

N° d'ordre :

---

UNIVERSITE DES SCIENCES ET TECHNOLOGIES DE LILLE

# THESE

*présentée par*

**Alberto PERTUZ**

*pour l'obtention du*

TITRE DE DOCTEUR EN MECANIQUE

*intitulée*

---

L'INDENTATION VICKERS ET KNOOP  
DES MATERIAUX MASSIFS OU REVETUS :  
Dureté, ténacité et adhérence.

---

Soutenue le 11 décembre 2003 devant le jury d'examen :

Président : **FEUGEAS Jorge** - Professeur à l'institut de Physique - Université Nationale de Rosario (Argentine).

Rapporteurs : **ROCHDI el Abdi** - Professeur à l'Université de Rennes.  
**JOUAN Pierre-Yves** - Maître de Conférence Habilité à Diriger des Recherche à la Université de Valenciennes.

Examineurs : **De MIRANDA Paulo Emilio Valadao** - Professeur à l'Université Fédérale du Rio de Janeiro (Brésil).

Directeurs : **LESAGE Jacky**, Professeur à l'Université de Lille 1.  
**CHICOT Didier**, Maître de Conférences habilité à l'Université de Lille 1.

*Diego Alberto*

*Alexandra Giselle*

## **- REMERCIEMENTS -**

---

Ce travail a été effectué au Laboratoire de Mécanique des Matériaux du **Professeur Gérard Mesmacque** de l'IUT A de l'Université des Sciences et Technologies de Lille. Ce laboratoire appartient à l'axe Fiabilité Mécanique des Matériaux et des Structures, composante du Laboratoire de Mécanique de Lille (UMS CNRS 8107) dirigé par le **Professeur Guy Caignaert**. Mon travail s'est intégré dans la thématique « Ingénierie des Surfaces ».

Les travaux ont été réalisés sous la direction de Monsieur le **Professeur Jacky LESAGE**, animateur du groupe « Ingénierie des Surfaces », à qui j'adresse mes profonds et sincères remerciements pour m'avoir donné l'occasion de travailler au sein de son équipe, et aussi pour ses compétences, pour m'avoir aidé et encouragé, pour son enthousiasme, sa gentillesse et sa compréhension dans tous les précieux moments qu'il a su me consacrer. Je tiens à renouveler mes remerciements au **Professeur Jacky LESAGE** qui, par son esprit de synthèse, a largement contribué à la réalisation de ce travail.

Je tiens tout particulièrement à remercier chaleureusement et vivement Monsieur **Didier CHICOT**, Maître de Conférences Habilité, pour m'avoir dirigé dans mes travaux de recherche. Je le remercie également pour les nombreux moments qu'il m'a consacrés, notamment pour son aide précieuse à l'interprétation des résultats et à la réalisation de ce document. Pour ses compétences, pour m'avoir guidé et conseillé, je lui renouvelle mes plus vifs remerciements.

Que Monsieur le **Professeur El Addi ROCHDI** de l'Université de Rennes et **Pierre-Yves JOUAN**, Maître de Conférence Habilité de l'Université de Valenciennes, trouvent ici toute ma gratitude pour avoir accepté d'être les rapporteurs de mon mémoire.

Je tiens à remercier particulièrement, Monsieur le **Professeur Jorge FEUGEAS**, Directeur de Recherches à l'institut de Physique de l'Université de Rosario (Argentine), pour m'avoir fait l'honneur de participer au jury de soutenance de mon doctorat.

Je tiens à remercier aussi Monsieur le **Professeur Paulo Emilio Valadao de MIRANDA**, Directeur du Laboratoire de Hidrogênio à l'Université Fédérale du Rio de Janeiro (Brésil) qui me fait l'honneur d'accepter l'examen de l'ensemble des résultats présentés dans ce mémoire.

J'adresse mes chaleureux remerciements au **Professeur Gérard MESMACQUE** et à tous les membres du laboratoire qui ont contribué à la bonne réalisation de ces travaux.

Je tiens à remercier aussi Madame le **Professeur Mariana STAIA** et Monsieur le **Professeur Eli Saul PUCHI** de l'Université Centrale du Venezuela à Caracas pour m'avoir donné les moyens de mener à bien ce travail qui entre dans le cadre d'une collaboration scientifique du type II entre la France et le Venezuela.

Je remercie également l'ensemble des membres et collègues de l'atelier et secrétariat de l'I.U.T. pour la qualité du travail qu'ils ont toujours donné et leur dévouement.

Que mes collègues du vélo et amis du groupe latins que j'ai côtoyés, et grâce auxquels ce travail a pu être effectué dans une ambiance agréable, trouvent ici l'expression de ma sympathie.

Je remercie également avec reconnaissance le Conseil de Développement Scientifique et d'Humanisme (C.D.C.H.) de l'Université Centrale du Venezuela pour son soutien financier ce qui m'a permis de mener mon travail de recherche dans de bonnes conditions.

# - SOMMAIRE -

---

<b><i>Introduction générale</i></b>	<b>1</b>
<b><u>PARTIE A</u> : Etude Bibliographique « <b><u>L'indentation des matériaux</u></b> »</b>	<b>5</b>
Chapitre AI : <b><i>L'indentation pour la mesure de dureté</i></b>	<b>6</b>
<b>AI-1. Définition.</b>	<b>6</b>
<b>AI-2. Principe.</b>	<b>8</b>
<b>AI-3. Les indenteurs et le nombre de dureté correspondant.</b>	<b>9</b>
AI-3.1. Indenteur bille.	9
AI-3.2. Indenteur cône.	10
AI-3.3. Indenteurs pyramides.	11
<i>AI-3.31. Indenteur Vickers</i>	11
<i>AI-3.32. Indenteur Knoop</i>	13
<i>AI-3.33. Indenteur Berkovitch</i>	14
AI-3.4. Synthèse.	15
<b>AI-4. Déformation au voisinage d'une empreinte.</b>	<b>15</b>
<b>AI-5. Relation charge / taille d'empreinte.</b>	<b>18</b>
AI-5.1. Domaines de dureté.	18
AI-5.2. Modèles décrivant l'effet ISE.	19
<b>AI-6. Relation entre les nombres de dureté Vickers et Knoop.</b>	<b>24</b>
<b>AI-7. Discussion.</b>	<b>27</b>
<b>Bibliographie du chapitre AI</b>	<b>28</b>
Chapitre AII : <b><i>L'indentation pour déterminer la ténacité</i></b>	<b>31</b>
<b>AII-1. Introduction.</b>	<b>31</b>
<b>AII-2. Formes des fissures.</b>	<b>31</b>
<b>AII-3. Expressions de la ténacité.</b>	<b>34</b>
<b>AII-4. Approches expérimentales.</b>	<b>36</b>
<b>AII-5. Fissuration par indentation knoop.</b>	<b>39</b>
<b>AII-6. Discussion.</b>	<b>41</b>
<b>Bibliographie du chapitre AII</b>	<b>42</b>

Chapitre AIII : <i>L'indentation pour déterminer la ténacité interfaciale</i>	45
<b>AIII-1. Introduction.</b>	45
<b>AIII-2. Principe de l'essai d'indentation interfaciale.</b>	45
AIII-2.1. Définition de la charge critique.	45
AIII-2.2. Définition de la ténacité apparente d'interface.	49
<b>AIII-3. Méthodologie.</b>	51
<b>AIII-4. Quelques résultats expérimentaux.</b>	51
<b>AIII-5. Discussion.</b>	54
<b>Bibliographie du chapitre AIII</b>	55
Chapitre AIV : <i>L'indentation pour déterminer la dureté des films minces.</i>	57
<b>AIV-1. Introduction.</b>	57
<b>AIV-2. Présentation du problème.</b>	57
<b>AIV-3. Les modèles de dureté.</b>	58
AIV-3.1. Modèles prédictifs.	58
AIV-3.2. Modèles descriptifs.	67
<b>AIV-4. Discussion.</b>	70
<b>Bibliographie du chapitre AIV</b>	71
<u>PARTIE B</u> : Etude expérimentale	
« <u>Développements de l'indentation Vickers et Knoop</u> »	73
Chapitre BI : <i>Effet de charge et conversion des duretés Vickers et Knoop</i>	74
<b>BI-1. Introduction.</b>	74
<b>BI-2. Techniques expérimentales et matériaux.</b>	74
BI-2.1. Techniques expérimentales.	74
BI-2.2. Matériaux.	75
<b>BI-3. Effet de charge en indentation.</b>	76
BI-3.1. Résultats expérimentaux.	76

BI-3.2. Application des modèles ISE.	78
BI-3.3. Rôle d'une lubrification sur les mesures de dureté.	81
BI-3.4. Comparaison des résultats avec l'effet d'un meulage.	86
BI-3.5. Discussion sur le polissage électrolytique.	89
<b>BI-4. Estimation du module d'élasticité.</b>	<b>90</b>
BI-4.1. Introduction.	90
BI-4.2. Nouvelle définition de la dureté Knoop.	94
BI-4.3. Comparaison des duretés Vickers et Knoop.	95
BI-4.4. Détermination du module d'élasticité.	99
<b>BI-5. Conclusion.</b>	<b>100</b>
<b>Bibliographie du chapitre BI</b>	<b>101</b>
Chapitre BII : <i>Fissuration Vickers et Knoop de matériaux massifs</i>	104
<b>BII-1. Introduction.</b>	<b>104</b>
<b>BII-2. Techniques expérimentales, matériaux et résultats.</b>	<b>104</b>
<b>BII-3. Modes de fissuration en indentation Vickers.</b>	<b>106</b>
BII-3.1 Rappel sur les généralités.	106
BII-3.2 Critère de fissuration.	108
BII-3.3 Application du critère de fissuration.	110
<b>BII-4. Calcul de la ténacité à la fracture.</b>	<b>113</b>
<b>BII-5. Ténacité et indentation Knoop.</b>	<b>120</b>
BII-5.1 Résultats et observations.	120
BII-5.2 Analyse des résultats.	121
BII-5.3 Calcul de la ténacité Knoop.	123
<b>BII-6. Conclusion.</b>	<b>124</b>
<b>Bibliographie du chapitre BII</b>	<b>125</b>
Chapitre BIII : <i>Indentation interfaciale avec l'indenteur Knoop</i>	127
<b>BIII-1. Introduction.</b>	<b>127</b>
<b>BIII-2. Matériaux et techniques expérimentales.</b>	<b>127</b>
<b>BIII-3. Indentation interfaciale avec l'indenteur Vickers.</b>	<b>128</b>
BIII-3.1. Résultats.	128

BIII-3.2. Droite de dureté apparente.	129
BIII-3.3. Droite de fissuration et calcul de $K_{CA}$ .	130
<b>BIII-4. Indentation Interfaciale avec l'indenteur Knoop.</b>	<b>133</b>
BIII-4.1. Résultats.	133
BIII-4.2. Droite de dureté apparente.	134
BIII-4.3. Droite de fissuration et calcul de $K_{CA}$ .	135
<b>BIII-5. Comparaison Vickers - Knoop.</b>	<b>137</b>
<b>BIII-6. Conclusion.</b>	<b>139</b>
<b>Bibliographie du chapitre BIII</b>	<b>139</b>
Chapitre BIV : <i>Indentation de films minces</i>	141
<b>BIV-1. Introduction.</b>	<b>141</b>
<b>BIV-2. Données expérimentales.</b>	<b>142</b>
<b>BIV-3. Le modèle.</b>	<b>145</b>
<b>BIV-4. Application et validation du modèle.</b>	<b>149</b>
<b>BIV-5. Conclusion.</b>	<b>156</b>
<b>Bibliographie du chapitre BIV</b>	<b>157</b>
<b><i>Conclusion générale</i></b>	<b>159</b>

# ***- INTRODUCTION GENERALE -***

---

La technique d'indentation des matériaux est largement répandue. Elle est utilisée pour caractériser les propriétés mécaniques des matériaux comme leur dureté, leur module d'élasticité ou encore leur résistance à la fissuration. Qu'il s'agisse de laboratoires industriels, de recherche ou encore de salles de travaux pratiques, l'appareil d'indentation en est souvent l'instrument de base. Ceci montre bien le caractère universel de l'essai d'indentation qui s'est largement répandu du fait de sa simplicité de mise en œuvre et de son coût relativement faible.

L'essai de dureté repose sur l'application d'un pénétrateur à la surface du matériau à tester. Le pénétrateur, ou indenteur, peut présenter différentes formes géométriques simples : sphère, cône ou encore pyramide. Lorsque l'indenteur est soumis à une charge donnée, il pénètre dans le matériau, d'autant plus facilement que celui-ci est mou. Lors du retrait de l'indenteur, il subsiste dans le matériau une empreinte résiduelle de forme similaire à celle de l'indenteur entourée d'une zone déformée plastiquement. On calcule alors un nombre en effectuant le rapport entre la charge appliquée et une aire représentative de l'empreinte. Ce nombre, appelé nombre de dureté, est équivalent à une contrainte. De manière intuitive, la dureté caractérise donc la résistance à l'enfoncement du pénétrateur supposé indéformable.

Ce n'est pas une propriété intrinsèque car le nombre de dureté obtenu par l'essai d'indentation dépend de la nature du pénétrateur, bille ou cône par exemple, mais aussi de l'amplitude de la charge. En effet, suivant la charge appliquée, on observe une évolution appelée effet de taille d'empreinte. La dépendance de la valeur de la dureté avec la charge appliquée a été largement étudiée par Meyer (1908), Bückle (1973), Hays-Kendall (1973), Bull (1989), Li et Bradt (1993) et plus récemment dans une revue bibliographique par Gong (2001). Ces études cherchent à décrire mathématiquement l'évolution de la charge avec un paramètre géométrique représentatif de la taille de l'empreinte. Mais donner une signification physique aux coefficients de ces lois n'est pas évident. C'est pourquoi, Nix et Gao (1998) ont proposé une approche basée sur la théorie de Taylor (1935) qui explique la déformation plastique à l'aide de la théorie des dislocations. Nix et Gao y associent la théorie du gradient de plasticité qui tient compte des dislocations géométriquement nécessaires pour assurer la continuité de la déformation à l'échelle locale.

Les phénomènes rencontrés pendant l'indentation des matériaux amènent de plus en plus de chercheurs à discuter du sens physique qu'ils attribuent à leurs résultats. Pour contribuer à cet effort, nous montrons dans un **premier chapitre** que les effets de taille constatés peuvent être dus à la préparation des surfaces et qu'il faut le dissocier d'un réel effet de taille lié aux mouvements des dislocations au voisinage de la surface libre. Nous montrons aussi que la comparaison des nombres de duretés obtenus avec des indenteurs Knoop et Vickers conduit à une bonne estimation du module d'élasticité si on modifie l'écriture de la dureté Knoop.

Lorsque l'indentation est effectuée sur des matériaux fragiles avec des indenteurs pyramidaux, des fissures peuvent apparaître aux extrémités des empreintes dans le prolongement des diagonales. Il est admis depuis de nombreuses années que les fissures peuvent se développer de manière différente. Par exemple lorsque les fissures sont générées aussi sous l'empreinte, elles sont appelées de type médian et lorsqu'elles sont développées aux extrémités de l'empreinte, elles ont une forme de demi ellipse appelée de type Palmqvist (1957). A partir de la Mécanique Linéaire de la Rupture, de nombreux auteurs ont proposé d'écrire la ténacité en reliant la charge appliquée à une longueur caractéristique représentative de la longueur des fissures. Ponton et Rawlings (1989) ont effectué une revue bibliographique très large sur le sujet. Ces dernières années, des études plus fines sur la forme des fissures ont montré l'existence d'une zone « neutre » située sous l'empreinte dans laquelle aucune fissure ne peut se développer, empêchant ainsi à la fissure de prendre une forme de demi-disque. De plus, pour un même matériau, on rencontre les deux types de fissures en fonction du niveau de charge appliquée. Dans un **deuxième chapitre**, nous montrons que le passage entre les deux régimes de fissuration est continu, la fissure prenant alors la forme intermédiaire de demi-croissant déjà proposé par Lube (2001). Cette observation nous amène à proposer une nouvelle approche pour le calcul de la ténacité car il n'est pas possible d'utiliser une relation unique pour l'ensemble des points expérimentaux. Dans cette partie, nous utilisons aussi l'indenteur Knoop et nous proposons de comparer les résultats obtenus à ceux de l'indenteur Vickers.

Au laboratoire de Lille, l'essai d'indentation interfaciale a été développé pour caractériser l'adhérence de revêtements épais sur leur substrat. Son principe est d'appliquer l'indenteur à l'interface substrat/revêtement dans le plan de l'interface. Sous l'action d'une charge donnée, une fissure se développe dans le plan de l'interface. En s'appuyant sur la comparaison des matériaux massifs fragiles, Chicot et Lesage (1996) ont écrit une ténacité apparente

d'interface qui prend en compte l'effet des contraintes résiduelles. L'utilisation de l'indenteur Vickers, de par sa forme géométrique symétrique limite les possibilités d'essai en fonction de l'épaisseur du revêtement et de la valeur de la ténacité d'interface. Pour étendre l'utilisation de cet essai, nous proposons ici d'utiliser l'indenteur Knoop de forme très allongée, pour étudier des revêtements de plus faible épaisseur. Dans le **troisième chapitre**, nous confrontons des résultats d'indentation interfaciale obtenus avec les deux types d'indenteurs Vickers et Knoop.

Pour la détermination de la dureté d'un revêtement, deux aspects sont à prendre en compte. Si le revêtement est suffisamment épais, seule la dépendance de la valeur de la dureté fonction de la charge intervient. Lorsque le revêtement est d'épaisseur faible, la valeur de la dureté mesurée peut être le résultat des contributions du revêtement et du substrat. Pour séparer ces deux contributions, des formulations mathématiques sont proposées dans la bibliographie. Elles sont basées sur une loi linéaire additive dont les coefficients relatifs aux duretés du substrat et du film sont empiriques (Bückle, 1973) ou mettent en jeu un rapport d'aires (Jönsson et Hogmark, 1984) ou de volumes déformés plastiquement dans le revêtement et dans le substrat sous l'indentateur (Burnett et Rickerby, 1987). On peut distinguer deux types de modèle, les modèles descriptifs, dont le paramètre d'ajustement n'a pas de signification physique et les modèles prédictifs qui cherchent plutôt à déterminer du mieux la dureté du film. Au laboratoire, Chicot (1995) a proposé un modèle de dureté des films minces construit à partir de l'estimation des volumes déformés plastiquement sous l'empreinte d'indentation dans le revêtement et dans le substrat. Ce modèle basé sur l'idée originale de superposer deux systèmes hypothétiques « substrat sur substrat » plus « film sur film » donne de très bons résultats en accord avec ceux obtenus en nanodureté et validés sur des revêtements plus épais. Quels que soient les modèles ils nécessitent la connaissance de données parfois difficiles à obtenir, comme par exemple le module d'élasticité du film ou le choix d'une constante difficile à déterminer a priori.

L'idée développée dans un **quatrième chapitre** est de proposer un nouveau modèle qui ne nécessite pas l'introduction d'un paramètre de lissage comme dans les modèles descriptifs ou de caractéristiques mécaniques comme dans les modèles prédictifs. Ce modèle se construit avec les seules données expérimentales.

Ce travail a donné lieu à plusieurs travaux :

***Publications dans des revues internationales.***

1. Lesage J., Pertuz A., Chicot D., Puchi-Cabrera E. « A model to determine the surface hardness of thin films from standard micro-indentation tests ». *Mechanics of Materials*, soumis en juin 2003.
2. Chicot D., Pertuz A., Roudet F., Staia M.H., Lesage J. « Crack profiles and fracture toughness determination by Vickers indentation ». *Materials Science and Technology*, soumis en juillet 2003.

***Congrès avec actes publiés à diffusion restreinte.***

3. Lesage J., Pertuz A., Chicot D., « A new model for the composite hardness of thin films ». Proceeding of the *CONAMET / SAM-Simposio Materia 2002*, Santiago (Chili), (12-15 novembre 2002).
4. Pertuz A., Chicot D., Lesage J., « Un nouveau modèle pour déterminer la dureté de films minces ». Actes du 16<sup>ème</sup> Congrès Français de Mécanique, Nice, (2003) accepté pour une présentation orale.
5. Chicot D., Pertuz A., Roudet F., Lesage J., « Indentation Vickers et Knoop, conversion des duretés ». Actes du 16<sup>ème</sup> Congrès Français de Mécanique, Nice, (2003) accepté pour une présentation par poster.
6. Chicot D., Pertuz A., Roudet F., Lesage J., Shi H. « Elastic modulus calculation from a new Vickers - Knoop hardness conversion ». 8<sup>th</sup> International Conference on the Science of Hard Materials 2004, San Juan, Puerto Rico, 8-12 November 2004. Soumis en novembre 2003

***Communications sans actes.***

7. Libersa F., Pertuz A., Démarécaux P., Chicot D., Lesage J., « Prédiction de la dureté des films minces de TiN et DLC ». 30<sup>o</sup> Congrès du Traitement Thermique et de l'Ingénierie des Surfaces, *ATTT 2001*, Lille, 27 - 29 juin 2001.
8. Pertuz A., Lesage J., Chicot D., Mraz L., Puchi-Cabrera E., Mesmacque G., « Indentation interfaciale de revêtements NiCrAl obtenus par projection thermique ». 30<sup>o</sup> Congrès du Traitement Thermique et de l'Ingénierie des Surfaces, *ATTT 2001*, Lille, 27 - 29 juin 2001.
9. Pertuz A., Roman A., Chicot D., Puchi E., Staia M.H., Shi H., Démarécaux P., Lesage J., « A new model for the composite hardness of thin films ». International Conference on Metallurgical Coatings and Thin Films, *ICMCTF 2002*, San Diego (Californie), 22 - 26 avril 2002.
10. Pertuz A., Lesage J., Chicot D., Mraz L., Smetana S., Staia M.H., Mesmacque G., « Interfacial indentation of NiCrAl coatings obtained by thermal spraying ». International Conference on Metallurgical Coatings and Thin Films, *ICMCTF 2002*, San Diego (Californie), 22 - 26 avril 2002.

# **PARTIE A**

---

**Etude bibliographique**

**L'indentation des Matériaux**

## Chapitre AI : L'indentation pour la mesure de la dureté.

---

### AI-1. Définition.

La dureté d'un matériau est définie comme la résistance mécanique qu'un matériau oppose à la pénétration, d'un autre corps plus dur que lui, sous l'action d'une charge donnée. Le choix de l'indenteur, est fait de manière à pouvoir négliger sa déformation par rapport à celle du matériau à tester. Du contact des deux corps, il résulte une modification superficielle du matériau indenté qui dépend, non seulement des caractéristiques intrinsèques du matériau, mais aussi du mode et des conditions d'application de l'indenteur. De ce fait, la dureté est en réalité une propriété complexe qu'on ne peut relier directement aux autres propriétés mécaniques du matériau. Toutefois, le nombre de dureté obtenu par l'essai d'indentation donne à l'utilisateur une information quantifiée par des normes précises. Ainsi, appliquer la norme permet de comparer des matériaux ou de caractériser l'effet d'un traitement thermique ou mécanique. L'essai d'indentation est d'autant plus intéressant qu'il est simple et rapide à mettre en œuvre. De plus, en n'affectant qu'une zone superficielle du matériau, il peut être considéré comme non destructif.

Si l'obtention d'un nombre de dureté ne pose pas de problème, il n'en va pas de même de l'interprétation physique de la valeur obtenue qui varie suivant la méthode d'indentation. Nous verrons dans la suite que cet aspect de la dureté conduit de plus en plus de chercheurs à réfléchir à la notion même de dureté. On peut citer Petik [1] qui évoque les problèmes de mesure ou plus récemment Malzbender [2] qui discute sur « les définitions » de la dureté.

Plus généralement, les techniques de mesure peuvent être classées en quatre catégories selon le mode d'application de l'indenteur. Parmi elles, on trouve :

- a) La dureté par rayure : C'est la résistance qu'oppose un matériau à être rayé. Ce type d'essai a donné lieu à la première échelle de dureté proposée par Mohs [3] en 1820. Dans ce groupe, on peut mentionner :
  - Dureté Mohs (minéralogie).
  - Dureté à la lime.
  - Dureté Martens.

- Dureté Turner.

L'essai à la rayure ou scratch test, utilise une pointe en diamant mise en contact avec le matériau puis déplacée sur sa surface, soit à chargement constant soit à chargement variable, généralement de manière continue. Dans ce type d'essai, la résistance à la rayure est quantifiée par la géométrie de la rayure générée par le contact ou par les singularités de la courbe charge - déplacement. L'essai à la rayure est également utilisé pour caractériser l'adhérence des films minces [4, 5].

b) Dureté par rebondissement ou Shore : Cette mesure 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.

c) Dureté par pénétration : C'est la résistance qu'oppose un matériau à la pénétration d'un autre corps plus dur que lui. Ce sont les plus nombreux et les plus répandus. Ils se distinguent par la forme géométrique de l'indenteur. La dureté est calculée par le rapport de la force appliquée sur une surface représentative de la zone indentée.

- Dureté Brinell.
- Dureté Rockwell.
- Dureté Vickers.
- Dureté Knoop.
- Dureté Berkovich.

Dans cette étude, nous nous intéresserons plus particulièrement aux essais par pénétration, plus souvent appelés « essais d'indentation ». Ces essais, outre la dureté, permettent d'obtenir d'autres informations sur les propriétés mécaniques des matériaux comme, par exemple, la ténacité que nous verrons dans un prochain chapitre.

Dans la suite, un effort particulier sera porté sur les essais utilisant un indenteur de forme pyramidale. Il s'agit des essais Vickers et Knoop dont nous détaillerons le principe et les caractéristiques dans la suite.

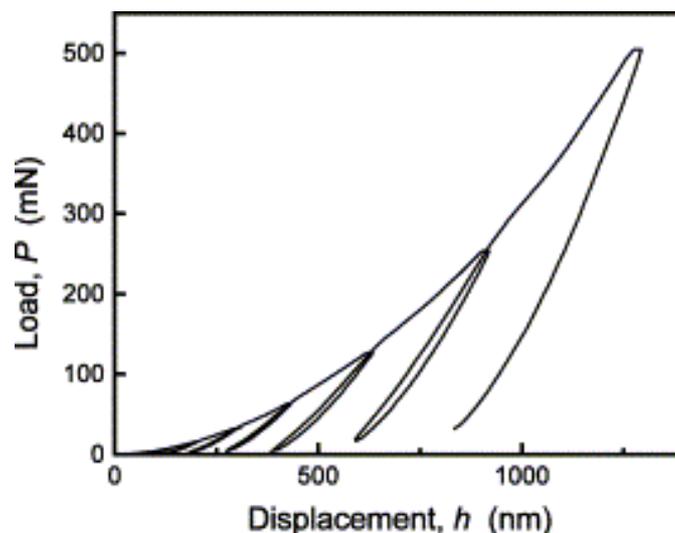
### AI-2. Principe.

Le principe de l'essai d'indentation consiste à appliquer un indenteur de forme connue (bille, cône ou pyramide) à la surface du matériau à tester. Sous l'action de la charge d'indentation, l'indenteur s'enfonce dans le matériau en produisant des déformations élastique et plastique dans la zone de contact. Au retrait de l'indenteur, une empreinte résiduelle persiste. Plus la charge appliquée est élevée, plus la taille de l'empreinte résiduelle est grande. Le nombre de dureté est calculé par le rapport entre la charge appliquée ( $P$ ) et une surface représentative de l'empreinte ( $A$ ). La relation générale s'écrit :

$$H = \frac{P}{A} \quad (\text{AI.1})$$

Selon la nature de l'essai, l'aire considérée dans la relation (AI.1) est soit l'aire réelle de contact, soit l'aire projetée de l'empreinte.

L'application de la charge d'indentation peut être discrète ou continue. Dans le premier cas, l'empreinte résiduelle est observée après le retrait de l'indenteur à l'aide d'un microscope optique. Une règle graduée permet de mesurer les différentes longueurs caractéristiques de l'empreinte. Pour l'indentation en continu, la charge est appliquée progressivement et on mesure en temps réel, le déplacement de la pointe de l'indenteur en fonction de la charge. Un exemple de courbe représentative est montré sur la **Figure AI.1**. Le calcul de la dureté se déduit du rapport de la charge maximale atteinte avec la profondeur correspondante à cette charge.

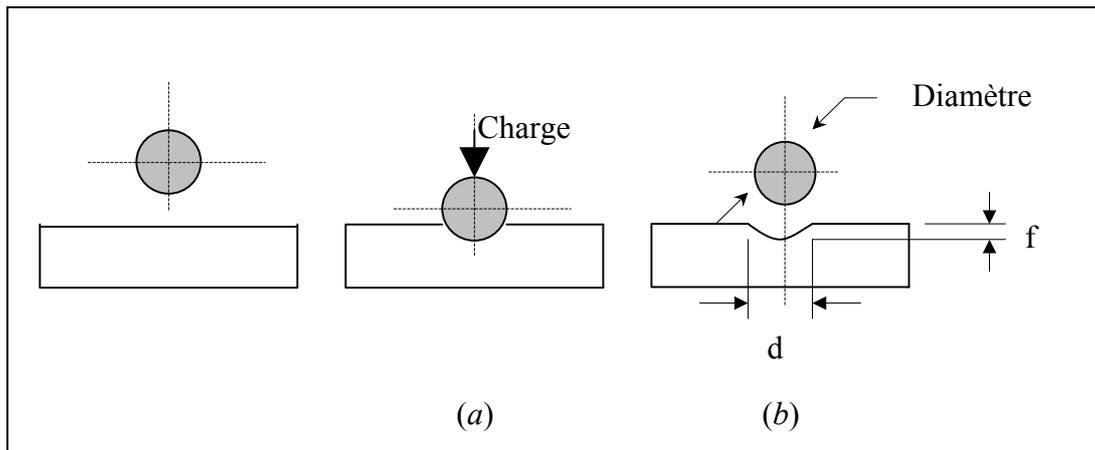


**Figure AI.1.** Courbes charge-déplacement obtenues par Gong [6] sur des nitrures de silicium.

### AI-3. Les indenteurs et le nombre de dureté correspondant.

#### AI-3.1. Indenteur bille. (Essai Brinell)

Le pénétrateur est une bille, en acier trempé en carbure de tungstène ou en diamant, de diamètre  $D$ . L'essai consiste à imprimer la bille sous l'action d'une charge  $P$  à la surface d'un matériau (**Figure AI.2**). La charge est appliquée pendant une durée normalisée de quelques secondes. Après le retrait de l'indenteur, on mesure le diamètre  $d$  de l'empreinte à l'aide d'un microscope.



