phosphate glasses - steel interface by indentation.*, The 4th European Conference on Advanced Materials and Processes, Padua / Venice, Italy, 25-28 September, 1995, pp 483-486

**CHAPITRE IV : DÉTERMINATION DES  
CONTRAINTES RÉSIDUELLES : MODELISATION  
ET APPLICATION AUX MATÉRIAUX  
STRATIFIÉS**



# CHAPITRE IV : DÉTERMINATION DES CONTRAINTES RÉSIDUELLES : MODELISATION ET APPLICATION AUX MATÉRIAUX STRATIFIÉS

I. INTRODUCTION.....	189
II. MESURE DES CONTRAINTES MOYENNES PAR INDENTATION.....	190
II.A. DURETE BRINELL.....	190
II.B. DURETE ROCKWELL.....	191
II.C. DURETE KNOOP ET VICKERS.....	193
II.D. PROPAGATION DE FISSURES EN DURETE VICKERS.....	194
III. MESURE DES CONTRAINTES MOYENNES PAR LA DEFORMEE DE L'ECHANTILLON.....	199
III.A. METHODE DE TIMOSHENKO.....	199
III.B. METHODE DE TIMOSHENKO MODIFIEE.....	201
III.C. UTILISATION DU RAYON DE COURBURE.....	202
III.D. UTILISATION DES COEFFICIENTS DE DILATATION.....	202
IV. MESURE DE LA REPARTITION DES CONTRAINTES.....	204
IV.A. LES RAYONS X.....	204
IV.B. METHODE DU BILAME ET SA GENERALISATION.....	208
IV.C. UTILISATION DE LA DEFORMEE.....	214
IV.D. MISE EN PLACE D'UN NOUVEAU MODELE.....	218
IV.D.1. Pourquoi un nouveau modèle ?.....	218
IV.D.2. Mise en place du modèle.....	218
IV.D.2.a. Conventions et symboliques.....	218
IV.D.2.b. Calcul des contraintes.....	221
V. VALIDATION ET COMPARAISON DES MODELES.....	223
VI. APPLICATION A LA GALVANISATION.....	226
VI.A. LA GALVANISATION AU TREMPE.....	226
VI.B. OBTENTION DES ECHANTILLONS GALVANISES.....	230
VI.C. MESURE DES CONTRAINTES RESIDUELLES.....	231
VI.C.1. Utilisation des coefficients de dilatation et de la déformée de l'échantillon.....	231
VI.C.2. Distribution des contraintes résiduelles.....	233
VII. CONCLUSION.....	237
VIII. LEGENDES DES FIGURES.....	238
IX. BIBLIOGRAPHIE.....	242



# I. INTRODUCTION

Les contraintes résiduelles ont une importance primordiale dans la tenue en service d'une surface fonctionnelle. Bien souvent la surface fait l'objet de traitements spécifiques dans le but d'optimiser son comportement. Ces traitements engendrent des contraintes résiduelles d'origine thermique ou mécanique qu'il est nécessaire d'évaluer pour estimer la durée de vie des surfaces. Nous commencerons, dans un premier temps, par une revue des différentes méthodes de détermination de la valeur moyenne des contraintes résiduelles. La seconde partie est consacrée à l'utilisation de la déformée pour obtenir la contrainte résiduelle maximale. Enfin pour obtenir la distribution des contraintes résiduelles au sein des échantillons, nous étudions plusieurs méthodes et nous mettons en place un nouveau moyen de calcul. Nous terminons par la validation des modèles mis en place et par une application sur des échantillons galvanisés.

## II. MESURE DES CONTRAINTES MOYENNES PAR INDENTATION

### II.A. DURETE BRINELL.

Underwood [1] développe le premier les méthodes de détermination des directions et des contraintes principales à partir du nombre de franges d'interférence formées autour d'une empreinte de dureté Brinell. La méthode est d'abord étalonnée sur des éprouvettes soumises à une traction ou une compression uniaxiale. Les essais de dureté sont ensuite effectués sur un cylindre en acier et les franges sont lues sur une plasticine grâce à une lumière monochromatique. Les indentations sont délicates à effectuer car une très bonne perpendicularité entre l'axe d'indentation et la surface de l'éprouvette est nécessaire pour que les franges soient engendrées uniquement par les contraintes et non pas par un défaut géométrique.

Reprenant l'essai de dureté Brinell mais en restant dans le domaine élastique du matériau, Frelat [2] met en évidence la limite élastique en se basant sur la théorie de Hertz. Il utilise la contrainte équivalente de Von Mises  $J(\underline{\sigma})$  :

$$J(\underline{\sigma}) = \frac{1}{2} \sqrt{(\sigma_1 - \sigma_2)^2 + (\sigma_2 - \sigma_3)^2 + (\sigma_1 - \sigma_3)^2} \quad (1)$$

où  $\sigma_1, \sigma_2$  et  $\sigma_3$  sont les contraintes principales du tenseur de contraintes.

Les contraintes résiduelles,  $\underline{\sigma}^R$ , sont déterminées à partir du champ de contraintes imposé par l'indenteur,  $\underline{\sigma}^H$ , et de la limite d'élasticité du matériau,  $\sigma_y$ . La plasticité est atteinte dès que :

$$J(\underline{\sigma}^H + \underline{\sigma}^R) - \sigma_y^2 = 0 \quad (2)$$

La connaissance de  $\underline{\sigma}^H$ ,  $\sigma_y$  et du point où est apparu la plasticité fournit une information pour caractériser  $\underline{\sigma}^R$ . Utilisant les relations de Hertz, l'auteur détermine les contraintes principales mais leur direction ne peut pas être calculée à partir de l'essai d'indentation par une sphère. Il faut pour cela effectuer un essai d'indentation par un cylindre ; ou plutôt trois essais à 0, /2, et /4 par rapport au repère de travail (figure 1).

Deux méthodes sont utilisées pour déterminer l'apparition de la plasticité dans le matériau :

- \*- la mesure de la déformation à la surface à l'aide de jauges extensiométriques,
- \*- les phénomènes d'émission acoustique.

Par définition, les essais de dureté sont des essais mécaniques effectués dans le domaine élasto-plastique du matériau. Plusieurs approches sont possibles en fonction notamment de la géométrie de l'indenteur.

## II.B. DURETE ROCKWELL

Frankel et al. [3] utilisent une corrélation expérimentale entre la dureté Rockwell C et les contraintes. Reprenant l'équilibre des contraintes établi par Shaw et al. [4] (figure 2), ils écrivent le critère de Tresca sous la forme :

$$(\sigma_1 - \sigma_2)^2 + \left( -\frac{2}{3}p + \sigma_2 + p \right)^2 + \left( -p + \frac{2}{3}p - \sigma_1 \right)^2 = 2 \sigma_y^2 \quad (3)$$

où  $p$  est la contrainte exercée par la bille en dessous de l'indenteur en l'absence de frottement. En réalité les contraintes résiduelles principales ne sont pas perpendiculaires à la direction de  $p$ , ce qui nécessite l'introduction d'un coefficient correcteur,  $\beta$ , défini par :

$$\langle \sigma_1 \rangle = \beta \sigma_1 \text{ et } \langle \sigma_2 \rangle = \beta \sigma_2 \quad (4)$$

La valeur de  $p$  s'exprime sous la forme :

$$p = -\frac{3}{2} (\langle \sigma_1 \rangle + \langle \sigma_2 \rangle) + 3 \left( \sigma_y^2 - \frac{3}{4} (\langle \sigma_1 \rangle - \langle \sigma_2 \rangle)^2 \right)^{1/2} \quad (5)$$

et est reliée à dureté de Meyer, MHN :

$$\text{MHN} = \frac{4P}{\pi d^2} = p \quad (6)$$

Cette relation permet de relier  $p$  à la définition connue de la dureté Brinell, HB, par :

$$\frac{\text{MHN}}{\text{HB}} = \left[ 1 + \frac{1}{4} \left( \frac{d}{D} \right)^2 \right] = \frac{p}{\text{HB}} \quad (7)$$

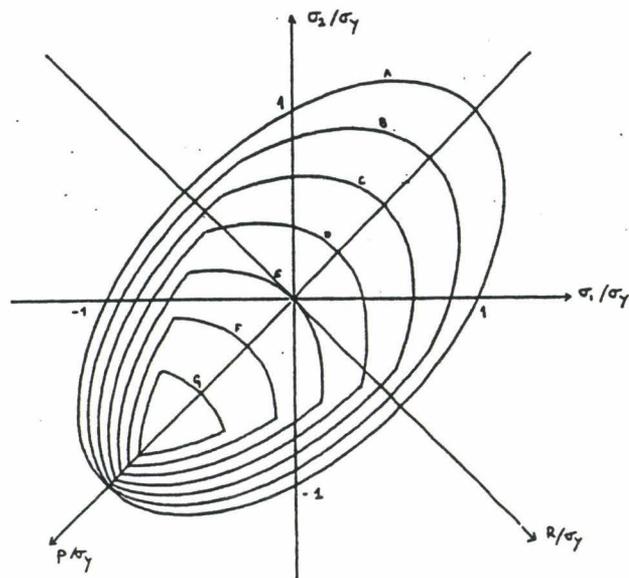


Fig. 1 : Courbes d'égale limite d'élasticité apparente lors d'un poinçonnement par une sphère dans le cas d'un état de contraintes planes [2]

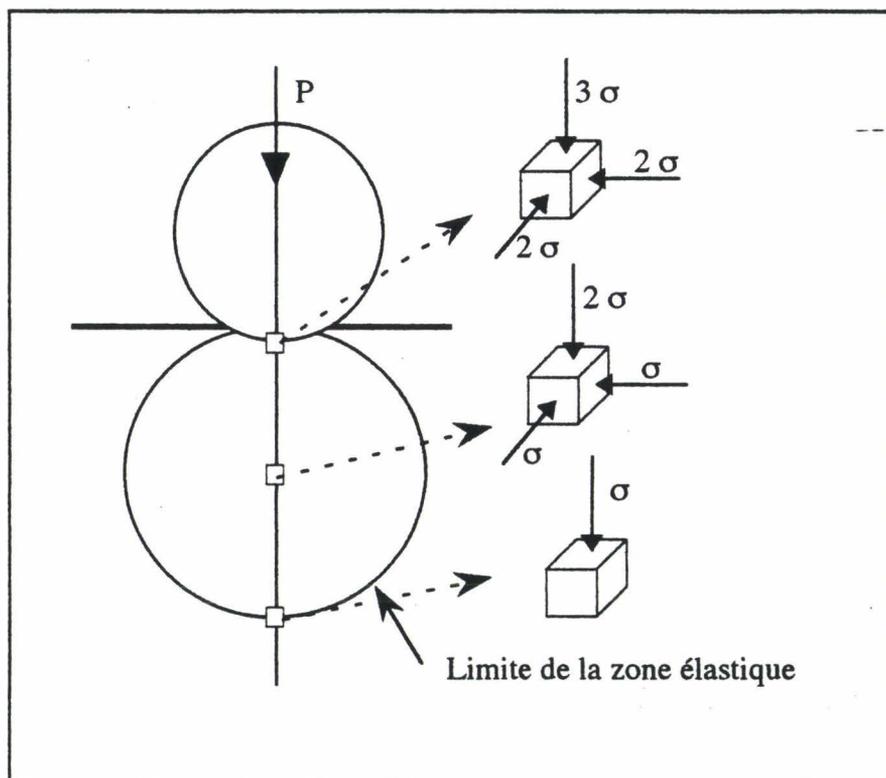


Fig. 2 : Etats de contraintes sous l'indenteur Brinell lorsque la charge est appliquée [4]

Le rapport  $d/D$  est exprimé en fonction de  $P$ ,  $HB$  et de  $D$ . La relation entre la dureté Brinell (en  $Kgf/mm^2$ ) et la dureté Rockwell,  $HRC$ , est donnée par Tabor [5] :

$$HRC = 77,1 - \frac{13927}{HB} \quad (8)$$

si les unités sont des  $Kgf/mm^2$ .

Les auteurs aboutissent ainsi à la relation finale reliant la dureté Rockwell à la pression  $p$  :

$$b_1 HRC^2 + (b_2 p - b_3) HRC + b_4 - b_5 p = 0 \quad (9)$$

où les coefficients  $b_i$  sont les constantes résultant du calcul. Les équations (9) et (5) relient les contraintes résiduelles à la dureté du matériau.

Cette méthode est appliquée à trois échantillons d'acier autofrettés qui présentent une répartition radiale des contraintes différente. Dans ces conditions la contrainte circulaire,  $\sigma_2$ , est négligeable devant la contrainte radiale,  $\sigma_1$ . La connaissance de la limite d'élasticité du matériau et l'essai de dureté Rockwell permettent de connaître les contraintes résiduelles au sein du matériau engendrées par le frettage au coefficient  $\beta$  près. Ce coefficient est déterminé par des essais préalables dans des conditions de sollicitations du matériau connues.

Cette méthode semble d'un intérêt certain lorsque les sollicitations peuvent être considérées comme uniaxiales et si la taille des échantillons permet d'utiliser la dureté Rockwell dont la charge habituelle est de 10 Kgf. Dans le cas de revêtement mince, l'application d'une telle charge n'est pas envisageable et la détermination des contraintes résiduelles n'est pas possible.

## II.C. DURETE KNOOP ET VICKERS

Stengel et Gayman [6] ainsi que Racke et Fett [7] déterminent les contraintes résiduelles à partir d'une variation de la dureté Knoop. Les variations de dureté sont reliées aux déformations par une relation empirique du type :

$$\varepsilon_i(\Delta H_i) = -C_i \Delta H_i \quad (10)$$

avec :

$$\Delta H_1 = \frac{H_1 - H_0}{H_0} \text{ et } \Delta H_2 = \frac{H_2 - H_0}{H_0}$$

où  $H_1$  et  $H_2$  sont les duretés effectués à  $90^\circ$  l'une par rapport à l'autre, et  $H_0$  est la dureté du matériau en l'absence de contrainte résiduelle.

Ces équations permettent de remonter aux contraintes par :

$$\frac{\sigma_1 + \sigma_2}{E} = \frac{\varepsilon_1 + \varepsilon_2}{1 - \nu} = a(\Delta H_1 + \Delta H_2)$$

et

$$\frac{\sigma_1 - \sigma_2}{E} = \frac{\varepsilon_1 - \varepsilon_2}{1 - \nu} = b(\Delta H_1 - \Delta H_2) \quad (11)$$

$C_i$ , a et b sont des constantes obtenues par corrélation entre les variations de dureté et des états de contraintes connues.

En raison de la symétrie de l'essai Vickers, la variation de dureté est remplacée par la variation de la longueur des deux diagonales définie par :

$$\Delta d = 2 \frac{d_2 - d_1}{d_2 + d_1} \quad (12)$$

L'utilisation de l'essai Vickers est exclue [6, 7] car il n'existe pas de relation linéaire entre la variation des deux diagonales de l'empreinte,  $d_1$  et  $d_2$ , et la déformation du matériau (figure 3). Toute relation entre les variations de dureté et les calculs de contraintes résiduelles est donc impossible.