**Figure AI.2.** Schéma de l'indentation Brinell. (a) Etape de chargement, (b) Empreinte résiduelle.

L'aire superficielle de la calotte sphérique  $S$  laissée par la pénétration de l'indenteur bille est fonction du diamètre initial de la bille  $D$  et du diamètre de l'empreinte résiduelle  $d$ . La surface est calculée par la relation suivante :

$$S = \pi Df \text{ et } f = \frac{1}{2} \left( D - \sqrt{D^2 - d^2} \right)$$

$$\text{soit encore : } S = \frac{\pi D}{2} \left( D - \sqrt{D^2 - d^2} \right) \quad (\text{AI.2})$$

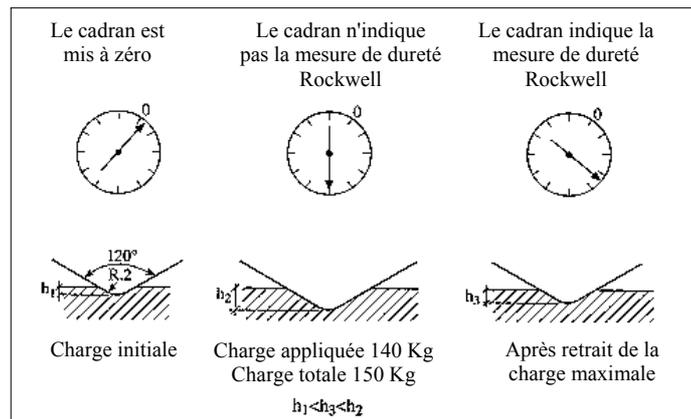
Le nombre de dureté se déduit par application de la relation (I.1), on obtient ainsi :

$$HB = \frac{P}{S} = \frac{2P}{\pi D \left( D - \sqrt{D^2 - d^2} \right)} \quad (\text{AI.3})$$

Dans le cas de l'essai Rockwell, on peut aussi utiliser une bille en acier trempé de 1/16 de pouce. Le principe d'application est le même que celui décrit dans le paragraphe suivant.

### AI-3.2. Indenteur cône. (Essai Rockwell)

Le pénétrateur est ici un cône en diamant d'angle  $120^\circ$  au sommet. La profondeur de l'empreinte résultante est déterminée comme étant la différence entre les positions atteintes en précharge et à pleine charge. La **Figure AI.3** schématise le principe de cet essai.



**Figure AI.3.** Schéma de l'indentation Rockwell C.

L'essai Rockwell C, consiste à appliquer d'abord une force de  $100\text{ N}$ . Le cône s'enfonce d'une profondeur  $h_1$ . On applique ensuite une force de  $100\text{ N} + P$ , avec  $P = 1400\text{ N}$ , pendant une durée de 3 à 8 secondes. Le cône s'enfonce d'une profondeur  $h_2$ , on retire la force  $F$ , le cône reste enfoncé d'une profondeur  $h_3$ , la profondeur rémanente ( $h_3 - h_1$ ) permet le calcul de *HRC* selon la formule suivante :

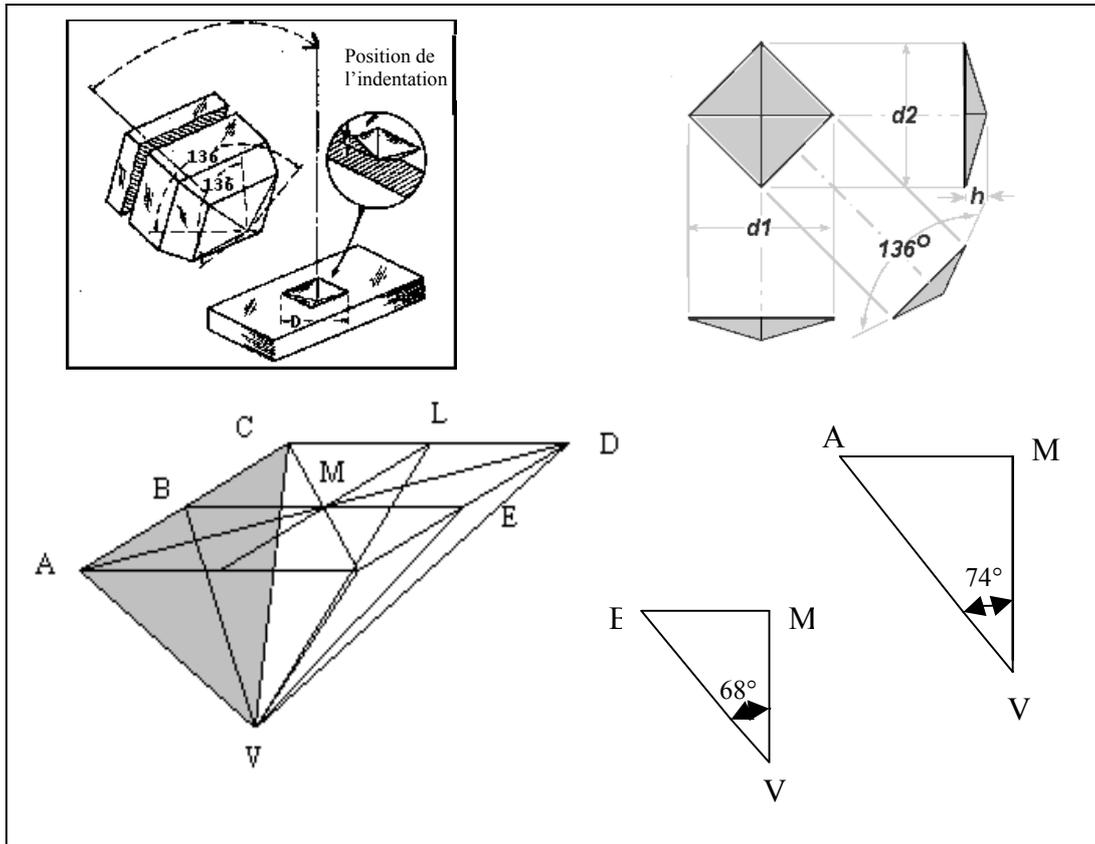
$$HRC = (100 - (h_3 - h_1)) * 500 \quad (\text{AI.4})$$

Un des avantages de l'essai Rockwell est que le nombre de dureté peut se lire directement sur un cadran gradué.

**AI-3.3. Indenteurs Pyramides.**

*AI-3.31. Indenteur Vickers.*

Dans l'essai Vickers, le pénétrateur est une pyramide en diamant à base carrée. L'angle entre les deux faces triangulaires opposées est de  $136^\circ$  et entre les deux arêtes opposées de  $148^\circ$  (Figure AI.4).



**Figure AI.4.** Schéma de l'indenteur Vickers.

La relation entre les angles mesurés entre les sommets et entre les faces est la suivante :

$$\frac{AM}{BM} = \frac{\text{tg}74}{\text{tg}68} = \sqrt{2} \quad (\text{AI.5})$$

Après la pénétration de l'indenteur à la surface d'un matériau, l'empreinte résiduelle est de forme carrée (Figure AI.4). Le nombre de dureté est calculé par le rapport de la charge à la surface réelle de contact.

L'aire réelle du contact de la pyramide avec le matériau ( $S$ ) représente quatre fois l'aire du triangle représenté en grisé sur la **Figure AI.4**. Ainsi,  $S$  est égal à :

$$S = 4 \frac{\overline{AC} \cdot \overline{VB}}{2} = \frac{4 \cdot a \cdot \overline{VB}}{2}$$

$$\text{avec } \left\{ \begin{array}{l} \frac{1}{2} = \overline{VB} \cdot \sin 68^\circ \Rightarrow \overline{VB} = \frac{L}{2 \cdot \sin 68^\circ} \\ a^2 + a^2 = d^2 \Rightarrow 2 \cdot a^2 = d^2 \Rightarrow a = \frac{\sqrt{2}}{2} d \end{array} \right\} \Rightarrow \overline{VB} = \frac{\sqrt{2} \cdot d}{4 \cdot \sin 68^\circ} \quad (\text{AI.6})$$

Ainsi, la surface  $S$  peut s'exprimer uniquement en fonction de la diagonale d'empreinte  $d$  par la relation :

$$S = \frac{4 \cdot \frac{\sqrt{2}}{2} d \cdot \frac{\sqrt{2}}{2} d}{4 \sin 68^\circ} = \frac{d^2}{2 \sin 68^\circ} \quad (\text{AI.7})$$

En combinant les relations (AI.1) et (AI.7), on obtient l'expression générale de la dureté Vickers :

$$HV = \frac{1854,4 \cdot P}{d^2} \quad (\text{AI.8})$$

où  $HV$  est exprimée en  $\text{kgf/mm}^2$  si la charge  $P$  est donnée en  $\text{gf}$  et la diagonale de l'empreinte  $d$  en  $\mu\text{m}$ .

De plus en plus, le nombre de dureté est exprimé en  $\text{GPa}$ . Dans ce cas, il suffit d'exprimer  $P$  en  $\text{N}$  dans la relation (AI.8).

D'un point de vue pratique, la valeur de la diagonale s'obtient par la moyenne des deux diagonales.

Un paramètre important que l'on voit souvent dans l'étude de l'indentation Vickers est le rapport entre la diagonale et la profondeur de l'empreinte ou de pénétration  $h$  (distance  $\overline{MV}$  sur la **Figure AI.4**). D'un point de vue théorique, cette valeur s'obtient de la manière suivante :

$$\cos 68^\circ = \frac{\overline{MV}}{\overline{VB}} = \frac{h}{\frac{\sqrt{2} \cdot d}{4 \cdot \sin 68^\circ}} \Rightarrow h = \frac{\sqrt{2}}{4} \cdot d \cdot \cot 68^\circ = \frac{d}{2 \cdot \sqrt{2} \cdot \tan 68^\circ} \approx \frac{d}{7} \quad (\text{AI.9})$$

AI-3.32. Indenteur Knoop.

L'indenteur Knoop est une pyramide en diamant à base losange. Le plus petit angle entre les deux arêtes opposées est égal à  $130^\circ$  et le plus grand angle entre les deux arêtes opposées est de  $172^\circ 30'$  (Figure AI.5).

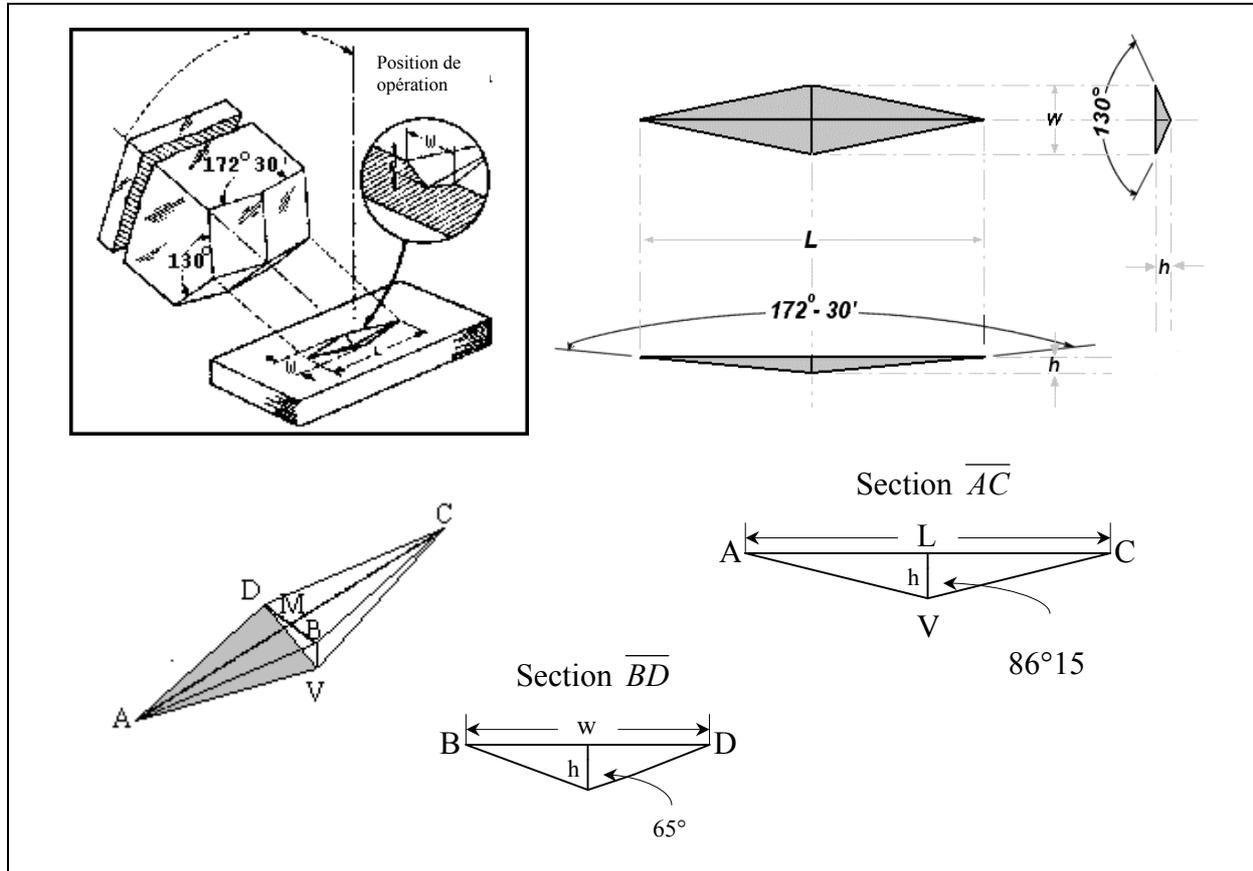


Figure AI.5. Schéma de l'indenteur Knoop.

L'empreinte laissée après la pénétration est de forme losange allongée (Figure AI.5). Le nombre de dureté est calculé par le rapport de la charge à la surface projetée du contact.

L'aire projetée du contact de la pyramide avec le matériau ( $S_p$ ) représente quatre fois l'aire du triangle représenté sur la Figure AI.5. Ainsi,  $S_p$  est égal à :

$$S_p = 4 \cdot \frac{1}{2} \cdot \overline{AM} \cdot \overline{BM} = 2 \cdot \frac{L}{2} \cdot \frac{w}{2} = \frac{L \cdot w}{2} \quad (\text{AI.10})$$

$$\text{avec } \left\{ \begin{array}{l} \frac{L}{2} = h \cdot \tan(86^\circ 15') \Rightarrow h = \frac{L}{2 \cdot \tan(86^\circ 15')} \\ \frac{w}{2} = h \cdot \tan(65^\circ) \Rightarrow h = \frac{w}{2 \cdot \tan(65^\circ)} \end{array} \right\} \Rightarrow w = \frac{\tan(65^\circ)}{\tan(86^\circ 15')} \cdot L \Rightarrow [L = 7,11 \cdot w]$$

Ainsi, la surface  $S_P$  peut s'exprimer uniquement en fonction de la grande diagonale d'empreinte  $L$  par la relation :

$$S_P = \frac{L}{2} \cdot \frac{\tan(65^\circ)}{\tan(86^\circ 15')} \cdot L = 0,07028 \cdot L^2 \quad (\text{AI.11})$$

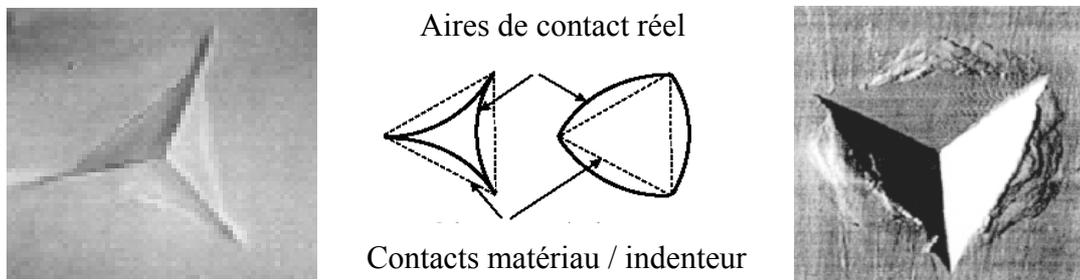
En combinant les relations (AI.1) et (AI.11), on obtient l'expression de la dureté Knoop [7] :

$$HK = \frac{14,229 \cdot P}{L^2} \quad (\text{AI.12})$$

D'un point de vue pratique, il suffit de mesurer la longueur de la grande diagonale ( $L$ ) de l'empreinte laissée après la pénétration pour obtenir le nombre de dureté.

### AI-3.33. Indenteur Berkovitch.

L'indenteur Berkovitch est une pyramide en diamant à base triangulaire. A titre d'exemple, la **Figure AI.6** montre une empreinte Berkovitch et des déformations rémanentes après l'essai.



**Figure AI.6.** Empreintes Berkovitch pyramidales à base triangulaire.

L'angle mesuré entre une arête et la face opposée est de  $63,3^\circ$ . Le nombre de dureté s'obtient par le rapport de la charge à la profondeur d'empreinte par la relation :

$$H = \frac{P}{(4,95 \cdot d)^2} \quad (\text{AI.13})$$

### AI-3.4. Synthèse.

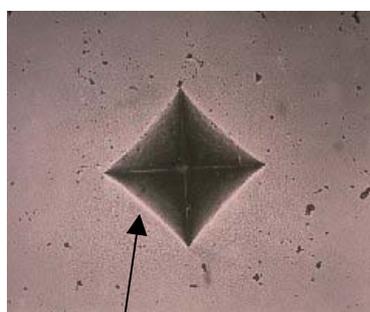
Le **Tableau AI.1** regroupe les définitions et les nombres de duretés des principaux essais de dureté par pénétration.

Type d'indenteur	Vickers	Brinell	Knoop	Berkovitch	Rockwell C
Matériau	Diamant	Tungstène	Diamant	Diamant	Diamant
Géométrie de l'indenteur	Pyramide à base carrée d'angle entre faces de 136°	Bille de diamètre D	Pyramide à base losange d'angle 172,30 et 130	Pyramide à base triangulaire d'angle entre faces 63,3	Cône d'angle 120°
Paramètre géométrique mesuré	d : diagonale de l'empreinte	d : diagonale de l'empreinte	L : longueur de la plus grande diagonale de l'empreinte	d : profondeur de l'empreinte	e : déplacement du cône lors de l'indentation
Nombre de dureté	$HV = \frac{1854,5 \cdot P}{d^2}$	$HB = \frac{2P}{\pi D(D - \sqrt{D^2 - d^2})}$	$HK = \frac{14,228 \cdot P}{L^2}$	$H = \frac{P}{(4,95 \cdot d)^2}$	$HRC = 100 - e$
Unités	P en gf, d en µm HV en Kgf/mm <sup>2</sup>	P en Kgf, d et D en mm, HB en Kgf/mm <sup>2</sup>	L en mm, P en Kgf, HK en Kgf/mm <sup>2</sup>	P en mN, d en nm, H en GPa.	e = 0,002mm
Echelle de charge	Microdureté macrodureté	Macrodureté	Microdureté macrodureté	Nanodureté	Macrodureté

**Tableau AI.1.** Principes et nombres de dureté des principaux essais de dureté par pénétration.

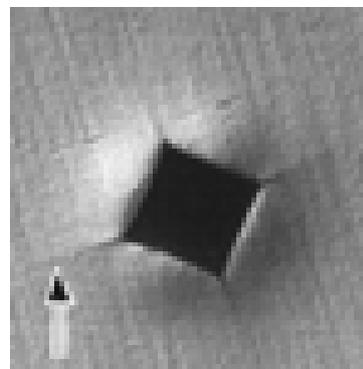
### AI-4. Déformations au voisinage d'une empreinte.

Lorsque l'indenteur est en contact avec le matériau, celui-ci épouse la forme de l'indenteur. Lors du retrait du pénétrateur, on constate souvent une déformation de l'empreinte due au retour élastique du matériau. Cette déformation peut prendre deux formes, une déflexion des faces de l'empreinte résiduelle (**Figure AI.7a**) ou l'émergence d'un bourrelet de déformation dans le plan de l'essai d'indentation (**Figure AI.7b**)



Déflexion des faces

(a)



Fissures et bourrelets

(b)

**Figure AI.7.** Exemples de déformation d'une empreinte d'indentation Vickers.

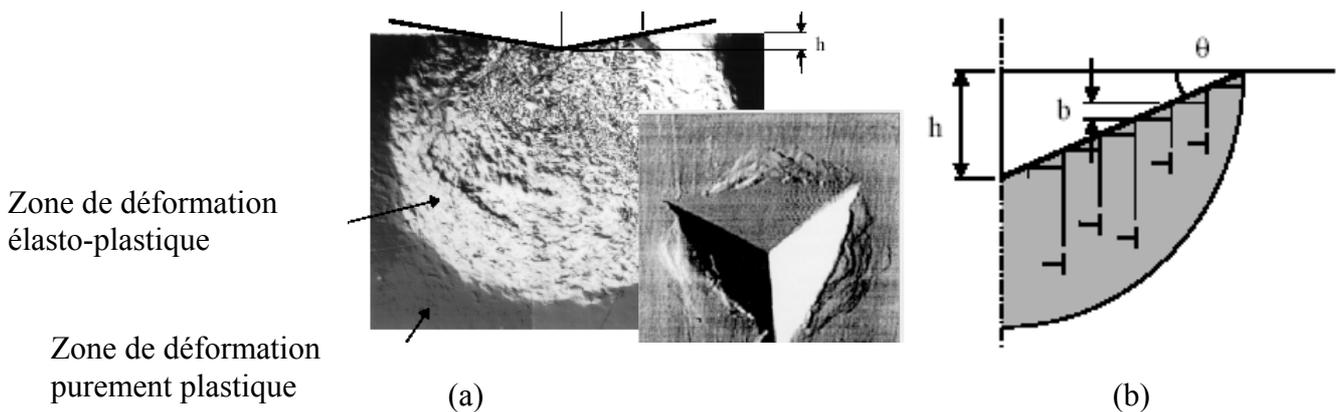
Pour certains matériaux, la déformation peut conduire à l'apparition de fissures (**Figure AI.7b**) ou à une déformation plus accentuée des arêtes de l'empreinte (**Figure AI.8**).



Déformation des arêtes

**Figure AI.8.** Exemples de fissures et de déformation d'arêtes au voisinage d'une empreinte d'indentation Vickers.

Sous l'empreinte d'indentation et pendant la pénétration de l'indenteur, il se crée des déformations d'abord élastiques pour les faibles charges, puis élasto-plastiques pour les charges plus élevées. Ces zones sont liées à une accumulation de dislocations. Fischer-Cripps [8] a observé ces zones sous une empreinte résiduelle Berkovitch (**Figure AI.9a**). Il propose une schématisation de l'arrangement des dislocations sous cette empreinte (**Figure AI.9b**).



**Figure AI.9.** Déformation sous une empreinte d'indentation Vickers. [8]

De nombreux auteurs ont cherché à décrire la forme de la zone déformée plastiquement développée sous l'indenteur. La taille de cette zone plastique peut être estimée par analogie à celle créée par une cavité sphérique de rayon  $r_o$  et soumise à une pression  $p_o$ . Hill [9] 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 ( $\nu$ ) :

$$\frac{H}{E} = \frac{2}{9} \cdot \frac{[1 + \ln(\Omega)^3]}{\left[ (1-\nu)(\Omega)^3 - \frac{2}{3}(1-2\nu) \right]} \quad \text{avec } \Omega = \frac{b}{r_0} \quad (\text{AI.14})$$

Lawn et al. [10] montrent que la représentation du rapport ( $b/r_0$ ) de la taille de la zone plastique est fonction de ( $H/E$ ). Cette relation est linéaire en échelle bi-logarithmique. Elle prend la forme suivante :

$$\frac{b}{r_0} = \left( \frac{E}{H} \right)^{1/2} \quad (\text{AI.15})$$

Dans le cas de l'essai Vickers,  $r_0$  correspond au rayon de la demi-sphère de volume équivalent au volume indenté, ici égal au volume de la pyramide, soit :

$$V_{\text{indenté}} = V_{1/2\text{sphère}} \quad \text{soit encore : } \frac{d}{12 \tan 74} = \frac{2}{3} \pi r_0^3 \quad (\text{AI.16})$$

Ainsi, le rayon  $r_0$  s'écrit en fonction de  $d$  comme suit :

$$r_0 = \frac{d}{2} \cdot \left( \frac{\text{ctg } 74}{\pi} \right)^{1/3} \quad (\text{AI.17})$$

Notons que Lawn ne fait pas intervenir le coefficient  $\pi$  dans la relation qu'il propose. Lawn se justifie par un ajustement expérimental qui le conduit à l'expression  $r_0$  comme suit :

$$r_0 = \frac{d}{2} \cdot (\text{ctg } 74)^{1/3} \quad (\text{AI.18})$$

En considérant la relation de Lawn, le rayon de la zone plastique devient :

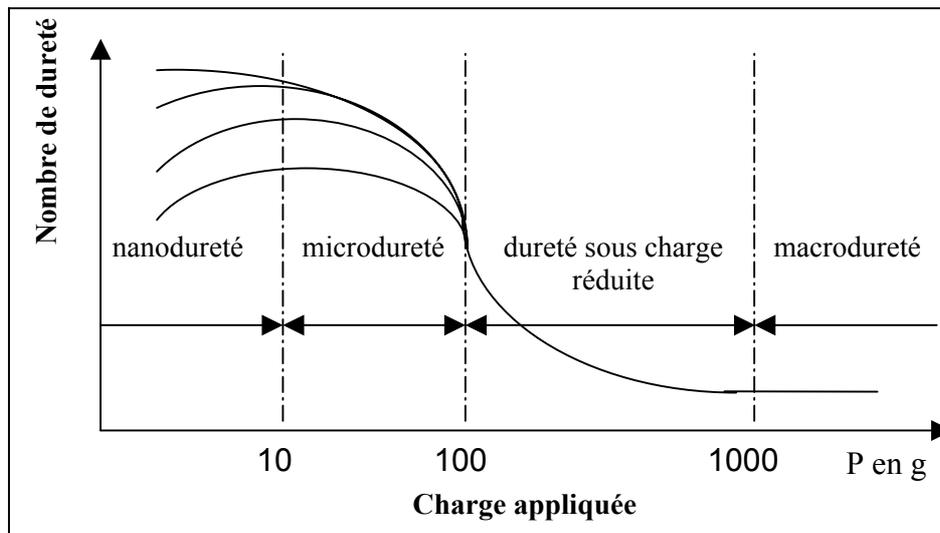
$$b = \left( \frac{d}{2} \right) \cdot \left( \frac{E}{H} \right)^{1/2} \cdot (\text{ctg } 74)^{1/3} \quad (\text{AI.19})$$

Si la forme de la zone plastique est bien connue pour l'indentation Vickers, il n'en est pas de même pour l'essai Knoop, pour lequel aucune étude n'est disponible dans la littérature.

#### AI-5. Relation charge / taille d'empreinte.

### AI-5.1. Domaines de dureté.

En pratique, nous pouvons constater que la dureté mesurée varie en fonction de la charge appliquée. On distingue généralement quatre domaines de mesure de dureté : nanodureté, microdureté, dureté sous charge réduite et macrodureté. Les limites de ces domaines sont déterminées suivant l'allure de la courbe de dureté en fonction de la charge d'indentation. Elles ne sont pas définies de manière très précise. Cependant, on peut en donner un ordre de grandeur, comme on peut le voir sur la **Figure AI.10**, qui représente la variation de la dureté en fonction de la gamme de chargement.



**Figure AI.10.** Variation du nombre de dureté en fonction de la charge appliquée.

On remarque sur cette figure que, selon le domaine de charge, la dureté dépend ou non de la charge d'indentation. Ceci permet de proposer trois grandes régions :

- La macrodureté pour laquelle le nombre de dureté ne varie pas avec la charge.
- La microdureté sous charge réduite où le nombre de dureté augmente généralement quand la charge diminue.
- La nanodureté, correspondant aux plus petites charges d'indentation, est une région où le nombre de dureté peut croître ou décroître selon les cas.

La variation de la dureté, qui correspond le plus souvent à une augmentation de la valeur pour les faibles charges, est un phénomène largement décrit dans la littérature. Ce phénomène est appelé en anglais *Indentation Size Effect (ISE)* ou Effet de Taille d'Empreinte. Du fait de son existence, le seul nombre de dureté ne suffit pas pour caractériser un matériau. Le problème se

pose surtout lorsqu'on veut comparer des valeurs de dureté entre elles. Il est recommandé alors d'indiquer la charge avec laquelle la dureté est mesurée ou mieux, d'exprimer la variation de la dureté avec la charge appliquée.

La variation de la taille d'empreinte est très difficile à prévoir ou à prendre en compte pour des faibles charges. Différents mécanismes ont été avancés pour l'expliquer. Ceux-ci comprennent le durcissement par écrouissage [11], la récupération élastique après l'indentation [12], la charge requise pour amorcer la déformation plastique [13], l'énergie nécessaire pour déplacer une dislocation [14], les erreurs statistiques de la mesure [15], le frottement entre le matériau et les faces de l'indenteur [16], et la théorie du gradient de plasticité [17]. Une grande partie des hypothèses concernant la variation de la dureté en fonction de la charge peut être trouvée dans les articles récents de Gong et al. [18-20].

#### **AI-5.2. Modèles décrivant l'effet de taille d'empreinte.**

Différents modèles existent pour représenter la variation de la dureté avec la charge. Ces modèles consistent à exprimer la charge  $P$  en fonction d'un paramètre de taille lié à l'empreinte de manière à obtenir une expression de la dureté uniquement en fonction de ce paramètre. Dans la suite, les modèles sont appliqués dans le cas de la dureté Vickers, mais le phénomène existe avec les autres types d'indenteur. Généralement, la variation de la charge  $P$  avec la diagonale  $d$  de l'empreinte Vickers est représentée soit par une loi puissance, soit par un développement polynomial de  $d$  comme l'a proposé Bückle [21] :

$$P = A_0 + A_1d + A_2d^2 + \dots + A_nd^n \quad (\text{AI.20})$$

avec  $P$  = charge appliquée en Kg.

$d$  = diagonale de l'empreinte en mm.

$A_i$  = des coefficients de lissage

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. C'est pourquoi, Mitshe [22], Frölich [23] et Vingsbo [24] se sont limités à un polynôme de degré 3 :

$$P = A_0 + A_1d + A_2d^2 + A_3d^3 \quad (\text{AI.21})$$

Meyer [25], a proposé, dès le début du siècle, d'exprimer la variation du diamètre de l'empreinte (pour l'essai Brinell) en fonction de la charge à l'aide d'une relation empirique, appelée généralement *loi de Meyer*, dans laquelle :

$$P = A \cdot d^n \quad (\text{AI.22})$$

avec :  $n$ , une constante liée au matériau.  $n$ , relié à l'érouissage, est appelé indice de Meyer.

$A$  est une constante.

Le paramètre  $n$  s'obtient en calculant la pente de la droite  $P = f(d)$  en coordonnées bi-logarithmiques.  $A$  est la valeur de  $P$  lorsque  $d = 1$ .

En introduisant la relation de Meyer dans celle de la dureté Vickers, on obtient :

$$H_V = \alpha \cdot d^{n-2} \quad \text{avec } \alpha \text{ noté } H_0 \quad (\text{AI.23})$$

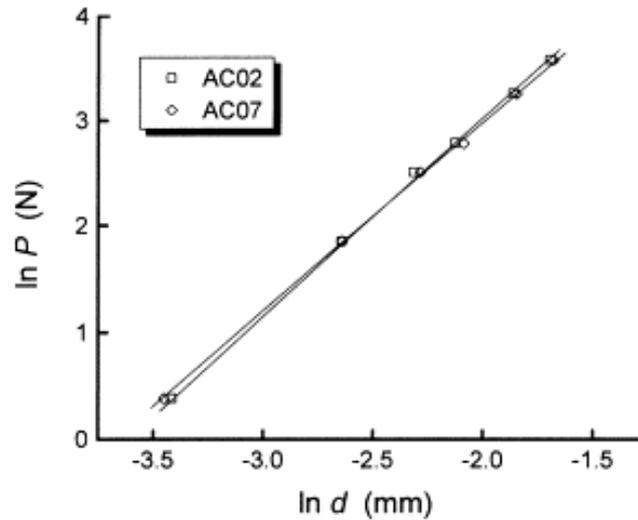
Le paramètre  $n$  est en rapport avec le coefficient de durcissement intervenant dans la loi de Hollomon sur la partie exponentielle de la courbe rationnelle de traction. Il représente la dépendance de la dureté vis-à-vis de la charge :

- Quand  $n = 2$ , la dureté est indépendante de la charge.
- Quand  $n < 2$  (ce qui correspond au cas le plus fréquent), la dureté augmente lorsque la charge diminue.
- Quand  $n > 2$ , la dureté tend vers l'infini quand la charge augmente (comme la dureté est quasiment constante dans le domaine de macrodureté, ceci montre que la représentation de Meyer n'est valable que dans un domaine de charge limitée).

La **Figure AI.11** montre un exemple d'application de la loi de Meyer sur des composites  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiC}$ .

Dans la loi polynomiale, Hays et Kerdall [13] introduisent une constante  $W$  qui représente le minimum de résistance du matériau à la pénétration :

$$P = W + A \cdot d^2 \quad (\text{AI.24})$$

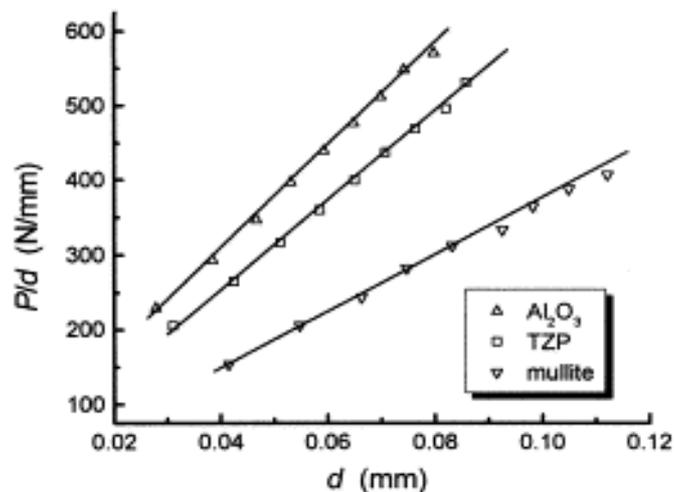


**Figure AI.11.** Exemple de représentation de Meyer obtenu sur des composites  $Al_2O_3-TiC$ .

Récemment, Li et Bradt [26], en analysant leurs données expérimentales ont trouvé que la valeur de  $W$  résultante est trop élevée pour avoir une signification physique réaliste. Ils ont alors suggéré que  $W$  ne soit pas constant, mais que ce paramètre devait être directement proportionnel à la taille de l'indentation. Ils proposent ainsi la relation :

$$P = A_1 d + A_2 d^2 \quad (\text{AI.25})$$

La **Figure AI.12** montre que la relation (AI.25) s'applique parfaitement dans le cas de céramiques  $Si_3N_4$  [18].



**Figure AI.12.** Représentation de Li et Bradt appliquée à des céramiques  $ZrO_2$  et  $Al_2O_3$  [18].

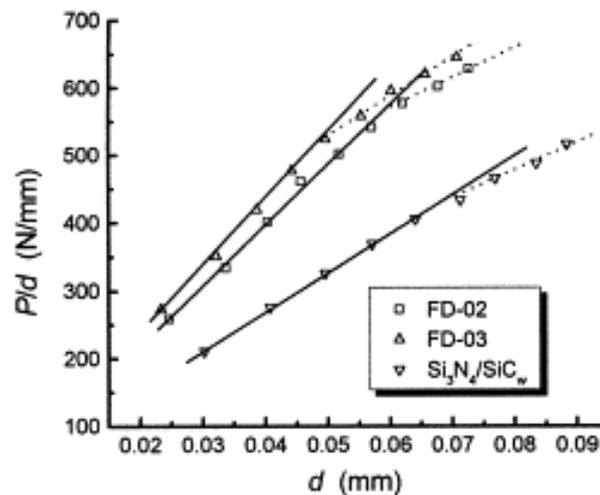
Cette relation ne fait intervenir que deux paramètres. Les auteurs proposent que le coefficient  $A_2$  corresponde au terme constant de la dureté et que le coefficient  $A_1$  soit lié à la résistance élastique du matériau et au frottement entre le matériau et l'indenteur. En introduisant la relation de (AI.25) dans l'expression de la dureté Vickers, on obtient :

$$HV = \alpha \frac{A_1 \cdot d + A_2 \cdot d^2}{d^2} = \alpha A_2 + \alpha \cdot \frac{A_1}{d} = H_0 + \frac{B}{d} \quad (\text{AI.26})$$

où  $H_0$  est appelée dureté absolue. Sa valeur correspond à la dureté que l'on obtiendrait pour une charge appliquée infinie. La pente  $B$  représente la variation de la dureté avec la charge appliquée.

Cette représentation a aussi été proposée par Thomas [27].

Gong et Guan [20] en appliquant le modèle proposé par Li et Bradt [26] sur plusieurs céramiques ont observé une déviation par rapport à la linéarité (**Figure AI.13**).



**Figure AI.13.** Résultats de Gong et al [20] sur différents types de céramiques  $\text{Si}_3\text{N}_4$ .

Pour tenir compte de cet écart, les auteurs proposent d'introduire le coefficient  $A_0$  dans la relation (AI.25) :

$$P = A_0 + A_1 d + A_2 d^2 \quad (\text{AI.27})$$

$A_0$  est équivalent à une charge « critique » dont le sens physique n'est pas clairement précisé. Mais il pourrait s'agir de la charge pour laquelle la diagonale de l'empreinte serait nulle, le

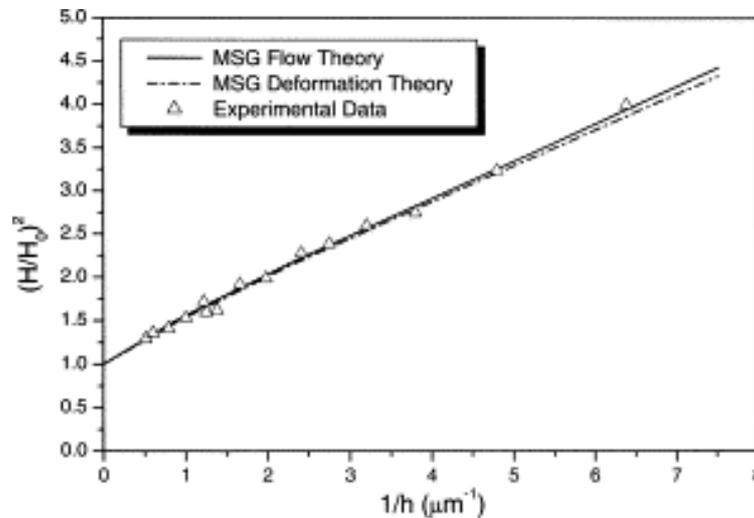
retour élastique du matériau conduisant à la disparition de l'empreinte après le retrait de l'indenteur appliqué avec la charge  $A_0$ .

Récemment, Gao et al. [28] ont proposé une nouvelle théorie à partir des travaux de Taylor en 1935 qui a proposé le concept de dislocations pour expliquer la déformation plastique. Sur cette base, Gao introduit un concept de dislocations géométriquement nécessaires pour assurer la compatibilité locale des déformations. Cette théorie, appelée « Gradient de plasticité » conduisent les auteurs à proposer une relation de la forme :

$$H = H_0 \cdot \sqrt{1 + \frac{h_0}{h}} \quad (\text{AI.28})$$

où  $h$  représente la profondeur de l'empreinte et  $h_0$  une longueur caractéristique fonction du matériau.

Un exemple d'application (**Figure AI.14**) est proposé par Qiu [29] sur la base des travaux expérimentaux de McElhaney [30].



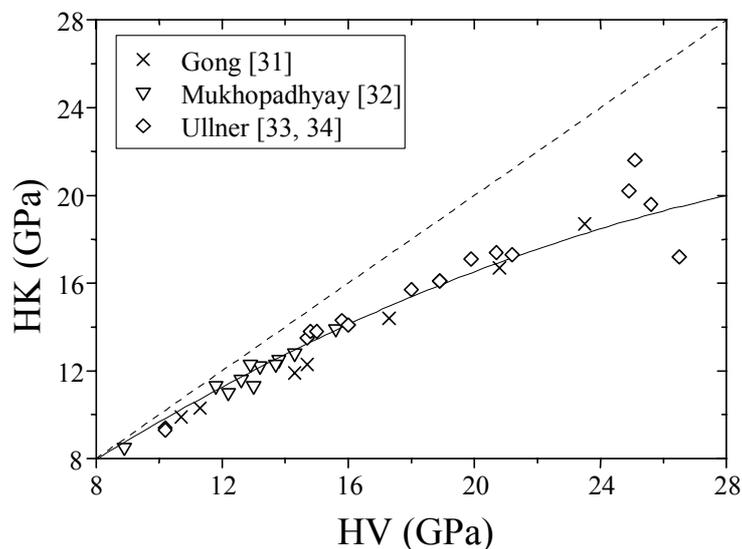
**Figure AI.14.** Représentation du modèle de gradient de plasticité [29].

Comme nous venons de le voir, de nombreux modèles décrivent l'effet de taille en indentation. Qu'ils s'appuient ou non sur des théories physiquement bien fondées, la plupart des modèles permettent de bien représenter les points expérimentaux. Cependant l'utilisation de ces modèles doit être faite avec prudence car tous les phénomènes qui affectent la surface des matériaux peuvent masquer le phénomène physique lié à la seule compatibilité des déformations.

Nous verrons dans la suite de ce travail qu'il faut être effectivement prudent d'autant plus que l'effet de taille, même s'il existe en terme de gradient de plasticité ou d'effet d'une surface libre sur le mouvement des dislocations, peut être simplement dû en grande partie à la préparation de la surface.

#### AI-6. Relation entre les nombres de dureté Vickers et Knoop.

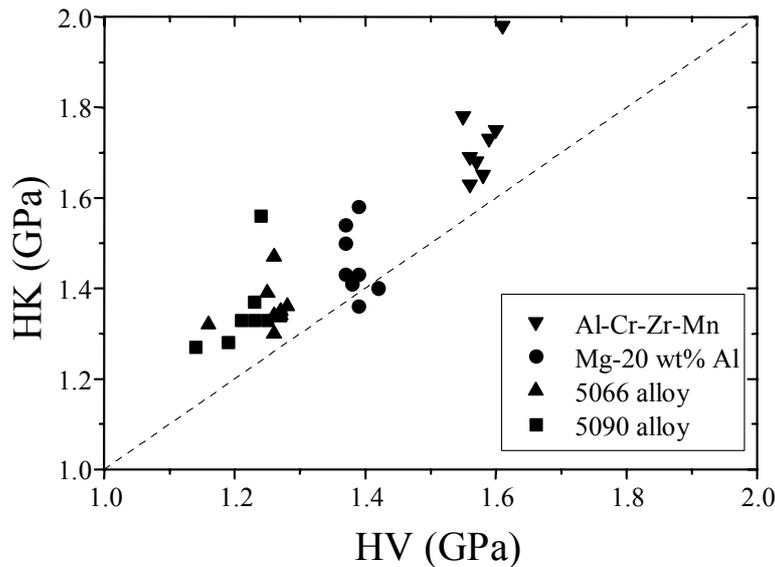
Comme nous l'avons précisé auparavant, la dureté Vickers est définie comme le rapport de la charge à la surface réelle de contact tandis que la dureté Knoop s'exprime par le rapport de la charge à la surface projetée de l'empreinte résiduelle. Négligeant cette différence entre les définitions des duretés, des auteurs ont tout de même comparé des valeurs de dureté Vickers et Knoop obtenues dans les mêmes conditions sur les mêmes matériaux. Par exemple, on peut mentionner les travaux de Gong [31] sur différentes céramiques  $\text{Si}_3\text{N}_4$ , ceux de Mukhopadhyay [32] sur des nitrures de silicium et des céramiques Sialon ainsi que ceux de Ullner [33, 34] sur une alumine  $\text{Al}_2\text{O}_3$  et un carbure de silicium  $\text{SiC}$ . Il est très intéressant de représenter l'ensemble de ces résultats sur le même diagramme (**Figure AI.15**) pour montrer ce que peut être la correspondance entre les deux nombres de dureté.



**Figure AI.15.** Comparaison entre les nombres de dureté HV avec HK.

La première observation est que la relation qui lie les nombres de dureté semble indépendante de la nature du matériau puisqu'il est possible de représenter l'ensemble des points sur la

même courbe. On peut voir aussi sur cette figure que la valeur de la dureté Knoop est toujours plus petite que la dureté Vickers correspondante lorsque celle-ci est supérieure à 8 GPa. Pour les valeurs plus petites que 8 GPa, une étude effectuée par Shaw [35] sur différents alliages métalliques montre sans ambiguïté que la valeur de la dureté Knoop est toujours supérieure à la dureté Vickers même si l'écart est faible (**Figure AI.16**).



**Figure AI.16.** Données expérimentales de Shaw sur différents alliages.

La différence entre les duretés Vickers et Knoop a été le sujet de plusieurs discussions dans le passé. Par exemple, Shaw [35] attribue cette différence à des phénomènes de friction générés par le contact indenteur / matériau d'autant plus que la présence de lubrifiant pendant l'essai réduit significativement cet effet. Des observations similaires ont été rapportées par Atkinson et al. [36-38].

Selon Gong [31], en accord avec les observations expérimentales de Lawn [39] et de Marshall [40], la principale raison de cette différence est l'existence d'un retour élastique qui résulte de l'incompatibilité de déformation entre la zone plastique et la zone non déformée du matériau au voisinage de l'empreinte qui apparaît après le retrait de l'indenteur. Pour l'indentation Vickers, il est généralement admis que ce retour élastique n'affecte pas les diagonales de l'empreinte mais seulement la profondeur [35]. Pour l'indentation Knoop, au contraire, si le retour élastique ne modifie pas la grande diagonale de l'empreinte, la petite diagonale décroît

d'autant plus que la charge appliquée est grande. Cette modification entraîne une variation de la surface  $A$  intervenant dans l'expression originale de la dureté. Une étude systématique menée par Marshall [40] a montré que le rapport des diagonales ( $w/L$ ) permettait d'apprécier les propriétés élasto-plastiques du matériau. Blau [41] et Lima [42], sur la base de ces travaux originaux, ont exprimé le rapport ( $w/L$ ) en fonction de la dureté et du module d'élasticité par la relation suivante :

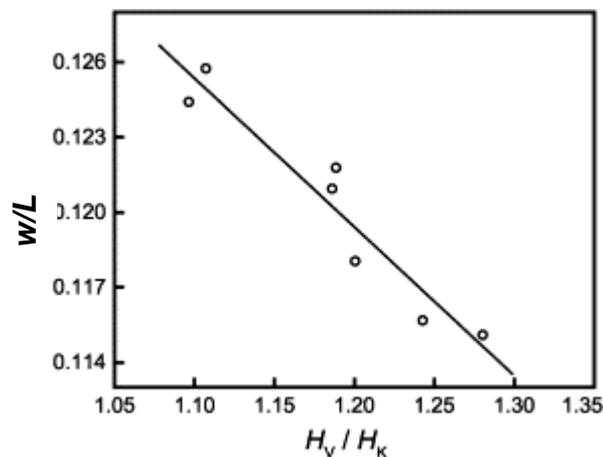
$$\left. \frac{w}{L} \right|_{\text{mesuré}} = \left. \frac{w}{L} \right|_{\text{théorique}} - \left( 0,45 \cdot \frac{HV}{E} \right) \quad (\text{AI.29})$$

où le rapport ( $w/L$ ) théorique se calcule avec la relation AI.10.

Cette relation a été utilisée avec succès par Gogotsi [43] et Amitay-Sadovsky [44] pour évaluer le module d'élasticité des matériaux testés.

De la même manière, Gong [31] a représenté (**Figure AI.17**) le rapport ( $w/L$ ) en fonction du rapport des duretés ( $HV/HK$ ) pour des céramiques à base  $Si_3N_4$ . La **Figure AI.17** montre une représentation linéaire entre le rapport ( $w/L$ ) et le rapport des duretés ( $HV/HK$ ). Les auteurs trouvent expérimentalement les coefficients suivants :

$$\left. \frac{w}{L} \right|_{\text{mesuré}} = 0,1908 - 0,0595 \cdot \left( \frac{HV}{HK} \right) \quad (\text{AI.30})$$



**Figure AI.17.** Données expérimentales de Gong [31] sur différentes céramiques à base  $Si_3N_4$ .

Les équations AI.29 et AI.30 doivent être cependant considérées avec prudence puisque leur combinaison implique une corrélation unique entre les duretés  $HV$  et  $HK$  et le module d'élasticité  $E$ . En effet, cette corrélation n'est pas possible directement puisque le rapport ( $HV/HK$ ) peut varier pour un matériau donné en fonction de son état structural alors que le module d'élasticité reste le même. Par exemple, la dureté des aciers trempés peut atteindre un rapport 3 par rapport aux mêmes aciers recuits alors que  $E$  reste égal à 200 GPa. L'expression due à Gong est toutefois intéressante à considérer puisqu'elle montre que le rapport ( $w/L$ ) est égal à 0,1313 lorsque le rapport ( $HV/HK$ ) est égal à 1. Cette valeur est très proche de la valeur théorique de 0,14 (relation AI.10). Mais, malheureusement le modèle de Gong n'est applicable que pour des valeurs de dureté Vickers supérieures à 8 GPa. Nous pensons à toutes les valeurs de dureté, cependant qu'un modèle physiquement fondé doit partir de la valeur 0 car la valeur de 8 GPa. n'a pas de signification physique.

#### **AI-7. Discussion.**

Cette première partie bibliographique montre, de toute évidence, que des problèmes restent posés quant à l'interprétation des résultats obtenus pour l'indentation des matériaux. En effet, l'effet de taille d'empreinte est décrit dans une large proportion par des modèles dont le sens physique n'est pas précisé. L'objectif de notre travail sera, en partie, d'étudier cet effet de taille en modifiant la surface des matériaux à étudier. Des traitements mécaniques de polissage différents seront réalisés de manière à obtenir différents niveaux d'érouissage superficiel. Ce travail étant présenté, nous étudierons la relation entre les nombres de dureté Vickers et Knoop. Nous montrerons qu'il est plus judicieux de baser les définitions de ces deux duretés sur le même principe de manière à comparer valablement les nombres de dureté. La comparaison pourra alors être étendue à l'ensemble de la gamme de dureté.

**Bibliographie du chapitre AI**

- [1] F. Petik, "Problems of hardness measurement", Measurement, 1, Issue 1 (1983) 24.
- [2] J. Malzbender, "Comment on hardness definitions", Journal of the European Ceramic Society, 23, Issue 9 (2003) 1355.
- [3] F. Mosh, English translation by haidinger, W., 1825, Treatise on Mineralogie, 1824.
- [4] M.T. Laugier, "An energy approach to the adhesion of coating using the scratch test", Thin Solid Films, 117 (1984) 243.
- [5] A.J. Perry, "Scratch adhesion testing of hard coating", Thin Solid Films, 107 (1983) 167.
- [6] J. Gong, H. Miao, Z. Peng and L. Qi, "Effect of peak load on the determination of hardness and Young's modulus of hot-pressed Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> by nanoindentation", Materials Science and Engineering A, 354, Issues 1-2 (2003) 140.
- [7] D. Tabor, "The hardness of solids", Review of Physics in Technology, 1 (1970) 145.
- [8] A.C. Fischer-Cripps, "Introduction to Contact Mechanics", Springer Verlag, Berlin, 2000, 243. ISBN 0-387-98914-5.
- [9] R. Hill R. "The mathematical theory of plasticity", O. Clarendon Press, 1950.
- [10] B.R. Lawn, A.G. Evans, D.B. Marshall, "Elastic/plastic indentation damage in ceramics : the median / radial crack system" Journal of American Ceracimc Society 63, Issues 9-10 (1994) 574.
- [11] D.R. Tate, "A comparison of micro-hardness indentation test".Transactions of ASM 35 (1945) 374.
- [12] H. O'Neill H., "The hardness metal and its measurement", Sherwood, Cleveland, OH, 1934.
- [13] C. Hays, E.G. Kendall, Metallurgy 6 (1973) 275.
- [14] Gane N., Cox J. M., "The micro-hardness of metals at very low loads". Philosophical Magazine 22 (1970) 881.
- [15] Yost F. G., "On the definition of hardness". Metallurgical Transactions A, Vol.14A (1983) 947.
- [16] Li H., Ghosh A., Han Y. H., Bradt R. C., "The frictional component of the indentation size effect in low load micro-hardness testing". Journal of Materials Research 8 (1993) 1028.
- [17] W.D. Nix, H. Gao, "Indentation size effect in crystalline materials: a law for strain gradient plasticity". Journal of the Materials and Physics of Solids, 46 (1998) 411.

- [18] J. Gong, J. Wang, Z. Guan, "A comparison between Knoop and Vickers hardness of silicon nitride ceramics", *Materials Letters* 56 (2002) 941.
- [19] J. Gong, "Comment on "Measurement of hardness on traditional ceramics", *Journal of the European Ceramic Society*, 23, Issue 10 (2003) 1769.
- [20] J. Gong, Z. Guan, "Load dependence of low-load Knoop hardness in ceramics: a modified PSR model", *Materials Letters*, 47, Issue 3 (2001) 140.
- [21] H. Bückle, *Mikrohärteprüfung.*, Berliner Union Verlag, Stuttgart (1965).
- [22] R. Mitshe, E.M. Onitsh, *Micro. Acta*, 36-37 (1971) 841.
- [23] F. Fröhlich, P. Grau, W. Grellmann, "Performance and analysis of recording microhardness test". *Phys. Stat Solid., A* 42 (1977).
- [24] O. Vingsbo, S. Hogmark, B. Jönsson, "Indentation hardness of surface-coated materials". *ASTM Spec. Pub.* (1986) 889.
- [25] E. Meyer, *Z. ver. deut. Ing.*, Vol. 52 (1908) 645.
- [26] H. Li, R.C. Bradt, "The microhardness indentation load/size effect in rutile and cassiterite single crystals", *Journal of Material Science* 28 (1993) 917.
- [27] A. Thomas, "Micro-hardness measurement as a quality control technique for thin hardness coating". *Surface Engineering*, 3 (1987) 117.
- [28] H. Gao, Y. Huang, W. D. Nix, J. W. Hutchinson, "Mechanism-based strain gradient plasticity— I. Theory", *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 47, Issue 6 (1999) 1239.
- [29] X. Qiu, Y. Huang, Y. Wei, H. Gao, K. C. Hwang, "The flow theory of mechanism-based strain gradient plasticity", *Mechanics of Materials*, 35, Issues 3-6 (2003) 245.
- [30] K.W. McElhaney, J.J. Vlassak, W.D. Nix, "Determination of indenter tip geometry and indentation contact area for depth-sensing indentation experiments". *Journal of Material Research* 13 (1998) 1300.
- [31] J. Gong, J. Wang, Z. Guan, "A comparison between Knoop and Vickers hardness of silicon nitride ceramics", *Materials Letters*, 56, issue 6 (2002) 941.
- [32] A.K. Mukhopadhyay, S.K. Datta, D. Chakraborty, "On the micro-hardness of silicon nitride and sialon ceramics". *Journal of European Ceramic Society*, 6 (1990) 303.
- [33] C. Ullner, A. Germak, H. Le Doussal, R. Morrell, T. Reich, W. Vandermeulen, "Hardness testing on advanced technical ceramics", *Journal of European Ceramic Society*, 21, issue 4 (2001) 439.
- [34] C. Ullner, J. Beckmann, R. Morrell, "Instrumented indentation test for advanced technical ceramics", *Journal of European Ceramic Society*, 22, Issue 8 (2002) 1183.

- [35] C. Shaw, Y. Li, H. Jones, "Effect of load and lubrication on low load hardness of a rapidly solidified light alloy", *Materials Letters* 28, Issues 1-3 (1996) 33.
- [36] M. Atkinson, H. Shi, *Material Science Technology* 5 (1989) 613.
- [37] H. Shi, M. Atkinson, "A friction model in low-load hardness testing of copper and aluminium", *Journal of Material Science* 25 (1990) 2111.
- [38] M. Atkinson, *Journal Test and Evaluation* 19 (1991) 368.
- [39] B.R. Lawn, V.R. Howes, "Elastic recovery at hardness indentations", *Journal of Material Science* 16 (1981) 2745.
- [40] D.B. Marshall, T. Noma, A.G. Evans, "A simple method for determining elastic modulus to hardness ratios using Knoop indentation measurements", *Journal American Ceramic Society* 65 (1982), 175.
- [41] P.J. Blau, *The Lab Handbook of micro indentation Hardness testing*, section 5.2, Blue rock Technical Publications, Oak Ridge, TN, 2000.
- [42] R.S. Lima, A. Kucuk, C.C. Berndt, "Evaluation of microhardness and elastic modulus of thermally sprayed nanostructured zirconia coatings", *Surface and Coatings Technology*, 135, Issues 2-3 (2001) 166.
- [43] G.A. Gogotsi, S.N. Dub, E.E. Lomonova, B.I. Ozersky, "Vickers and Knoop Indentation Behaviour of Cubic and Partially Stabilized Zirconia Crystals", *Journal of the European Ceramic Society* 15, Issue 15 (1995) 405.
- [44] E. Amitay-Sadovsky, H.D. Wagner, "Evaluation of Young's modulus of polymers from Knoop microindentation tests", *Polymer* 39, Issue 11 (1998) 2387.

## Chapitre AII : L'indentation pour déterminer la ténacité.

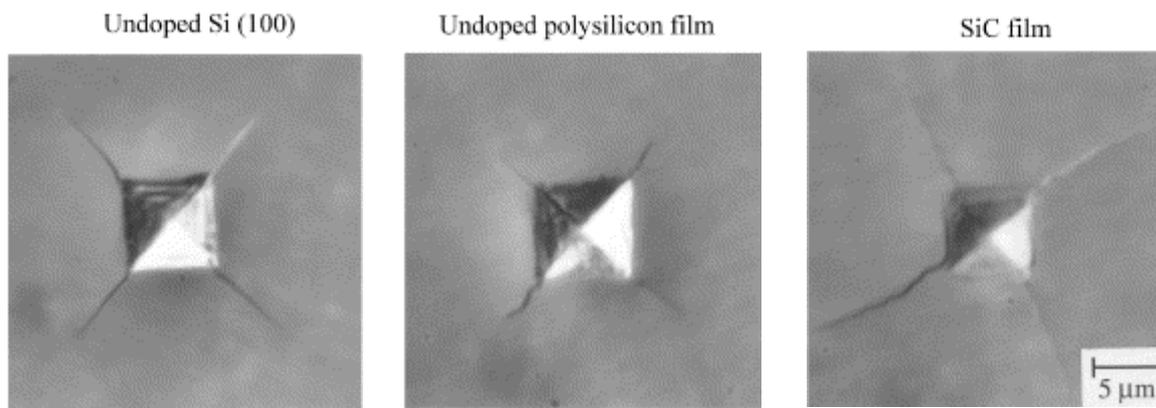
---

### AII-1. Introduction.

Pour déterminer la résistance à la fissuration des matériaux fragiles, l'indentation Vickers est une des méthodes les plus utilisées si on se rapporte au nombre de travaux qui portent sur cette technique [1-15]. Comparée aux techniques plus conventionnelles comme la flexion de poutre indentée (ISB) [16], la poutre entaillée en chevron (CNB) [17, 18], la poutre double cantilever (DCB) [19] et la poutre entaillée d'un seul côté (SENB) [20, 21], la technique d'indentation présente plusieurs avantages. En effet, la méthode par indentation Vickers nécessite seulement une surface plane polie et un équipement d'indentation. Le principe de cette méthode est d'appliquer l'indenteur sous une charge donnée et de mesurer la longueur de fissures correspondantes générées aux extrémités de l'empreinte. Le calcul de la ténacité prenant en compte les deux paramètres, charge et longueur de fissure, va dépendre de la forme de la fissure.

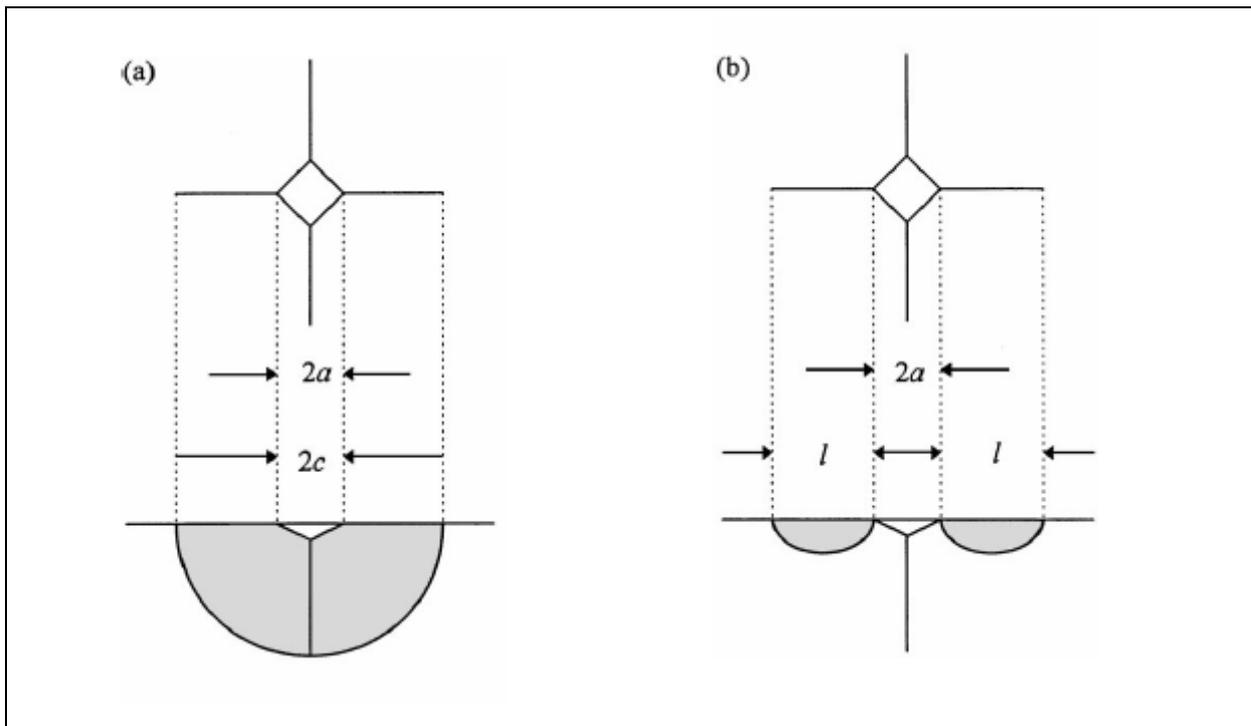
### AII-2. Formes des fissures.