## II.D. PROPAGATION DE FISSURES EN DURETE VICKERS

Il est devenu courant de mesurer la ténacité d'un matériau fragile à partir de la longueur des fissures formées pendant une indentation Vickers. Pour un matériau massif, Marshall et Lawn [8] introduisent les contraintes résiduelles par la variation de la ténacité du matériau en fonction des charges appliquées,  $K_{app}$ , qui est la somme de deux termes  $K_c$  et  $K_a$ .  $K_c$  est la ténacité du matériau en l'absence de contrainte et  $K_a$  est fonction des contraintes résiduelles,  $\sigma$  :

$$K_a = 2\sigma \sqrt{\frac{c}{\pi}} \quad (13)$$

Ainsi la ténacité d'un matériau massif sous contrainte s'écrit :

$$K_{app} = K_c \pm \frac{2\sigma}{\sqrt{\pi}} \sqrt{c} \quad (14)$$

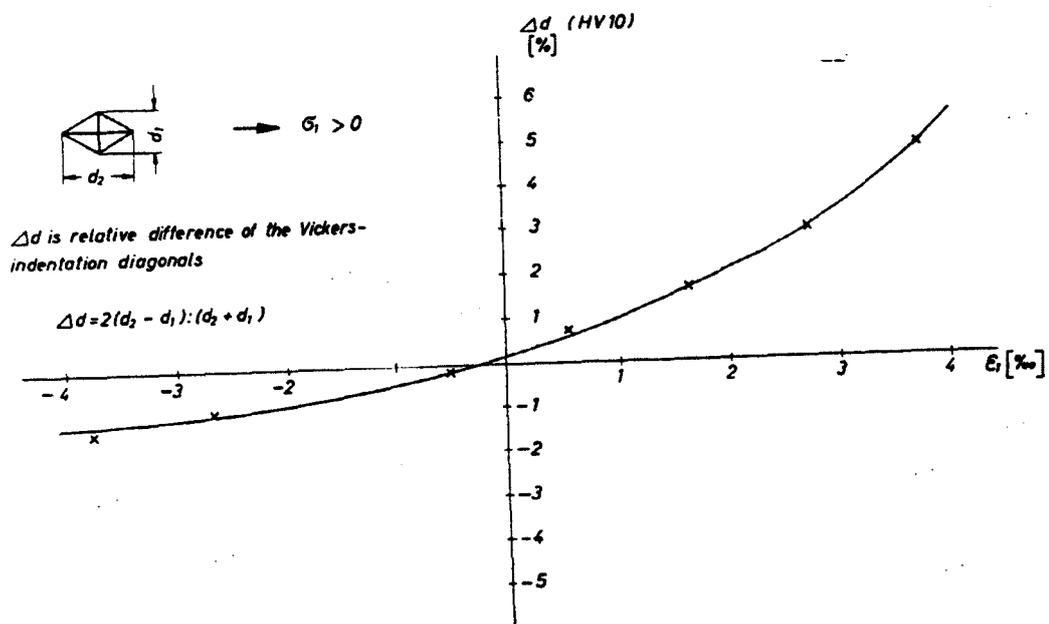
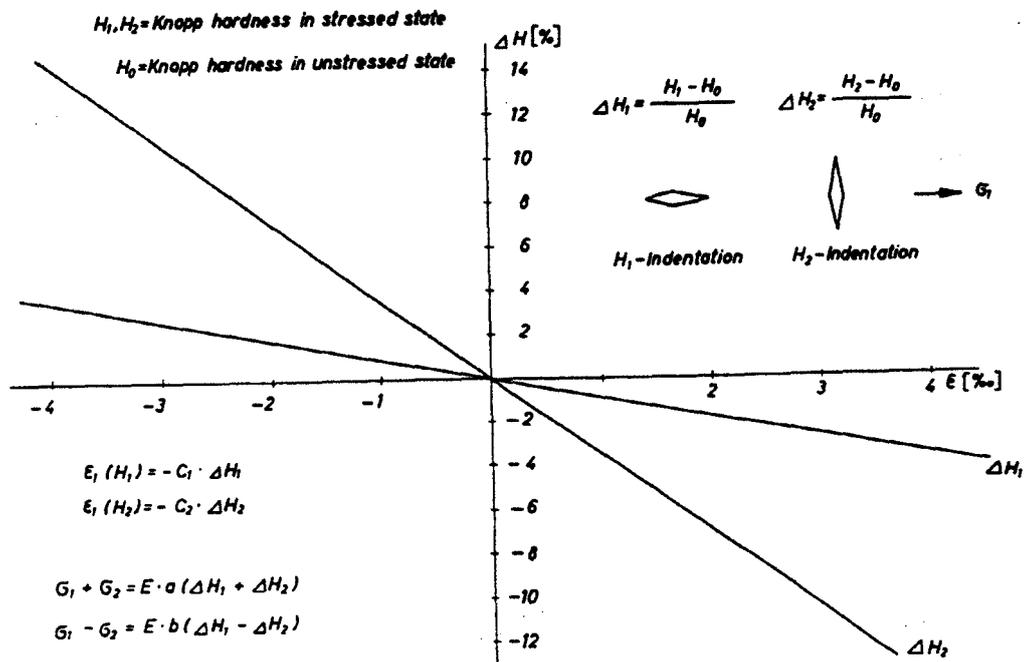


Fig. 3 : Courbes de calibration pour l'indenteur Knoop et Vickers dans le cas d'un alliage d'aluminium [6]

La représentation de  $K_{app}$  en fonction de  $\sqrt{c}$  permet de calculer la ténacité du matériau en l'absence de contrainte résiduelle (ordonnée à l'origine) et la valeur des contraintes à un facteur  $\frac{2}{\sqrt{\pi}}$  près (pente de la droite). Le signe + est utilisé pour des contraintes de traction.

Ponton et Rawlings [9] mettent en évidence les difficultés pour déterminer la ténacité par indentation. Outre l'influence des contraintes résiduelles, l'apparition et le développement de fissures de type latéral, surtout dans des matériaux de dureté élevée, diminuent l'influence des contraintes résiduelles sur la ténacité. Cook et Roach [10] montrent que la génération de ces fissures latérales en dureté Knoop, dans un verre de silicium, entraîne la chute de la ténacité mesurée à cause de la formation d'un réseau de fissures médianes.

La cinétique de croissance des fissures radiales, mise en évidence par différents auteurs [11-14], modifie la ténacité de façon importante.

L'anisotropie du matériau est également source de difficultés. Marschall et Lawn [15] mettent en évidence la dissymétrie des fissures engendrées dans un verre anisotrope. Ce problème est également rencontré lorsque la longueur des fissures ne dépasse pas le diamètre moyen du grain [9, 13].

Une attention est à apporter dans la détermination de la ténacité par indentation et ces dernières doivent être effectuées à une distance supérieure à  $4c$  les unes des autres afin que les zones de déformations élasto-plastiques ne se chevauchent pas [9].

Dans le cas de matériaux revêtus, Lawn et al. [16] séparent la ténacité obtenue par indentation normale en deux termes,  $K_s$ , ténacité du matériau massif et  $K_f$ , ténacité de la couche dans laquelle existe des contraintes résiduelles de valeur maximale  $\sigma_f$  :

$$\chi \frac{P}{c^{3/2}} = K_c - 2\psi\sigma_f t^{1/2} \quad (15)$$

où  $c$  est la longueur des fissures,  $\psi$  et  $\chi$  sont des facteurs fonction de la géométrie des fissures de type médian et de celle du diamant, et  $t$  l'épaisseur du revêtement.

Ecrivant cette relation à la surface de l'échantillon où les fissures ont une longueur  $c_0$ , ils obtiennent :

$$2\psi\sigma_f t^{1/2}/K_c = 1 - (c_0/c)^{3/2} \quad (16)$$

Le facteur de forme  $\psi$  est obtenu par calcul et vaut 1, dans le cas du diamant Vickers. La connaissance de  $K_c$  permet de déterminer le produit  $\sigma_f t^{1/2}$  et donc  $\sigma_r$ . Mais ce modèle ne tient pas compte des contraintes existantes dans le substrat. Gruninger et al. [17] scindent alors la ténacité d'un matériau revêtu en trois parties (figure 4) :

i) ils déterminent la ténacité,  $K_c$ , du matériau seul, avant revêtement, donc sans contrainte résiduelle :

$$K_r = \chi \frac{P}{c_I^{3/2}} = \text{cste} \quad (17)$$

ii) ensuite la ténacité du substrat indenté puis revêtu est calculée par  $K = K_r + K_s$  avec  $K_s$  :

$$K_s = \psi \sigma_s c^{1/2} \quad (18)$$

ce qui conduit alors à

$$P/c_{II}^{3/2} = \left( P/c_I^{3/2} \right) \left[ 1 - (\psi \sigma_s / K_r) c_{II}^{3/2} \right] \quad (19)$$

iii) la ténacité du substrat revêtu du film puis indenté s'écrit sous la forme :  $K = K_r + K_s + K_f$ , avec  $K_f$  :

$$K_f = 2\psi \sigma_f t^{1/2} \quad (20)$$

qui permet d'écrire la relation finale :

$$P/c_{III}^{3/2} = \left( P/c_I^{3/2} \right) \left[ 1 - 2\psi \sigma_f t^{1/2} / K_r - (\psi \sigma_s / K_r) c_{III}^{3/2} \right] \quad (21)$$

$c_I$ ,  $c_{II}$ ,  $c_{III}$  sont respectivement les longueurs des fissures obtenues dans chaque cas d'indentation. En effectuant les indentations à chaque étape, les auteurs déterminent les valeurs moyennes des contraintes dans le revêtement et le substrat. De part son hypothèse de départ ( $t$  faible devant l'épaisseur du substrat), cette méthode est souvent difficile pour les dépôts épais et ne peut s'appliquer que dans le cas où des fissures sont formées par indentation dans le film et le substrat. Elle est donc limitée aux matériaux fragiles.

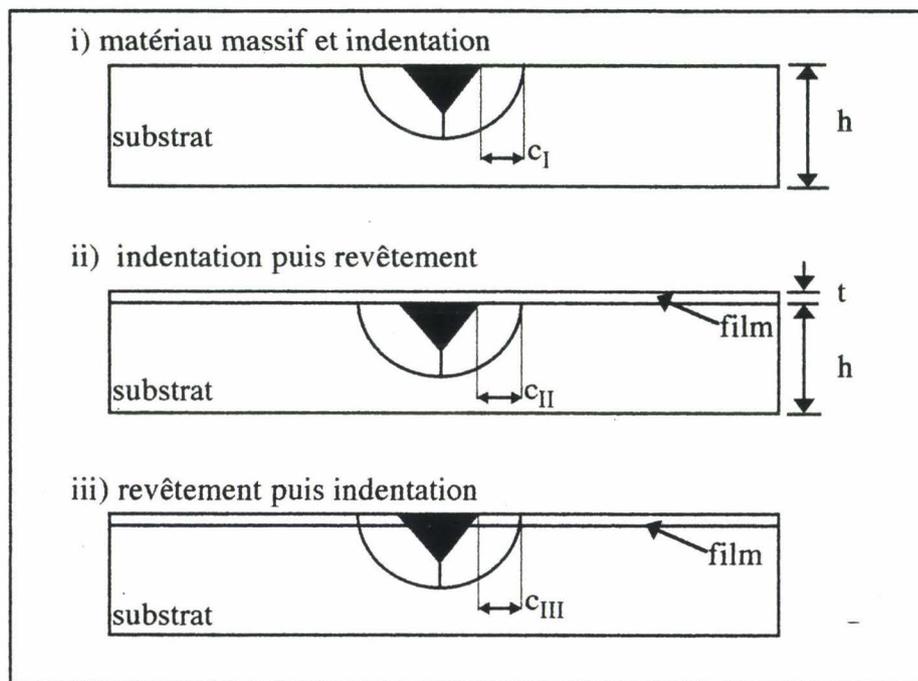


Fig. 4 : Indentation d'un substrat dans trois types de revêtements [17]

### III. MESURE DES CONTRAINTES MOYENNES

#### PAR LA DEFORMEE DE L'ECHANTILLON

Les contraintes résiduelles, si elles ne sont pas symétriques et si les épaisseurs des matériaux ne sont pas trop importantes, engendrent une déformation du matériau. Cette partie est consacrée à la détermination des contraintes par :

- \* la méthode de Timoshenko,
- \* la méthode de Timoshenko modifiée,
- \* l'utilisation du rayon de courbure de l'échantillon,
- \* le calcul à partir des variations de coefficients de dilatation.

#### III.A. METHODE DE TIMOSHENKO.

Timoshenko [18] étudie l'influence de la différence des coefficients de dilatation sur la déformation des pièces composées de deux matériaux. Parmi les exemples traités, le bilame formé d'un acier à base de nickel et d'un acier monel est le plus proche d'un matériau stratifié. Les hypothèses de l'auteur sont (figure 5) :

- \* une répartition linéaire des contraintes dans chaque matériau,
- \* une poutre géométriquement symétrique,
- \* des déformations uniquement d'origine thermique.

L'équilibre statique de la section de la poutre conclue à :

$$F_s = F_f = F \quad (22)$$

et

$$\frac{Fh}{2} = M_{ff} + M_{fs} \quad (23)$$

En introduisant les moments quadratiques,  $I$ , et le rayon de courbure de l'échantillon,  $R$ , nous obtenons :

$$\frac{Fh}{2} = \frac{E_s I_s}{R} + \frac{E_f I_f}{R} \quad (24)$$

La condition de continuité à l'interface permet d'écrire :

$$\alpha_s \Delta T + \frac{2F}{E_s hb} + \frac{h}{4R} = \alpha_f \Delta T - \frac{2F}{E_m hb} - \frac{h}{4R} \quad (25)$$

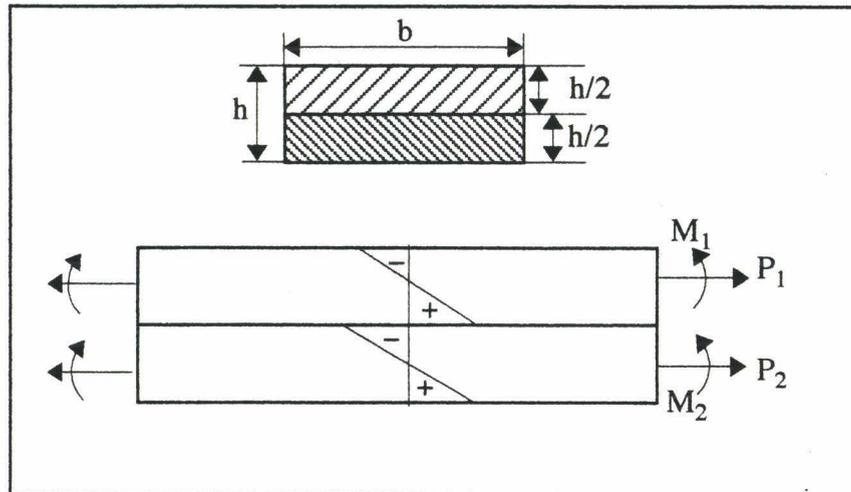


Fig. 5 : Méthode du bilame : hypothèse de Timoshenko [18]

Ce qui conduit en utilisant les deux équations précédentes à :

$$\frac{4}{bh^2R} (E_s I_s + E_f I_f) \left( \frac{1}{E_s} + \frac{1}{E_f} \right) = (\alpha_f - \alpha_s) \Delta T - \frac{h}{2R} \quad (26)$$

L'auteur applique ensuite cette équation à son exemple. Mais dans le cas des revêtements, les épaisseurs du substrat et du film sont rarement égales.

### III.B. METHODE DE TIMOSHENKO MODIFIEE.

Nous allons donc reprendre la méthodologie de Timoshenko en modifiant sa deuxième hypothèse :

\* l'épaisseur du substrat est H,

\* l'épaisseur du film est t.

L'équilibre de la section de la poutre nous conduit à :

$$F_s = F_f = F \quad (27)$$

et

$$\frac{F}{2} (H + t) = M_{f_f} + M_{f_s} \quad (28)$$

Nous écrivons alors la condition de l'isodéformation à l'interface entre le substrat et le film :

$$\alpha_s \Delta T + \frac{F_s}{b H E_s} + \frac{H}{2R} = \alpha_f \Delta T - \frac{F_f}{b t E_f} - \frac{t}{2R} \quad (29)$$

La contrainte maximale dans le film est donnée par :

$$\sigma = \frac{F}{S_f} + \frac{t}{2} \frac{E_f}{R} \quad (30)$$

L'équation (28) permet d'exprimer F en fonction de 1/R :

$$F = \frac{2}{R(H+t)} (E_s I_s + E_f I_f) \quad (31)$$

La combinaison des équations (29) et (31) nous amène à :

$$\frac{1}{R} \left[ \frac{2(E_s I_s + E_f I_f)}{b(H+t)} \left[ \frac{1}{H E_s} + \frac{1}{t E_f} \right] + \frac{H+t}{2} \right] = (\alpha_f - \alpha_s) \Delta T \quad (32)$$

Le rayon de courbure est donc indépendant de la largeur de la poutre car le terme au dénominateur s'élimine avec le terme contenu dans l'expression des moments quadratiques et la contrainte,  $\sigma$ , devient :

$$\sigma = \frac{1}{R} \left[ \frac{2}{bt(H+t)} (E_s I_s + E_f I_f) + \frac{t E_f}{2} \right] \quad (33)$$

Cette méthode suppose que les contraintes calculées sont uniquement d'origine thermique.

### III.C. UTILISATION DU RAYON DE COURBURE.

Pawel et Campbell [19] déterminent la contrainte maximale à partir du rayon de courbure de l'échantillon après le dépôt du film :

$$\sigma = \pm \frac{Eh}{2R} \quad (34)$$

Dans le cas d'un dépôt mince ( $h \gg t$ ), ils déduisent une valeur moyenne des contraintes dans le film par l'équation :

$$\sigma_f = \frac{1}{3} \pm \frac{Eh}{2R} \frac{h}{t} \quad (35)$$

### III.D. UTILISATION DES COEFFICIENTS DE DILATATION.

Dans le cas d'un substrat oxydé sur une seule face, Tien et Davidson [20] estiment les contraintes résiduelles engendrées en écrivant la continuité des ~~contraintes~~ <sup>déformations.</sup> à l'interface par les relations :

$$\sigma_f = - \frac{E_f \Delta T^* (\alpha_s - \alpha_f)}{(1-\nu) \left(1 + \frac{E_f t}{E_s h'}\right)} \quad \text{avec } \Delta T^* = T_{\text{trait}} - T_{\text{amb}} \quad (36)$$

pour l'oxyde, où  $h'$  est la demi - épaisseur de l'échantillon, et

$$\sigma_s = + \frac{E_s \Delta T^* (\alpha_s - \alpha_f)}{(1 - \nu) \left(1 + \frac{E_f h'}{E_s t}\right)} \quad (37)$$

pour le métal.

Développant cette hypothèse d'une continuité à l'interface, Dreier et al. [21] déterminent les contraintes moyennes directement par :

$$\begin{cases} \sigma_s = -\frac{1}{2} E^* \Delta \alpha \Delta T & \text{dans le substrat} \\ \sigma_f = \frac{1}{2} E^* \Delta \alpha \Delta T & \text{dans le film} \end{cases} \quad (38)$$

avec  $\Delta \alpha = \begin{cases} (1 + \nu_s) \alpha_s - (1 + \nu_f) \alpha_f & \text{en déformations planes} \\ \alpha_s - \alpha_f & \text{en contraintes planes} \end{cases}$

$$\Delta T = T_{\text{amb}} - T_{\text{trait}}$$

$T_{\text{trait}}$  : température de traitement

$T_{\text{amb}}$  : température ambiante

$$\frac{1}{E^*} = \frac{1}{2} \left( \frac{1}{E_1^+} + \frac{1}{E_2^+} \right)$$

$$E_i^+ = \begin{cases} E_i / (1 - \nu_i^2) & \text{en déformations planes} \\ E_i & \text{en contraintes planes} \end{cases}$$

Ces méthodes ne donnent qu'une valeur moyenne ou maximale des contraintes résiduelles alors que la répartition des contraintes dans le revêtement et à l'interface (ou près de la surface des matériaux massifs) est une donnée très importante pour les propriétés mécaniques. Nous allons voir d'autres méthodes permettant de calculer la répartition des contraintes.