L'observation de la surface polie sur laquelle est appliquée l'indenteur Vickers montre généralement 4 fissures aux extrémités de l'empreinte qui se propagent selon l'axe des diagonales (**Figure AII.1.**).



**Figure AII.1.** Fissures obtenues par indentation Vickers sur différents matériaux [22].

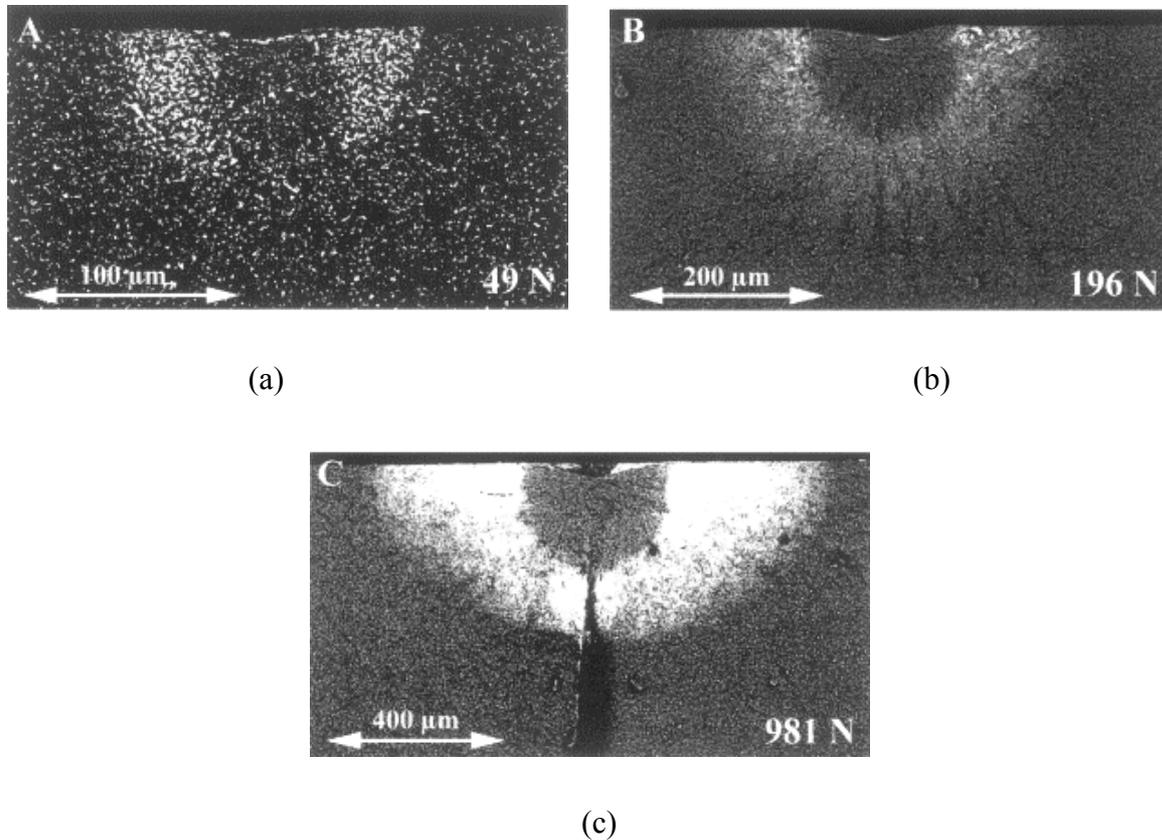
Cependant, sous la surface, la fissure peut prendre différentes formes. Lorsque la fissure est seulement développée aux extrémités de l'empreinte, elle est appelée de type Palmqvist [23]. Dans la suite, on emploiera souvent le terme « type P » pour désigner cette forme de fissure. Lorsque l'indentation génère une fissure en demi disque sous l'empreinte, on lui donne le nom de « Half Penny Crack » (fissure en demi penny). On dit aussi qu'elle est de type médian que l'on désignera par « type M » dans la suite. La **Figure AII.2.** schématise très bien les deux formes des fissures rencontrées.



**Figure AII.2.** Fissures sous indentation (a) de type médian ou half-penny crack (type M) et (b) de type Palmqvist (Type P).

Pour déterminer le type de fissure, la première idée est d'effectuer un polissage de la surface indentée. Si les fissures restent en contact avec les extrémités des empreintes, alors la fissure est de type M. Dans le cas contraire, les fissures n'apparaissent donc pas en dessous de l'empreinte, la fissure est de type P. Longtemps, on a suivi expérimentalement cette démarche mais des études récentes ont montré que le chemin de la fissure pouvait suivre d'autres voies. En effet, Lube [24] a étudié les profils des fissures par indentation en utilisant une méthode basée sur la décoration à l'acétate de plomb de la fissure obtenue par indentation Vickers de nitrures de silicium (**Figure AII.3.**). La **Figure AII.3.** correspond à trois indentations effectuées sous des charges différentes. Même la révélation par décoration peut être partielle,

Lube [24] conclue qu'une partie des fissures observées répond à la définition donnée par Cook et Pharr [25] en accord aussi avec la fissuration de type Palmqvist

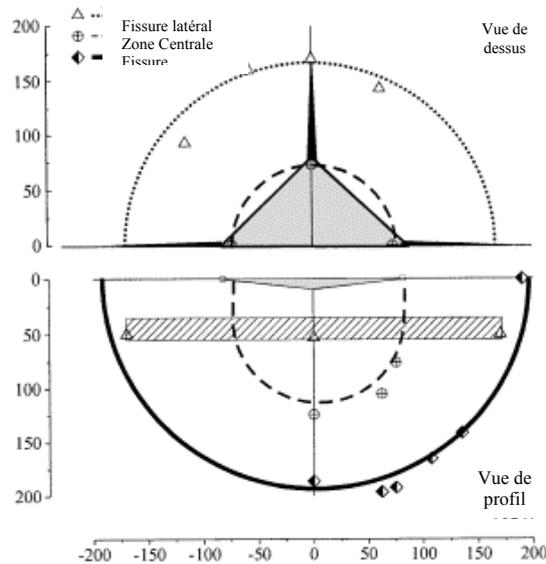


**Figure AII.3.** Fissures observées par Lube [24] en utilisant la méthode de décoration.

Cependant, sur la **Figure AII.3** on observe immédiatement sous l'empreinte une zone sombre. Pour Lube, il s'agit d'une zone centrale qui prend une forme hémisphérique adjacente à l'empreinte qui ne serait pas apparue par la décoration. Dans cette zone, des contraintes de compression existent au cours de l'indentation. L'auteur conclue que les fissures ne peuvent croître dans cette zone. Cependant, comme on peut le voir sur cette figure, pour les charges élevées, les deux segments de fissures se rejoignent pour former une fissure qui prend la forme générale d'une fissure de type M.

Ainsi, Lube suggère que le même matériau peut suivre les deux types de fissuration sous indentation. Ce comportement étant dépendant du niveau de charge appliquée. Ce résultat est en accord avec de nombreuses observations expérimentales. Par exemple, Matsumoto [26] a observé une fissuration de type P à des faibles valeurs de charge alors que les fissures de type M apparaissent pour les charges plus élevées. Il a aussi indiqué une valeur limite de charge

comprise entre 500 et 600 N. D'un autre côté, Glandus et al. [27] ont trouvé une valeur limite de 625 N pour la charge lorsque la ténacité du matériau est de l'ordre de  $8 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ . Des études systématiques réalisées par Cook et al. [28] et Kaliszewski [29], ont confirmé que des fissures de Palmqvist sont formées aux faibles charges d'indentation et que leur morphologie se change en fissure de type M au delà d'une valeur limite qui dépend du matériau. Ainsi, pour expliciter cette transition, Lube [24] propose l'existence d'une zone centrale qu'il schématise sur la **Figure AII.4**.



**Figure AII.4.** Vues schématiques d'une empreinte Vickers et de la fissure associée montrant une zone neutre située juste sous l'empreinte [24].

Pour exprimer la ténacité, de nombreux modèles existent. Tous ces modèles s'appuient soit sur le type P, soit sur le type M de la fissure.

### AII-3. Expressions de la ténacité.

Plusieurs auteurs [1-15] ont proposé différentes relations pour exprimer la ténacité ( $K_{IC}$ ) en fonction du type de fissure. Lorsque la fissure est de type Palmqvist (type P), les expressions de la ténacité relient la charge appliquée ( $P$ ) à la demi-diagonale de l'empreinte ( $a$ ) et la longueur de la fissure mesurée à partir de l'extrémité de l'empreinte ( $l$ ). Quand la fissure est de type Median (type M), les relations montrent une dépendance de la charge appliquée ( $P$ ) avec une longueur de fissure mesurée à partir du centre de l'empreinte ( $c$ ). Certaines de ces

relations font aussi intervenir les propriétés élasto-plastiques du matériau, c'est à dire le module d'élasticité ( $E$ ) et la dureté ( $H$ ).

Ponton et Rawlings [25] ont recensé 13 modèles pour un système de fissuration de type M et 4 modèles pour un système de fissuration de type P. Les expressions de la ténacité, différentes selon leur origine plus ou moins empirique et selon la zone de déformation plastique considérée sous l'empreinte sont rassemblées dans le **Tableau AII.1**.

Ténacité $K_{Ic}$ (fissures de type M)	Réf.	N° formule
$0,0101 P / ac^{1/2}$	[1]	(AII.1)
$0,0515 P / ac^{3/2}$	[2]	(AII.2)
$0,079 P / a^{3/2} \log(4,5 a/c)$	[3]	(AII.3)
$0,0824 P / c^{3/2}$	[4]	(AII.4)
$0,4636 P / a^{3/2} (E/H)^{2/5} 10^F *$	[5]	(AII.5)
$0,0141 P / a^{3/2} (E/H)^{2/5} \log(8,4 a/c)$	[6]	(AII.6)
$0,0134 P / c^{3/2} (E/H)^{1/2}$	[7]	(AII.7)
$0,0154 P / c^{3/2} (E/H)^{1/2}$	[8]	(AII.8)
$0,033 P / c^{3/2} (E/H)^{2/5}$	[9]	(AII.9)
$0,0363 (E/H)^{2/5} P / a^{3/2} (a/c)^{1,56}$	[10]	(AII.10)
$0,0095 (E/H)^{2/3} P / c^{3/2}$	[11]	(AII.11)
$0,022 (E/H)^{2/5} P / c^{3/2}$	[12]	(AII.12)
$0,035 (E/H)^{1/4} P / c^{3/2}$	[13]	(AII.13)
* : $F = - 1,59 - 0,34 B - 2,02 B^2 + 11,23 B^3 - 24,97 B^4 + 16,32 B^5$ et $B = \log(c/a)$		

$c$  correspond à la longueur de fissure mesurée à partir du centre de l'empreinte d'indentation et  $a$  à la demi-longueur de la diagonale de l'empreinte d'indentation.

Ténacité $K_{Ic}$ (fissures de type P)	Réf.	N° formule
$0,0089 (E/H)^{2/5} P / al^{1/2}$ for $\cong 0.25 \leq l/a \leq \cong 2.5$	[9]	(AII.14)
$0,0122 (E/H)^{2/5} P / al^{1/2}$	[13]	(AII.15)
$0,0319 P / al^{1/2}$	[14]	(AII.16)
$0,0089 (E/H)^{2/3} \cdot (a/l)^{1/2} \cdot P / c^{1/2}$ avec $c = a + l$	[15]	(AII.17)

**Tableau AII.1.** Modèles utilisés pour le calcul de la ténacité par indentation.

Il est possible de généraliser les expressions mathématiques des ténacités sous la forme suivante :

$$K_{ICM} = \alpha \left( \frac{E}{HV} \right)^q \cdot \frac{P}{c^{3/2}} \quad \text{et } c = a + l \quad \text{pour les fissures de type M} \quad (\text{AII.18})$$

$$K_{ICP} = \beta \left( \frac{E}{HV} \right)^r \cdot \frac{P}{al^{1/2}} \quad \text{pour les fissures de type P} \quad (\text{II.19})$$

où  $\alpha$  et  $\beta$  sont des coefficients et  $q$  et  $r$  des exposants qui prennent des valeurs différentes selon les auteurs. Parmi les relations les plus employées, la relation proposée par Evans [4] et Shetty [14] s'écrivent :

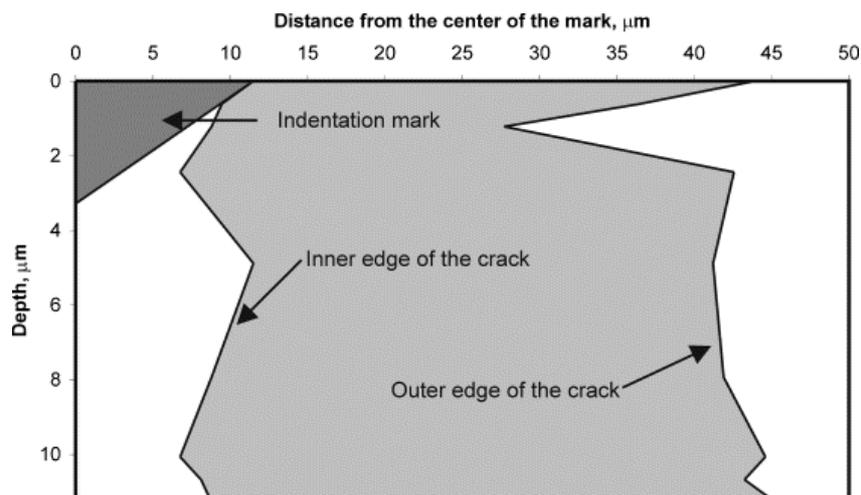
$$K_{ICM} = 0.0824 \frac{P}{c^{3/2}} \quad \text{pour les fissures de type M} \quad (\text{II.20})$$

$$K_{ICP} = 0.0319 \frac{P}{al^{1/2}} \quad \text{pour les fissures de type P} \quad (\text{II.21})$$

Ces relations présentent l'avantage de ne pas nécessiter la connaissance du module d'élasticité difficilement accessible pour certains matériaux.

#### AII-4. Approches expérimentales.

De toute évidence, la connaissance de la forme de la fissure est indispensable pour le choix de la relation. Il existe deux manières générales d'accéder à la forme de la fissure. La première est purement expérimentale. Il s'agit, comme nous l'avons signalé plus haut, d'effectuer des polissages successifs de la surface indentée et d'observer la fissure résiduelle. Par exemple, ce travail a été mené par Milekhine [31] qui a reproduit sur la **Figure AII.5** les mesures expérimentales.



**Figure AII.5.** Profil des fissures le long des diagonales d'empreintes réalisées sur un alliage FeSi sous une charge de 300 g [31].

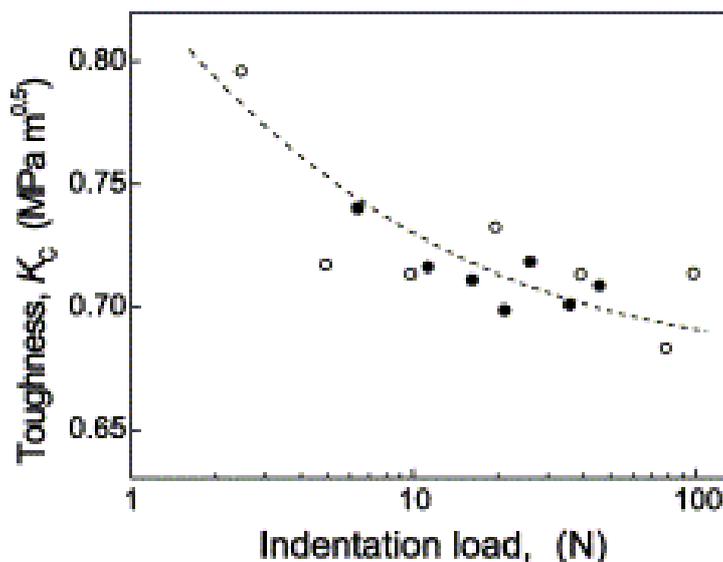
Bien que de forme imprécise, l'auteur a pu identifier une fissure qui s'approche du type Palmqvist. D'autres auteurs comme Lube [24] ont utilisé la technique de décoration. Il est clair que ces techniques demandent beaucoup de temps à mettre en œuvre. C'est pourquoi, une approche mathématique, permettant de s'affranchir de l'expérience, a été développée par Niihara [9]. Il s'agit d'un critère formel basé sur l'évolution du rapport entre la longueur de la fissure ( $c$ ) et la diagonale de l'empreinte ( $a$ ) en fonction de la charge appliquée. Cette approche semble très peu utilisée mais nous verrons dans la partie expérimentale de ce mémoire comment il est possible de prévoir la forme de la fissure à partir d'une meilleure analyse du rapport  $c/a$ .

Une autre possibilité pour identifier la forme de la fissure est de représenter le paramètre de fissuration,  $c^{3/2}$  ou  $al^{1/2}$  en fonction de la charge  $P$ . En effet, si les relations (AII.18) et (AII.19) sont vérifiées, alors ces paramètres doivent être constants comme le montre les relations suivantes :

$$c^{3/2} = \alpha \left( \frac{E}{HV} \right)^q \cdot \frac{1}{K_{ICM}} \cdot P = C_1^{te} \cdot P \quad \text{pour les fissures de type M} \quad (\text{AII.22})$$

$$al^{1/2} = \beta \left( \frac{E}{HV} \right)^r \cdot \frac{1}{K_{ICP}} \cdot P = C_2^{te} \cdot P \quad \text{pour les fissures de type P} \quad (\text{AII.23})$$

Gong [32], ajoutant des résultats de Ritter [33], propose de représenter la ténacité calculée en utilisant la relation (AII.8) en fonction de la charge appliquée (**Figure AII.6**).



**Figure AII.6.** Ténacité calculée avec la relation (AII.8) [32].

Comme le montre cette figure, il est impossible d'obtenir une valeur unique de ténacité. Elle ne serait donc pas une propriété intrinsèque au matériau. Pour l'auteur, l'évolution constatée de la ténacité avec la charge doit être attribuée à l'effet de taille en indentation, effet ISE que nous avons largement décrit dans le chapitre I. Gong [32] propose alors de modifier la relation de Anstis [8]. Cette modification est aussi applicable à l'ensemble des relations de ténacité. En effet, il s'agit de combiner l'expression générale de la dureté et la relation de la ténacité. Le nombre de dureté Vickers est exprimé par la relation suivante :

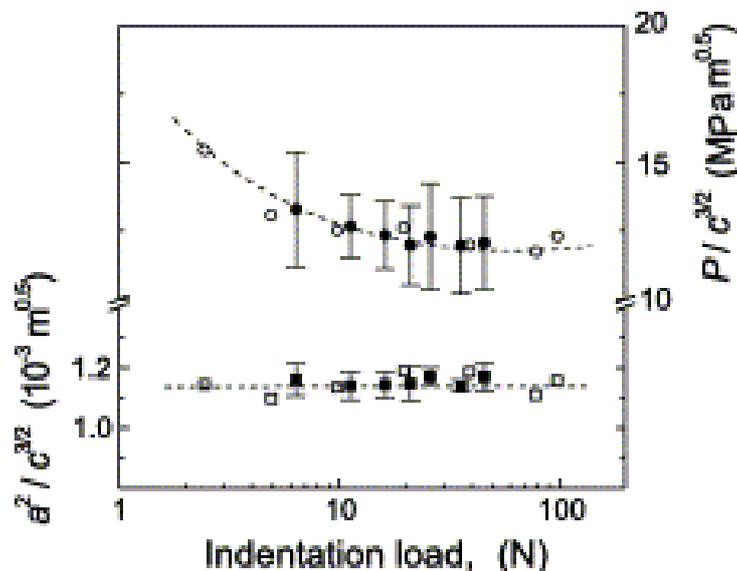
$$H = \frac{P}{A} = \frac{P}{2 \cdot a^2} \quad (\text{AII.24})$$

où  $a$  est la demi-longueur de la diagonale de l'empreinte résiduelle.

En introduisant l'expression de la dureté AII.24 dans la relation générale de la ténacité, Gong obtient la relation suivante :

$$K_C = 2.8(E.H_0)^{0.5} \cdot \frac{a^2}{c^{3/2}} \quad (\text{AII.25})$$

Il propose de tracer cette nouvelle expression de la ténacité en fonction de la charge appliquée. La **Figure AII.7** montre effectivement que les valeurs obtenues sont indépendantes de la charge en accord avec les hypothèses avancées par Gong [32].

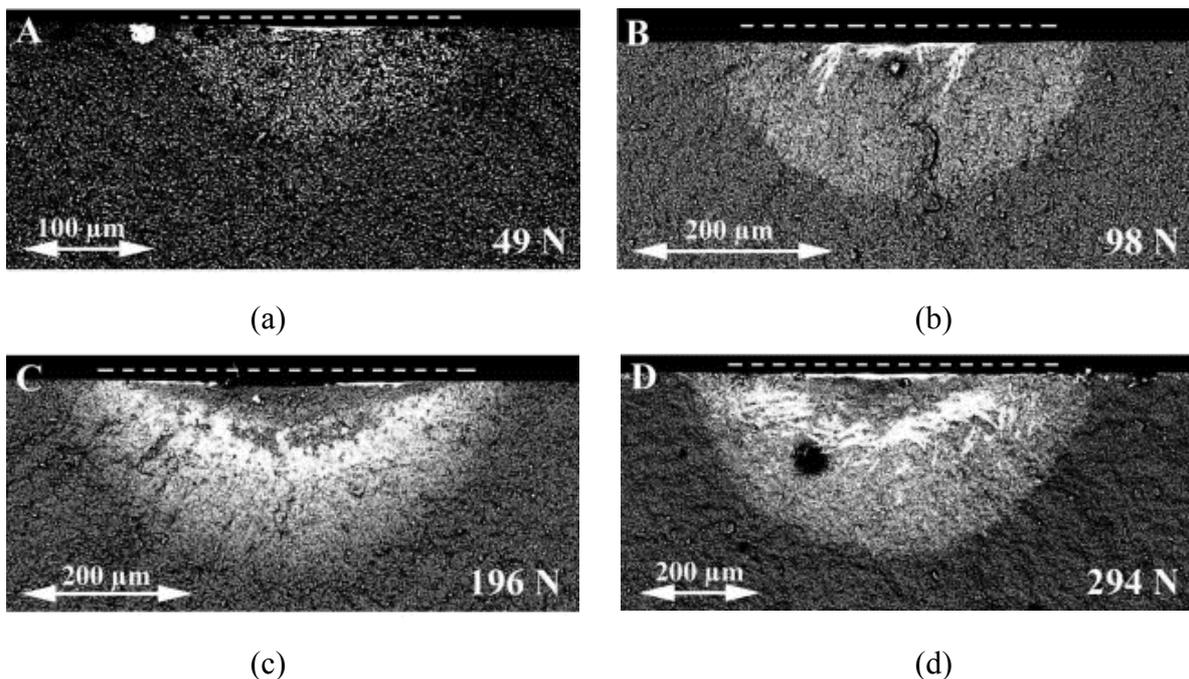


**Figure AII.7.** Paramètres de fissuration par indentation  $P/c^{3/2}$  (cercle) et  $a^2/c^{3/2}$  (carré) en fonction de la charge [32].

Ces résultats en fissuration par indentation Vickers sont très intéressants mais ils montrent aussi la difficulté de donner une valeur unique de la ténacité. En effet, de nombreux phénomènes liés à l'indentation, comme l'effet ISE ou pour certains matériaux une multifissuration sur les flancs de l'empreinte ou dans son voisinage, viennent perturber la simple analyse par l'une ou l'autre des relations proposées dans la bibliographie. Cependant, pour mieux comprendre le processus de fissuration, des auteurs ont cherché à utiliser l'indenteur Knoop dont la forme particulière doit générer un autre système de fissures par rapport à un indenteur Vickers.

#### AII-5. Fissuration par indentation Knoop.

Cependant, très peu d'études utilisant l'indenteur Knoop sont disponibles dans la bibliographie. On peut citer Lube [24] qui analyse la forme des fissures engendrées par un indenteur Knoop sur un nitrure de silicium. La **Figure AII.8** montre la forme des fissures, sous cet indenteur, révélées par la méthode de la décoration.

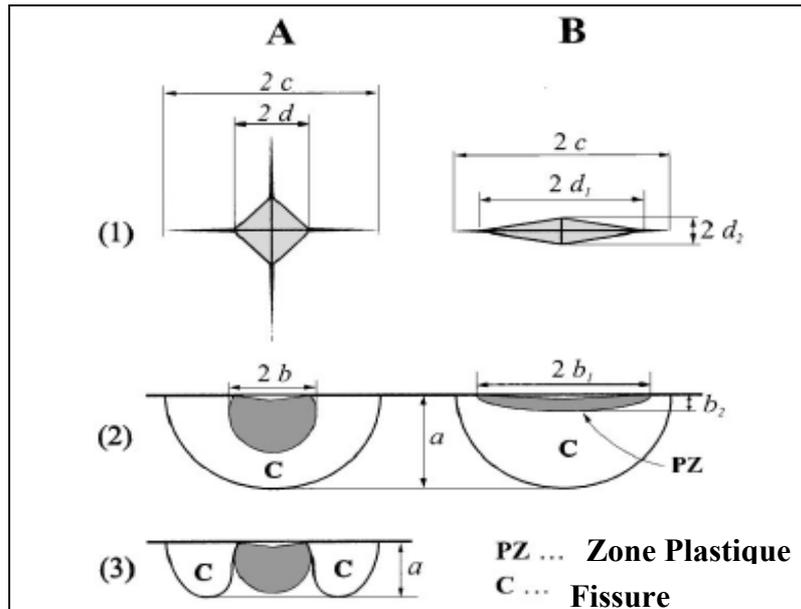


**Figure AII.8.** Fissures sous indentation Knoop observées par Lube [24] en utilisant la méthode de décoration.

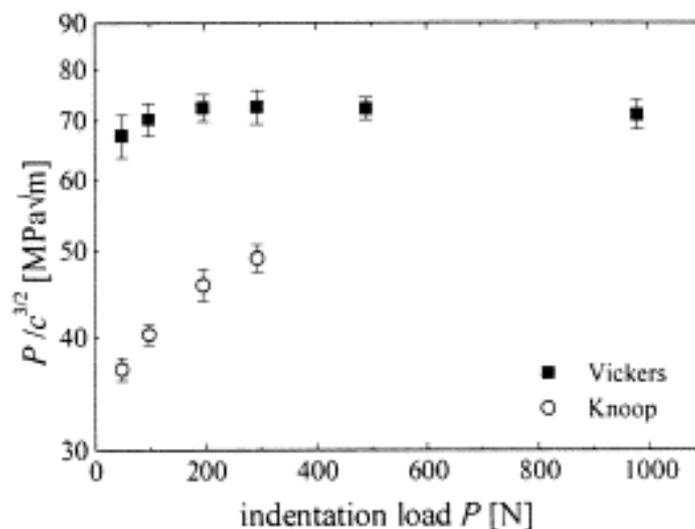
Les indentations Knoop sont beaucoup moins profondes que les indentations Vickers effectuées pour la même charge appliquée. Mais comme pour ces dernières et à cause du retour élastique, l'empreinte résiduelle est moins profonde que la profondeur théorique qui

serait calculée à partir de la géométrie de l'indenteur et de la mesure de la grande diagonale de l'empreinte [34]. La zone centrale a ici la forme d'une ellipse. Ses dimensions sont très voisines de la longueur de la grande diagonale. La profondeur de cette zone est approximativement 4 fois la profondeur de l'empreinte d'indentation.

Cette observation permet à Lube [24] de proposer un schéma de fissuration par indentation Knoop. La **Figure AII.9** compare ce schéma de fissuration à celui obtenu sous indentation Vickers.



**Figure AII.9.** Schéma comparatif des fissures par indentation Vickers (A) et Knoop (B). (1) vue de la surface indentée, (2) fissures de type M et (3) fissure de type P [24].



**Figure AII.10.** Paramètre de fissuration de type M ( $P/c^{3/2}$ ) en fonction de la charge appliquée en indentation Vickers et Knoop.

La **Figure AII.10** représente le paramètre de fissuration de type M ( $P/c^{3/2}$ ) en fonction de la charge appliquée en indentation Vickers et Knoop.

Cette figure montre que le rapport ( $P/c^{3/2}$ ) est environ deux fois plus petit dans le cas de l'indentation Knoop. Cette valeur est sans doute à rapprocher à la différence entre les longueurs des diagonales obtenues sous la même charge avec les deux indenteurs. En effet, pour les faibles valeurs de dureté, qui sont voisines avec les deux types d'indenteur, le rapport des longueurs se calcule avec les formules générales de dureté :

$$HV = 1,8544 \cdot \frac{P}{d^2} \text{ et } HK = 14,229 \cdot \frac{P}{L^2} \quad (\text{AII.25})$$

On obtient alors :

$$\frac{L}{d} = \left( \frac{14,229}{1,8544} \right)^{1/2} = 2,8 \quad (\text{AII.26})$$

Si on peut représenter la fissuration sous indentation Knoop, il n'est pas encore possible de fournir une valeur de la ténacité. En effet, on ne trouve pas dans la bibliographie de formules de calcul de la ténacité développée spécialement pour l'indentation Knoop.

#### **AII-6. Discussion.**

La mesure de la ténacité des matériaux fragiles par indentation reste d'un emploi simple. L'extension de son utilisation avec d'autres formes d'indenteurs est intéressante. Elle devrait permettre une meilleure compréhension des phénomènes mis en jeu. Elle devrait aussi faciliter la démarche dans son interprétation. En effet, de nos jours, il semble difficile d'échapper à la détermination de la forme des fissures par une méthode autre qu'expérimentale, détermination nécessaire à l'utilisation de relation adaptée au mode de fissuration.

Dans notre travail, nous chercherons à valider une approche mathématique de la fissuration par indentation Vickers en développant l'utilisation du critère ( $c/a$ ). Nous chercherons ensuite à préciser les conditions d'application de l'indenteur Knoop dans la mesure de la ténacité. L'objectif étant d'aboutir à une valeur de ténacité identique avec les deux indenteurs, si on suppose, bien entendu, que la mesure obtenue par indentation doit être une propriété intrinsèque du matériau.