# IV. MESURE DE LA REPARTITION DES CONTRAINTES

## IV.A. LES RAYONS X.

Mise en place dès 1925 par Lester et Aborn [22], la détermination des contraintes résiduelles par rayons X s'est développée réellement par la mise en place d'appareillage permettant des mesures in-situ. Nous ne traiterons ici que du principe général de la méthode et de quelques applications.

La présence de contraintes résiduelles dans un matériau modifie les distances interatomiques de façon proportionnelle au niveau des contraintes. Cette variation est à la base de la méthode qui mesure les distances entre atomes par diffraction des rayons X (figure 6). La relation de Bragg induit les conditions de diffraction entre la longueur de l'onde incidente,  $\lambda$ , l'angle de diffraction,  $\theta$ , la distance entre les plans,  $d$ , :

$$2d \sin \theta = n\lambda \quad (39)$$

où  $n$  indique l'ordre de la réflexion.

Généralement le matériau est assimilé à un milieu homogène et isotrope, les déformations mesurées sont reliées aux déformations calculées par la théorie de l'élasticité. L'état de contraintes est biaxial, la composante selon l'épaisseur du matériau est négligée et les contraintes principales sont reliées à la déformation selon la direction  $\psi, \varphi$  par :

$$\varepsilon_{\varphi, \psi} = \frac{\nu+1}{E} \sigma_{\varphi} \sin^2 \psi - \frac{\nu}{E} (\sigma_1 + \sigma_2) \quad (40)$$

Si le matériau est anisotrope, les coefficients élasto-plastiques de chaque plan sont insérés dans la relation précédente, mais le principe de la méthode reste inchangé.

En incidence normale,  $\psi = 0$ , la déformation  $\varepsilon_N$  s'écrit :

$$\varepsilon_N = -\frac{\nu}{E} (\sigma_1 + \sigma_2) \quad (41)$$

ainsi

$$\varepsilon_{\varphi, \psi} - \varepsilon_N = \frac{\nu+1}{E} \sigma_{\varphi} \sin^2 \psi \quad (42)$$

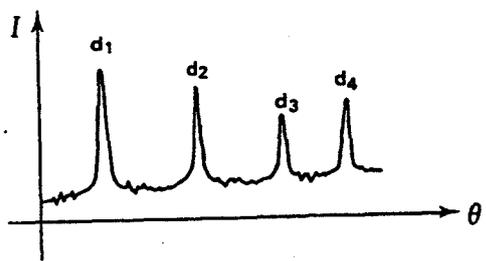
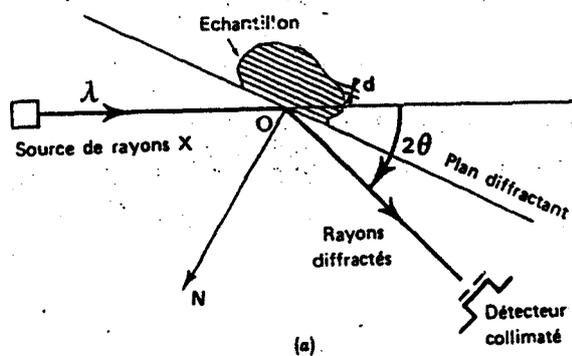


Fig. 6 : Principe de la méthode de calcul des contraintes résiduelles par diffraction des rayons X

Les déformations sont reliées aux distances interréticulaires par :

$$\varepsilon_{\varphi,\psi} - \varepsilon_N = \frac{d_{\varphi,\psi} - d_{\perp}}{d_0} \quad (43)$$

La contrainte  $\sigma_{\varphi}$  s'écrit , avec l'approximation  $d_{\varphi,\psi} \approx d_0$  :

$$\sigma_{\varphi} = \frac{d_{\varphi,\psi} - d_{\perp}}{d_0} \frac{E}{1 + \nu} \frac{1}{\sin^2 \psi} \quad (44)$$

En différentiant la loi de Bragg, l'expression finale de la contrainte devient :

$$\sigma_{\varphi} = \left( 2\theta_{\perp} - 2\theta_{\varphi,\psi} \right) \frac{\cotan \theta}{2} \frac{p}{180} \frac{E}{1 + \nu} \frac{1}{\sin^2 \psi} \quad (45)$$

Ces formules sont appliquées différemment selon la méthode d'exposition utilisée : double exposition ou exposition multiple, en référence avec un échantillon témoin.

Maeder et al. [23] mettent en évidence les contraintes induites par le polissage d'échantillon (figure 7). Ces auteurs utilisent également les rayons X pour déterminer les contraintes résiduelles de fraisage, de tournage et de rectification de l'alliage de titane TA6V et TA6V6Sn2 (figure 8). Barralis et Castex [24] étudient les contraintes résiduelles des couches nitrurées d'un acier 32 CDV 13. Barralier et al. [25] étudient l'influence des contraintes résiduelles sur la relaxation thermique à l'aide du rayonnement X. Récemment Reynier [26], étudiant le comportement en fatigue d'un alliage d'aluminium-lithium grenailé détermine les contraintes résiduelles par rayons X. L'ensemble de ces applications mettent en évidence une distribution des contraintes résiduelles, obtenue par enlèvement de matière. Or à chaque enlèvement de matière par polissage électrochimique, l'équilibre de l'échantillon est modifié. Il est donc nécessaire de corriger les valeurs expérimentales pour retrouver les valeurs vraies, c'est à dire les contraintes existantes avant le polissage.

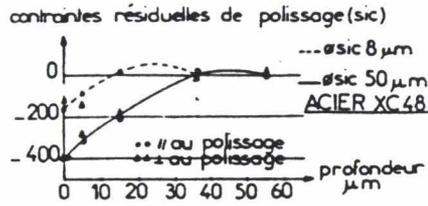


Fig. 7 : Contraintes induites par le polissage manuel selon Maeder et al. [23]

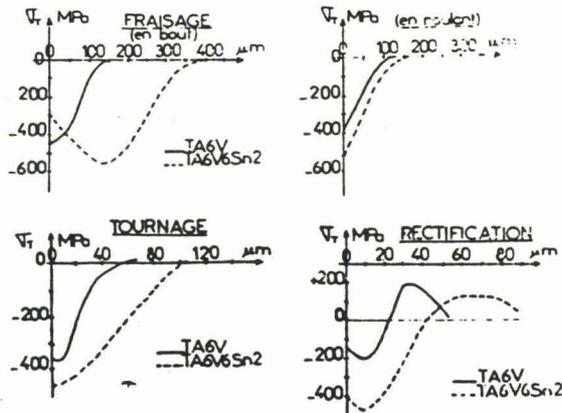


Fig. 8 : Contraintes résiduelles dans le cas du fraisage, du tournage et de la rectification [23]

## IV.B. METHODE DU BILAME ET SA GENERALISATION.

En effectuant une approche mécanique du problème, et en émettant l'hypothèse que la liaison interfaciale est idéale, les contraintes d'origine thermique peuvent être déterminées par la méthode du "bilame". Cette méthode reprend les calculs de Timoshenko [18], elle est généralisée ici aux cas des matériaux stratifiés comportant  $n$  couches différentes. Les contraintes seront calculées à chaque interface et surface des matériaux. Les matériaux en présence sont numérotés  $i$  ou  $j$ . Les caractéristiques sont notées ainsi :

$E_i$  : module d'Young

$h_i$  : hauteur de la poutre

$\alpha_i$  : coefficient de dilatation

$b$  : largeur de la poutre

$G_i$  : centre géométrique de la poutre

L'effort, appliqué en  $G_i$  et engendré par la variation de coefficient de dilatation, s'écrit sous la forme :

$$F_{e_i} = E_i S_i \Delta\alpha \Delta T \text{ avec } i = 1 \dots n \text{ et } i \neq j \quad (46)$$

avec  $\Delta\alpha = \alpha_i - \alpha_j$  ou  $j$  est l'indice de la poutre de "référence"

et  $\Delta T = T_{\text{trait}} - T_{\text{amb}}$

La contrainte engendrée par l'effort  $F_{e_i}$  sur la poutre  $i$  s'écrit (figure 9) :

$$\sigma_i = \frac{F_{e_i}}{S_i} \text{ avec } i = 1 \dots n \text{ et } i \neq j \quad (47)$$

Calculons la largeur de la poutre équivalente,  $b_{\text{eq},i}$ , c'est à dire la largeur de la poutre  $i$  de façon à assimiler cette poutre à une poutre de même module d'Young que la poutre  $j$  (figure 10) :

$$b_{\text{eq},i} = b_i \frac{E_i}{E_j} \quad (48)$$

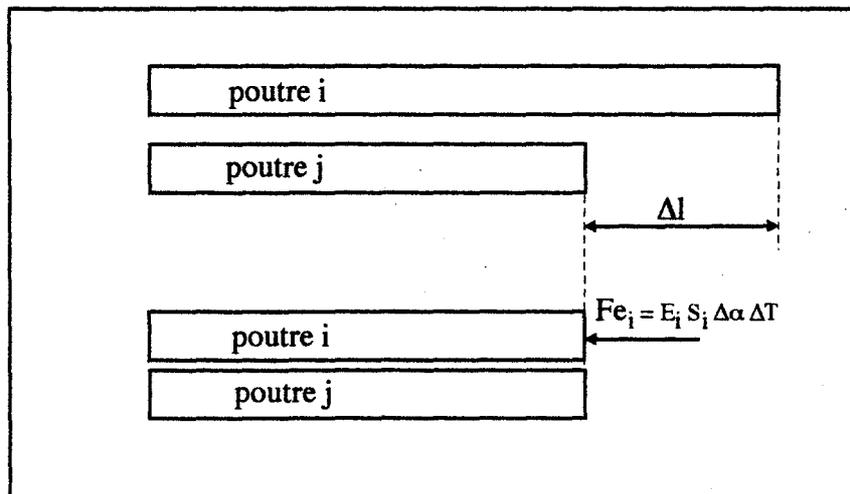


Fig. 9: Mise en évidence de l'effort  $F_{e_i}$  à appliquer au matériau i pour compenser la différence de dilatation des matériaux

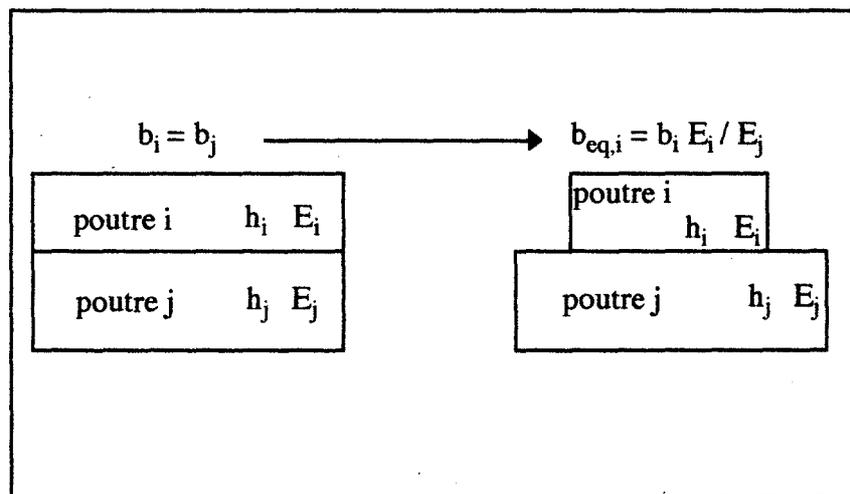


Fig. 10 : Mise en évidence de la largeur équivalente introduite lors du calcul des contraintes

Il est possible de calculer le nouveau centre de gravité, G, du matériau stratifié, et de déterminer le moment d'inertie par rapport à G :

$$I/G = I/G_i + S_{eq,i} GG_i^2 + I/G_j + S_j GG_j^2 \text{ dans le cas où } n=2$$

$$I/G = \sum_1^n \left[ I/G_i + S_{eq,i} GG_i^2 \right] \text{ de façon globale} \quad (49)$$

L'effort global engendré par l'ensemble des efforts  $Fe_i$  sur le matériau est :

$$Fe = \sum Fe_i \quad (50)$$

Le moment de flexion engendré par les efforts  $Fe_i$ , mais cette fois sur le matériau, figure 11, s'établit ainsi :

$$M_f = \sum Fe_i GG_i \quad (51)$$

Nous pouvons déterminer ainsi l'ensemble des contraintes dans l'hypothèse où elles ont une distribution linéaire, par exemple dans le cas d'un bicouche (figure 12) :

point repéré	1	2	2'	3
$\sigma_{Fe}$	$\frac{Fe}{S_i}$	$\frac{Fe}{S_i}$	0	0
$\sigma_{-Fe}$	$\frac{-Fe}{S_{eq_i} + S_j} \frac{E_i}{E_j}$	$\frac{-Fe}{S_{eq_i} + S_j} \frac{E_i}{E_j}$	$\frac{-Fe}{S_{eq_i} + S_j}$	$\frac{-Fe}{-S_{eq_i} + S_j}$
v (distance / G)	$v_1$	$v_2$	$v_2$	$v_3$
$\sigma_{flexion}$	$\frac{Mf}{I/G} v_1$	$\frac{Mf}{I/G} v_2$	$\frac{Mf}{I/G} v_2$	$\frac{Mf}{I/G} v_3$

L'ensemble des contraintes en un point est bien sûr la somme des trois contraintes précédemment calculées. L'ensemble des équations précédentes permettent d'obtenir la déformation de la poutre dont la courbure s'écrit :

$$R = \frac{1}{y''} = \frac{Mf}{E_j I/G} \quad (52)$$

La généralisation de cette méthode du "bilame" à un matériau à n strates permet de mettre en évidence l'importance du gradient des coefficients de dilatation. Yu et al. [27] étudient l'influence d'une interface supplémentaire sur la contrainte résiduelle maximale.

Utilisant un cylindre semi - infini (figure 13) et l'hypothèse d'une déformation thermique identique dans les matériaux, ces auteurs expriment la contrainte maximale selon z par :

$$\sigma = -\frac{4(1 + \nu_1)\mu_1\mu_2\Delta T}{\mu_1 + (3 - 4\nu_1)\mu_2} \left[ (\alpha_2 - \alpha_1) \left( 1 - \frac{h}{\sqrt{h^2 + a^2}} \right) + (\alpha_2 - \alpha') \left( \frac{h}{\sqrt{h^2 + a^2}} \right) \right] \quad (53)$$

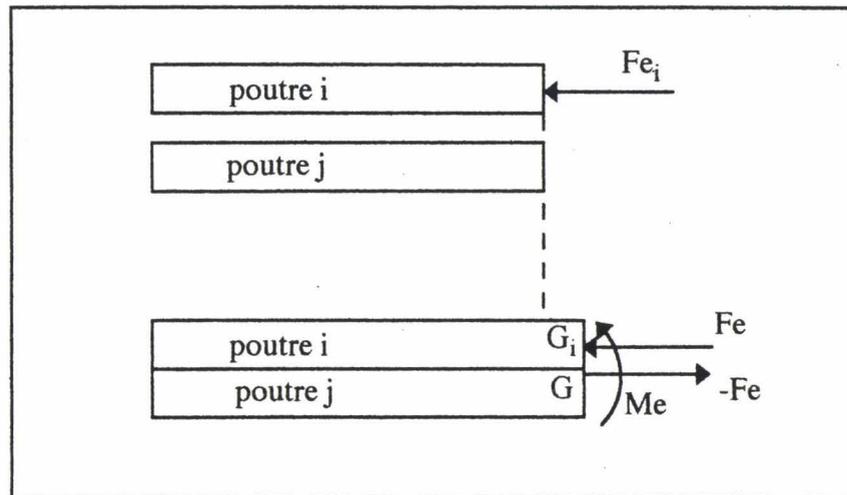


Fig. 11 : Efforts engendrés sur le matériau stratifié par la variation des coefficients de dilatation

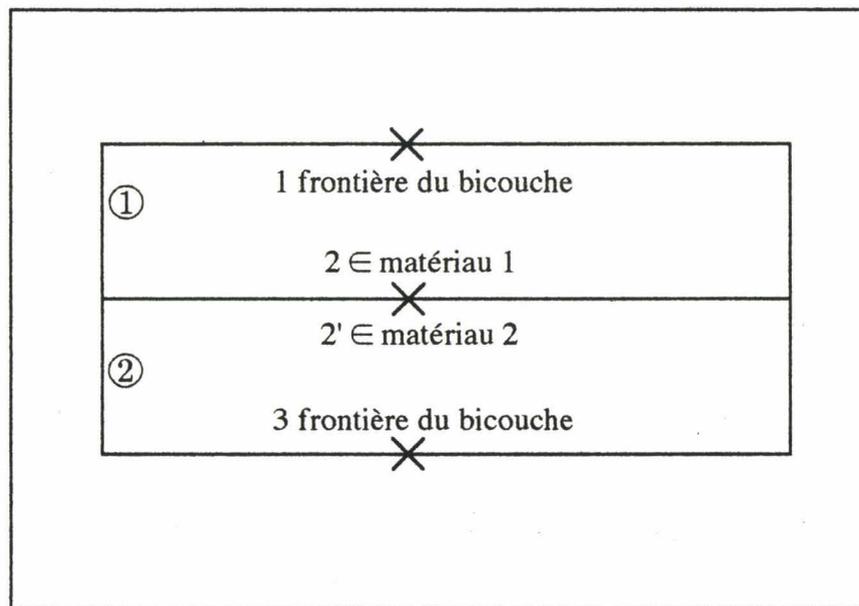


Fig. 12 : Mise en place de la numérotation des points dans le cas d'un matériau stratifié à deux couches.

L'application de cette formule au revêtement d'alumine sur un acier avec l'introduction d'une interface en titane, molybdène, cermet, aluminium ou bien encore en niobium permet de conclure sur la décroissance de la contrainte maximale en fonction de l'épaisseur de l'interface (figure 14).

Ces auteurs proposent une formule applicable au cas d'une interface double, formule que nous généralisons à un matériau composé de n strates :

$$\sigma = -\frac{4(1 + \nu_1)\mu_1\mu_n\Delta T}{\mu_1 + (3 - 4\nu_1)\mu_n} \left[ (\alpha_n - \alpha_1) \left( 1 - \frac{\sum_1^n h_i}{\sqrt{\left(\sum_1^n h_i\right)^2 + a^2}} \right) + \sum_0^{n-1} (\alpha_{n-i} - \alpha_{n-(i+1)}) \left( \frac{\sum_1^{n-i} h_j}{\sqrt{\left(\sum_1^{n-i} h_j\right)^2 + a^2}} \right) \right] \quad (54)$$

Dans la mise en oeuvre d'un revêtement possédant une forte différence du coefficient de dilatation par rapport à celui du substrat, l'introduction d'une troisième couche possédant un coefficient de dilatation intermédiaire engendre une diminution des contraintes internes et donc une relaxation moindre de ces contraintes par un réseau de fissures au sein du revêtement nuisible aux caractéristiques mécaniques ou électrochimiques recherchées. Ce résultat doit être pris en compte quand on cherche à améliorer l'adhérence d'un dépôt sur un substrat et devrait conduire à la mise en oeuvre de nouveaux types de revêtements "sandwich".

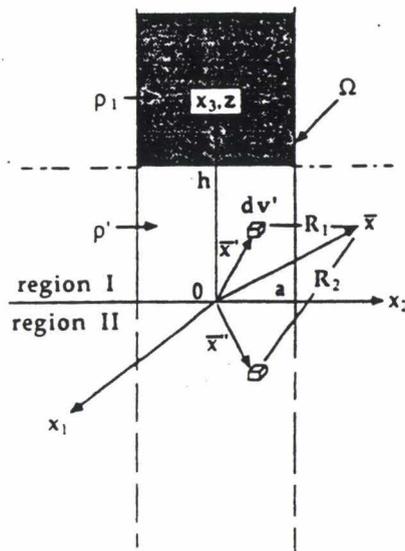


Fig. 13 : Modèle proposé par Yu et al . [27]

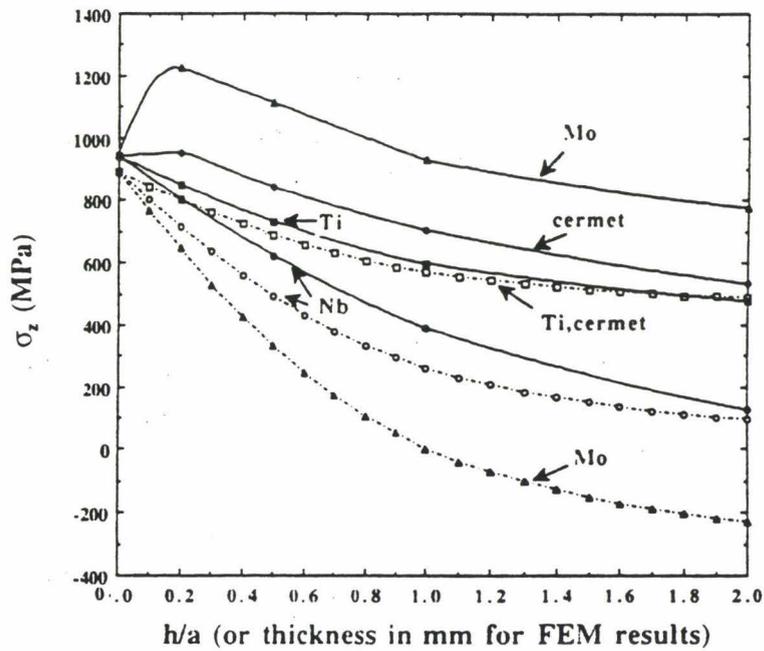


Fig. 14 : Evolution des contraintes résiduelles maximales en fonction de l'épaisseur de différents matériaux intercalés entre le bilame acier/ $\text{Al}_2\text{O}_3$  d'après Yu et al. [23]

## IV.C. UTILISATION DE LA DEFORMEE

L'étude des variations de la déformée d'une pièce en fonction de l'épaisseur enlevée permet de déterminer la distribution des contraintes dans l'épaisseur de l'échantillon. Leluan [28] utilise des jauges pour quantifier la déformée de la plaque lors de l'enlèvement de matière obtenant ainsi la relation :

$$\sigma = \frac{(h - \varepsilon)^2}{\varepsilon(-2h - \varepsilon)} E \Delta e \quad (55)$$

avec  $\Delta e$ , l'allongement unitaire mesuré par les jauges dans la direction de  $\sigma$ , pour une épaisseur,  $\varepsilon$ , de matière enlevée (figure 15). Cette équation n'est que l'expression de la contrainte à la profondeur  $\varepsilon$ , et il faut encore y ajouter l'influence des couches précédemment enlevées qui produisent une contrainte supplémentaire, notée  $\Delta\sigma$ , calculée à partir de l'expression précédente par le changement de variable de  $h$  en  $h-e$  où  $e$  représente la distance à la surface du point où l'on veut calculer les contraintes. Un changement de repère doit être effectué pour la variable  $\Delta e(\varepsilon)$  en  $\Delta e(e)$ . L'équation des contraintes devient :

$$\sigma + \Delta\sigma = \frac{((h - e) - \varepsilon)^2}{\varepsilon(-2(h - e) - \varepsilon)} E \Delta e(e) \quad (56)$$

Leluan utilise un enlèvement de matière par voie mécanique, procédé critiquable car il engendre des contraintes perturbant la mesure des contraintes internes, il est donc préférable d'enlever la matière par voie chimique ou électrochimique.

Une méthode dérivée de cette technique est celle dite de la flèche qui fut appliquée et mise au point par Flavenot et Niku Lari [29] dans le cas d'un acier grenailé et appliquée par Reynier [26] à un alliage d'aluminium - lithium grenailé. La méthodologie de la flèche est reprise dans le paragraphe suivant afin de définir une nouvelle formule de la détermination des contraintes dans des échantillons stratifiés.

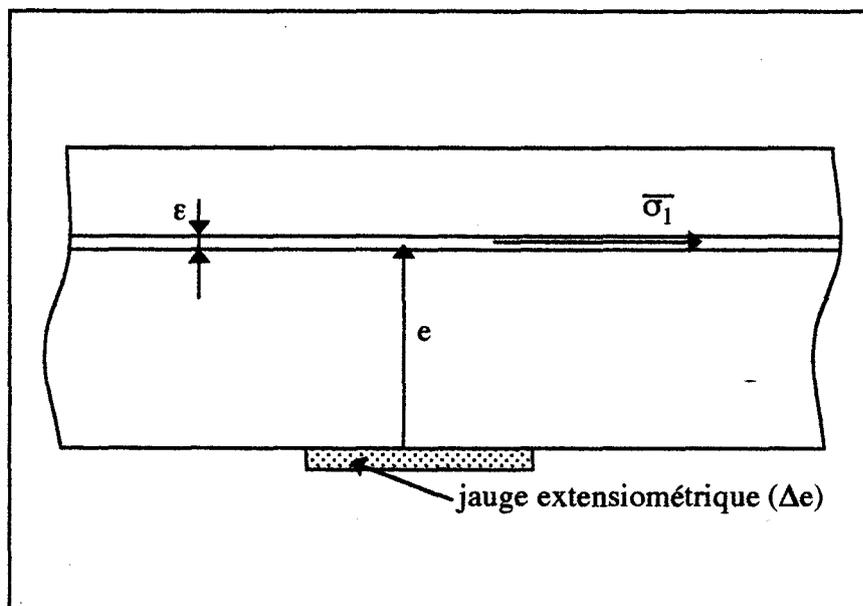


Fig. 15 : Principe de la méthode de Leluan [24]

Doi [30, 31] détermine la distribution de ces contraintes résiduelles par la mesure de la courbure,  $\rho$ , en fonction de l'épaisseur enlevée, notée h-z. Introduisant des variations entre les coefficients de Poisson et en émettant l'hypothèse que les axes principaux des contraintes sont confondus avec les axes de l'éprouvette<sup>1</sup> :

$$\begin{aligned} \sigma(z) = & - \frac{\sum_i^m (1 + \nu_i) D_i(\zeta)}{h - \eta_i - z} \frac{d\rho}{dz} + \\ & \left[ \frac{\frac{d}{dz} \left[ \sum_i^m (1 + \nu_i) D_i(\zeta) \right]}{h - \eta_i - z} + \frac{\eta_i' \sum_i^m (1 + \nu_i) D_i(\zeta)}{(h - \eta_i - z)^2} \right] \rho + \\ & \frac{e^{G_i(z)} \eta_i'}{h - \eta_i - z} \int_{\sum_1^{i-1} h_i}^z \frac{e^{-G_i(\zeta)} \sum_i^m (1 + \nu_i) D_i(\zeta) \rho(\zeta)}{\{h - \eta_i(\zeta) - \zeta\}^2} dz + \\ & \frac{e^{G_i(z)} \eta_i'}{h - \eta_i - z} \left| \frac{e^{-G_i(\xi)} \sum_i^m (1 + \nu_i) D_i(\xi) \rho(x)}{h - \eta_i(\xi) - x} \right|_{\xi = \sum_1^{i+1} h_i} + \\ & \left[ \frac{\eta_i'}{h - \eta_i - z} + \frac{e^{G_i(z)} \eta_i'}{h - \eta_i - z} \int_{\sum_1^{i-1} h_i}^z \frac{e^{-G_i(\zeta)} \eta_i'(\zeta)}{h - \eta_i(\zeta) - z} d\zeta \right] \sum_{k=1}^{i-1} \int_{\sum_1^k h_i}^{\sum_1^{k+1} h_i} \sigma(\zeta_k) d\zeta \end{aligned} \quad (57)$$

Avec =

$$D_i = \frac{E_i I_i}{1 - \nu_i^2}$$

$$I_i = \frac{\left( \sum_1^i h_i - z \right)^3}{12} + \left( \sum_1^i h_i - z \right) \left( \frac{\sum_1^i h_i - z}{2} + \sum_{i+1}^m h_i - \eta_i \right)^2 \quad \text{moment quadratique la poutre}$$

par rapport au centre géométrique de l'échantillon,

<sup>1</sup> Nous avons repris le calcul de Doi et corrigé les erreurs typographiques de la publication originale

$$\eta_i = \frac{\sum_1^m \frac{E_i S_i}{1 + \nu_i}}{\sum_1^m \frac{E_i A_i}{1 + \nu_i}} \quad \text{fibre neutre de la poutre } i,$$

$$A_i = \sum_1^i h_i - z,$$

$$S_i = \left( \sum_1^i h_i - z \right) \left( \frac{\sum_1^i h_i - z}{2} + \sum_{i+1}^m h_i \right),$$

$$G_i(z) = \sum_1^m \frac{E_i A_i(z)}{1 + \nu_i}.$$

Ces formulations complexes nécessitent un soin particulier à la détermination de la courbure et au lissage des courbes, afin d'éviter tout artefact sur l'obtention des contraintes. De plus, les résultats sont chaînés les uns aux autres dans l'ordre de calcul : la première contrainte calculée sera utilisée pour le calcul des contraintes de couches inférieures. Cette liaison est délicate à gérer car les premiers points expérimentaux deviennent prépondérant et le lissage de ces points doit être particulièrement soigné.

L'ensemble de ces techniques ne s'applique qu'aux échantillons de géométrie plane, aussi d'autres techniques sont développées comme celle du trou incrémental. Par l'évolution des déformations autour d'un perçage en passes successives, Lu et al. [32, 33] déterminent l'évolution des contraintes à la profondeur de perçage effectué (figure 16). Cette technique nécessite la réalisation d'un trou à fond plat, hypothèse de départ du calcul des contraintes, mais aussi un usinage soigné afin d'éviter toute plastification près des zones où sont collées les jauges de mesure des déformations. Les contraintes sont obtenues par les relations du type :

$$\begin{aligned} \sigma_{1hn} &= \frac{\varepsilon_n^1 (A_{nn} + B_{nn} \sin 2\theta_n) - \varepsilon_n^2 (A_{nn} - B_{nn} \cos 2\theta_n)}{2A_{nn} B_{nn} (\sin 2\theta_n + \cos 2\theta_n)} \\ \sigma_{2hn} &= \frac{\varepsilon_n^2 (A_{nn} + B_{nn} \cos 2\theta_n) - \varepsilon_n^1 (A_{nn} - B_{nn} \sin 2\theta_n)}{2A_{nn} B_{nn} (\sin 2\theta_n + \cos 2\theta_n)} \\ \theta_n &= \frac{1}{2} \tan^{-1} \left[ \frac{\varepsilon_n^1 - 2\varepsilon_n^2 + \varepsilon_n^3}{\varepsilon_n^1 - \varepsilon_n^3} \right] \end{aligned} \quad (58)$$

L'indice n est le nombre d'incrément de perçage effectués.  $\varepsilon_n^1$ ,  $\varepsilon_n^2$ ,  $\varepsilon_n^3$  sont les déformations mesurées en surface par des jauges extensiométriques à l'incrément de perçage n et  $\theta_n$  est l'angle entre la jauge de référence et la direction principale 1 pour l'incrément n.

Les coefficients  $A_m$  et  $B_m$  sont les coefficients de calibration du modèle lors du  $n^{\text{ème}}$  incrément. Ces coefficients sont déterminés par des simulations de chargement à l'aide de logiciels d'éléments finis. Ce sont ces calculs qui rendent difficile l'application de cette méthode, en sus des difficultés expérimentales du perçage du trou à fond plat. Elhamdi et al. [34] appliquent la méthode du trou incrémental pour caractériser un dépôt d'alumine par projection plasma. La comparaison avec les rayons X sont, d'après les auteurs, positives. Malgré tout, un facteur cinq peut être observé entre les rayons X et la méthode du trou incrémentale et aucune distribution de contraintes n'est proposée, hormis par rayons X. Les écarts proviennent probablement des difficultés de détermination des coefficients de calibration, surtout dans le cas de matériaux revêtus.

## **IV.D. MISE EN PLACE D'UN NOUVEAU MODELE.**

### **IV.D.1. Pourquoi un nouveau modèle ?**

Pour rechercher la distribution des contraintes résiduelles engendrées lors du processus de galvanisation, les méthodes permettant la détermination d'une valeur moyenne des contraintes ne sont pas retenues. La méthode du trou incrémental n'inclue pas la variation des constantes élastiques du matériau et sa mise en oeuvre sur des éprouvettes peu épaisses justifie sa mise à l'écart. La méthode de Doi est par trop sensible aux problèmes de lissage des points expérimentaux. Ainsi le développement d'un nouveau modèle de calcul est apparu justifié, il s'appuie sur la méthode de la flèche [24] qui est discrétisée, et peut s'appliquer alors aux matériaux stratifiés.

### **IV.D.2. Mise en place du modèle.**

#### **IV.D.2.a. Conventions et symboliques.**

Le multimatériau est composé de plusieurs couches d'épaisseur,  $h_i$ , de module d'Young,  $E_i$ . L'épaisseur totale de la plaque est noté  $H$ . Les plaques sont numérotées du dessous vers le dessus, la figure 17 illustre ces conventions.