**Bibliographie du chapitre AII**

- [1] B.R. Lawn, M.V. Swain, "Micro-fracture beneath point indentations in brittle solids". *Journal of Material Science*, 10 (1975) 113.
- [2] B.R. Lawn, E.R. Fuller, "Equilibrium penny-like crack in indentation fracture". *Journal of Material Science*, 10 (1975) 2016.
- [3] A.G. Evans, T.R. Wilshaw, "Quasi-static solid particle damage in brittle solids". *Acta Metallurgical*, 24 (1976) 939.
- [4] A.G. Evans, E.A. Charles, "Fracture toughness determination by indentations". *Journal of American Ceramic Society*, 59 (1976) 371.
- [5] A.G. Evans, "Fracture toughness: the role of indentation techniques". In *Fracture Mechanics Applied to Brittle Materials*. ASTM STP 678, ed. S. W. Freiman. American Society for Testing and Materials, Philadelphia PA, (1979) 112.
- [6] J.E. Blendell, PhD Thesis, Massachusetts Institute of Technology (1979).
- [7] B.R. Lawn, A.G. Evans, D.B. Marshall, "Elastic / plastic indentation damage in ceramic: the median / radial crack system". *Journal of American Ceramic Society*, 64, 9-10 (1980) 574.
- [8] G.R. Anstis, P. Chantiklul, B.R. Lawn, D.B. Marshall, "A critical evaluation of indentation techniques for measuring fracture toughness: I, Direct crack measurements". *Journal of American Ceramic Society*, 64 (1981) 533.
- [9] K. Niihara, R. Morena, D.P. Hasselman, "Evaluation of  $K_{IC}$  of brittle solids by the indentation method with low crack-to-indent ratios". *Journal of Materials Science Letters*, 1 (1982) 13.
- [10] J. Lankford, "Indentation micro-fracture in the palmqvist crack regime: implications for fracture toughness evaluation by indentation method". *Journal of Materials Science Letters*, 1 (1982) 493.
- [11] M. T. Laughier, "Toughness determination of some ceramic tool materials using the method of Hertzian indentation fracture". *Journal of Materials Science Letters*, 4 (1985) 1539.
- [12] K. Tanaka, "Elastic/plastic indentation and indentation fracture toughness: the inclusion core model". *Journal of Materials Science*, 22 (1987) 1501.
- [13] K. Niihara, "A fracture mechanics analysis of indentation-induced Palmqvist crack in ceramic". *Journal of Materials Science Letters*, 2 (1983) 221.
- [14] D.K. Shetty, I.G. Wright, P.N. Mincer, A.H. Clauer, "Indentation fracture of WC-Co cermets". *Journal of Materials Science*, 20 (1985) 1873.

- [15] M.T. Laugier, "New formula for indentation in ceramic". *Journal of Materials Science Letters*, 6 (1987) 355.
- [16] M.V. Swain, N. Claussen, "Dependence of toughness of alumina on grain size and test technique". *Journal of American Ceramic society*, 66 (1983) c-27.
- [17] K. Tsukuma, "Mechanical properties and thermal stability of CeO<sub>2</sub> containing tetragonal zirconia polycrystals". *Journal of American Ceramic society*, 65 (1986) 1386.
- [18] K. Tsukuma and M. Shimada, "Strength, fracture toughness and Vickers hardness of CeO<sub>2</sub>-stabilized tetragonal ZrO<sub>2</sub> polycrystals (Ce-TZP)". *Journal of Materials Science*, V. 20 (1985) 1178.
- [19] K.E. Amin, in: S.J. Schneider Jr., J.R. Davis, G.M. Davidson, S.R. Lampman, M.S. Woeds, T.B. Zorc (Eds.), *Engineered Materials Handbook, Ceramics and Glasses*, Vol. 4, ASM International, Metals Park, OH, 1991, p. 599.
- [20] J. Wang, X.H. Zheng, R. Stevens, *Journal of Materials Science*, 27 (1992) 5348.
- [21] J. Wang, M. Rainforth, I. Wadsworth, R. Stevens, "The Effects of Notch Width on the SENB Toughness for Oxide Ceramics". *Journal of European Ceramic Society*, 10 (1992) 21.
- [22] X. Li, B. Bhushan, K. Takashima, C.W. Baek, Y.K. Kim, "Mechanical characterization of micro/nano-scale structures for MEMS/NEMS applications using nano-indentation techniques". *Ultramicroscopy* 97, Issues 1-4 (2003) 481.
- [23] S. Palmqvist, "Method of determining the toughness of brittle materials, particularly sintered carbides". Translation N° BISI 1865? Of *Jernkontorets Annaler* 141 (5) (1957) 300.
- [24] T. Lube T, "Indentation crack profiles in silicon nitride". *Journal of European Ceramic Society*, 21 (2001) 211.
- [25] R.F. Cook, G.M. Pharr, "Direct observation and analysis of indentation cracking in glasses and ceramics". *Journal of American Ceramic Society*, 73 (1990) 787.
- [26] R.L.K. Matsumoto, *Journal of American Ceramic Society*, 70 (1987) 366.
- [27] J.C. Glandus, T. Rouxel, Q. Tai, "Study of the Y-TZP toughness by an indentation method". *Ceramic International*, 17 (1991) 129.
- [28] R.F. Cook, L.M. Braun, W.R. Cannon, "Trapped Cracks at Indentations: I, Experiments on Ytria-Tetragonal Zirconia Polycrystals". *Journal of Material Science*, 29 (1994) 2133.

- [29] M.S. Kaliszewski, G. Behrens, A.H. Heuer, "Indentation Studies on Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Stabilized ZrO<sub>2</sub>: I. Development of Indentation-Induced Cracks". *Journal of American Ceramic Society*, 77 [5] (1994) 1185.
- [30] C.B. Ponton, R.D. Rawlings, "Vickers indentation fracture toughness test. Part 1". *Material Science and Technology*, 5 (1989) 865.
- [31] V. Milekhine, M. I. Onsoien, J. K. Solberg, T. Skaland, "Mechanical properties of FeSi (Fe), FeSi<sub>2</sub> (Fe) and Mg<sub>2</sub>Si". *Intermetallics*, 10, Issue 8 (2002) 743.
- [32] J. Gong, W. Si, Z. Guan, "Effect of load-dependence of hardness on indentation toughness determination for soda-lime glass". *Journal of Non-Crystalline Solids*, 282, Issues 2-3 (2001) 325.
- [33] J.E. Ritter, F.M. Mahoney, K. Jakus, in: R.C. Bradt, A.G. Evans, D.P.H. Hasselman, F.F. Lange (Eds.), *Fracture Mechanics of Ceramics*, 8, Plenum, New York, (1986) 213.
- [34] I.E. McColm, "Ceramic Hardness". Plenum Press, New York & London, (1990) 145.

## **Chapitre AIII : L'indentation pour déterminer la ténacité interfaciale.**

---

### **AIII-1. Introduction.**

L'essai d'indentation interfaciale a montré avec succès son utilité pour la caractérisation de l'adhérence d'un couple substrat / revêtement. Cet essai, simple de mise en œuvre, ne nécessite que l'utilisation d'un appareil de chargement en indentation. Lesage et al. [1] au laboratoire ont étudié l'adhérence de revêtements de carbure de chrome à liant nickel-chrome déposés par projection thermique sur divers substrats métalliques. Pour caractériser l'adhérence, ils ont proposé la définition d'une charge critique d'indentation nécessaire à l'amorçage d'une fissure à l'interface. Cette charge est définie à partir des graphes de fissuration, longueur de fissure en fonction de la charge appliquée en représentation bi-logarithmique, comme étant l'intersection des droites de fissuration avec la droite de dureté apparente (demi-diagonale d'empreinte en fonction de la charge). Le travail repris par Araujo [2] a permis ensuite de définir une ténacité apparente d'interface s'appuyant sur les formulations de la ténacité des matériaux fragiles proposées dans le chapitre II.

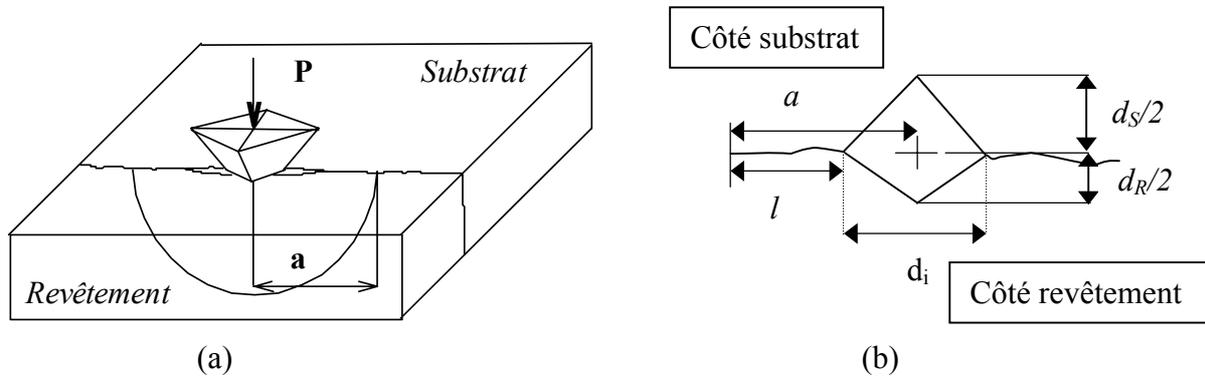
### **AIII-2. Principe de l'essai d'indentation interfaciale.**

#### **AIII-2.1. Définition de la charge critique.**

Le but de l'essai d'indentation interfaciale est de provoquer la décohésion du revêtement de son substrat par la création d'une fissure, que l'on peut mesurer, à l'interface. Pour cela, l'indentation peut être réalisée soit sur le revêtement à la surface de l'échantillon [3], soit dans le substrat au voisinage de l'interface sur une section droite de l'échantillon [4], soit encore directement à l'interface substrat / revêtement sur une section droite de l'éprouvette [5, 6]. Le **Figure AIII.1** représente schématiquement cette dernière méthode en montrant la position de l'empreinte réalisée à l'aide d'un pénétrateur pyramidal Vickers. La fissure générée dans le plan de l'interface est de forme semi-circulaire comme l'ont montré les travaux d'Ostojic [7] confirmés par Choulier [6] et Démarécaux [8].

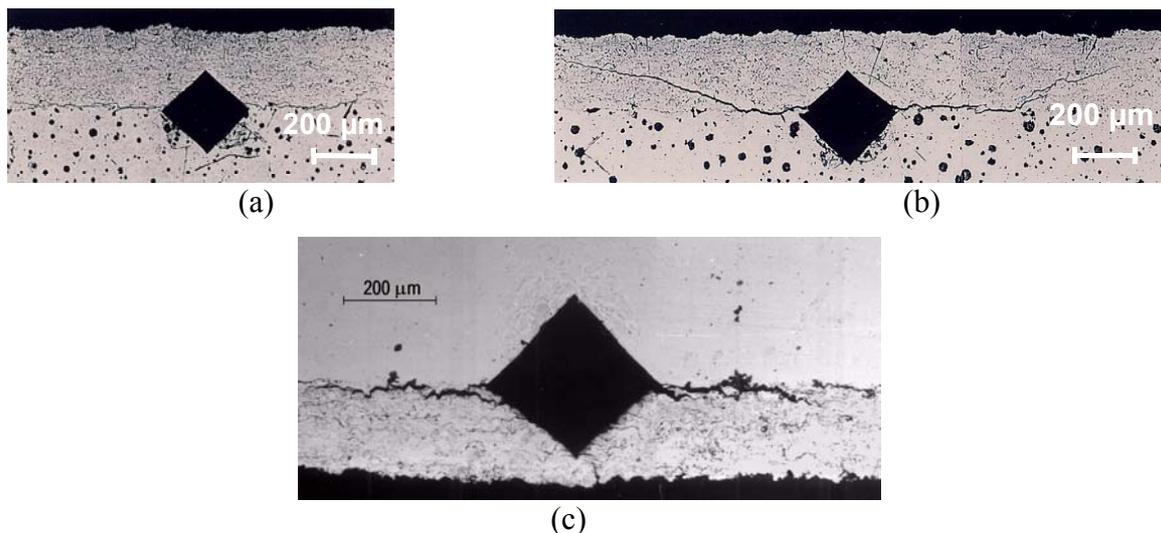
Du point de vue expérimental, pour chaque charge d'indentation et pour chaque épaisseur du revêtement, on effectue une série d'indentations pour conduire à une valeur moyenne des paramètres géométriques où  $d$  est la diagonale d'empreinte pour laquelle les indices

représentent soit le substrat (S), soit le revêtement (R) ou encore l'interface (i),  $l$  est la longueur de la fissure mesurée dans le plan de l'interface à partir de l'extrémité de l'empreinte et  $a$ , celle mesurée à partir du centre.



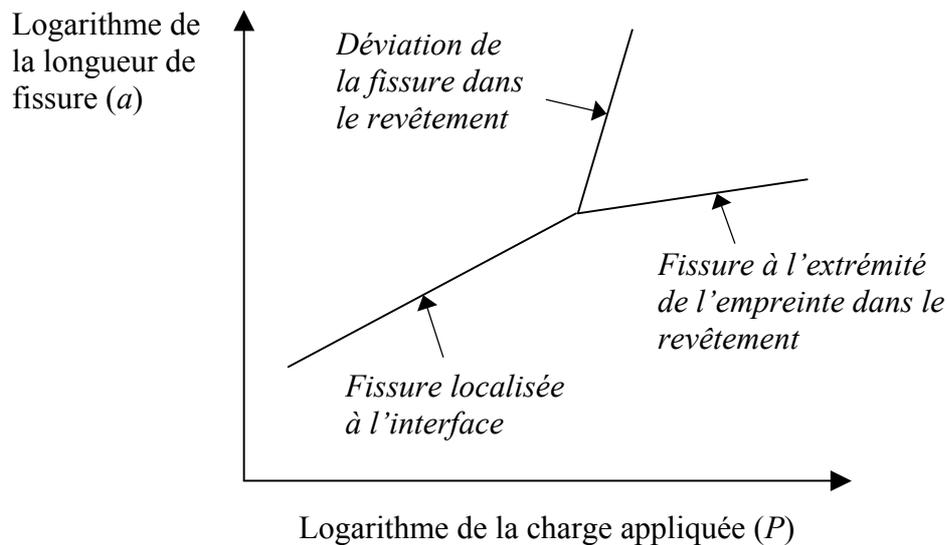
**Figure AIII.1.** (a) Principe de l'essai d'indentation interfaciale et (b) caractéristiques géométriques déduites de l'essai.

De manière générale, les fissures sont toujours localisées à l'interface pour les faibles charges d'indentation (**Figure AIII.2a**). Pour des charges plus élevées, on peut observer des bifurcations de la fissure dans le revêtement (**Figure AIII.2b**) ou l'apparition d'une fissure secondaire à l'extrémité de l'empreinte dans le revêtement et dirigée vers l'extrême surface (**Figure AIII.2c**). Ces changements du régime de fissuration sont en relation avec l'épaisseur du revêtement et l'état de contraintes résiduelles mais aussi avec les propriétés élasto-plastiques du substrat et du revêtement.



**Figure AIII.2.** Exemple de fissures générées par l'essai d'indentation interfaciale : (a) fissure localisée à l'interface, (b) bifurcation de la fissure dans le revêtement et (c) apparition d'une fissure secondaire à l'extrémité de l'empreinte dans le revêtement [9].

D'un simple point de vue expérimental, lorsqu'on examine la relation entre la longueur de fissure ( $a$ ) et la charge d'indentation appliquée ( $P$ ) on observe une loi de type exponentielle qui ne permet pas directement d'être exploitée. Par contre, en coordonnées bi-logarithmiques, les résultats s'alignent (**Figure AIII.3**) sur une droite qui change de pente lorsque le régime de fissuration change.

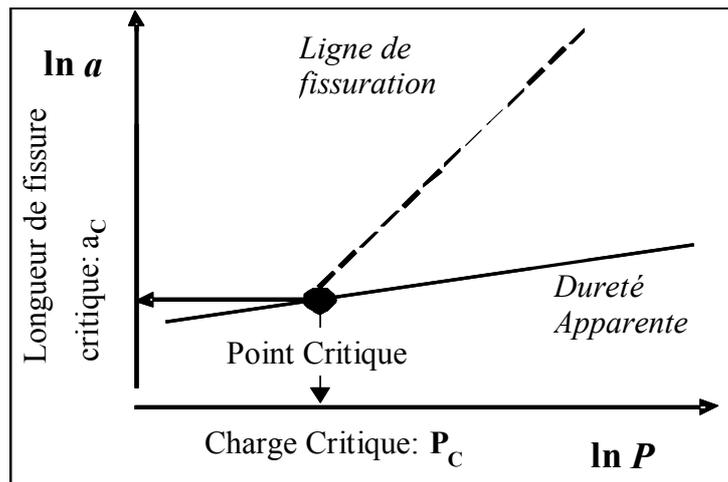


**Figure AIII.3.** Représentation schématique  $\ln a - \ln P$  en fonction du régime de fissuration.

On observera que la pente augmente lorsque la fissure dévie dans le revêtement. Ce phénomène est expliqué par les contraintes développées par l'indentation et par la rupture cohésive de la couche et finalement par une propagation de la fissure accélérée. Lorsque la fissure apparaît à l'extrémité de l'empreinte dans le revêtement, la pente diminue. Une partie de l'énergie d'indentation est utilisée pour la fissuration secondaire et par conséquent n'est plus disponible pour la fissuration à l'interface.

Nous nous intéressons ici uniquement au cas où la fissure reste localisée à l'interface et nous cherchons à déterminer la charge pour laquelle la fissure va apparaître. La longueur de fissure ( $a$ ), mesurée à partir du centre de l'empreinte, est égale à la longueur de la fissure mesurée à partir de l'extrémité de l'empreinte ( $l$ ) à laquelle on ajoute la valeur de la demi-diagonale de l'empreinte mesurée à l'interface ( $di/2$ ). Dans ces conditions, la charge critique d'amorçage est celle pour laquelle la longueur de fissure se réduit à la demi-diagonale de l'empreinte au point d'intersection des droites. Il est donc judicieux de représenter sur le même graphe de

fissuration, cette demi-diagonale en fonction de la charge appliquée. Cette relation est linéaire en coordonnées bi-logarithmiques. Elle est appelée « droite de dureté apparente » car elle correspond à la relation entre  $P$  et  $a$  comme le prévoit la relation de dureté de Meyer [10]. La **Figure AIII.4** montre schématiquement une droite de fissuration à laquelle est associée sa droite de dureté apparente.



**Figure AIII.4.** Représentation schématique d'une droite de fissuration et de la droite de dureté apparente associée.

L'intérêt d'une telle représentation est de mettre en évidence un point de concours de telle sorte que pour des charges plus faibles on ne mesure que la demi-diagonale d'empreinte, c'est à dire qu'aucune fissure n'est observée à l'interface. Par contre, au-delà de cette charge, on observe une fissure puisque à la demi-diagonale s'ajoute la longueur de fissure mesurée à l'extrémité de l'empreinte. Ce point de concours peut donc être défini comme un point critique correspondant à l'amorçage de la fissure.

La charge critique, ainsi définie, rend compte de la possibilité de rompre les liaisons entre le revêtement et le substrat et peut ainsi être considérée comme représentative de l'adhérence. Comme les essais d'indentation sont utilisés pour déterminer la ténacité sur matériaux fragiles, Araujo [2] propose de relier cette charge critique ( $P_c$ ) à une ténacité apparente d'interface ( $Kca$ ) nommée ainsi puisqu'il s'agit d'un couple de matériaux et non d'un matériau massif. C'est cette ténacité d'interface qui est considérée comme un critère caractéristique de l'adhérence du couple substrat / revêtement.

### AIII-2.2 Définition de la ténacité apparente d'interface.

Sur la base des travaux originaux de Palmqvist [11], plusieurs auteurs ont tenté de définir aussi bien une énergie de fissuration  $G_c$  [5] qu'une ténacité d'interface  $K_c$  [4] à partir des résultats de l'essai d'indentation interfaciale. Déduits de considérations empiriques ou théoriques basées sur les concepts de la Mécanique Linéaire à la Rupture, les modèles proposés impliquent un rapport  $(P/c^{3/2})$  qui doit être constant quelque soit le couple substrat / revêtement. Le **Tableau AII.1** du chapitre AII résume les formulations de la ténacité de matériaux fragiles. Les relations sont suffisamment proches pour que les auteurs puissent adopter la relation moyenne suivante :

$$K_c a = 0,015 \cdot \frac{P_c}{a_c^{3/2}} \cdot \left( \frac{E}{H} \right)_i^{1/2} \quad (\text{AIII.1})$$

obtenue en considérant la forme la plus simple du rapport module d'Young / dureté  $((E/H)^{1/2})$  et en retenant le coefficient moyen 0,015. On peut noter que la relation (AII.1) est, dans ces conditions, très proche des relations proposées par Lawn [12] et Anstis [13].

Ce modèle peut s'appliquer directement. Cependant, l'utilisation de la charge critique d'indentation apporte un intérêt supplémentaire puisque le point critique est situé sur la droite de dureté apparente :

$$H_i = 1,8544 \cdot \frac{P}{(2a_c)^2} \Rightarrow P_c = \frac{(2a_c)^2 \cdot H_i}{1,8544} \quad (\text{AIII.2})$$

En remplaçant  $P_c$  par sa valeur dans la relation (AIII.1), on obtient :

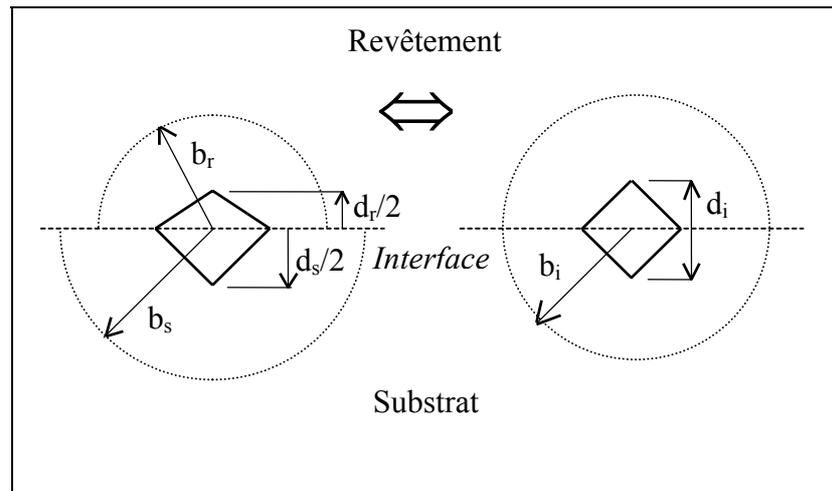
$$K_c a = 0,0183 \cdot (E \cdot H)_i^{1/2} \cdot \sqrt{\pi a_c} \quad (\text{AIII.3})$$

qui présente la forme bien connue :

$$K_c a = \alpha \cdot \sigma \cdot \sqrt{\pi a} \quad (\text{AIII.4})$$

Pour les essais d'indentation interfaciale cependant, une transposition directe de ces relations ne peut être réalisée même au point critique parce que l'indentation s'effectue sur deux matériaux différents. Il s'agit donc d'introduire les contributions du substrat et du revêtement dans l'expression du rapport du module d'élasticité sur la dureté  $(E/H)$ .

Dans le but d'établir un modèle, Lesage et Chicot [14] considère que l'interface se comporte localement comme un matériau homogène dont les propriétés élastique et plastique résulteraient des contributions respectives du revêtement et du substrat. Ceci peut être obtenu en considérant une largeur fictive de l'empreinte et un rayon fictif de la zone plastique développée autour de l'empreinte calculée à partir de ceux du substrat et du revêtement. La **Figure AIII.5** présente schématiquement les caractéristiques géométriques retenues pour l'établissement du modèle.



**Figure AIII.5.** Schématisation géométrique d'une empreinte d'indentation à l'interface.

En considérant que les caractéristiques géométriques de l'interface sont les caractéristiques moyennes de l'ensemble substrat / revêtement, la diagonale d'empreinte ( $d_i$ ) et le rayon de la zone plastique ( $b_i$ ) de l'interface s'écrivent :

$$d_i = \frac{d_r + d_s}{2} \quad \text{et} \quad b_i = \frac{b_r + b_s}{2} \quad (\text{AIII.5})$$

et  $b$  de la relation de Lawn [11] :

$$b = \frac{d}{2} \left( \frac{E}{H} \right)^{1/2} \cdot \cot g^{1/3} \xi \quad \text{avec} \quad \xi = 74^\circ \quad (\text{AIII.6})$$

Pour l'interface, cette dernière relation s'écrit donc :

$$\left( \frac{E}{H} \right)_i^{1/2} = \frac{2}{\cot g^{1/3} \xi} \cdot \frac{b_i}{d_i} = \frac{2}{\cot g^{1/3} \xi} \cdot \frac{b_r + b_s}{d_r + d_s} \quad (\text{AIII.7})$$

où  $i$ ,  $r$  et  $s$  sont les indices respectifs de l'interface, du revêtement et du substrat.

En remplaçant  $d_r$ ,  $d_s$  et  $b_r$ ,  $b_s$  par leurs expressions, on obtient une expression du rapport  $(E/H)_i$ :

$$\left(\frac{E}{H}\right)_i^{1/2} = \frac{\left(\frac{E}{H}\right)_s^{1/2}}{1 + \left(\frac{H_s}{H_r}\right)^{1/2}} + \frac{\left(\frac{E}{H}\right)_r^{1/2}}{1 + \left(\frac{H_r}{H_s}\right)^{1/2}} \quad (\text{AIII.8})$$

qui permet d'appliquer la relation AIII.1 de la ténacité apparente d'interface.

### AIII-3. Méthodologie.

Lesage et Chicot [14] proposent de suivre la méthodologie suivante pour obtenir une valeur de ténacité:

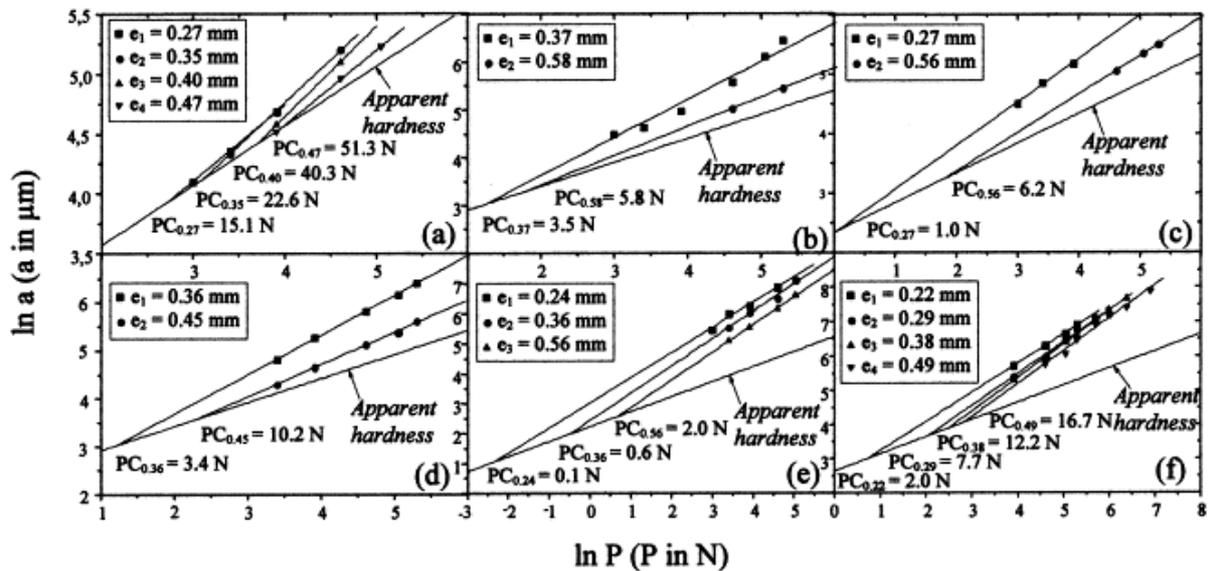
1. Effectuer un polissage d'une section transversale de l'échantillon revêtu pour réaliser les essais d'indentation Vickers sous différentes charges appliquées, l'axe de l'empreinte devant coïncider avec l'interface revêtement / substrat.
2. Pour chaque essai d'indentation, il faut mesurer la valeur de la demi-diagonale de l'empreinte ( $d/2$ ) et la longueur de la fissure ( $a$ ) de chaque côté de l'empreinte dans la plan de l'interface. La longueur de fissure ( $a$ ) correspond à la longueur de fissure mesurée à partir du centre de l'empreinte ( $l$ ) à laquelle il faut ajouter la valeur de la demi-diagonale de l'empreinte mesurée à l'interface ( $d/2$ ).
3. Il faut ensuite représenter dans une échelle bilogarithmique la demi-diagonale de l'empreinte ( $d/2$ ) et la longueur de fissure ( $a$ ) en fonction de la charge appliquée. La relation entre  $d/2$  et  $P$  est linéaire, elle est appelée "Droite de dureté apparente".
4. Enfin, il faut déterminer les coordonnées du "point critique" ( $P_C$ ,  $a_C$ ). Les coordonnées de ce point seront ensuite utilisées pour calculer la ténacité apparente d'interface du couple revêtement-substrat.

### AIII-4. Quelques résultats expérimentaux.

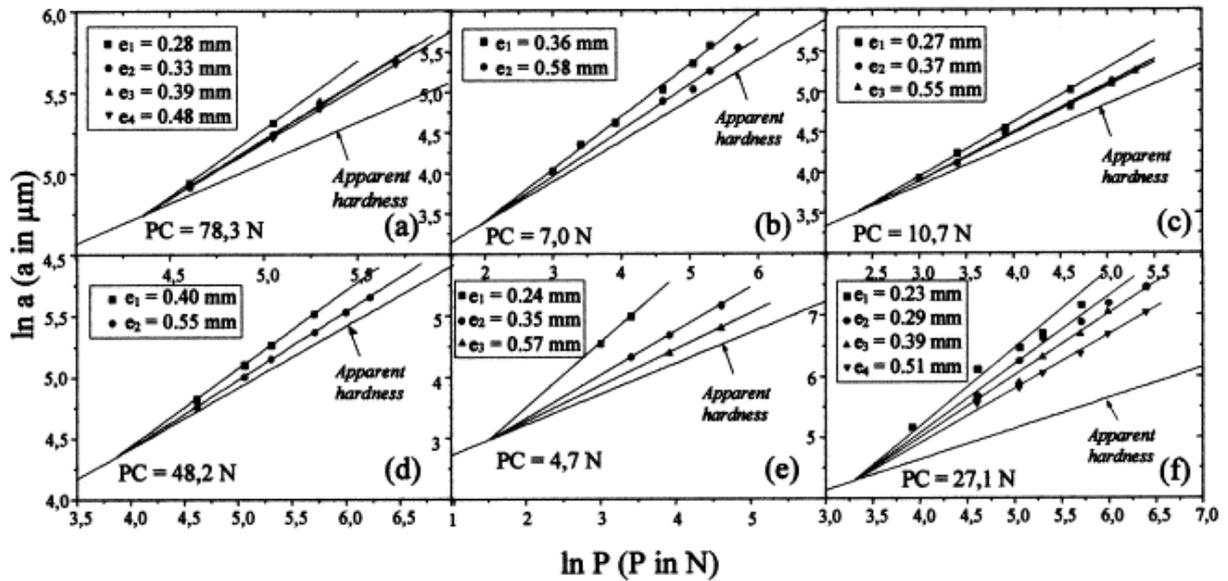
Lesage et Chicot [14] appliquent l'essai d'indentation interfaciale pour la détermination de l'adhérence de revêtement de carbure de chrome à liant nickel chrome déposé par la technique HVOF "High Velocity Oxygen Fuel" sur différentes substrats métalliques. L'essai est tout d'abord pratiqué sur les matériaux bruts de déposition. La **Figure AIII.6** montre les droites de

fissuration obtenues. De toute évidence, la technique d'indentation interfaciale peut valablement s'appliquer pour la détermination d'une charge critique d'amorçage d'une fissure. Les auteurs proposent de calculer une ténacité apparente d'interface à partir des coordonnées du point critique. Ils trouvent que les valeurs obtenues évoluent avec l'épaisseur du revêtement.