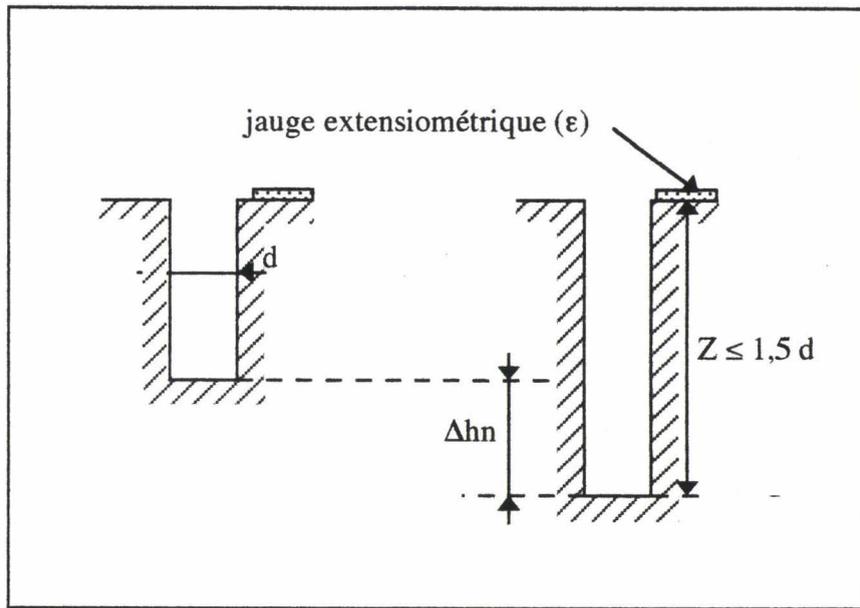


Fig. 16 : Principe de la méthode du trou incrémental proposé par Lu et al. [29,30]

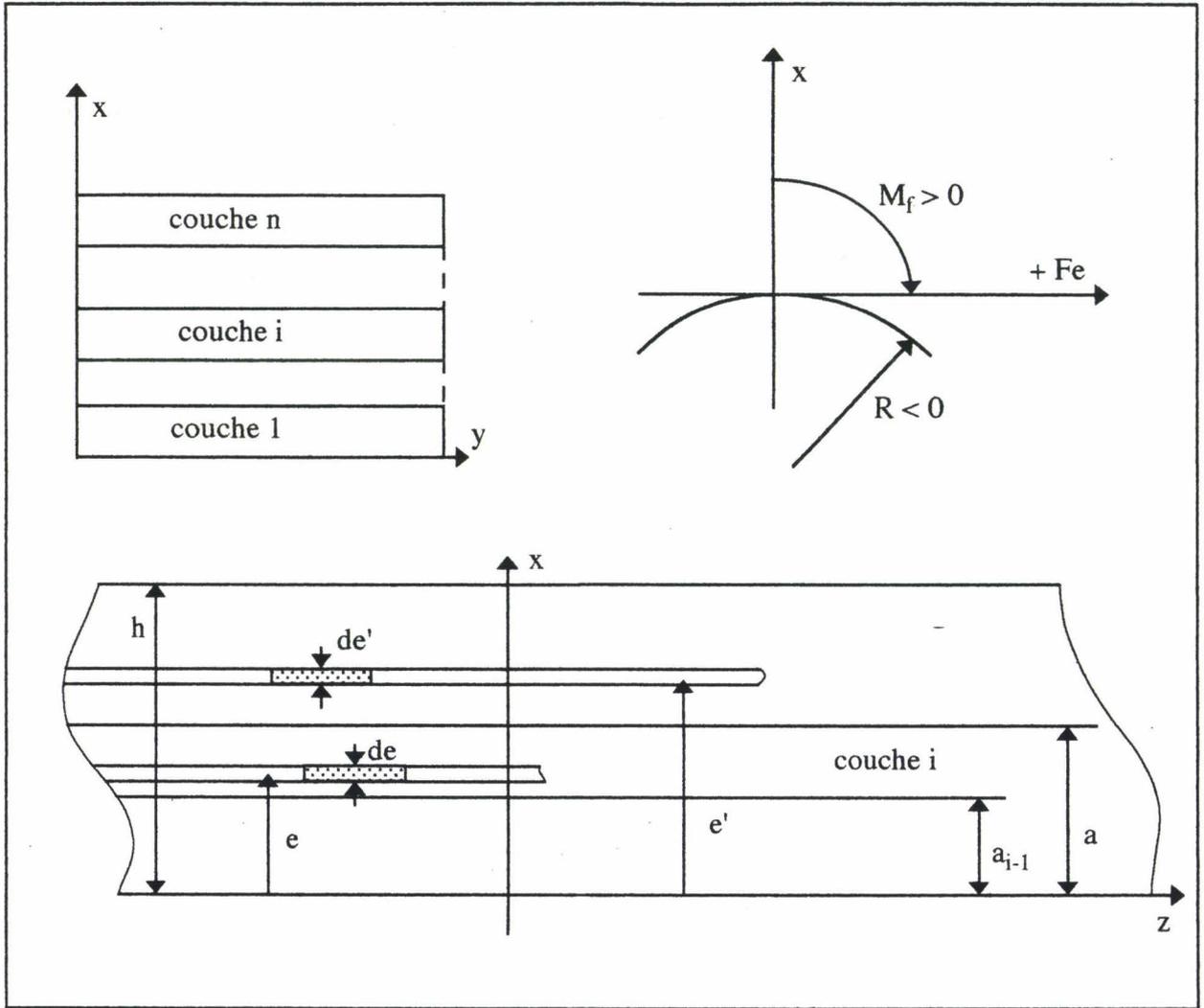


Fig. 17 : Convention et symboliques utilisées par la méthode de la flèche dans un matériau stratifié

#### IV.D.2.b. Calcul des contraintes

En reprenant la méthode de la flèche et en écrivant l'équilibre de la poutre, la force normale et le moment fléchissant deviennent :

$$dP = \sigma_e(e) b de \quad (59)$$

$$dM_f = \sigma_e(e) b de \frac{e}{2} \quad (60)$$

Connaissant le moment fléchissant en fonction de la flèche pour une poutre de courbure constante, nous écrivons la relation :

$$M_f = - \frac{8EI(e)}{l^2} f \quad (61)$$

L'expression de la contrainte, au cours de l'enlèvement de couches successives, s'établit par :

$$\sigma_e(e) = - \frac{4}{3} E \frac{e^2}{l^2} \frac{df}{de} \quad (62)$$

Cette contrainte ne représente pas, à elle seule, l'état de sollicitation dans le matériau. En fait, il faut y ajouter les sollicitations engendrées par les couches supérieures, précédemment enlevées. Cette influence s'écrit en une somme de deux termes :  $d\sigma_n$ , contrainte engendrée par l'effort normal et  $d\sigma_f$ , contrainte due au moment fléchissant :

$$d\sigma_n = \sigma_{e'}(e') \frac{de'}{e'} \quad (63)$$

$$d\sigma_f = 6 \sigma_{e'}(e') \left( e - \frac{e'}{2} \right) \frac{de'}{e'^2} \quad (64)$$

nous pouvons calculer  $d\sigma$  par :

$$d\sigma = - \frac{8Eedf}{l^2} + \frac{8}{3} \frac{Ee'}{l^2} df \quad (65)$$

Par intégration, les contraintes engendrées par les couches supérieures s'écrivent :

$$\Delta\sigma = - \frac{8Ee}{l^2} \int_H^e df + \frac{8}{3} \frac{E}{l^2} \int_H^e e' df \quad (66)$$

et en sommant les termes, la contrainte résiduelle à la côte  $e$  devient

$$\sigma(e) = - \frac{4}{3} E \frac{e^2}{l^2} \frac{df}{de} - \frac{8Ee}{l^2} \int_H^e df + \frac{8}{3} \frac{E}{l^2} \int_H^e e' df \quad (67)$$

En discrétisant cette équation au matériau stratifié, la distribution des contraintes est obtenue en fonction des caractéristiques géométriques et mécaniques des composants :

$$\sigma(e) = -\frac{4}{3}E_i \frac{e^2}{l^2} \frac{df}{de} - \frac{8e}{l^2} \sum_{j=i+1}^{j=n} E_j \int_{a_{j-1}}^{a_j} df - \frac{8e}{l^2} E_i \int_{a_i}^e df + \frac{8}{3l^2} \sum_{j=i+1}^{j=n} E_j \int_{a_{j-1}}^{a_j} e' df + \frac{8}{3l^2} E_i \int_{a_i}^e e' df \quad (68)$$

Les coefficients  $a_j$  sont les épaisseurs cumulées de la plaque comme l'illustre la figure 17. Connaissant la variation de la flèche en fonction de l'épaisseur enlevée, l'application de l'équation (68) permet de déterminer la distribution des contraintes résiduelles au sein des différentes couches.

# V. VALIDATION ET COMPARAISON DES MODELES

Le tableau 1 résume les conditions d'applications de l'ensemble des méthodes présentées. Suivant celles-ci nous calculerons les contraintes maximales, les contraintes moyennes ou la distribution des contraintes. Les résultats sont comparés à l'aide des données bibliographiques de Yu et al. [23] sur des couples alumine / acier.

Pour un revêtement d'alumine de 2,5 mm sur un acier d'épaisseur 2,5 mm, les contraintes obtenues par les différentes méthodes concluent à une valeur maximale dans le film de 900 MPa. La contrainte dans l'acier varie avec la méthode de -966 à -525 MPa avec une différence importante pour les équations de Dreier et al. La méthode du bilame généralisée donne des résultats cohérents dans le cas d'un matériau stratifié avec des épaisseurs identiques.

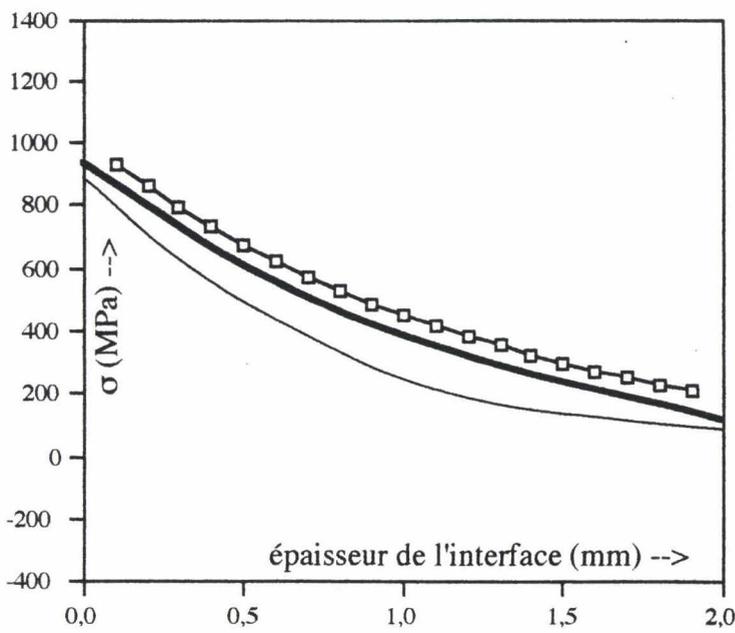
Pour un revêtement de 0,1 mm d'alumine sur un acier d'épaisseur 2,5 mm, cas de similitude, l'écart entre les méthodes s'amplifie avec une valeur peu probable pour Tien et Davidson. Les valeurs obtenues par la méthode de Timoshenko modifiée et par la méthode du bilame généralisée sont similaires, indiquant une cohérence des méthodes.

Yu et al. comparent leur calcul avec celui de Suganuma et al. [35] qui déterminent les contraintes résiduelles d'origine thermique par éléments finis. En reprenant leurs données, il est possible d'appliquer la méthode du bilame généralisée. La figure 18 illustre les résultats obtenus et mettent en évidence la similitude des résultats obtenus par la méthode du bilame généralisée avec les deux autres méthodes.

Méthode		Timosh.	Timosh. modifié	Pawell et Campwell	Pawell et Campwell	Tien et Davidson	Dreir et al.	Dreir et al.	bilame généralisée	Suganuma et al.	Yu et al.
	référence	[18]		[19]	[19]	[20]	[21]	[21]		[35]	[23]
	contrainte calculée	$\sigma_{max}$	$\sigma_{max}$	$\sigma_{max} = f(R)$	$\sigma_{max, f} = f(R)$	$\sigma_s$ et $\sigma_f$	$\sigma_s$ et $\sigma_f$	$\sigma_s$ et $\sigma_f$	distribution des $\sigma_i$	$\sigma_{max, f}$	$\sigma_{max, f}$
	équation		33	34	35	36 - 37	38	38	52		
	rayon du courbure calculé	oui	oui	---	---	non	non	non	oui	non	non
	nombre de matériaux	2	2	2	2	2	2	2	n	3 ou 4	$\geq 2$
	conditions	$h = t$		R connu	R connu $h \gg t$		déf. planes $h = t$	contraintes planes $h = t$		éléments finis	$h$ et $t$ ???
$Al_2O_3$ / Acier	contrainte calculée (MPa)	-875		-823		$\sigma_s = +525$ $\sigma_f = -997$	$\sigma_s = +966$ $\sigma_f = -966$	$\sigma_s = +738$ $\sigma_f = -738$	$\sigma_s$ de -213 à +611 $\sigma_f$ de -981 à +583	$\sigma_{max, f} = -900$	$\sigma_{max, f} = -870$
$h = t = 2,5$ mm	rayon de courbure (mm)	595				non	non	non	595		
	remarques			a	b						
$Al_2O_3$ / Acier	contrainte calculée (MPa)		-1657	-210	-1820	$\sigma_s = +59$ $\sigma_f = -2523$			$\sigma_s$ de -137 à +267 $\sigma_f$ de -1634 à -1603		
$h = 2,5$ mm	rayon de courbure (mm)		1213						1213		
$t = 0,1$ mm	remarques			a	a						

Tab 1 : Conditions et domaines d'applications des différentes méthodes de déterminations des contraintes résiduelles.

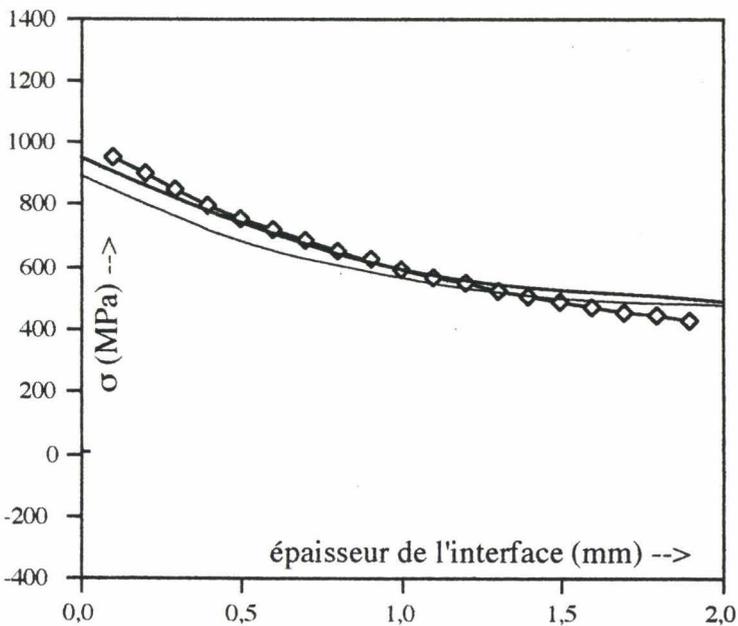
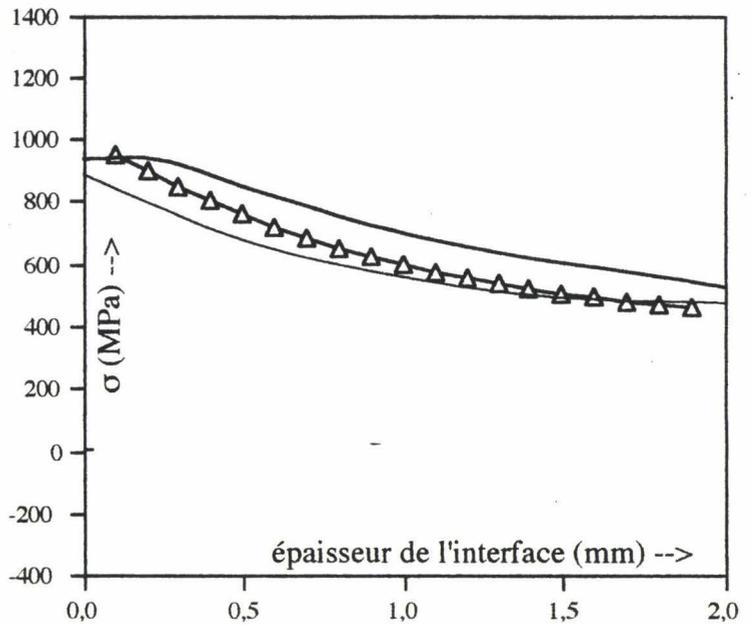
Remarques : a) les contraintes sont déterminées à partir du rayon de courbure calculé par la méthode du bilame généralisée  
b) les conditions du calcul ne sont pas remplies, le film est trop épais par rapport au substrat



— Suganuma et al. [35]  
 — Yu et al. [27]  
 □△○ Méthode du bilame généralisée

← Fe / Nb / Alumine

Fe / cermet / alumine →



← Fe / Ti / Alumine

Fig. 18 : Application et comparaison de la méthode du bilame généralisée.

# VI. APPLICATION A LA GALVANISATION

## VI.A.LA GALVANISATION AU TREMPE

La galvanisation au trempé consiste à immerger l'échantillon dans un bain de zinc en fusion. Ce procédé nécessite une préparation de surface.

Les plaques en acier sont plongées dans une solution de soude afin de dissoudre les graisses provenant des opérations de découpe et de laminage des tôles. Un rinçage précède l'opération de décapage à base d'acide chlorhydrique dans laquelle on ajoute un inhibiteur d'attaque. L'opération suivante, qui s'appelle le fluxage, consiste à plonger les pièces dans une solution aqueuse de flux (chlorure de zinc et chlorure d'ammonium). Le flux retenu sur les pièces est ensuite séché dans une étuve à 100 - 150 °C, il se détruit au moment de l'immersion dans le bain de zinc.

Le bain de zinc est maintenu à une température de 450 °C lors de l'immersion des échantillons, température habituellement utilisée dans la galvanisation industrielle. On y ajoute 0.3 % de plomb et 200 ppm d'aluminium. Le temps d'immersion varie selon l'épaisseur des couches désirées de 2 minutes à quelques centaines d'heures. Lors de l'immersion une réaction de diffusion se crée entre l'échantillon et le zinc engendrant les intermétalliques (tableau 2) caractérisés par diffraction des rayons X [37,38]. Le retrait de l'échantillon du bain est accompagné d'un dépôt de zinc sur la surface de la pièce constituant la couche externe du revêtement.

La température d'immersion influe sur la formation des intermétalliques. Une température élevée, 550°C, fait disparaître la couche  $\xi$  remplacée par une couche de  $\delta$  compact suivie d'un mélange de phase  $\delta$  et  $\eta$ . La durée d'immersion influe directement sur l'épaisseur du dépôt selon une loi parabolique en dessous de 490 °C et selon une loi linéaire pour une température supérieure. La figure 19 illustre la cinétique de croissance des couches obtenues lors de nos expériences de galvanisation.

L'élément jouant un rôle essentiel dans la galvanisation est le silicium. Son effet est illustré par une augmentation importante de l'épaisseur du revêtement lorsque sa concentration est de l'ordre de 0,05 - 0,1 % (figure 20), effet connu sous le nom du pic de Sandelin.