Pour étudier l'effet des contraintes résiduelles généralement présentes dans ce type de revêtement, les auteurs ont reproduits les essais d'indentation interfaciale sur les mêmes couples de revêtements après leur avoir fait subir un recuit de détente à 600 °C pendant 2 heures devant éliminer en totalité ou en partie les contraintes résiduelles. La Figure AIII.7 montre les droites de fissuration obtenues dans ces conditions.



**Figure AIII.6.** Représentation bilogarithmique de la longueur de fissure ( $a$ ) en fonction de la charge d'indentation ( $P$ ). Matériaux bruts de projection de  $\text{Cr}_3\text{C}_2$ -NiCr déposés sur (a) acier à bas carbone; (b) fonte grise; (c) fonte à graphite sphéroïdale; (d) acier austénitique; (e) acier faiblement allié et (f) Stellite sur acier austénitique ([6]).



**Figure AIII.7.** Représentation bilogarithmique de la longueur de fissure ( $a$ ) en fonction de la charge d'indentation ( $P$ ). Matériaux recuits après projection de  $Cr_3C_2-NiCr$  déposés sur (a) acier à bas carbone; (b) fonte grise; (c) fonte à graphite sphéroïdale; (d) acier austénitique; (e) acier faiblement allié et (f) Stellite sur acier austénitique ([6]).

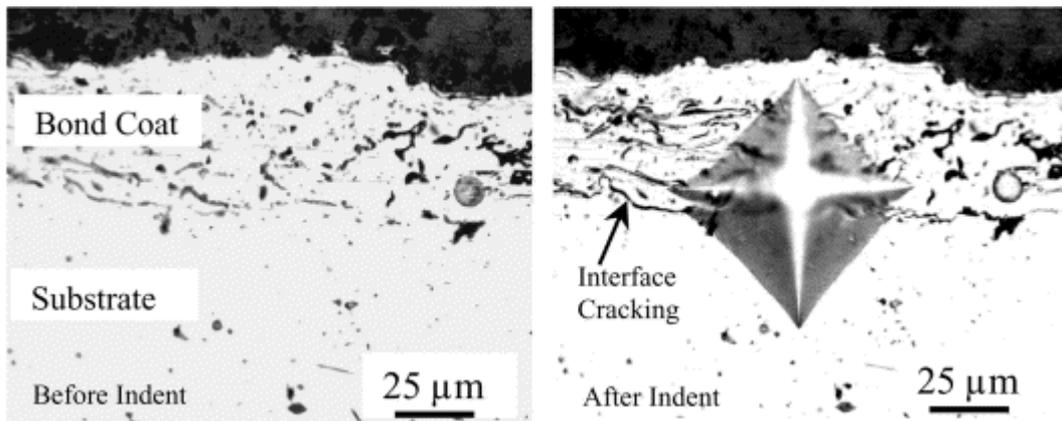
Le résultat, démontré par les **Figures AIII.6** et **AIII.7**, est tout à fait intéressant puisqu'il montre qu'en l'absence de contraintes résiduelles, le point critique d'amorçage de la fissure est indépendant de l'épaisseur du revêtement.

La charge critique d'indentation nécessaire à l'amorçage d'une fissure représente donc bien l'aptitude à la fissuration à l'interface et la ténacité apparente d'interface calculée à partir de ses coordonnées peut constituer un critère pour apprécier les propriétés d'adhérence du revêtement sur son substrat. Cette définition de la ténacité peut prendre en compte l'influence des contraintes résiduelles sur l'adhérence d'autant plus que de nombreux auteurs, en particulier Lascar [14, 15], proposent d'introduire un terme relatif aux contraintes résiduelles dans l'expression de la ténacité sous la forme :

$$Kca = Kca_0 + \frac{2}{\sqrt{\pi}} \cdot \sigma_R \cdot a_{C0}^{1/2} \quad (\text{AIII.9})$$

### AIII-5. Discussion.

Pour certains couples de matériaux, l'essai d'indentation interfaciale développée avec l'indenteur Vickers peut poser quelques problèmes comme le souligne Nusair Khan [17]. La **Figure AIII.8** due à Nusair Khan illustre bien un des problèmes. L'étude porte sur la détermination de l'adhérence de revêtements à base de zirconne par l'essai d'indentation interfaciale utilisant l'indenteur Vickers.



**Figure AIII.8.** Essai d'indentation interfaciale sur un revêtement à base de zirconne (a) avant l'essai et (b) après l'essai d'indentation Vickers [16].

La **Figure AIII.8** montre de toute évidence que la taille de l'empreinte d'indentation Vickers est importante devant l'épaisseur du revêtement. Ce phénomène a plusieurs explications possibles. Le couple substrat / revêtement présente une bonne adhérence ou une ténacité élevée. Dans ces conditions, la charge à appliquer pour provoquer la rupture est élevée et, par conséquent, la taille de l'empreinte devient très grande. Une autre origine est, plus simplement, que le revêtement a une trop faible épaisseur pour appliquer valablement cet essai. Les deux situations combinées peuvent bien évidemment accentuer la difficulté à caractériser l'adhérence.

Le manque de données sur les droites de fissuration peut ne pas permettre la définition du point critique si un seul point de fissuration est trouvé ou alors conduire à une grande imprécision si les points de fissuration sont peu nombreux.

Nous pensons que l'utilisation de l'indenteur Knoop peut permettre de contourner cette difficulté. En effet, la partie allongée de l'indenteur appliquée à l'interface doit conduire à une faible proportion de l'indenteur dans le revêtement. Nous verrons dans la partie expérimentale de ce mémoire si l'essai d'indentation interfaciale avec Knoop peut valablement s'appliquer à la détermination tout d'abord d'un point critique puis ensuite d'une valeur de ténacité interfaciale.

### **Bibliographie du chapitre III**

- [1] J. Lesage, P. Démarécaux, O. Bartier, G. Mesmacque, " Détermination de l'adhérence de revêtements par le test d'indentation interfaciale ". La Revue de Métallurgie, CIT / Science et Génie des Matériaux, Déc., 1993, pp 1655-1663.
- [2] P. Araujo, "Étude par indentation interfaciale de l'adhérence du revêtement Ni-Cr projeté thermiquement : Influence de l'hydrogène et effets thermiques ", Thèse de doctorat, Université des Sciences et Technologies de Lille, Septembre 2000.
- [3] J.B. Davis, H.C. Cao, G. Bao, A.G. Evans, "The fracture energy of interfaces : an elastic indentation technique". Acta Metallurgica Materiala 39, n° 5 (1991) 1019.
- [4] J. Colombon, B. Capelle, "Optimisation des procédés de dépôt plasma vis-à-vis de l'adhérence". Contraintes résiduelles et Nouvelles technologies, Recueil de conférences, Edition du CETIM (1990) 99.
- [5] C. Richard, J. Lu, J.F. Flavenot, G. Béranger, "Revêtements NiCrAlY projetés par plasma. Effet des contraintes résiduelles sur la ténacité à l'interface". CETIM Informations, n° 120 (1991) 67.
- [6] D. Choulier, "Contribution à l'étude de l'adhérence de revêtements projetés à la torche plasma. Modélisation et utilisation d'un test d'indentation à l'interface". Thèse de doctorat, Université de Compiègne (décembre 1989).
- [7] P. Ostojic, R. Mc Pherson, "Indentation toughness testing of plasma sprayed coatings". Mat. Forum, 10, n° 4 (1987) 247.
- [8] P. Démarécaux, "Adhérence et propriétés tribologiques de revêtement obtenus par projection thermique hypersonique ". Thèse de doctorat, Université des Sciences et Technologies de Lille, Janvier 1995.
- [9] D.Chicot, P. Démarécaux, J. Lesage, "Mesure de la ténacité apparente d'interface par l'essai d'indentation interfaciale", La revue de Métallurgie-CIT/Science et Génie des Matériaux, Février, 1996, 245.
- [10] E. Meyer, Phys., 2.9 (1908) 66.

- [11] S. Palmqvist, Jernkontorets Annaler, British Iron and Steel Industry Translation n° BISI 1865 (jan. 1961), 141, 5 (1957) 300.
- [12] B.R. Lawn, A.G. Evans, D.B. Marshall, "Elastic/plastic indentation damage in ceramic: the median/median crack system". Journal of American Ceramic Society 64, 9-10 (1980) 574.
- [13] G.R. Anstis, P. Chantikul, B.R. Lawn, D.B. Marshall, "A Critical Evaluation of Indentation Techniques for Measuring Fracture Toughness: I. Direct Crack Measurements". Journal of American Ceramic Society 64, 9 (1981) 533.
- [14] J. Lesage, D. Chicot, "Role of residual stresses on interface toughness of thermally sprayed coating". Thin Solid Films 415 (2002) 143.
- [15] G. Lascar, Journal of Physique IV. France 8 (1998) 115.
- [16] G. Lascar, Journal of Physique IV. France 8 (1998) 267.
- [17] A. Nusair Khan, J. Lu and H. Liao, "Effect of residual stresses on air plasma sprayed thermal barrier coatings", Surface and Coatings Technology, 168, Issues 2-3 (2003) 291.

## **Chapitre AIV : L'indentation pour déterminer la dureté des films minces.**

---

### **AIV-1. Introduction.**

Depuis plusieurs années et face aux exigences du marché, les industriels ont porté une attention particulière sur la durabilité des pièces et des systèmes mécaniques. C'est pourquoi ils ont tendance aujourd'hui à superposer des critères de résistance à l'usure, au frottement et/ou à la corrosion aux fonctions de base. Cette tendance est particulièrement visible dans le domaine de l'automobile où un grand nombre de composants doivent concilier des fonctions mécaniques et tribologiques comme le frottement-usure avec une résistance à la corrosion toujours plus élevée. Cette nécessité d'améliorer les propriétés de surface des matériaux a conduit au développement de pièces revêtues d'un matériau dur déposé sur un substrat aux propriétés mécaniques plus modestes. La détermination de la dureté du film seul est donc primordiale pour la connaissance des propriétés globales du matériau revêtu.

Pour mesurer directement la dureté des films minces et revêtements, il est possible d'utiliser la nanodurométrie, méthode impliquant des charges inférieures à 10 grammes. Mais cette technique, de mise au point récente, est très chère et difficile à utiliser car très sensible aux vibrations et aux ambiances industrielles. Il faut alors utiliser la méthode de microdurométrie traditionnelle, dont les charges d'indentation varient entre 10 grammes et 1 kilogramme. Dans ce cas, du fait des charges appliquées, la valeur de la dureté peut être influencée par le substrat. Pour déterminer la dureté du film seul, il est alors nécessaire de séparer les contributions du film et du substrat à la dureté « composite » mesurée. Pour cela, de nombreux modèles sont disponibles dans la bibliographie pour rendre compte de ces contributions.

### **AIV-2. Présentation du problème.**

Dans le cas des films minces, l'épaisseur est généralement de l'ordre du micron jusqu'à une dizaine de microns. La détermination de la dureté de ces films par microdureté n'est généralement pas possible directement. En effet, dans cette gamme de charges d'indentation, le substrat subit une partie de la déformation plastique engendrée par l'indentation [1-6]. Par conséquent, la valeur de la dureté  $H_C$  qui est calculée à partir de l'empreinte mesurée, est le

résultat des contributions conjointes du substrat et du film. Pour séparer ces contributions, les modèles mathématiques disponibles dans la bibliographie supposent une loi linéaire additive (ou loi des mélanges) pour exprimer la dureté mesurée (ou composite)  $H_C$ , en fonction des duretés du film  $H_F$  et du substrat  $H_S$ , Cette loi est de la forme :

$$H_C = aH_F + bH_S \quad (\text{AIV.1})$$

Les coefficients  $a$  et  $b$  représentent les influences respectives du film et substrat sur la mesure de dureté et doivent vérifier la relation  $a+b=1$ . La loi linéaire additive peut donc aussi s'écrire :

$$H_C = H_S + a(H_F - H_S) \quad (\text{AIV.2})$$

où  $a$  est appelé le coefficient d'influence.

C'est l'expression (AIV.2), à un seul paramètre, sur laquelle s'appuient les différents modèles utilisés. Le but étant de donner une forme au coefficient d'influence  $a$ , pour pouvoir déduire de la dureté composite  $H_C$  et de la dureté substrat  $H_S$  (toutes deux faciles à mesurer) la dureté de film mince,  $H_F$ .

### **AIV-3. Les modèles de dureté.**

Les modèles de dureté composite ont été largement étudiés depuis les années soixante. Le premier modèle a été proposé par Bückle [7-9] mais un grand nombre de modèles ont suivi [7-26] cherchant à mieux séparer les contributions du substrat et du film mais aussi à rendre leur utilisation plus simple. Certains de ces modèles font intervenir des paramètres physiques liés essentiellement aux propriétés mécaniques du matériau alors que d'autres font intervenir des paramètres de lissage dont la précision dépend du nombre de points expérimentaux. C'est pourquoi, il est possible de classer les différents modèles existants en deux groupes : les modèles prédictifs et les modèles descriptifs.

#### **AIV-3.1. Modèles prédictifs.**

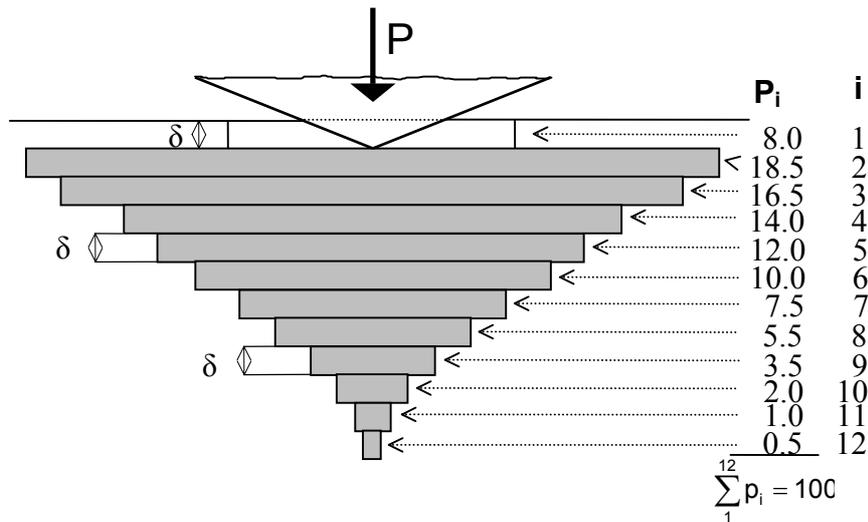
Les modèles prédictifs cherchent plutôt à comprendre et caractériser le mode de déformation des matériaux sous l'indenteur. Ces modèles sont basés sur l'idée que la dureté composite est

déterminée par la moyenne du chargement du film et du substrat par rapport aux déformations relatives considérées soient en surface, soient en volume.

Le modèle de Bückle [7-9] cherche à rendre compte, de manière semi-empirique, des contributions respectives du substrat et du film à la dureté mesurée. Pendant l'essai d'indentation, une zone déformée plastiquement est générée sous l'empreinte. Pour Bückle, cette zone peut être divisée arbitrairement en douze couches parallèles à la surface et d'égale épaisseur à la profondeur de pénétration de l'indenteur. Ainsi, la valeur mesurée de la dureté résulte de l'addition des contributions relatives de chacune des couches, suivant le produit de leur dureté propre  $H_i$  et d'un coefficient de pondération  $P_i$  fonction de leur distance à la surface :

$$H = \frac{\sum_{i=1}^n H_i \cdot P_i}{\sum_{i=1}^n P_i} \text{ avec } \sum P_i = 100 \quad (\text{AIV.3})$$

La **Figure AIV.1** montre la répartition des poids  $P_i$  pour chaque couche de la zone de déformation supposée sous l'empreinte d'indentation.



**Figure AIV.1.** Répartition des poids dans les couches supposées atteintes par la déformation [7].

Dans le cas d'un matériau revêtu, Bückle propose d'exprimer l'épaisseur de revêtement  $t$  par un multiple de la profondeur de pénétration  $\delta$  :

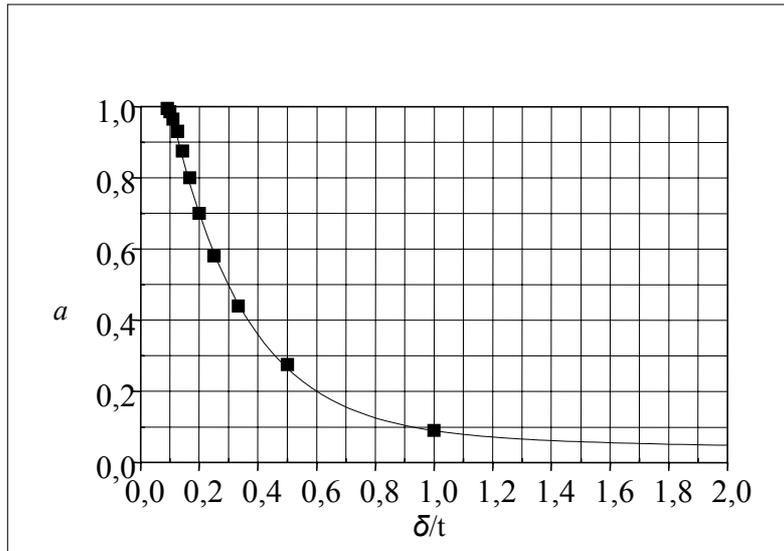
$$t = k \cdot \delta \quad (\text{AIV.4})$$

où  $k$  correspond au numéro d'ordre de la dernière couche hypothétique se trouvant encore dans le revêtement.

Dans ces conditions et pour un revêtement homogène de dureté  $H_F$  déposé sur un substrat de dureté  $H_S$ , le paramètre  $a$  de la dureté composite s'écrit :

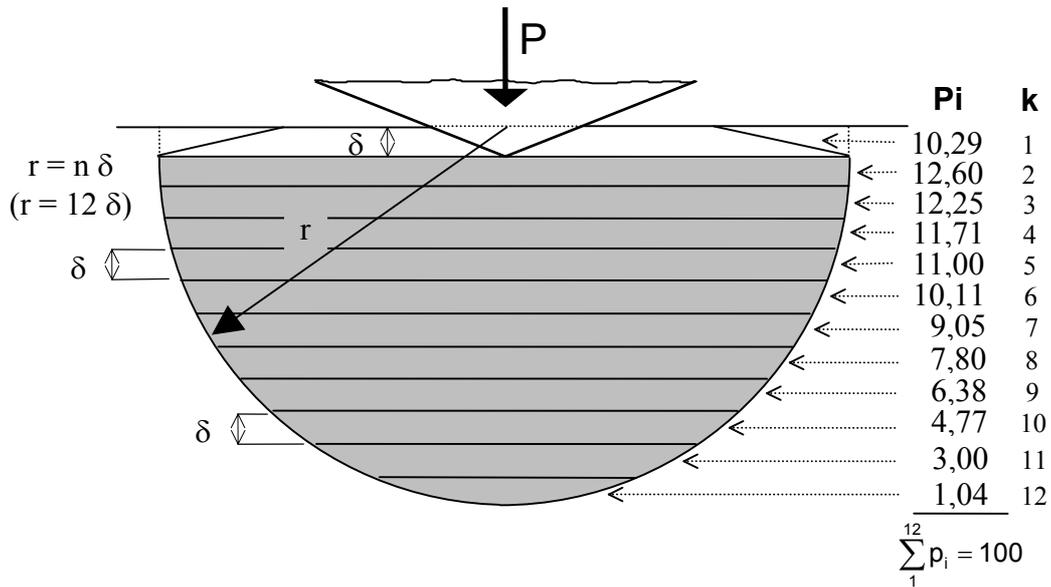
$$a = \frac{\sum_{i=1}^k P_i}{\sum_{i=1}^{12} P_i} \quad (\text{AIV.5})$$

A partir des valeurs de  $P_i$  indiquées sur la **Figure AIV.1**, il est alors possible de calculer le coefficient d'influence  $a$  en relation avec le rapport entre la profondeur d'empreinte et l'épaisseur du revêtement ( $\delta/t = 1/k$ ). La **Figure AIV.2**, représente le résultat des calculs.



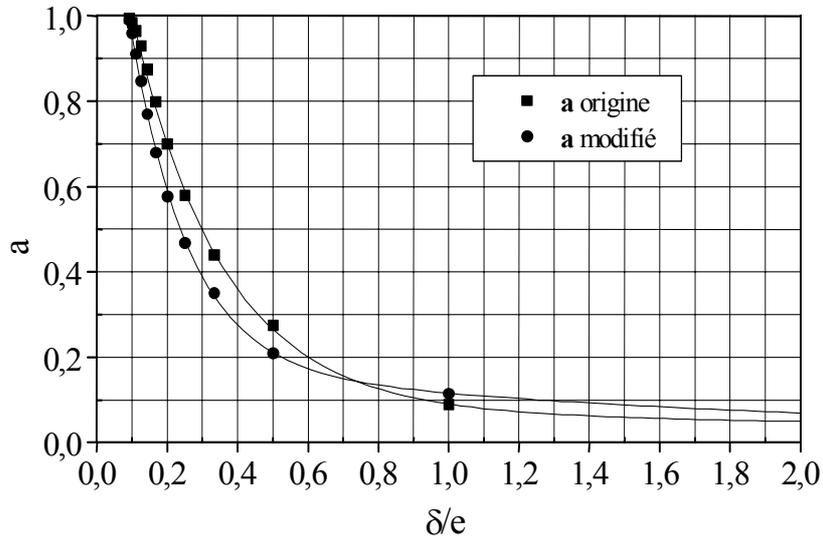
**Figure AIV.2.** Evolution du coefficient d'influence  $a$  en fonction du rapport  $\delta/t$  [7].

Dans certains cas, les prévisions du modèle de Bückle s'écartent assez fortement des valeurs expérimentales. Lesage [27] pense que cela provient de la forme de la zone déformée sous l'empreinte supposée par Bückle. Pour l'auteur, elle devrait plutôt être représentée par un hémisphère comme il est généralement admis dans la bibliographie. Dans ces conditions, si l'on suppose une forme hémisphérique en suivant l'hypothèse de Lawn, on aboutit à la représentation de la **Figure AIV.3**.



**Figure AIV.3.** Modification de la répartition des poids dans les couches supposées atteintes par la déformation [27].

La **Figure AIV.4** présente le modèle de Bückle modifié, calculé à partir des nouvelles valeurs des poids  $P_i$ , et rappelle pour mémoire le modèle original de Bückle.



**Figure AIV.4.** Evolution du coefficient  $a$  modifié en fonction du rapport  $\delta/e$  [27].

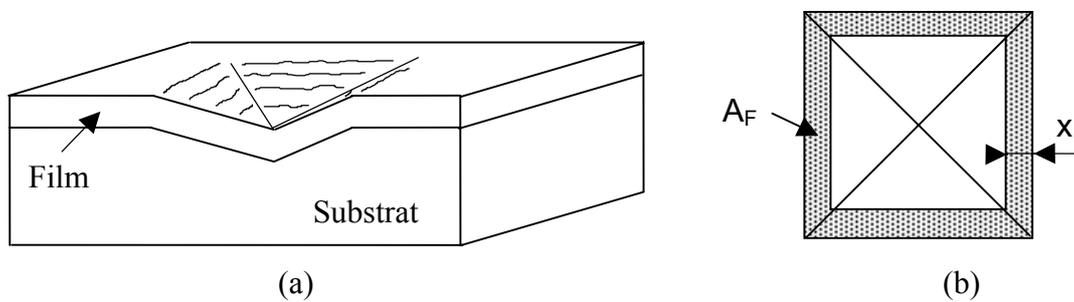
Le modèle de Jönsson et Hogmark [10, 11] est basé sur une loi des mélanges des aires supposées affectées par l'indentation dans le film et le substrat. Pour ces auteurs, le

coefficient d'influence  $a$  est représenté par le rapport des aires déduites de l'empreinte d'indentation. On obtient alors la relation :

$$H_C = H_S + \left( \frac{A_F}{A} \right) (H_F - H_S) \quad (\text{AIV.6})$$

où  $A_F$  est l'aire projetée sur laquelle est supposée s'appliquer la pression  $H_F$  et  $A$  l'aire totale projetée d'empreinte.

L'hypothèse retenue est que la déformation de la couche est en cohérence avec celle du substrat sous l'empreinte d'indentation (**Figure AIV.5**) et que la puissance dissipée par la déformation est uniquement localisée sur les flancs de l'empreinte.



**Figure AIV.5.** (a) Section d'une empreinte Vickers sur matériau revêtu, (b) définition de l'aire  $A_F$  (en grisé).

Pour la géométrie de l'indenteur Vickers, on a :

$$A = \left( \frac{d}{\sqrt{2}} \right)^2 \quad \text{et} \quad A_F = \left( \frac{d}{\sqrt{2}} \right)^2 - \left( \frac{d}{\sqrt{2}} - 2x \right)^2 \quad (\text{AIV.7})$$

où  $x$  est un facteur géométrique dépendant du mode de déformation du film.

Pour exprimer l'aire  $A_F$ , les auteurs considèrent deux géométries différentes, liées au mode de déformation du film. La **Figure AIV.6(a)** représente la géométrie retenue lorsque le film s'amincit sous l'indenteur (cas de matériaux ductiles) et la **Figure AIV.6(b)**, le cas où l'épaisseur du revêtement reste constante pendant l'indentation (cas de matériaux fragiles).

Dans ces conditions, le paramètre  $x$  s'écrit :

- $x = t \sin 22^\circ \cos 22^\circ$ , lorsque le film est ductile sur un substrat dur (**Figure AIV.6(a)**).
- $x = t \tan 11^\circ \cos 22^\circ$ , lorsque le film est fragile sur un substrat mou (**Figure AIV.6(b)**).

Ceci conduit à l'expression suivante du coefficient d'influence :

$$a = \left( \frac{A_F}{A} \right) = C \left( \frac{t}{d} \right) - C^2 \left( \frac{t}{d} \right)^2 \quad (\text{AIV.8})$$

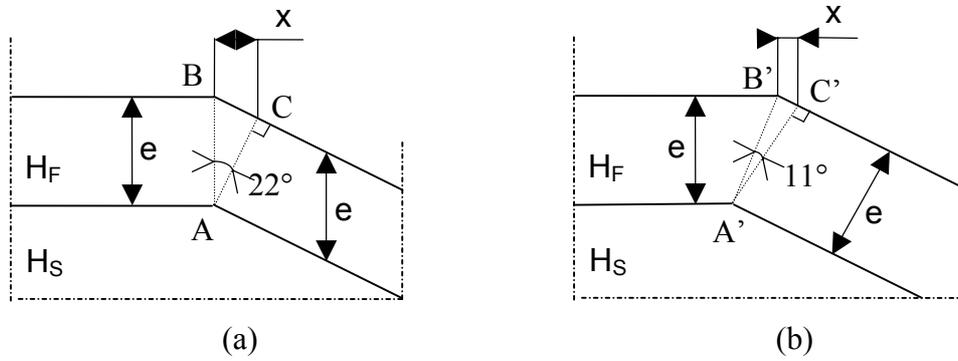
où  $C$  est une constante qui dépend de la déformation du film sous l'empreinte.

Pour les substrats durs qui autorisent une déformation plastique du film (**Figure AIV.6(a)**) :

$$C = 2\sqrt{2} \frac{x}{t} = 2\sqrt{2} \sin 22^\circ \cos 22^\circ \approx 1 \quad (\text{AIV.9})$$

et pour les films durs et fragiles déposés sur de substrats mous (**Figure AIV.6(b)**)

$$C = 2\sqrt{2} \frac{x}{t} = 2\sqrt{2} \tan 11^\circ \cos 22^\circ \approx 0,5. \quad (\text{AIV.10})$$



**Figure AIV.6.** Représentation géométrique du modèle de Jönsson et Hogmark : cas ductile (a) et cas fragile (b).

Une première proposition de modification sur la loi des mélanges de surface, par une loi de mélanges des volumes est proposé par Burnett, Bull, Rickerby et Page [12-17] qui s'appuie sur les travaux avancés par Sargent [18]. Dans ce modèle, les auteurs utilisent une loi de mélanges des volumes des zones plastiques développées dans le film  $V_F$  et le substrat  $V_S$  :

$$H_C = \left( \frac{V_F}{V} \right) H_F + \left( \frac{V_S}{V} \right) H_S \quad (\text{AIV.11})$$

Il est souvent supposé que la région déformée est de forme hémisphérique avec un rayon  $r_i$  selon la taille et la géométrie de l'indentation et les propriétés du matériau. La relation a été proposée par Lawn [28] :

$$r_i = \frac{d}{2} \left( \frac{E}{H} \right)^{1/2} \cdot \cot^{1/3} \xi \quad (\text{AIV.12})$$

où  $d$  est la diagonale de l'empreinte d'indentation,  $E$  est le module d'Young,  $H$  est la dureté et  $\xi$  ( $\approx 74^\circ$ ) le demi-angle au sommet de l'indenteur pris entre les arêtes.

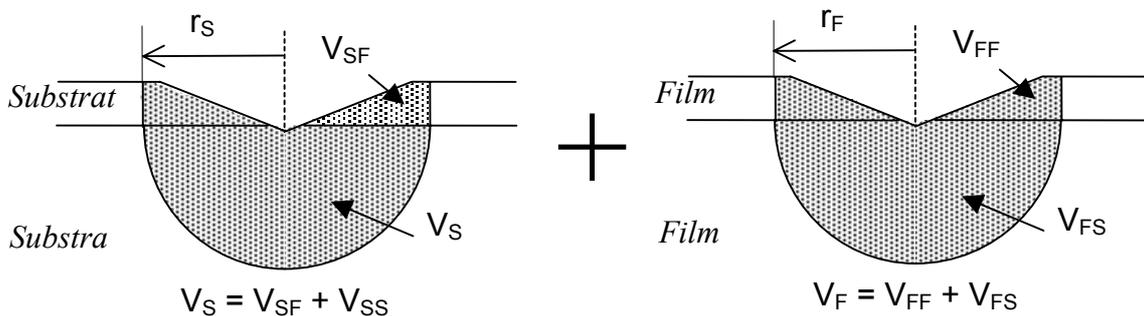
Pour obtenir de meilleures estimations par leur modèle, Burnett et Rickerby [12-14] introduisent un facteur de correction  $\chi$  appelé « paramètre d'interface ». Ils justifient l'introduction d'un tel paramètre en considérant qu'il ne peut y avoir de décohésion entre le film et son substrat au moment de l'indentation. Les auteurs expriment alors le paramètre  $a$  de la dureté composite sous la forme :

$$a = \frac{V_S \chi^3}{V_S \chi^3 + V_f} \quad \text{pour } H_F > H_S$$

$$a = \frac{V_S}{V_S + V_F \chi^3} \quad \text{pour } H_F < H_S \quad \text{avec } \chi \propto \left( \frac{E_F \cdot H'_S}{E_S \cdot H'_F} \right)^{n/2} \quad (\text{AIV.13})$$

où  $E_S$  et  $E_F$  sont les modules d'Young respectivement du substrat et du film,  $H'_S$  et  $H'_F$  sont les duretés, respectivement du substrat et du film, calculées pour une diagonale d'indentation de  $10 \mu\text{m}$ ,  $n$  est un coefficient généralement voisin de 1.