Phase Phase Phase (°)	Composé Compound Verbindung	% Fe	Système cristallin Crystal system Kristallstruktur	Densité Density Dichte	Dureté Hardness Härte (MPa)		
Eta	Zn	≤0,03 ≤0,03	Hexagonal	$a = 2,66 \text{ \AA}$	$c = 4,95 \text{ \AA}$	7,14	300 - 500
			Hexagonal	$a = 2,66 \text{ \AA}$	$c = 4,95 \text{ \AA}$	7,14	
			Hexagonal				
Zeta	FeZn <sub>13</sub>	5 à 6 5 to 6 5 bis 6	Monoclinique	$a = 13,65 \text{ \AA}$	$b = 7,61 \text{ \AA}$	7,18	1800 - 2700
			Monoclinic	$c = 5,10 \text{ \AA}$	$\beta = 128^{\circ}44'$	7,18	
			Monoklinisch	$a = 13,65 \text{ \AA}$	$b = 7,61 \text{ \AA}$	$\beta = 128^{\circ}44'$	
Delta	FeZn <sub>7</sub> FeZn <sub>10</sub>	7 à 12 7 to 12 7 bis 12	Hexagonal	$a = 12,8 \text{ \AA}$	$c = 57,6 \text{ \AA}$	7,25	2500 - 4500
			Hexagonal	$a = 12,8 \text{ \AA}$	$c = 57,6 \text{ \AA}$	7,25	
			Hexagonal				
Gamma	FeZn <sub>3</sub> FeZn <sub>10</sub> FeZn <sub>21</sub>	21 à 28 21 to 28 21 bis 28	Cubique	$a = 9 \text{ \AA}$		7,36	4500 - 5500
			Cubic			7,36	
			Kubisch				

Tab. 1 : Phases formées lors de la galvanisation au trempé [36]

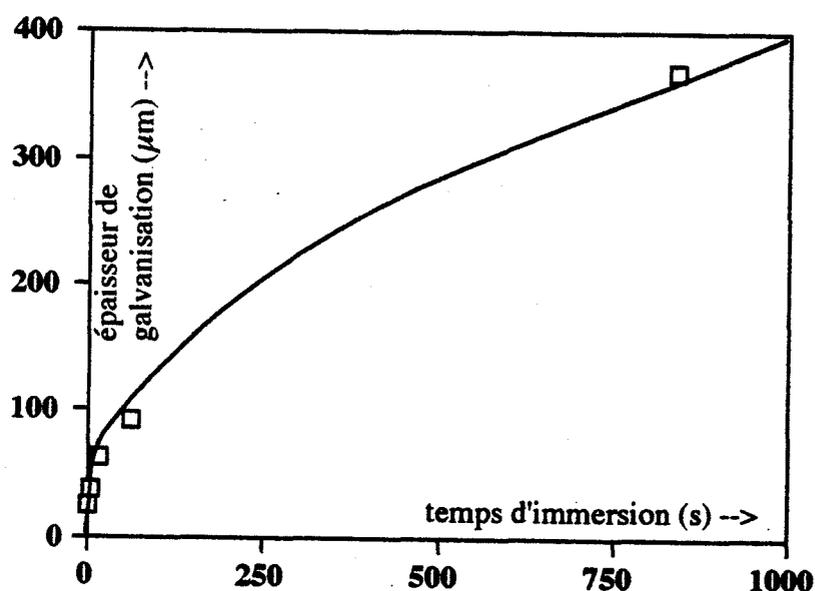


Fig. 19 : Cinétique de croissance des couches de galvanisation

La présence d'aluminium dans le bain de galvanisation permet une diminution des prises de zinc sur des aciers contenant du silicium, limitant l'effet du pic Sandelin. Cette propriété a donné naissance au procédé Polygalva® (figure 21). L'ajout de nickel dans le bain de galvanisation joue un rôle identique [39]. La composition du bain a une influence non seulement sur la cinétique de croissance des différents intermétalliques mais aussi sur la résistance à la corrosion du revêtement. Dagbert et al. [40] mettent en évidence l'influence des éléments tels que l'aluminium et le nickel mais aussi le plomb et le cuivre en autres. Il est difficile de conclure sur une composition optimum du bain car les essais de corrosion sont difficilement reproductibles. Le plomb ajouté permet de retirer les mattes qui se situent alors au dessus du lit de plomb formé. Lors de la solidification de la couche éta, le plomb migre aux joints de grain et limite alors les capacités de déformation des tôles galvanisées.

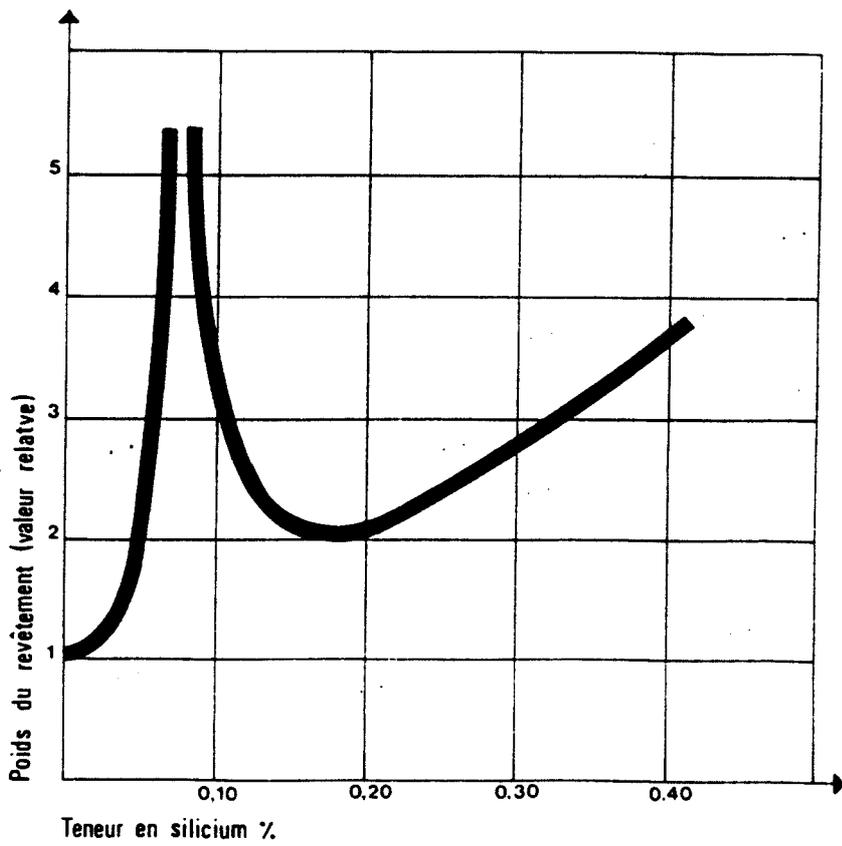


Fig. 20 : Influence du silicium sur l'épaisseur du revêtement [36]

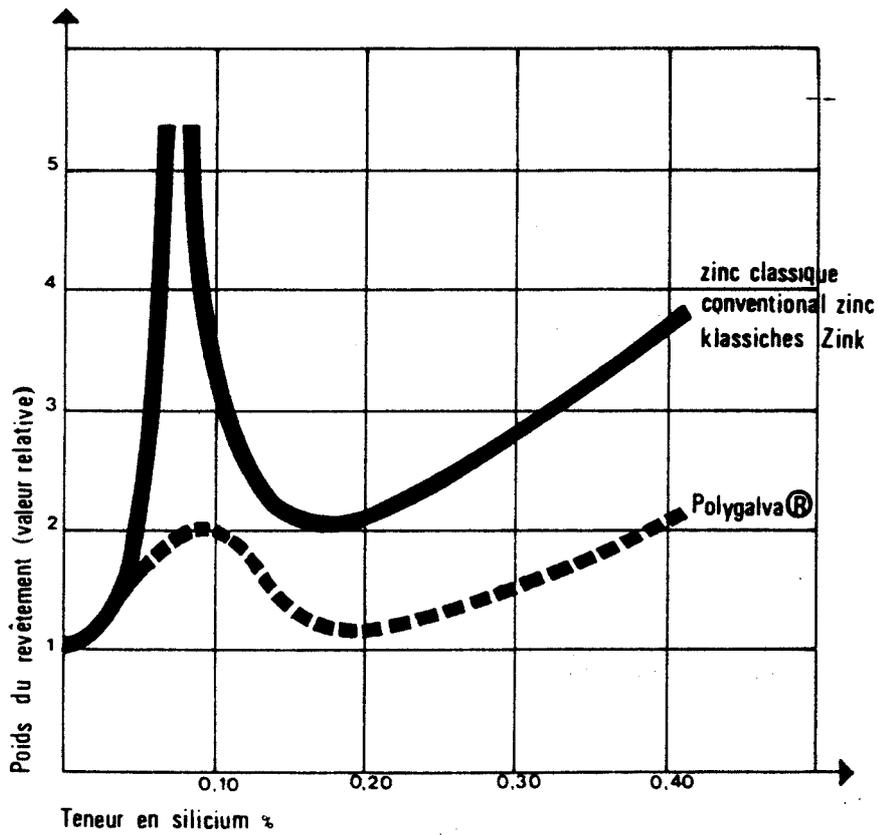


Fig. 21 : Influence de l'alliage de galvanisation, Polygalva ®, sur la croissance des couches [36]

## VI.B. OBTENTION DES ECHANTILLONS GALVANISES.

Les échantillons galvanisés sont des plaques d'acier hypo - sandelin de dimensions 200 x 200 mm et d'épaisseur 0,2 mm.

Les plaques subissent trois traitements de surface :

- \* un dégraissage alcalin,
- \* un décapage acide,
- \* un fluxage pour éviter toute oxydation nouvelle de la surface.

Elles sont ensuite séchées en étuve en attendant la galvanisation. Le bain contient 0.3 % de plomb et 200 ppm d'aluminium. La vitesse de plongée et de sortie des plaques du bain est contrôlée par un moteur permettant une répétabilité de l'épaisseur de la couche externe. La galvanisation s'effectue à 450° C pendant une durée variable. Cette durée est fonction du taux de contrainte recherché à l'interface ou au sein d'une couche du revêtement.

La galvanisation sur une seule face de l'éprouvette est rendu possible par l'oxydation de l'autre face dans l'étuve.

Les intermétalliques et le substrat ont pour caractéristiques :

	E (MPa)	$\nu$	$h_i$ (mm)	$\alpha_i 10^{-6} / ^\circ\text{C}$
Fer	210000	0.3	0.2	12.5
Zinc	110000	0.3	0.12	25.6
$\delta$	119600	0.3	0.015	21.78
$\zeta$	114800	0.3	0.075	23.1
$\eta$	110000	0.3	0.03	23.6

Les modules d'Young des intermétalliques sont obtenus par interpolation linéaire en fonction de leur composition entre ceux du fer et du zinc. Les coefficients de dilatation sont extraits de la thèse de J. Bouffette [41] et le coefficient de Poisson supposé constant de 0,3.

## **VI.C. MESURE DES CONTRAINTES RESIDUELLES.**

L'application de la dureté Brinell ou Rockwell n'est pas possible compte tenu de l'épaisseur trop faible des revêtements et du substrat. L'application de la dureté Vickers met en évidence la propagation de fissures au coin de l'indenteur. Il est alors possible d'appliquer la méthodologie de Marschall et Lawn [8]. Les travaux au sein du laboratoire ont conduit aux résultats de Iost et Foct [42] mesurant la ténacité apparente au sein de la couche  $\delta$  de galvanisation brute et recuite (figure 22). Les contraintes résiduelles moyennes sont estimées à :

240 MPa pour la formule d'Evans et Charles [43],

150 MPa pour la relation de Lawn et Fuller [44].

les essais d'indentation donnent l'ordre de grandeur et le signe des contraintes que nous allons déterminer en utilisant les coefficients de dilatation des intermétalliques.

### **VI.C.1. Utilisation des coefficients de dilatation et de la déformée de l'échantillon.**

L'application du modèle de Timoshenko [18] ne peut pas s'effectuer car les épaisseurs ne sont pas identiques, par contre le modèle développé permet la détermination du rayon de courbure, en considérant l'ensemble des intermétalliques comme une couche unique de zinc :

$$R = 45.62 \text{ mm}$$

la contrainte maximale correspondante est : 322 MPa.

La méthode du bilame aboutit au même rayon de courbure, sa généralisation appliquée aux intermétalliques conclut à :

$$R = 52.6 \text{ mm}$$

La déformée est plus faible et les contraintes sont plus faibles que dans le cas d'un bicouche (figure 23). La contrainte maximale au sein de la couche  $\delta$  est de 193 MPa.

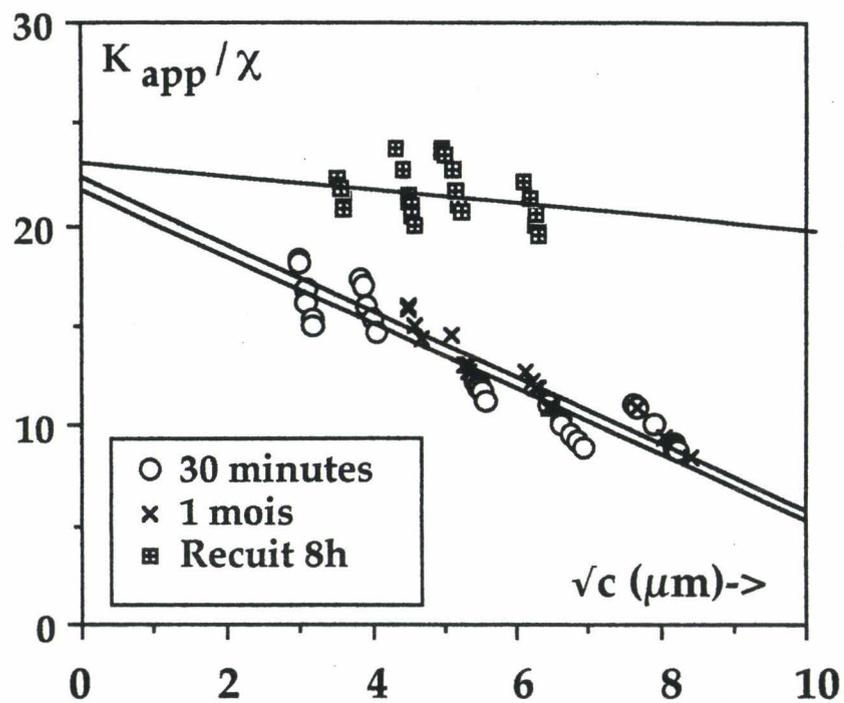


Fig. 22 : Variation de la ténacité avec  $\sqrt{c}$  pour la couche delta de galvanisation. Mise en évidence de la relaxation des contraintes par un traitement de recuit.

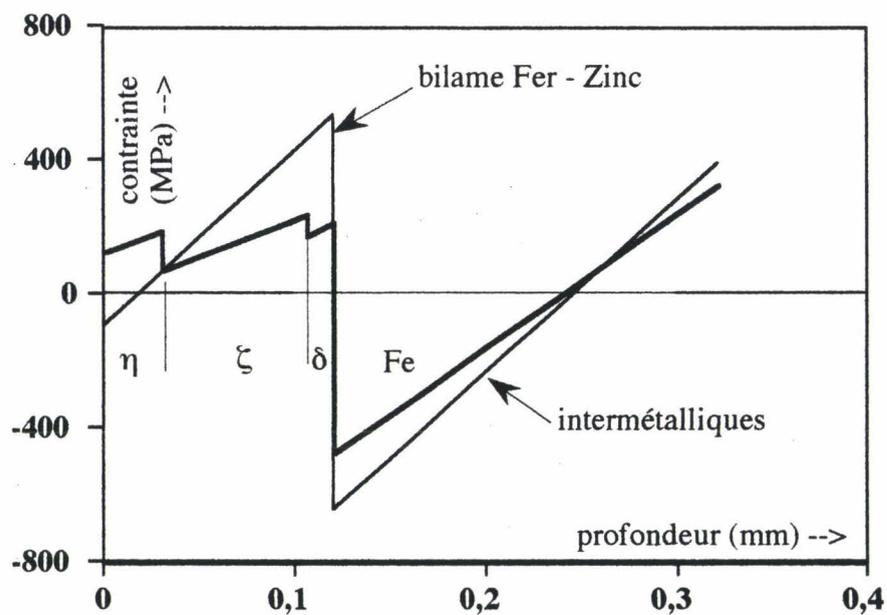


Fig. 23 : Influence des coefficients de dilatation des intermétalliques Fe-Zn sur les contraintes par rapport au cas du système Fe-Zn

L'application des formules de Pawel et Campbell [19] et de Tien et Davidson [20] conduit respectivement à :

$$\sigma_t = 533 \text{ MPa, pour le film et } \sigma_s = - 835 \text{ MPa, pour le substrat (35)}$$

$$\sigma_t = 341 \text{ MPa et } \sigma_s = - 341 \text{ MPa (36, 37)}$$

L'ensemble des résultats reste cohérent avec ceux obtenus par les essais d'indentation. Néanmoins les contraintes importantes obtenues par Pawel et Campbell sont la justification de l'apparition d'un réseau de fissures selon Evans [45]. Effectivement lors de la galvanisation de plaques, un réseau de fissures apparaît dans la couche  $\delta$  dont la direction est perpendiculaire à l'interface (figure 24). La densité des fissures est réduite lorsqu'il y a galvanisation sur une seule face, car dans ces conditions les contraintes résiduelles sont relaxées par la déformation de l'échantillon rendue impossible par la symétrie de la plaque galvanisée des deux faces.

L'information donnée par ces différentes méthodes permet d'évaluer la contrainte maximale, recherchons maintenant la distribution de ces contraintes dans l'épaisseur de l'échantillon galvanisé.

## VI.C.2. Distribution des contraintes résiduelles.

L'obtention du graphe des variations de la flèche en fonction de l'épaisseur est obtenue soit par mesure directe ou par calcul à partir de la mesure du rayon de courbure. L'enlèvement de matière est effectué de façon chimique en utilisant de l'antimoine. La face à protéger est recouverte d'une résine. Les résultats obtenus montrent une variation importante de la déformée lors de l'enlèvement de la couche  $\delta$  et ceci en accord avec les résultats de J. Bouffette [30]. En reprenant les rayons de courbure,  $R$ , la flèche est déduite de la géométrie de l'éprouvette par la relation :

$$f = R \left( 1 - \cos \frac{l}{2R} \right) \quad (69)$$

La représentation de la variation de la flèche en fonction de l'épaisseur enlevée est illustrée sur la figure 25. La figure 26 représente la courbure d'un échantillon galvanisé sur une seule face par rapport à un échantillon galvanisé sur les deux faces. L'épaisseur relative des couches est mesurée à chaque étape par coupe microscopique.

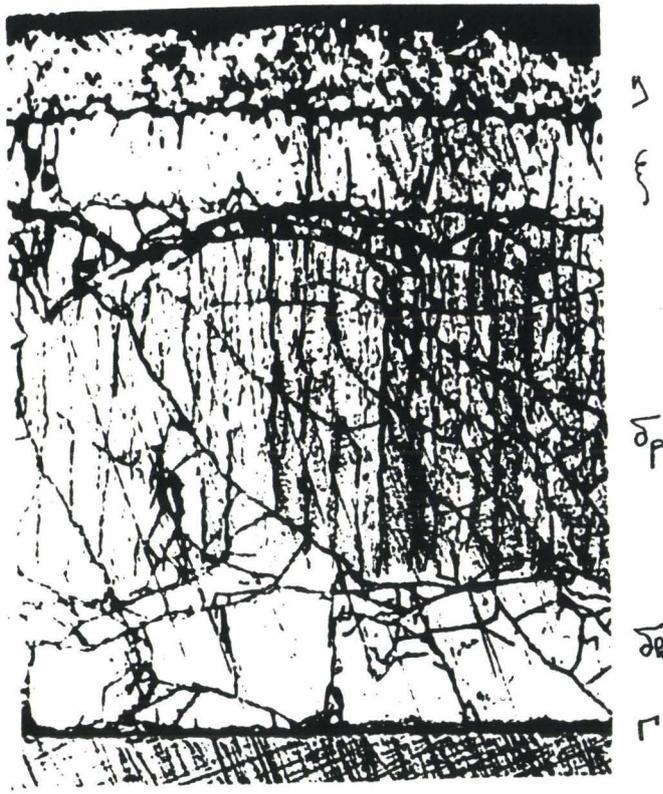


Fig. 24 : Fissures au sein de la couche delta de galvanisation

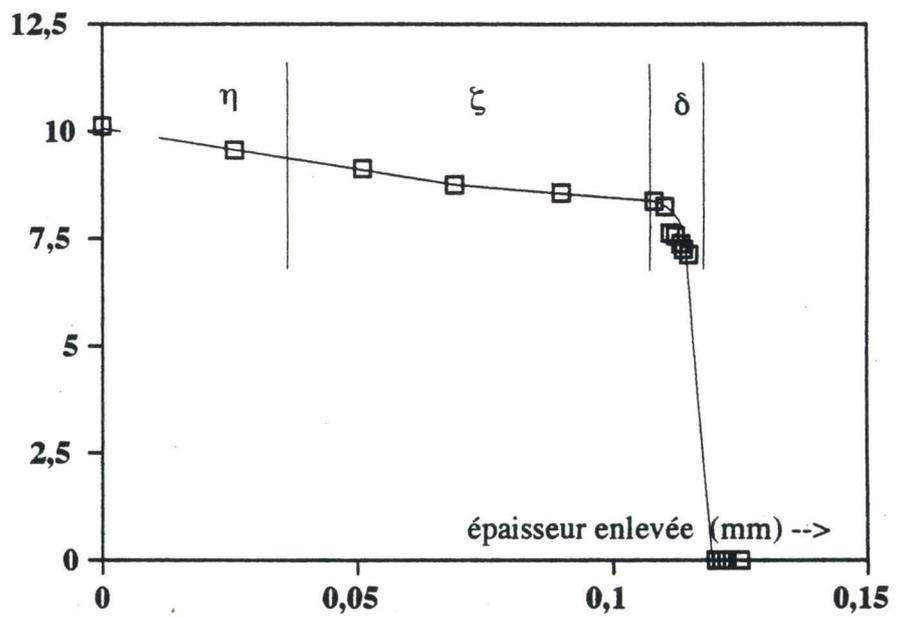


Fig. 25 : Variation de la flèche en fonction de l'épaisseur enlevée

Les points expérimentaux sont interpolés par un ensemble de quatre courbes ( 3 droites et une parabole) permettant de modéliser au mieux l'évolution de la flèche. L'équation (38) montre l'attention toute particulière à apporter à ce lissage compte tenue que la part de la fonction dérivée est importante dans le calcul de la distribution des contraintes. Dans ces conditions le logiciel permet d'obtenir les variations des contraintes résiduelles indiquées sur la figure 27. L'intensité la plus importante des contraintes se situe au sein de la couche  $\delta$  de galvanisation, résultat attendu de part la variation brutale de la flèche lors de l'enlèvement de cette couche. Dans le cas d'un revêtement sur deux faces d'une éprouvette d'acier hypo-sandelin, un réseau de fissures se forme rapidement dans la couche  $\delta$ , la fragilité de cette couche et l'importance des contraintes expliquent donc cette relaxation rapide au sein du revêtement galvanisé.

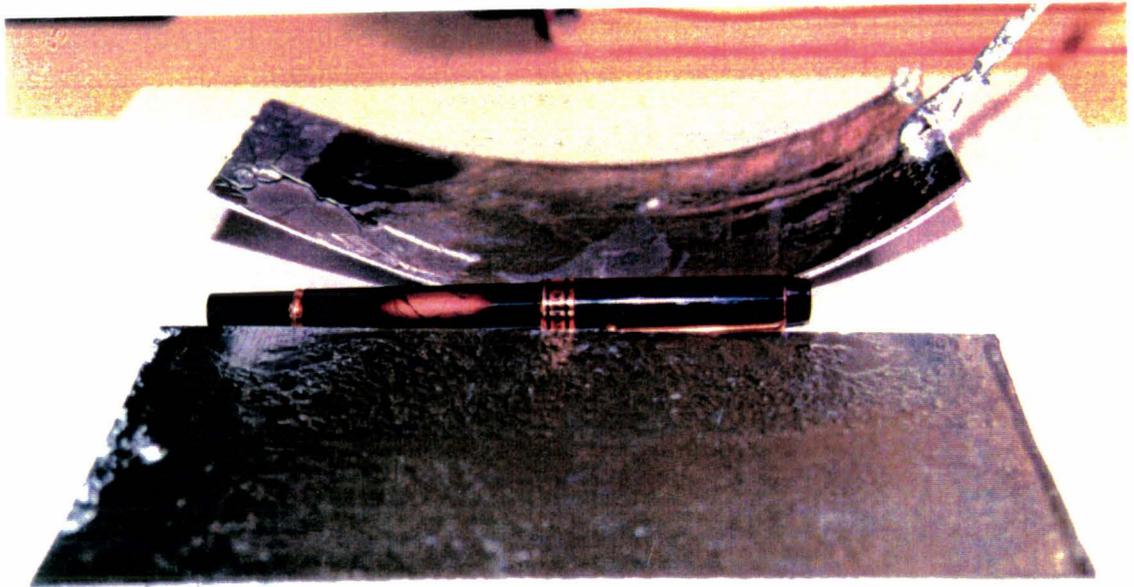


Fig 26 : Influence des contraintes résiduelles sur la déformée d'une tôle galvanisée d'une seule face.

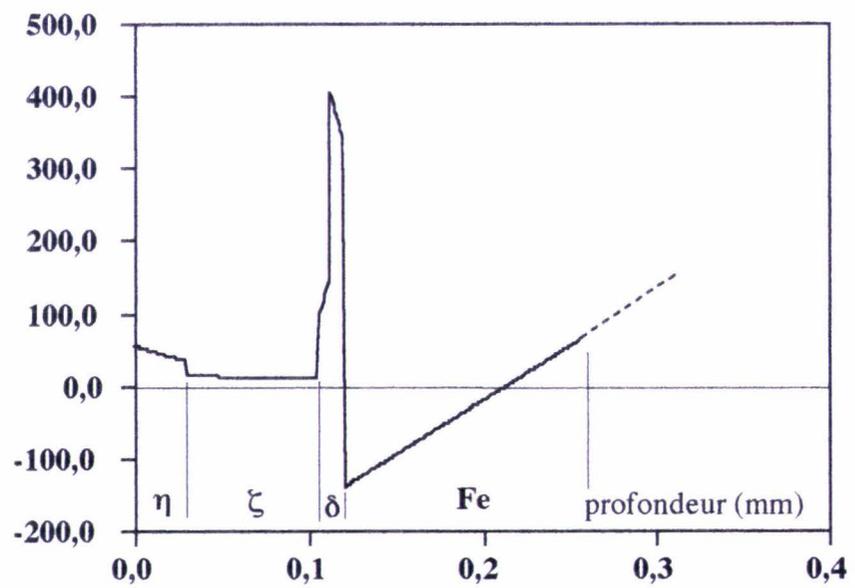


Fig. 27 : Distribution des contraintes dans un échantillon galvanisé

## VII. CONCLUSION

La détermination des contraintes résiduelles engendrées lors d'un dépôt est primordiale pour la connaissance des caractéristiques mécaniques du revêtement. Souvent la différence entre les coefficients de dilatation des matériaux utilisés suffit à expliquer l'existence de ces contraintes. De nombreuses approches sont effectuées dans le cas d'un bicouche, et une nouvelle formulation est mise en place pour un matériau stratifié. Il est alors possible d'évaluer la distribution des contraintes résiduelles d'origine thermique. Cette formulation appliquée à la galvanisation permet d'estimer la contrainte maximale, déterminée d'autre part à partir de la déformée de l'échantillon galvanisé. Cette détermination est effectuée à partir de la méthode de la flèche mais appliquée également à un matériau à plusieurs strates. Les calculs montrent la mise en évidence d'un maximum des contraintes au sein de la couche delta, mais nécessitent la connaissance des caractéristiques mécaniques de chaque intermétallique. Ces connaissances, notamment du module d'Young, restent approximatives et demandent une recherche supplémentaire [46], car les méthodes classiques ne peuvent s'appliquer à de faibles épaisseurs de revêtement. Les méthodes développées dans ce chapitre permettront de déterminer la contrainte à la rupture de la couche delta, donnant la possibilité d'étudier les réseaux de fissures dans l'intermétallique.

## VIII. LEGENDES DES FIGURES

- Fig. 1 : Courbes d'égale limite d'élasticité apparente lors d'un poinçonnement par une sphère dans le cas d'un état de contraintes planes [2].  
*Lines with same yield stress in sphere stamping [2].*
- Fig. 2 : Etats de contraintes sous l'indenteur Brinell lorsque la charge est appliquée [4].  
*States of stress at different points beneath a hardness indenteur when the load is applied [4].*
- Fig. 3 : Courbes de calibration pour l'indenteur Knoop et Vickers dans le cas d'un alliage d'aluminium [6].  
*Calibration curves about Knoop and Vickers diamond for Al alloy [6].*
- Fig. 4 : Indentation d'un substrat dans trois types de revêtements [17].  
*Vickers indentation for three stages of coating [17].*
- Fig. 5 : Méthode du bilame : hypothèse de Timoshenko [18].  
*Principle of bilame calculation from Timoshenko [18].*
- Fig. 6 : Principe de la méthode de calcul des contraintes résiduelles par diffraction des rayons X.  
*Principle of residual stresses determination method by X diffraction.*
- Fig. 7 : Contraintes induites par le polissage manuel selon Maeder et al. [23].  
*Manual polish stresses from Maeder et al. [23].*
- Fig. 8 : Contraintes résiduelles dans le cas du fraisage, du tournage et de la rectification [23].  
*Milling, turning and rectification residual stresses [23].*

Fig. 9 : Mise en évidence de l'effort  $F_{e_i}$  à appliquer au matériau  $i$  pour compenser l'effet de la dilatation des matériaux.

*$F_{e_i}$  definition about the material  $i$  to make up for dilatation phoneme.*

Fig. 10 : Mise en évidence de la largeur équivalente introduite lors du calcul des contraintes.

*Equivalent width definition during stress calculation.*

Fig. 11 : Efforts engendrés sur le matériau stratifié par la variation des coefficients de dilatation.

*Dilatation strains on stratified material.*

Fig. 12 : Mise en place de la numérotation des points dans le cas d'un matériau stratifié à deux couches.

*Example numbering points in the case of bilame.*

Fig. 13 : Modèle de Yu et al. [27].

*Yu et al. model [27].*

Fig. 14 : Evolution des contraintes résiduelles maximales en fonction de l'épaisseur de différents matériaux intercalés entre le bilame acier/ $Al_2O_3$  d'après Yu et al. [23].

*Tensile stress in the  $Al_2O_3$  in an  $Al_2O_3$  - interlayer - steel joint at function of interlayer thickness and interlayer material from Yu et al. [23].*

Fig. 15 : Principe de la méthode de Leluan [24].

*Lelaun method to determine the stress distribution [24].*

Fig. 16 : Principe de la méthode du trou incrémental proposé par Lu et al. [29,30].

*Incremental - hole method principe from Lu et al. [29,30].*

Fig. 17 : Convention et symboliques utilisées par la méthode de la flèche dans un matériau stratifié.

*Convention and symbols used in the bending method for stratified material.*

- Fig. 18 : Application et comparaison de la méthode du bilame généralisée.  
*Application and comparison of generalised bilam method.*
- Tab. 1 : Phases formées lors de la galvanisation au trempé [5]  
*Typical coatings formed during the hot dip galvanising [5]*
- Fig. 19 : Cinétique de croissance des couches de galvanisation  
*galvanising coatings thickness kinetic*
- Fig. 20 : Influence du silicium sur l'épaisseur du revêtement [5]  
*Effect of silicon on the coating thickness [5]*
- Fig. 21 : Influence de l'alliage de galvanisation, Polygalva ®, sur la croissance des couches [5]  
*Effect of galvanising alloy, Polygalva ®, on thickness kinetic [5]*
- Fig. 22 : Variation de la ténacité avec  $\sqrt{c}$  pour la couche delta de galvanisation. Mise en évidence de la relaxation des contraintes par un traitement de recuit.  
*Vickers indentation toughness versus  $\sqrt{c}$  for galvanised delta coating and effect of stress relaxation by heat treatment.*
- Fig. 23 : Influence des coefficients de dilatation des intermétalliques Fe-Zn sur les contraintes par rapport au cas du système Fe-Zn.  
*Influence of intermetallics Fe-Zn dilatation coefficients on residual stress .*
- Fig. 24 : Fissures au sein de la couche delta de galvanisation.  
*Cracks in galvanised delta coating.*
- Fig. 25 : Variation de la flèche en fonction de l'épaisseur enlevée.  
*Bend versus chemical tooling sample.*

Fig. 26 : Déformation de l'échantillon galvanisé sur une seule face par rapport à un échantillon galvanisé des deux cotés.

*Difference between one face galvanised sample and normal galvanised sample.*

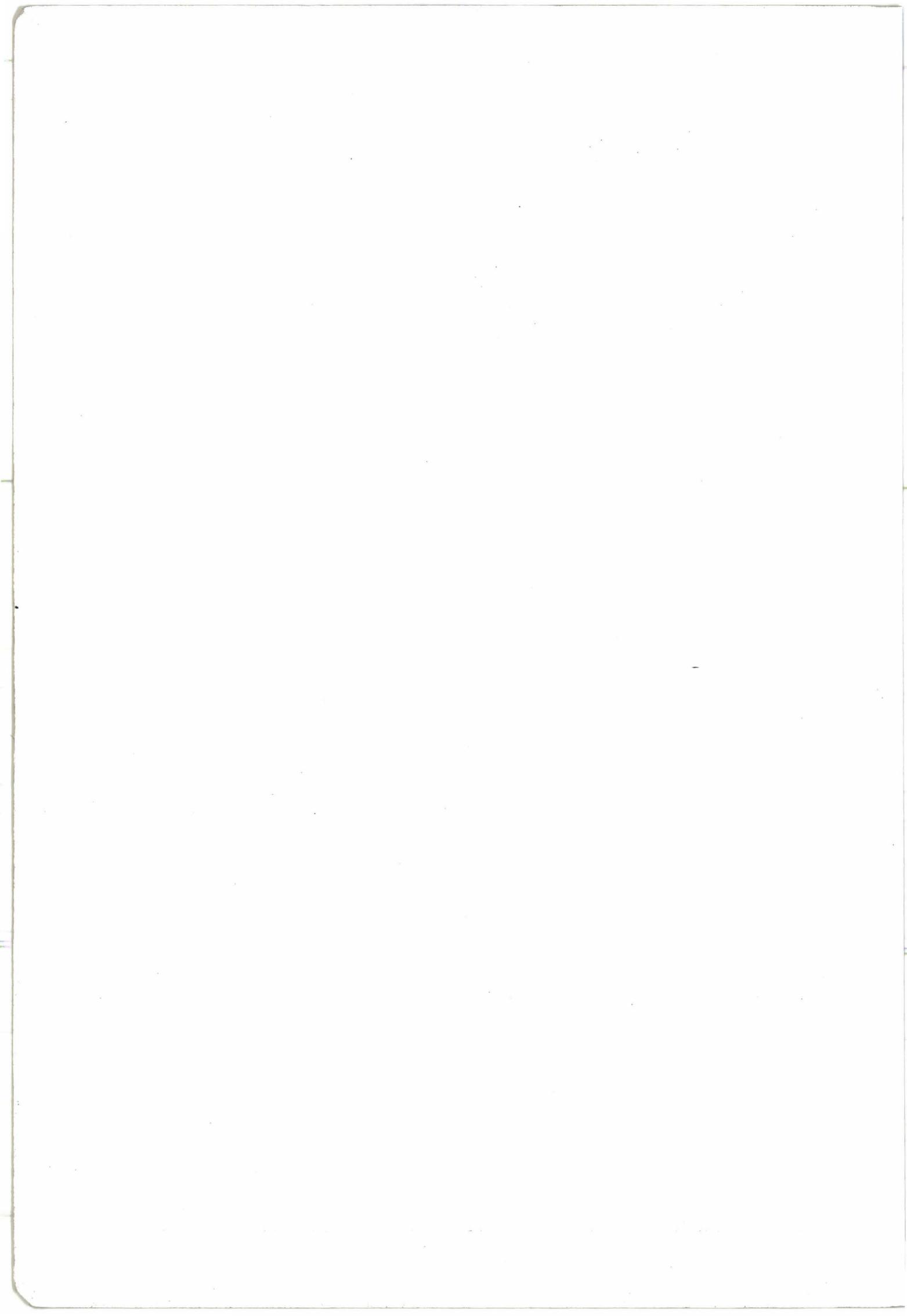
Fig. 27 : Distribution des contraintes dans un échantillon galvanisé.