Pour éviter l'introduction d'un tel paramètre, Chicot et Lesage [19] proposent également un modèle basé sur une loi des mélanges des volumes déformés plastiquement par l'indenteur dans le film et le substrat. Mais, pour décrire les contributions du revêtement et du substrat dans le processus de déformation, ils superposent deux systèmes hypothétiques présentés sur la **Figure AIV.7**.



**Figure AIV.7.** Schéma du modèle de Chicot et Lesage [19].

Dans ces conditions, la dureté composite a pour expression :

$$H_C = \alpha_1 \left( \frac{V_{FF}}{V_F} + \frac{V_{SF}}{V_S} \right) H_F + \alpha_2 \left( \frac{V_{FS}}{V_F} + \frac{V_{SS}}{V_S} \right) H_S \quad (\text{AIV.14})$$

Dans cette relation, la dureté  $H_C$  fait apparaître un terme relatif à l'influence du substrat dans la déformation du film et l'influence du film est prise en compte de la même manière dans la déformation du substrat. La condition sur les coefficients  $a$  et  $b$  :  $a+b=1$ , impose  $\alpha_1 = \alpha_2 = 1/2$ .

Dans l'expression des volumes  $V_{ij}$ , l'indice  $i$  se réfère au matériau considéré et l'indice  $j$  à la zone de déformation. Les volumes représentés schématiquement **Figure AIV.7**, correspondent à une hémisphère de rayon  $r_i$  pour le volume total ( $V_i$ ) et à un élément de calotte sphérique de rayon  $r_i$  et de hauteur égale à l'épaisseur  $t$  pour le volume déformé dans le film ( $V_{iF}$ ). Ces volumes s'écrivent :

$$V_i = \frac{2}{3} \cdot \pi \cdot r_i^3 \quad \text{et} \quad V_{iF} = \pi \cdot t \cdot \left( r_i^2 - \frac{t^2}{3} \right) \quad (\text{AIV.15})$$

Lorsque  $r_i$  est grand devant  $t$ , il est possible de négliger le terme de second degré en  $t$  dans l'expression de  $V_{iF}$ . Dans ce cas, le volume est assimilé à un cylindre et vaut :

$$V_{iF} = \pi \cdot r_i^2 \cdot t \quad (\text{AIV.16})$$

Le coefficient d'influence  $a$  s'écrit alors :

$$a = \frac{3}{4} \cdot t \cdot \left( \frac{1}{r_F} + \frac{1}{r_S} \right) \quad (\text{AIV.17})$$

Pour exprimer le rayon  $r_i$ , il est possible d'utiliser la relation (AIV.12) introduite par Lawn [28], qui relie le rayon de la déformation hémisphérique aux propriétés du matériau et à la géométrie de l'empreinte Vickers.

Le paramètre  $a$  de la dureté composite devient alors :

$$a = \frac{1}{2} \cdot \left\{ 3 \cdot (\tan \xi)^{1/3} \cdot \frac{t}{d} \left[ \left( \frac{H_F}{E_F} \right)^{1/2} + \left( \frac{H_S}{E_S} \right)^{1/2} \right] \right\} \quad (\text{AIV.18})$$

S'il n'est pas possible de négliger le terme en  $t^2$  devant  $r_i$  dans l'expression de  $V_{iF}$  (cas de revêtement épais ou cas des films soumis à de très faibles charges d'indentation) l'expression complète du paramètre  $a$  est (AIV.19) :

$$a = \frac{1}{2} \cdot \left\{ 3 \cdot (\tan \xi)^{1/3} \cdot \frac{t}{d} \left[ \left( \frac{H_F}{E_F} \right)^{1/2} + \left( \frac{H_S}{E_S} \right)^{1/2} \right] \right\} - 2 \cdot (\tan \xi) \cdot \left( \frac{t}{d} \right)^3 \cdot \left[ \left( \frac{H_F}{E_F} \right)^{3/2} + \left( \frac{H_S}{E_S} \right)^{3/2} \right]$$

Ichimura [20] propose aussi un modèle basé sur une loi des mélanges des volumes déformés en basant son raisonnement sur le modèle proposé par Burnett et Rickerby [12-14]. Ichimura propose de simplifier l'écriture du paramètre d'ajustement. En intégrant ensuite les expressions des rayons des zones plastiques, l'auteur propose d'écrire le paramètre  $a$  de la dureté composite par la relation :

$$a = 3 \left( \frac{t}{d} \right) \left( \frac{H_F}{E_F} \right)^{1/2} \cdot \tan^{1/3} \xi \quad (\text{AIV.20})$$

qui prend alors une forme très proche de celle proposée par Chicot [19] dans le relation AIV.18.

Fabes [29] propose une modification de la loi en volume sphérique par une loi en volume cônique. Ces auteurs proposent une simplification supplémentaire de la relation (AIV.11). Le rayon de la base à la surface du cône est pris égal au rayon effectif du contact équivalent et l'angle au sommet du cône est de 45°. Les expressions résultantes pour le paramètre  $a$  restent les mêmes à la relation (AIV.13) mais le paramètre d'ajustement  $\chi$  devient égal à 1.

Chechenin [30] propose une loi de volume en ellipsoïde de révolution. Un indenteur Berkovich a été utilisé pour développer leur modèle. Il suppose que le demi-axe latéral (grand) de l'ellipsoïde est donné par la relation suivante si on prend en compte la géométrie d'indenteur :

$$r_i = \frac{d}{2} \left( \frac{E}{H} \right)^m \cdot \left( \frac{C_0}{\pi} \right)^{1/3} \quad (\text{AIV.21})$$

où le paramètre  $C_0$  exprime l'écart entre les surfaces réelle et idéale de la surface de l'indenteur Berkovich.

Le semi-axe (petit) perpendiculaire à la surface est donné par la relation :

$$b = \lambda \cdot r_i \text{ avec } \lambda = \beta \cdot \left( \frac{\pi}{C_0} \right)^{1/2} \quad (\text{AIV.22})$$

En fait,  $\lambda$  et  $\beta$  sont des paramètres d'ajustement. L'expression complète pour le coefficient d'influence  $a$  devient :

$$a = \frac{V_S \xi^{2\alpha}}{V_S \xi^{2\alpha} + V_F} \quad \text{avec} \quad \alpha = \text{abs}(H_F - H_S) \quad (\text{AIV.23})$$

Ce modèle, de part la présence des paramètres d'ajustement, est plutôt descriptif et devrait être classé dans le groupe suivant. Nous l'avons présenté ici car il est basé sur les volumes déformés plastiquement comme les modèles précédés avant.

Comme nous l'avons déjà précisé, différentes géométries de volumes déformés plastiquement sous l'indenteur ont été utilisées dans le développement des différents modèles. La plupart de ces volumes font intervenir le module d'élasticité qui n'est pas toujours disponible dans la bibliographie ni même accessible expérimentalement. C'est pourquoi, certains auteurs se tournent vers les modèles descriptifs en donnant aux paramètres d'ajustement soit un sens physique soit une valeur caractéristique du couple substrat/film étudié.

### AIV-3.2. Modèles descriptifs.

Les modèles descriptifs, cherchent à déterminer la dureté du film, sans autres données que les seules mesures de la dureté composite, de la dureté du substrat et de l'épaisseur du film. Ces modèles estiment la valeur de la dureté du film, en utilisant une fonction qui ajuste de la meilleure manière les points expérimentaux. En utilisant les modèles descriptifs, il n'est pas possible d'estimer la dureté du film pour chaque valeur expérimentale de la dureté. En effet, il est nécessaire de disposer de l'ensemble des points expérimentaux pour déterminer les paramètres d'ajustement qui seront d'autant plus représentatifs que le nombre de points sera élevé.

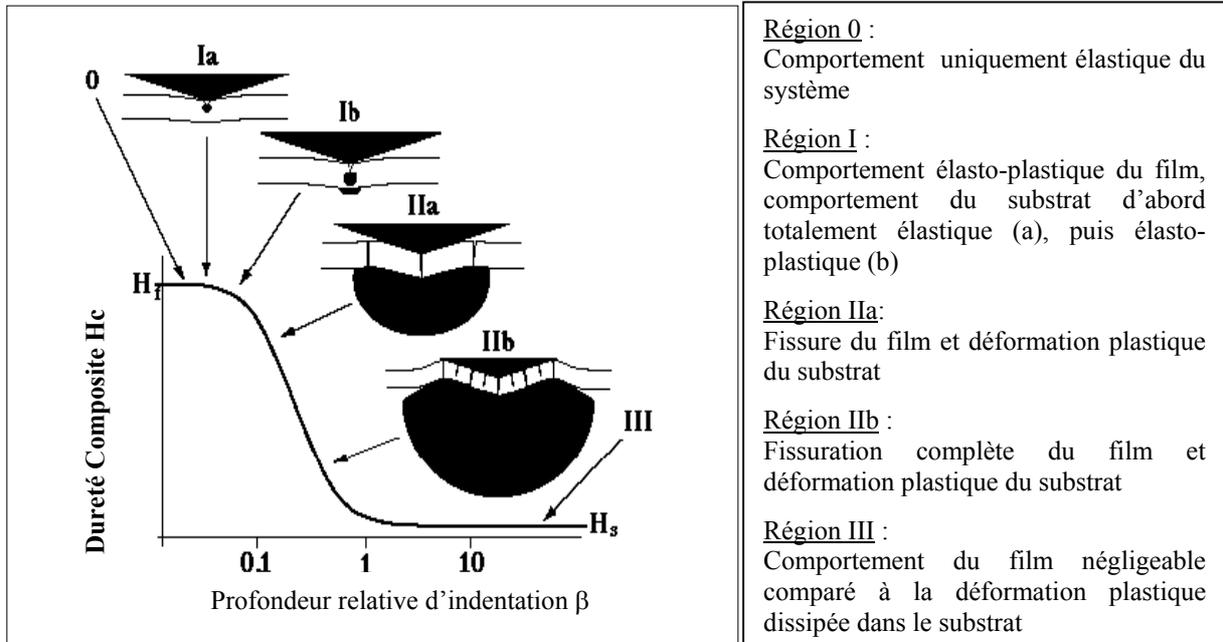
Le modèle de Korsunsky *et al.* [21] est proposé sur des considérations énergétiques associées au mécanisme de déformation du matériau sous l'indenteur. La **Figure AIV.8** représente le processus de déformation du film et du substrat en fonction de la charge appliquée.

L'énergie totale nécessaire pour produire une indentation de profondeur  $\delta$  est donnée par :

$$W_{total} = \int_0^{\delta} P dx = \frac{H_c \delta^3}{3k} \quad (\text{AIV.24})$$

$$\text{soit } H_C = \frac{3 \cdot k \cdot W_{total}}{\delta^3} \quad (\text{AIV.25})$$

où  $H_C$  est la dureté mesurée,  $k$  est un paramètre qui décrit la géométrie de l'indenteur et  $\delta$ , la profondeur, vaut  $d/7$  pour l'indenteur Vickers.



**Figure AIV.8** Représentation schématique des principaux mécanismes de déformation au cours de l'indentation d'un matériau revêtu d'un film au comportement fragile [21].

Le modèle est basé sur l'hypothèse que l'énergie totale dissipée pendant un essai d'indentation est composée de deux parties : l'énergie de déformation plastique dans le substrat ( $W_S$ ) et l'énergie de déformation dans le film ( $W_F$ ), tel que :

$$W_{total} = W_S + W_F \quad (\text{AIV.26})$$

Pour exprimer l'énergie nécessaire à la déformation du film, les auteurs se basent sur des observations expérimentales réalisées sur divers matériaux. Ils considèrent que la contribution d'énergie totale due à la fissuration du film est donnée par :

$$W_F = \lambda_1 G_C t \delta \quad (\text{AIV.27})$$

où  $G_C$  est un paramètre de ténacité du film,  $\lambda_1$  est un paramètre de fissuration et  $t$  l'épaisseur du film.

Dans le cas où une déformation plastique est prépondérante dans le film, la contribution d'énergie totale due à cette déformation est donnée par :

$$W_F = \frac{\lambda_2 H_F t^2 \delta}{3k} \quad (\text{AIV.28})$$

A partir de la relation de la dureté (AIV.25) et en substituant les contributions d'énergie du film avec les relations (AIV.27) et (AIV.28), Korsunsky exprime le paramètre  $a$  de la dureté composite sous la forme :

$$a = \frac{1}{1 + k\beta^2} \quad (\text{AIV.29})$$

où  $k$  est un paramètre de lissage et  $\beta = \delta / t$  est appelé profondeur relative d'indentation.

Puchi-Cabrera [22], très récemment, a proposé un modèle pour estimer la dureté composite. Son modèle s'appuie sur des considérations géométriques autour de dimensions caractéristiques de l'indentation. La **Figure AIV.9** montre les différentes variables géométriques utilisées par l'auteur.

L'auteur considère que la contribution du substrat à la dureté composite a lieu dès que l'indenteur traverse une fraction d'épaisseur du film. L'expression qui décrit le paramètre  $a$  de la dureté composite est de la forme :

$$a = \exp(-kZ_R^n) \quad (\text{AIV.30})$$

Les deux constantes  $k$  et  $n$  sont caractéristiques du matériau et la fonction  $Z$  représente la profondeur relative d'indentation.

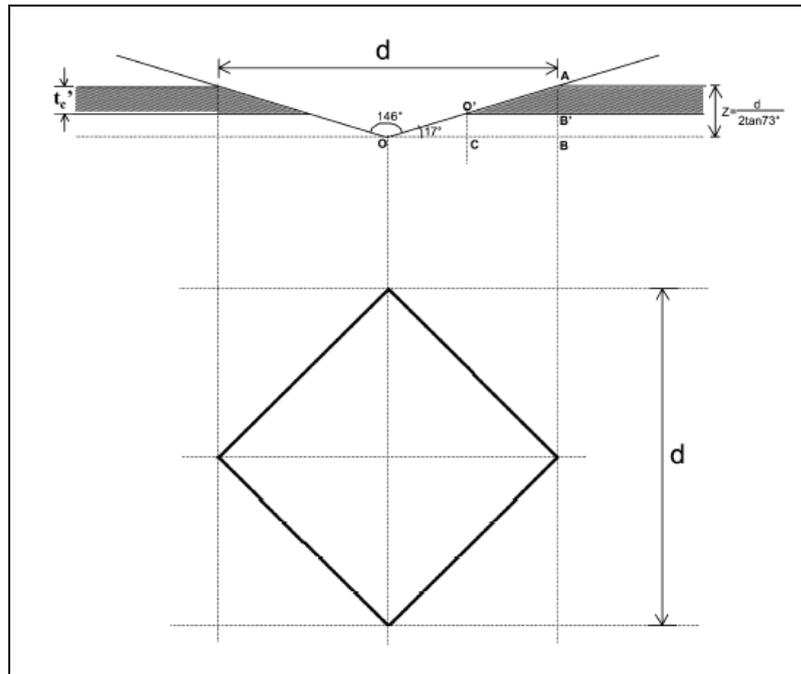


Figure AIV.9. Variables géométriques utilisées dans le modèle de Puchi-Cabrera [22].

#### AIV-4. Discussion.

De nombreux modèles sont disponibles dans la littérature pour déterminer la dureté d'un film seul lorsque la mesure fait intervenir le substrat. Des difficultés sont rencontrées lorsque le nombre de points expérimentaux est faible. Ceci se traduit pour les modèles descriptifs par des imprécisions qui peuvent être très grandes si on compare les résultats obtenus à ceux déduits d'autres modèles. Pour les modèles prédictifs, le manque d'informations ou de précision concernant les paramètres nécessaires à leur application, en particulier le module d'élasticité peut conduire, là encore, à des imprécisions dans la détermination de la dureté du film. L'idéal serait un modèle non descriptif qui ne fonctionnerai qu'avec les seules données expérimentales. C'est sur cette idée que nous avons cherché à établir un nouveau modèle de dureté.

D'autre part, pour tester la validité des modèles, certains auteurs dont Iost [31] suggèrent d'utiliser l'indentation Knoop. L'intérêt d'un tel indenteur est porté sur le fait que, à charge d'indentation identique avec un indenteur Vickers, la zone affectée sous l'indenteur est moins profonde. De ce fait, toujours pour la même charge appliquée, l'écart entre la dureté mesurée et la dureté du substrat sera plus grand avec l'indenteur Knoop. Ceci devrait augmenter la précision de la prédiction de la dureté du film. C'est ce que propose de faire Iost [31] qui a modifié le modèle de Jönsson et Hogmark pour le rendre applicable à l'indentation Knoop.

**Bibliographie du chapitre IV**

- [1] Y. Sun, T. Bell, S. Zheng, "Finite element analysis of the critical ratio of thickness to depth for thin film property measurements by nanoindentation". *Thin Solid Films* 258 (1995) 198.
- [2] A.I. Ilinskii A. I., Lyakh G.E., *Ind. Lab.* 44 (1978) 1719.
- [3] X. Cai X., H. Bangert, "Hardness measurements of thin films-determining the critical ratio of depth to thickness using FEM", *Thin Solid Films* 264 (1995) 59.
- [4] M. Wittling, A. Bendavid, P.J. Martin, M.V. Swain, "Influence of thickness and substrate on the hardness and deformation of TiN films", *Thin Solid Films*, 270 (1995) 283.
- [5] M.J. Matthewson, "Axi-symmetric contact on thin compliant coatings". *Journal of Mechanics and Physique Solids* 29 (1981) 89.
- [6] J. Halling, "The tribology of surface films", *Thin Solid Films* 108 (2), (1983) 103.
- [7] H. Bückle, "les possibilités et les limites d'application des essais de microdureté pour le revêtement métallique". *La machine outil française*, 206 (1965) 125.
- [8] H. Bückle, "Use de la hardness test to determine other material properties". In *science de hardness testing and its research applications.*, Edited by J. H. Westbrook & Conrad, ASM Metals Park. Ohio, (1971) 453.
- [9] H. Bückle, "L'essai de microdureté et ses applications", *Publications Scientifiques et Techniques du Ministère de l'air*, 90 (1960).
- [10] B. Jönsson, S. Hogmark, "Hardness measurements of thin films". *Thin Solid Films*, 114 (1984) 257.
- [11] O. Vingsbo, S. Hogmark, B. Jönsson, "Indentation hardness of Surface-coated material", *Microindentation Techniques in Materials Science*, (1986) 257.
- [12] P.J. Burnett, D.S. Rickerby, "The mechanical properties of wear-resistant coatings: I: Modelling of hardness behaviour", *Thin Solid Films* 148 (1987) 41.
- [13] P.J. Burnett, D.S. Rickerby, "The mechanical properties of wear-resistant coatings: II: Experimental studies and interpretation of hardness", *Thin Solid Films* 148 (1987) 51.
- [14] P.J. Burnett, D.S. Rickerby, *Surface Engineering* 3 (1987) 69.
- [15] S.J. Bull, D.S. Rickerby, "New developments in the modelling of the hardness and scratch adhesion of thin films", *Surface Coating and Technology* 42 (1990) 149.
- [16] P.J. Burnett, T.F. Page, *Journal of Material Science* 19 (1984) 845.

- [17] D.S. Rickerby, P.J. Burnett, "Correlation of process and system parameters with structure and properties of physically vapour- deposited hard coatings", *Thin Solid Films*, 157, Issue 2, (1988) 195.
- [18] P.M. Sargent, Ph D Thesis, University of Cambridge, 1979.
- [19] D. Chicot, J. Lesage, "Absolute hardness of films and coating", *Thin Solid Films*, 254 (1995) 123.
- [20] H. Ichimura, F.M. Rodriguez, A. Rodrigo, "The composite and film hardness of TiN coating prepared by cathodic arc evaporation", *Surface Coating and Technology* 127 (2000) 138.
- [21] A.M. Korsunsky, M.R. McGurk, S.J. Bull, T.F. Page, "On the hardness of coated systems". *Surface coating Technology*, 99 (1998) 171.
- [22] E.S. Puchi-Cabrera, "A new model for the computation of the composite hardness of coated systems", *Surface coating Technology*, 160 (2002) 177.
- [23] J.V. Fernandes, A.C. Trindade, L.F. Menezes, A. Calvaleiro, "A model for coated surface hardness", *Surface Coating and Technology* 131 (2000) 457.
- [24] I.J. Ford, "A cavity model of the indentation hardness of a coated substrate", *Thin Solid Films*, 245 (1994) 122.
- [25] D. Lebouvier, P. Gilormini, E. Felder, "A kinematic solution for plane-strain indentation of a bi-layer". *Journal of Physic D Applied Physic*, 18 (1985) 119.
- [26] D. Lebouvier, P. Gilormini, E. Felder, "A kinematic model for plastic indentation of a bilayer", *Thin Solid Films* 172, Issue 2, (1989) 227.
- [27] J. Lesage, D. Chicot, Y. Benarioua, P. Araujo, P. Démarécaux, "Vers une optimisation des modèles de dureté de films minces". *Revue de Métallurgie CIT, Science et Génie des Matériaux*, 9 (1999) 1121.
- [28] B.R. Lawn, A.G. Evans, D.B. Marshall, *Journal of American Ceramic Society*, 63 (1980) 198.
- [29] B.D. Fabes, W.C. Oliver, R.A. McKee, F.J. Walker, "The determination of film hardness from the composite response of film and substrate to nanometer scale indentations". *Journal of Material Research*, 7, issue 11, (1992) 3056.
- [30] N.G. Chechenin, J. Botigger, J.P. Krog, "Nanoindentation of amorphous aluminum oxide films I. The influence of the substrate on the plastic properties", *Thin Solid Films*, 304 (1997) 219.
- [31] A. Iost, "Knoop hardness of thin coating", *Scripta Materialia*, 39, Issue 2 (1998) 231.

# **PARTIE B**

---

**Etude expérimentale**

**Développements de l'indentation**

**Vickers et Knoop**

## **Chapitre BI : Effet de charge et conversion des duretés Vickers et Knoop.**

---

### **BI-1. Introduction.**

Dans ce premier chapitre expérimental, nous cherchons à étudier l'effet de taille d'empreinte ou effet de charge sur la valeur de la dureté. L'effet de charge a été le plus étudié avec l'indenteur Vickers. Par exemple Gong [1] applique différents modèles à l'étude de céramiques tandis que Kim [2] utilise les lois ISE pour décrire l'effet de la porosité sur les mesures de dureté de céramiques. Plus récemment, des travaux comme ceux de Weaver [3] ou de Gong [4] partant sur l'effet de charge utilisant l'indenteur Knoop. Cela montre bien que l'effet, même s'il est plus ou moins prononcé pour l'un ou l'autre des types d'indenteur, existe dans tous les cas. Ici, nous nous intéressons à l'effet de charge présenté par un acier courant inoxydable austénitique 316L après de diverses préparations de surface. Ensuite nous montrerons qu'il est possible de déterminer le module d'élasticité d'un matériau par la simple comparaison des nombres de dureté Vickers et Knoop. Pour cette étude, nous avons choisi une gamme étendue de duretés allant des aciers aux carbures de tungstène en passant par les matériaux pour la microélectronique.

### **BI-2. Techniques expérimentales et matériaux.**

#### **BI-2.1. Techniques expérimentales.**

Les essais de microdureté avec les indenteurs Vickers ou Knoop sont effectués à l'aide d'un microduromètre Leco. Les charges appliquées sont comprises entre 0,1 et 10 N. La durée de descente de l'indenteur est de quinze secondes, le temps d'application de l'indenteur à la charge maximale est de vingt secondes. Les essais de macrodureté sont réalisés sur un duromètre Wölpert. Les charges appliquées partent de 10 N, ce qui assure la continuité des mesures avec la microdurométrie, jusque 2500 N. Les conditions d'application de la charge sont les mêmes de manière à pouvoir comparer valablement les résultats obtenus. Dans les deux situations, les diagonales de l'empreinte sont mesurées par le système optique ou la vitre dépolie des appareils, respectivement pour le micro et le macroduromètre. Lorsque les empreintes sont de trop petite taille, elles sont mesurées soit à l'aide d'un microscope optique Nikon soit avec un Microscope Electronique à Balayage JOEL-JSM 35C, de manière à limiter les erreurs ou les imprécisions de mesure.

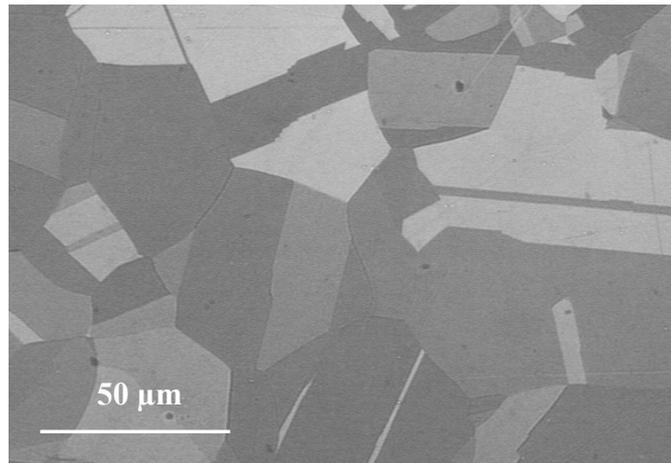
### BI-2.2. Matériaux.

Le matériau sur lequel on a étudié l'effet de charge est un acier inoxydable austénitique AISI 316L dont la composition chimique pondérale figure au **Tableau BI.1**.

Eléments	C	Cr	Ni	Mo	Mn	Si
%	0,02	17	11,19	2,08	1,83	0,57

**Tableau BI.1.** *Composition chimique de l'acier AISI 316L (masse %).*

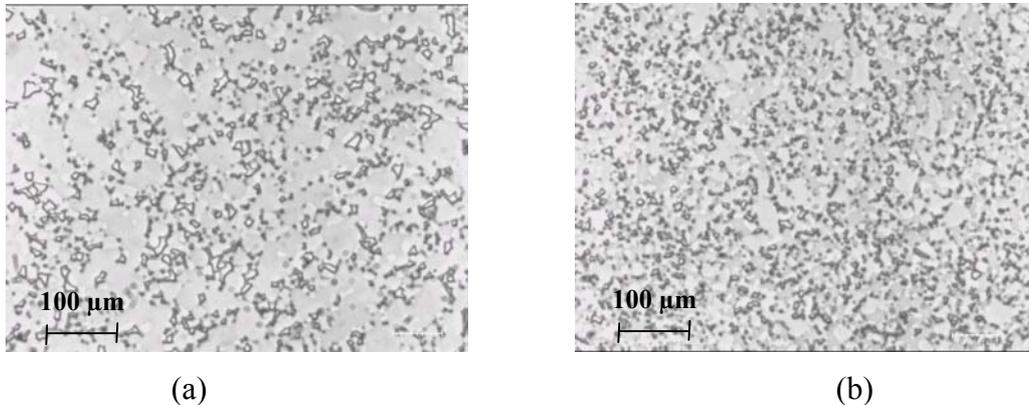
Les échantillons sont prélevés dans des tôles obtenues par laminage à chaud. L'usinage des éprouvettes est effectué par découpe au jet d'eau et les dimensions des éprouvettes sont de 60 x 25 x 15 mm. La microstructure de l'acier est constituée de grains austénitiques de taille moyenne égale à environ 50  $\mu\text{m}$  (**Figure BI.1**).



**Figure BI.1.** *Microstructure de l'acier inoxydable austénitique 316L.*

Les matériaux utilisés pour la détermination du module d'élasticité à partir de la comparaison des duretés sont des matériaux choisis pour présenter différents niveaux de dureté. Il s'agit de trois carbures de tungstène commerciaux utilisés comme outil de coupe. Ces matériaux proviennent de l'industrie et nous ne disposons pas de leur composition chimique. Nous disposons de deux pastilles en WC et d'une autre en WC/WTi. Les pastilles de carbure de tungstène, provenant de deux fournisseurs différents, nous avons étudié leur microstructure après polissage et attaque électrolytique. La **Figure BI.2** montre les microstructures obtenues.

On constate que la taille et la répartition des carbures est différente. Plus gros et dispersés pour la pastille référencée WC1, plus petite et plus également répartis par la pastille référencée WC2.



**Figure BI.2.** Structure des pastilles de carbure de tungstène pour outil de coupe (a) microstructure grossière (WC1) et (b) microstructure fine des carbures (WC2).

Nous avons également étudié des matériaux utilisés dans l'industrie des semi-conducteurs. Ces matériaux se présentent sous la forme de disques d'un diamètre de 50 mm et d'une épaisseur voisine de 0,4 mm. Un de ces disques est constitué de Silicium pur. L'autre est un cristal d'Arséniure de Gallium. L'aspect miroir de la surface de ces disques permet d'effectuer les essais de dureté directement à la surface des échantillons sans préparation particulière.

### **BI-3. Etude de l'effet de charge.**

#### **BI-3.1. Résultats expérimentaux.**

Les essais de dureté Vickers ont été réalisés sur des échantillons en acier inoxydable austénitique présentant différents états de surface. Pour limiter au maximum les aspérités de surface, nous avons réalisé un polissage électrolytique sur une surface pré-polie au papier abrasif en alumine de grade 1200. Le polissage a eu lieu en utilisant l'électrolyte A3 de chez Struers pendant 20s. Un autre échantillon a subi un polissage mécanique au papier abrasif du grade 80 au grade 1200. Enfin, un troisième échantillon a été poli jusqu'à la pâte diamant de granulométrie 1 µm.

Les résultats d'indentation Vickers, pour des charges comprises en 0,1 et 500 N, sont rassemblés dans le **Tableau BI.2** où les valeurs des diagonales sont exprimées en µm, la charge en N et la dureté en GPa.