*Stress distribution in galvanised sample.*

## IX. BIBLIOGRAPHIE

- 1 J. UNDERWOOD, *Residual-stress measurement using surface displacements around an indentation*, Exp. Mech., 13, 1973, pp 373-380.
- 2 J. FRELAT, *Mesure des contraintes résiduelles par une méthodes non destructive.*, Revue Française de Mécanique., 65, 1978, pp 65-75.
- 3 F. FRANKEL, A. ABBATE and W. SCHOLZ, *The effect of residual stresses on hardness measurements*, Exp. Mech., 33, 2, 1993, pp 164-168.
- 4 M. C. SHAW, T. HOSHI and P. HENRY, *Reverse plastic flow associated with plastic indentation*, Trans. ASME, 101, 5, 1979, pp 104-108.
- 5 D. TABOR, *The Hardness of Metals.*, Oxford Clarendon Press, 1951.
- 6 B. STENGEL and T. GAYMAN, *Determination of residual stresses by indentation hardness testing*, Agard Conference Proceedings, 53, pp 16,1-16,6.
- 7 H. H. RACKE and T. FETT, *Die Bestimmung biaxialer Eigenspannungen in Kunststoff-Oberflächen durch Knoop-Härtemessungen*, Materialprüf., 13, 2, 1971, pp 37-42.
- 8 D. B. MARSHALL and B. R. LAWN, *An indentation technique for measuring stresses in tempered glass surfaces.*, J. of the Am. Ceram. Soc., 60, 1-2, 1977, pp 86-87.
- 9 C. B. PONTON and R. D. RAWLINGS, *Vickers indentation fracture toughness test. Part 2 Application and critical evaluation of standardised indentation toughness equations.*, Mat. Sci. Tech., 5, 1989, pp 961-976.
- 10 R. F. COOK and D. H. ROACH, *J. Mater. Res.*, 1986, pp 589-600.
- 11 R. F. COOK and E. G. LINIGER, *Kinetics of indentation cracking in glass*, J. Am. Ceram. Soc., 76, 5, 1993, pp 1096-1105.
- 12 B. LAWN and R. WILSHAW, *Review : indentation fracture : principles and applications*, J. Mater. Sc., 10, 1975, pp 1049-1081.
- 13 G. R. ANSTIS, P. CHANTIKUL, B. R. LAWN and D. B. MARSHALL, *A critical evaluation of indentation techniques for measuring fracture toughness : I Direct crack measurements*, J. Am. Ceram. Soc., 64, 9, 1981, pp 533-538.
- 14 P. K. GUPTA and N. J. JUBB, *J. Am. Ceram. Soc.*, 1981, pp C111-C114.
- 15 D. B. MARSHALL and B. R. LAWN, *Residual stress effects in sharp contact cracking. Part I : indentation fracture mechanics.*, J. Mater. Sc., 1979, pp 2001-2012.
- 16 B. R. LAWN and E. R. FULLER, *Measurement of thin layer surface stresses by indentation fracture*, J. Mater. Sc., 19, 1984, pp 4061-4067.
- 17 M. F. GRUNINGER, B. R. LAWN and E. N. FARABAUGH, *Measurement of residual stresses in coatings on brittle substrates by indentation fracture*, J. Am. Ceram. Soc., 70, 5, 1987, pp 344-348.
- 18 S. TIMOSHENKO, *"Strength of materials"*, Van Nostrand East West Press, 1958.
- 19 R. E. PAWEL and J. J. CAMPBELL, *Stress measurement during the oxydation of tantalum and niobium*, Acta Metall., 14, 1966, pp 1827-1833.
- 20 J. K. TIEN and J. M. DAVIDSON, *Stress effects and the oxydation of metals*, Ed by J. V. CATHCART New York AIME, 1975, pp 200-219.
- 21 G. DREIER, G. ELSSNER, S. SCHMAUDER and T. SUGA, *Determination of residual stresses in bimerials*, J. Mat. Sc., 29, 1994, pp 1441-1448.
- 22 H. H. LESTER and R. H. ABORN, *Army Ordonance*, 1925, pp 120, 200, 223, 364.
- 23 G. MAEDER, J. L. LEBRUN and J. M. SPRAUEL, *Caractérisation mécanique des surfaces par diffraction X*, Matériaux et Techniques, 4-5, 1981, pp 135-149.
- 24 J. BARRALIS and L. CASTEX, *Etude de la distribution des phases et des contraintes dans des couches nitrurées d'acier 32 CDV 13.*, Mémoires et Etudes Scientifiques Revue de Métallurgie, 9, 1984, pp 457.
- 25 L. BARRALIER, G. BARREAU and J. BARRALIS, *Influence de l'origine des contraintes résiduelles sur leur relaxation thermique dans le cas d'aciers alliés.*, Revue de Métallurgie, Science et Génie des Matériaux., 5, 1993, pp 637-649.
- 26 B. REYNIER, *"Etude par diffractométrie X du comportement en fatigue d'un alliage d'aluminium-lithium grenailé."*, Thèse, ENSAM, 1993.
- 27 H. Y. YU, S. C. SANDAY and B. B. RATH, *Residual stresses in ceramic-interlayer-metal joints*, J. Am. Ceram. Soc., 76, 7, 1993, pp 1661-1664.
- 28 A. LELUAN, *Etude d'une méthode de détermination de contraintes résiduelles ou contraintes propres*, Colloque du G.A.M.I., 1968, pp 19-24.
- 29 J. F. FLAVENOT and A. NIKI LARI, *La mesure des contraintes résiduelles: méthode de la «flèche» et méthode de la «source de contraintes»*, Mémoires Techniques du CETIM, 31, 1977, pp 1-42.
- 30 O. DOI, *Measurement of principal residual stresses in a plate when their directions are unknown*, Bulletin of J.S.M.E., 8, 30, 1965, pp 150-158.

- 31 O. DOI and T. UKAI, *Residual stress measurement of multi-layered plate by curvature method*, Bulletin of J.S.M.E., 14, 67, 1971, pp 1-10.
- 32 J. LU, A. NIKI-LARI and J. F. FLAVENOT, *Mesure des contraintes résiduelles en profondeur par la méthode du trou incrémentale.*, Mém. et Et. Sc. Rev. Mét., 2, 1985, pp 69-81.
- 33 J. LU, A. NIKI-LARI and J. F. FLAVENOT, *Récents développements de la mesure des contraintes résiduelles par perçage incrémental.*, Matériaux et Techniques, 12, 1985, pp 709-718.
- 34 B. ELHAMDI, A. LODINI, M. PERRIN and C. BRAHAM, *Caractérisation mécanique d'un dépôt d'alumine réalisé par projection plasma.*, La revue de Métallurgie - CIT, Science et Génie des matériaux, 9, 1994, pp 1244.
- 35 K. SUGANUMA, T. OKAMOTO, M. KOIZUMI and M. SHIMADA, *Effect of interlayers in ceramic-metal joints with thermal expansion mismatches*, Comm. of Am. Cer. Soc., 67, 12, 1984, pp C256-C257.
- 36 *Atlas Métallographique du zinc et des alliages de zinc*, Edité par Centre de Recherches Métallographiques, Liège, 1981.
- 37 G. REUMONT, *"Etude thermodynamique et structurale du système Fe-Ni-Zn ; application à la formation de mattes en galvanisation."*, Thèse, USTL, Lille, 1990.
- 38 J. C. TISSIER, *"Equilibres stables et métastables dans le diagramme Fe-Zn-Al en relation avec le processus de galvanisation à 450 °C."*, Thèse, USTL, Lille, 1992.
- 39 W. J. TOMLINSON and J. R. PATEL, *Silicon steels hot-dip galvanized with zinc-nickel alloys*, J. Mater. Sc. Let., 10, 1991, pp 384-388.
- 40 C. DAGBERT, R. BOULIF, J. GALLAND and C. CABRILLAC, *Influence des éléments d'addition présents dans les bains de galvanisation sur la résistance à la corrosion atmosphérique d'aciers galvanisés.*, Mat. et Techn., 7-8, 1990, pp 11-16.
- 41 J. BOUFFETTE-ARYANI, *"Comportement mécanique des aciers galvanisés"*, Thèse, USTL, Lille, 1985.
- 42 A. IOST and J. FOCT, *Mesure de la ténacité par indentation : application à la galvanisation.*, Mém. Et. Sci. Rev. Mét., 12, 1992, pp 757-767.
- 43 A. G. EVANS and E. A. CHARLES, *Fracture toughness determination by indentation*, J. Am. Ceram. Soc., 59, 7-8, 1976, pp 371-372.
- 44 B. R. LAWN and E. R. FULLER, *Equilibrium penny-like cracks in indentation fracture.*, Journal of Materials Science, 10, 1975, pp 2016-2024.
- 45 H. E. EVANS, *Stress effects in high temperature oxidation of metals*, Int. Mat. Rev., 40, 1, 1995, pp 1-40.
- 46 R. BIGOT, *Détermination et évaluation des contraintes résiduelles dans les matériaux stratifiés*, Comm. SF2M Analyse des contraintes résiduelles, Paris, 1995.



## CONCLUSION GÉNÉRALE

Dans ce travail nous avons principalement caractérisé les propriétés mécaniques aux surfaces et interfaces à l'aide de l'essai de dureté Vickers. Comme les épaisseurs de revêtements à étudier, dépôt de verre, galvanisation, sont faibles (10 à 100 micromètres), les charges utilisées sont comprises entre 5 gf et 2000 gf, dans le domaine de la microdureté.

Un premier problème concerne la variation de la dureté avec la charge appliquée. Pour le résoudre, nous nous sommes efforcés de comprendre qu'elle était la signification physique de cette variation en prenant comme base expérimentale des essais sur des matériaux massifs (alliage de titane, alliage d'aluminium, fils d'armature de précontraintes). Nous avons montré que la dépendance de la dureté avec la charge n'était qu'un artefact. Pendant l'essai de dureté et principalement pendant le retrait de l'indenteur, il se forme un bourrelet sur les bords de l'empreinte pour les matériaux étudiés. Ce bourrelet supporte une partie de la charge appliquée, dont il faut tenir compte dans la formulation mathématique de la dureté Vickers. Avec l'hypothèse d'une largeur constante le long du côté de l'empreinte, nous avons montré que la dureté corrigée est constante quelque soit la charge appliquée. Les observations au microscope confocale à source laser, confortées par le développement d'outils informatiques, valident les hypothèses sur la géométrie du bourrelet et notamment son absence aux coins de l'empreinte.

Nous avons ensuite étudié la dureté d'un film déposé sur un substrat. Les principaux modèles de la bibliographie utilisent des lois de mélanges, volumiques ou surfaciques, mais sans intégrer de façon systématique la variation de la dureté avec la charge. Nous avons donc repris et modifié le modèle du mélange des aires indentées en y incluant cette variation. Une validation est effectuée sur des données issues de la bibliographie avant d'être appliquée à un revêtement de chrome dur déposé sur un acier doux. La présence de fissures dans le film, à l'intérieur de l'empreinte, observées en microscopie à balayage justifie le choix des constantes du modèle.

La détermination de l'adhérence des revêtements est le troisième problème que nous traitons. La partie bibliographique sur les essais mécaniques d'adhérence illustre la difficulté de définir la notion d'adhérence. L'essai de dureté Vickers est choisi à cause de la faible dimension de nos échantillons. La charge critique d'apparition des fissures est évaluée par une approche

expérimentale itérative ou par la corrélation des points expérimentaux. Ces deux méthodes sont cohérentes et ne distinguent pas de différence entre les cuissons des verres. Un polissage successif de la surface d'un échantillon indenté permet de reconstruire la forme des fissures engendrées sous l'empreinte Vickers. Nous pouvons alors calculer la ténacité des revêtements. L'ensemble des résultats montre une ténacité voisine de  $1 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$  pour tous les verres étudiés. Dans un second temps, la mise en oeuvre d'essais sur coupe perpendiculaire aux revêtements nous permet de conclure à une adhérence satisfaisante entre le verre et le substrat. En effet, les fissures sont créées dans le verre et non à l'interface.

La dernière partie de ce travail porte sur la détermination des contraintes résiduelles, qui influent la tenue des interfaces. Une synthèse bibliographique démontre la multitude des formulations de contraintes résiduelles et plusieurs modèles de contraintes résiduelles d'origine thermique sont exposés et appliqués à la galvanisation des aciers. Nous en profiterons pour montrer l'intérêt de l'existence d'interfaces possédant un gradient de coefficient de dilatation entre le substrat et le film. Devant les hypothèses restrictives (domaine plastiques, constantes élastiques ...) des méthodes d'évaluation mathématique, nous avons développé un nouveau modèle que nous appliquons à la galvanisation.

Les principales leçons que nous tirons de ce travail sont que les traitements de surface et leurs caractérisations nécessitent une approche minutieuse afin de s'affranchir d'artefacts. Une réflexion sur le choix d'interfaces spécifiques entre le film et le substrat permet une diminution des contraintes résiduelles et favorise une adhérence entre les matériaux. Une meilleure compréhension des procédés d'élaboration des matériaux revêtus est nécessaire pour améliorer la tenue des pièces en service.



**Régis BIGOT**  
Laboratoire de Métallurgie Physique  
Université des Sciences et Technologies de Lille  
Bâtiment C6, 59653 Villeneuve d'Ascq Cedex

**Caractérisation des propriétés mécaniques aux surfaces et interfaces  
à l'aide de l'essai de dureté.**

La difficulté pour caractériser les interfaces des matériaux revêtus est à l'origine de ce travail. La faible épaisseur des revêtements exclue l'utilisation des essais classiques de la mécanique de la rupture et justifie l'application de l'essai de dureté Vickers.

Dans une première partie, nous étudions la variation de la dureté d'un matériau massif en fonction de la charge appliquée. L'observation microscopique de la formation d'un bourrelet, sur des échantillons d'alliage de titane (TA6V), d'aluminium (2024-T3) ou d'acier (XC 80) permet de modéliser la variation de la dureté avec la charge.

Dans une deuxième partie, nous proposons une amélioration des modèles de la littérature pour les matériaux revêtus. L'application de cette nouvelle formulation aux revêtements de chrome dur sur acier ou inox permet d'obtenir la dureté intrinsèque du dépôt.

Dans une troisième partie, nous montrons que l'essai de dureté donne aussi la possibilité de caractériser la ténacité des revêtements fragiles et l'adhérence de l'interface substrat/film en étudiant la propagation des fissures aux coins de l'empreinte Vickers. Cet essai est appliqué aux dépôts de verre sur acier.

En ce qui concerne l'adhérence, nous montrons dans une dernière partie l'importance du choix des interfaces en fonction des contraintes résiduelles dans le cas des aciers galvanisés. La détermination expérimentale des contraintes résiduelles illustre les limites des calculs développés dans le cadre de nos travaux mais également les limites des modèles bibliographiques.

**Mechanical properties characterisation at surfaces and interfaces  
by hardness indentation.**

The origin of this work is the difficulty to characterise the interface of a coated substrate. The low thickness of the coating excludes the use of mechanical tests and justifies the application of Vickers hardness.

In section I, the hardness variation of conventional bulk material versus the applied load has been studied. The microscopic observation of bulge formation on titanium (TA6V), aluminium (2024-T3) and steel (XC 80) samples is used for the representation of the hardness variation with the applied load.

In section II, a model was proposed to take into account the load variation. This model has been applied to Cr-coating on a low carbon and stainless steels. The intrinsic hardness of coating can be obtained, by this way.

In section III, the toughness of a brittle coating and his adherence on the substrate was studied by the measurement of crack propagation at Vickers print corners. This test is applied to glass coating on steel.

The residual stresses induced by the deposition process are studied in section IV. A new model was developed and applied to galvanizing.