<b>Acier 316 – Polissage électrolytique</b>							
P (N)	d1	d2	d3	d4	d5	d moyen	HV (GPa)
0,10	11,1 10,8	10,4 11,2	11,0 11,4	10,4 11,1	11,2 11,1	11,0 ± 0,3	1,53
0,25	17,6 17,6	17,4 18,1	17,8 17,4	17,9 18,3	17,5 17,4	17,7 ± 0,3	1,48
0,50	25,1 25,9	25,0 25,9	25,4 25,9	25,5 25,5	25,0 25,4	25,5 ± 0,3	1,43
1	38,6 37,8	37,1 37,2	36,7 36,8	34,6 36,2	36,2 36,2	36,7 ± 1,0	1,38
2	51,5 52,1	51,9 50,9	52,1 52,7	51,9 51,7	51,3 51,6	51,7 ± 0,5	1,39
3	65,4 65,2	64,1 64,6	64,8 64,9	64,2 64,2	65,0 65,4	64,8 ± 0,5	1,32
5	86,2 86,2	83,5 85,7	83,1 84,9	84,0 86,7	83,5 85,6	84,9 ± 1,3	1,29
10	120,0 120,5	121,6 119,9	118,7 124,5	121,2 122,8	119,9 118,2	120,7 ± 1,8	1,27
20	170 165	175 180	170 175	-	-	172,5	1,25
30	210 205	210 210	215 210	215 215	215 210	211,5	1,24
50	270 280	280 280	275 280	275 260	-	275	1,23
100	385 385	390 385	390 400	385 385	380 390	387,5	1,24
400	775 775	775 780	770 775	-	-	775	1,23
500	870 860	865 865	860 870	-	-	865	1,24

<b>Acier 316 – Polissage diamant finition 1 µm</b>							
P (N)	d1	d2	d3	d4	d5	d moyen	HV (GPa)
0,10	9,3 9,2	9,5 9,6	9,3 9,2	9,2 9,4	9,3 9,4	9,3 ± 0,1	2,15
0,25	15,8 15,2	15,8 15,7	16,0 15,7	15,4 15,6	15,5 15,3	15,6 ± 0,2	1,90
0,50	23,6 23,8	23,8 23,8	23,6 23,8	23,6 23,9	23,6 23,5	23,7 ± 0,1	1,65
1	34,4 34,6	33,7 34,1	34,3 34,5	34,6 35,3	34,2 34,6	34,4 ± 0,4	1,57
2	49,9 50,9	50,4 50,1	49,6 49,6	50,0 50,1	49,6 49,8	50,0 ± 0,4	1,48
3	62,3 62,9	62,8 62,9	63,0 63,3	63,1 63,2	62,4 63,0	62,9 ± 0,3	1,41
5	81,8 82,8	81,0 81,5	80,8 81,8	83,0 82,5	82,8 82,7	82,1 ± 0,8	1,38
10	119,0 120,4	118,2 118,8	117,0 117,7	120,0 121,0	117,1 118,7	118,9 ± 1,3	1,31
100	380 380	385 375	-	-	-	380	1,28
500	860 865	865 855	-	-	-	860	1,25

Acier 316 – Polissage papier abrasif grade 1200							
P (N)	d1	d2	d3	d4	d5	d moyen	HV (GPa)
0,10	7,7	7,7	7,7	7,8	7,5	7,7 ± 0,1	3,13
	7,4	7,8	7,9	7,6	7,6		
0,25	14,0	13,6	13,7	14,1	13,7	13,8 ± 0,2	2,43
	13,8	13,9	14,0	13,8	13,6		
0,50	21,1	21,2	21,0	20,8	20,8	21,0 ± 0,2	2,10
	20,8	20,5	21,1	21,3	21,0		
1	31,2	32,4	31,9	31,1	31,8	31,8 ± 0,5	1,83
	31,8	32,7	31,9	31,6	31,5		
2	46,8	46,6	46,0	46,4	46,1	46,5 ± 0,3	1,71
	46,6	46,9	46,4	46,7	46,8		
3	58,0	58,7	58,0	58,2	58,2	58,4 ± 0,4	1,63
	58,3	59,0	58,8	59,0	58,0		
5	78,4	78,2	78,4	78,2	78,7	78,6 ± 0,4	1,50
	78,8	78,2	78,8	78,6	79,0		
10	114,0	114,0	114,6	114,5	114,5	114,7 ± 0,6	1,41
	115,1	115,8	115,4	114,0	115,4		
20	165	170	160	-	-	166,7	1,33
	165	170	170	-	-		
30	200	205	205	-	-	203	1,35
	205	200	205	-	-		
50	265	270	275	-	-	270	1,27
	265	270	280	-	-		
100	385	385	390	-	-	387,5	1,23
	385	390	390	-	-		
500	860	865	870	-	-	860	1,24
	865	855	870	-	-		

**Tableau BI.2.** Résultats des essais d'indentation obtenus sur un acier inoxydable austénitique avec différentes finitions de l'état de surface.

A la lecture de ces tableaux, on peut voir que la valeur moyenne de la diagonale de l'empreinte ou le nombre de dureté évolue avec la charge, d'autant plus rapidement que l'état de surface est plus rugueux. Dans le prochain paragraphe, nous appliquons différents modèles disponibles pour caractériser l'effet ISE.

### BI-3.2. Application des modèles ISE.

Pour discuter de l'effet ISE, nous avons retenu 5 représentations :

$$\text{Meyer [5]} \quad P = a \cdot d^n \quad (\text{BI.1})$$

$$\text{Hays-Kendall [6]} \quad P = W + A_1 \cdot d^2 \quad (\text{BI.2})$$

$$\text{Bull [7]} \quad P = A_2 \cdot (d + d_0)^2 \quad (\text{BI.3})$$

$$\text{Li et Bradt [8]} \quad \frac{P}{d} = B_1 + B_2 \cdot d \quad (\text{BI.4})$$

$$\text{Nix et Gao [9]} \quad \frac{H}{H_0} = \sqrt{1 + \frac{d^*}{d}} \quad (\text{BI.5})$$

Les Figures BI.3 à BI.7 représentent les points expérimentaux en fonction des modèles ISE.

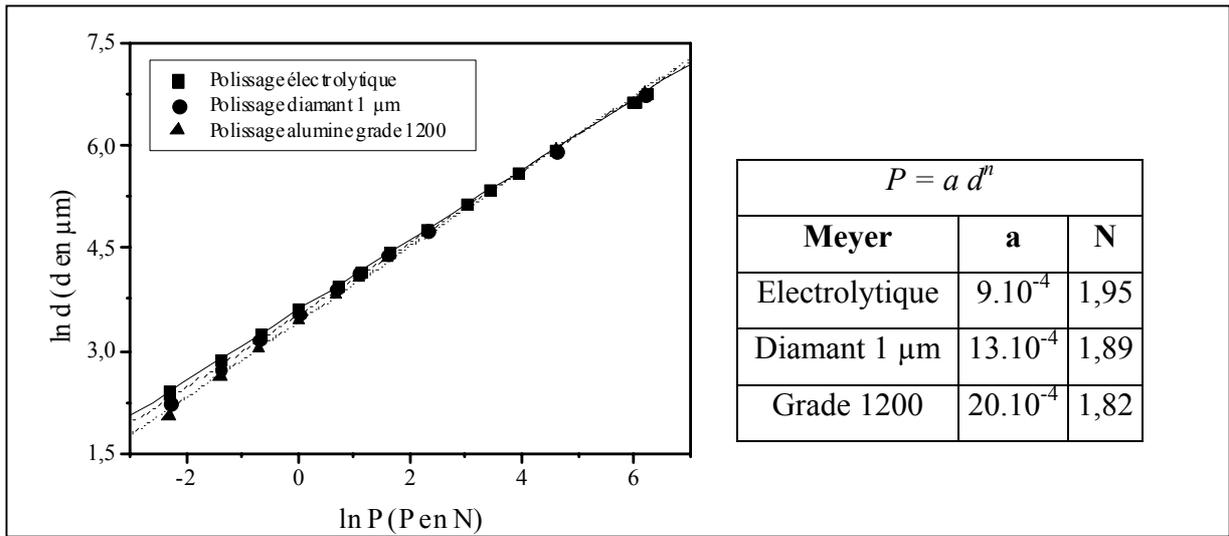


Figure BI.3. Représentation de la loi de Meyer.

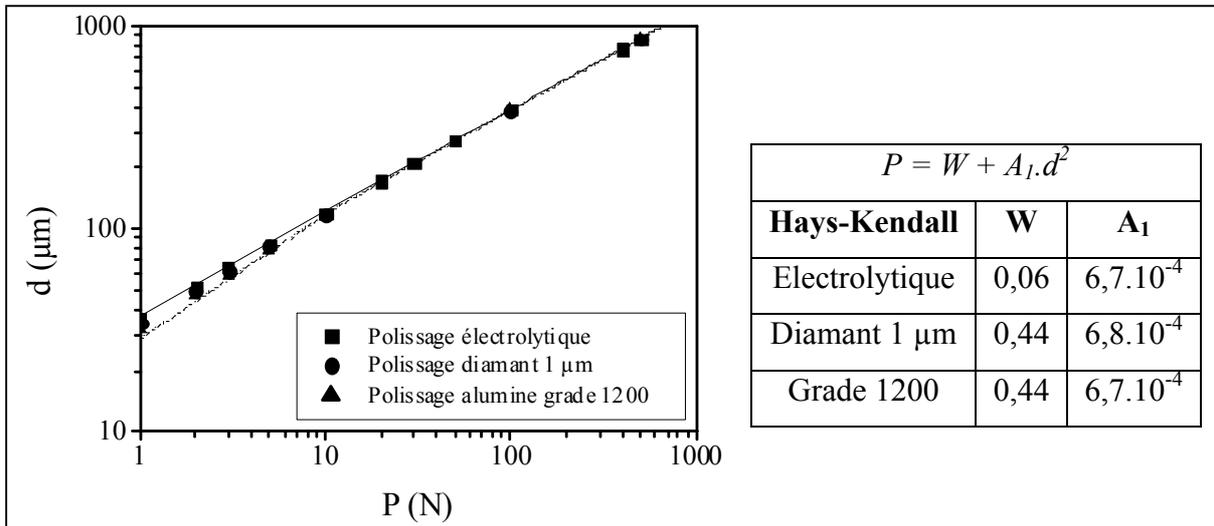


Figure BI.4. Représentation de la loi de Hays-Kendall.

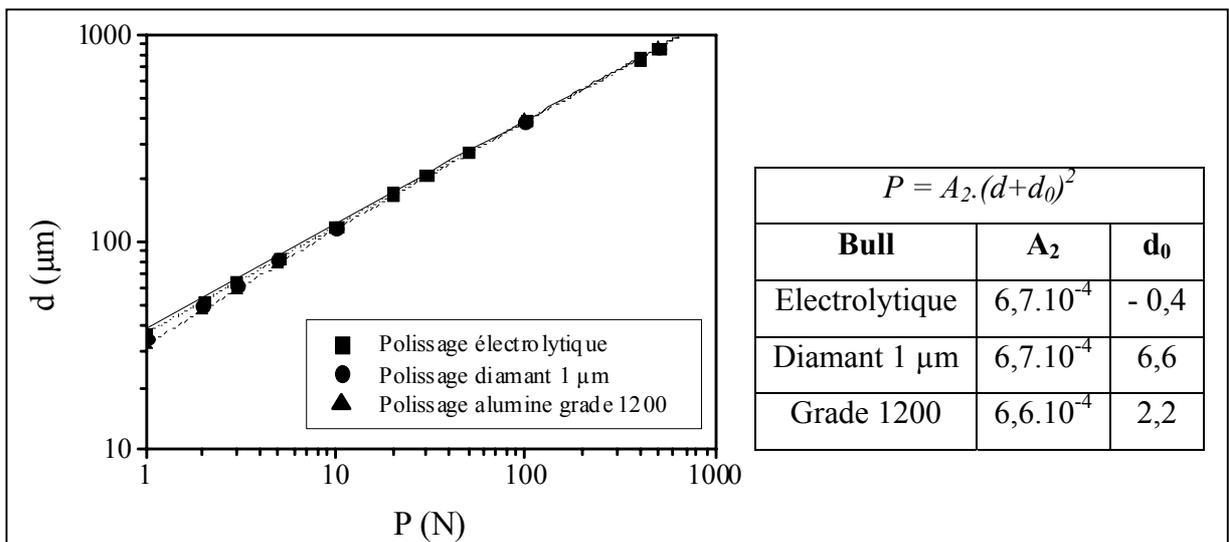


Figure BI.5. Représentation de la loi de Bull.

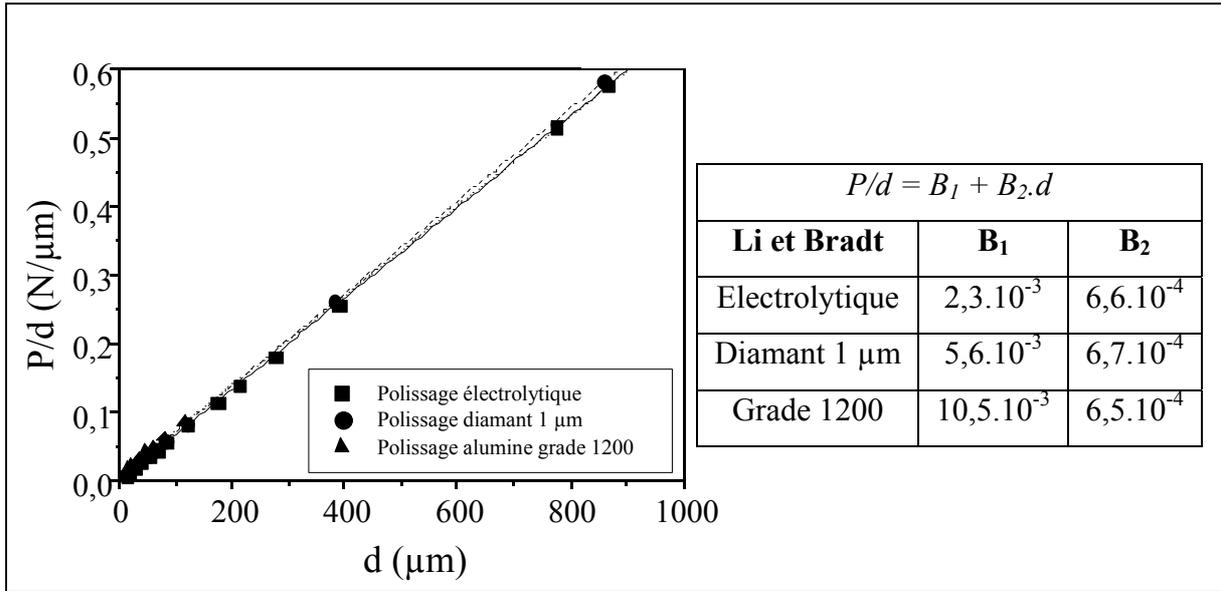


Figure BI.6. Représentation de la loi de Li et Bradt.

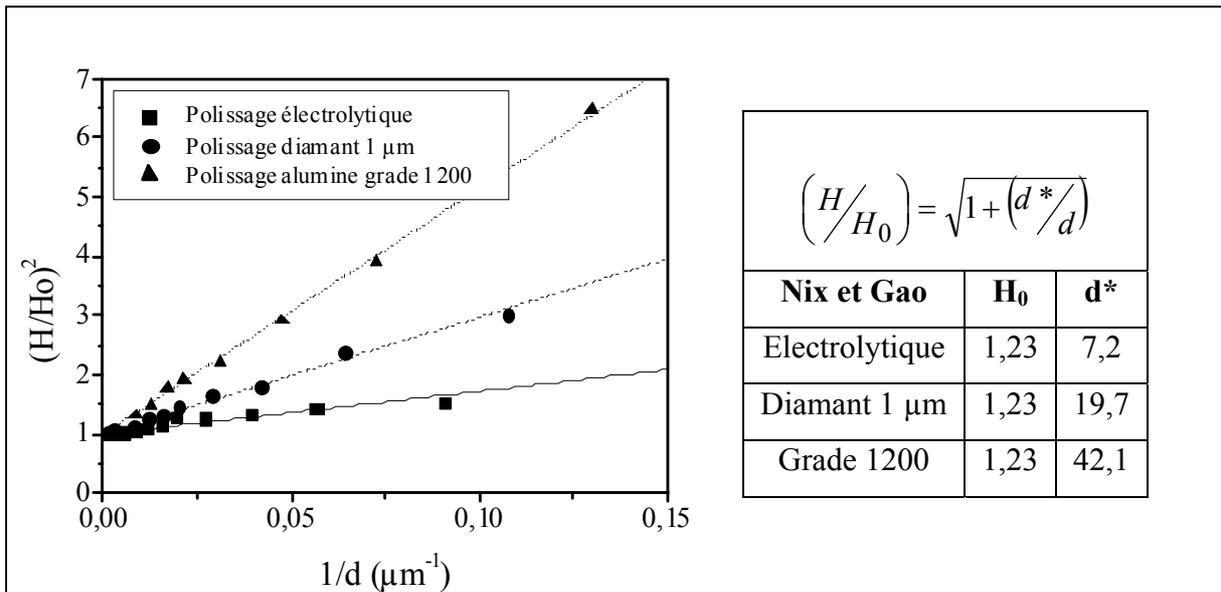


Figure BI.7. Représentation de la loi de Nix et Gao.

Une première observation tirée de la lecture de ces figures est que tous les modèles représentent correctement l'évolution des points expérimentaux.

Quel que soit le modèle, on peut s'attendre à l'évolution des coefficients en relation avec la rugosité provoquée par le polissage. Certaines lois ne permettent pas de retrouver cette évolution. Par exemple, dans la loi de Hays-Kendall, le coefficient  $W$  ne traduit pas de suite

logique et le coefficient  $A_1$  reste constant. Il en est de même pour la loi de Bull dont le coefficient  $A_2$  est constant tandis que le paramètre  $d_0$ , sensé représenter une longueur, prend une valeur négative pour le polissage électrolytique. Par contre, nous observons une évolution cohérente pour les indices  $a$  et  $n$  de la loi de Meyer,  $a$  et  $n$  passant respectivement de  $9 \cdot 10^{-4}$  à  $20 \cdot 10^{-4}$  et de 1.95 à 1.82 quand la rugosité passe du poli électrolytique au poli mécanique. De même, dans le modèle de Li et Bradt, le coefficient  $B_2$  reste constant tandis que le coefficient  $B_1$  suit l'évolution attendue. Le modèle de Nix et Gao présente l'avantage sur les précédents de s'appuyer sur la théorie des dislocations, et de permettre donc de bien distinguer les différents comportements. Dans la suite, nous porterons un intérêt particulier aux modèles de Li et Bradt et de Nix et Gao respectivement ancien et nouveau modèles.

Un des phénomènes, qui intervient lors de la pénétration de l'indenteur dans le matériau et qui peut aussi jouer un rôle dans l'effet de surface, est le frottement de l'indenteur au contact avec la matière. Pour limiter cet effet, des auteurs comme Shaw et al[10] ont montré que la présence d'un lubrifiant placé entre l'indenteur et la surface à indenter réduisait fortement le nombre de dureté. C'est cet aspect de l'indentation que nous étudions dans le prochain paragraphe.

### **BI-3.3. Rôle d'une lubrification sur les mesures de dureté.**

Sur les mêmes échantillons, des essais d'indentation ont été effectués avec un film d'huile placé entre l'indenteur et la surface du matériau. Après positionnement de l'indenteur, une goutte d'huile est placée entre l'indenteur et la surface du matériau. Après application de la charge, l'échantillon est dégraissé et nettoyé. La lecture des empreintes réalisées est ensuite effectuée dans les zones d'indentation préalablement repérées. Les résultats d'indentation Vickers, pour les mêmes charges d'indentation, comprises en 0,1 et 500 N, sont rassemblés dans le **Tableau BI.3** où les valeurs des diagonales sont exprimées en  $\mu\text{m}$ , la charge en N et la dureté en GPa.

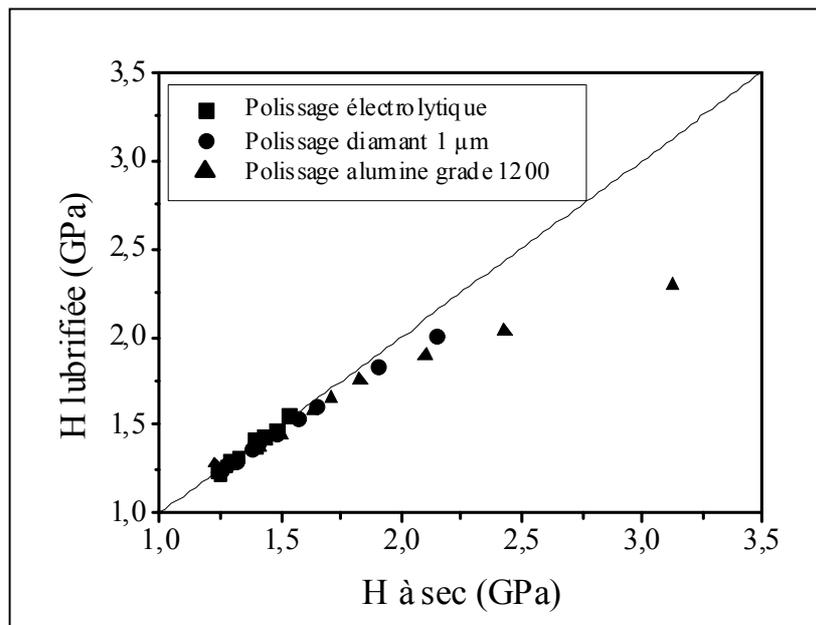
<b>Acier 316 – Polissage électrolytique</b>							
P (N)	d1	d2	d3	d4	d5	d moyen	HV (GPa)
0,10	10,7	10,9	10,9	10,7	11,2	10,9 ± 0,3	1,56
	10,5	10,7	10,9	11,0	11,4		
0,25	17,7	17,7	17,4	17,6	17,3	17,7 ± 0,3	1,48
	17,8	18,4	17,5	17,9	17,5		
0,50	24,5	25,0	26,0	25,5	25,4	25,4 ± 0,7	1,44
	24,6	25,1	26,4	25,5	25,8		
1	34,6	36,2	35,5	36,8	36,8	36,1 ± 0,9	1,42
	35,2	36,7	35,1	37,1	37,2		
2	53,0	51,0	52,6	51,8	51,5	51,9 ± 0,6	1,38
	51,4	51,2	52,1	52,0	52,2		
3	63,8	64,4	64,3	64,1	64,0	64,7 ± 0,8	1,33
	64,8	66,4	64,5	65,6	64,8		
5	84,2	85,6	84,8	83,7	83,5	84,5 ± 1,3	1,30
	85,0	82,5	86,7	85,8	82,8		
10	121,9	118,0	117,5	120,8	122,3	120,7 ± 2,0	1,27
	122,7	118,7	120,2	120,9	124,0		
100	390	385	390	-	-	385	1,25
	380	385	385	-	-		
500	870	870	865	-	-	870	1,23
	875	860	875	-	-		

<b>Acier 316 – Polissage diamant finition 1 µm</b>							
P (N)	d1	d2	d3	d4	d5	d moyen	HV (GPa)
0,10	9,5	9,6	9,5	9,6	9,4	9,6 ± 0,1	2,01
	9,8	9,7	9,6	9,6	9,8		
0,25	15,5	15,9	16,0	15,6	16,0	15,9 ± 0,2	1,83
	15,9	16,1	16,1	16,0	16,3		
0,50	23,8	24,1	24,0	24,1	23,9	24,0 ± 0,1	1,61
	24,1	24,0	24,0	24,0	24,0		
1	34,6	35,2	34,5	34,6	34,4	34,7 ± 0,3	1,54
	35,2	34,6	34,2	34,7	34,8		
2	50,4	49,8	50,7	50,5	50,2	50,5 ± 0,4	1,45
	51,1	50,3	50,0	51,0	50,8		
3	63,0	63,5	62,7	63,0	62,9	63,1 ± 0,3	1,40
	62,9	62,9	63,1	63,6	63,2		
5	82,5	81,9	82,6	81,6	81,6	82,3 ± 0,5	1,37
	83,3	82,0	83,0	82,0	82,3		
10	118,1	118,7	118,0	120,0	117,5	119,5 ± 1,3	1,30
	120,7	121,5	120,5	120,7	119,4		
100	380	385	375	-	-	380	1,28
	380	380	380	-	-		
500	860	860	850	-	-	860	1,25
	865	865	860	-	-		

Acier 316 – Polissage papier abrasif grade 1200							
P (N)	d1	d2	d3	d4	d5	d moyen	HV (GPa)
0,10	8,6 9,2	8,8 9,3	9,0 9,2	8,8 9,3	8,6 8,9	9,0 ± 0,3	2,29
0,25	14,7 15,2	15,4 15,2	15,7 15,6	14,6 14,8	14,7 15,0	15,1 ± 0,4	2,03
0,50	22,4 22,4	22,2 21,6	21,5 21,9	21,9 22,2	22,4 22,7	22,1 ± 0,4	1,90
1	32,2 32,6	32,3 33,2	32,2 32,7	32,7 32,8	31,8 32,0	32,5 ± 0,4	1,76
2	47,0 46,5	47,3 48,0	48,3 48,3	47,1 47,8	46,3 46,5	47,3 ± 0,7	1,66
3	59,8 60,1	59,9 59,3	59,1 58,4	58,5 58,8	58,7 58,8	59,1 ± 0,6	1,59
5	80,3 80,6	80,0 80,2	80,6 80,2	80,6 80,0	80,0 80,8	80,3 ± 0,3	1,44
10	116,5 117,3	117,3 118,0	116,0 116,6	115,5 116,7	115,5 116,0	116,5 ± 0,8	1,37
100	375 385	380 380	385 380	-	-	380	1,28
500	860 860	870 855	865 855	-	-	860	1,25

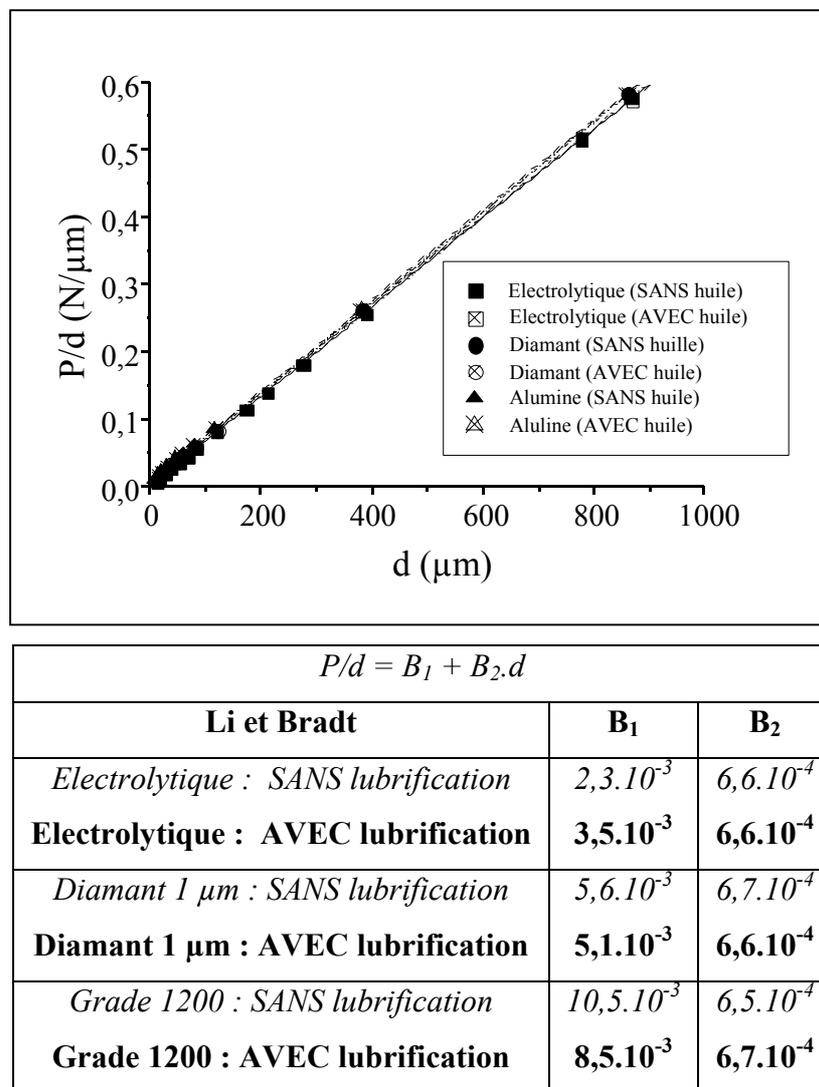
**Tableau BI.3.** Résultats des essais d'indentation sur un acier inoxydable austénitique avec différentes finitions de l'état de surface en présence d'un film d'huile au cours de l'essai d'indentation.

La **Figure BI.8** permet de comparer les nombres de dureté mesurés avec ou sans huile entre l'indenteur et le matériau.

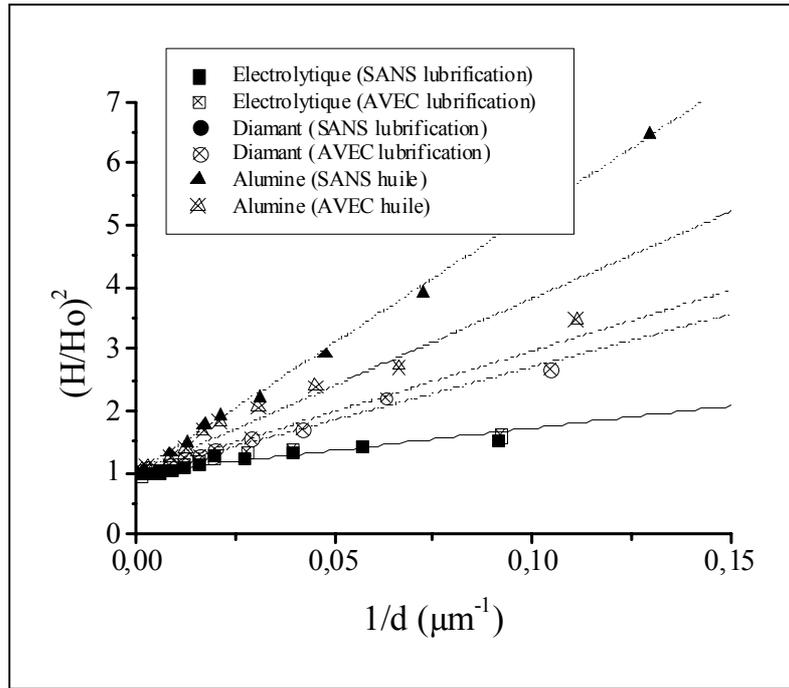


**Figure BI.8.** Comparaison des nombres de dureté mesurés en présence ou non de lubrifiant entre l'indenteur et le matériau.

Les résultats obtenus sur l'acier inoxydable austénitique 316L confirment ceux trouvés par Shaw et al.[10] sur un alliage de zinc. La présence d'huile conduit à une baisse du nombre de dureté, d'autant plus forte que le polissage est grossier et que le nombre de dureté est élevé. On peut remarquer cependant que, pour le polissage électrolytique, aucune baisse notable des duretés n'est observée en présence d'huile. Afin de quantifier l'effet observé, nous nous limiterons à l'application des modèles de Li et Bradt, et Nix et Gao pour les raisons évoquées précédemment. Les **Figures BI.9** et **BI.10** présentent ces résultats et rappellent ceux obtenus pour la dureté mesurée sans lubrification.



**Figure BI.9.** Représentation de la loi de Li et Bradt des essais de dureté avec et sans lubrification au cours de l'indentation de l'acier inoxydable austénitique.



$$\left(\frac{H}{H_0}\right) = \sqrt{1 + \left(\frac{d^*}{d}\right)}$$

Nix et Gao	$H_0$	$d^*$
<i>Electrolytique : SANS lubrification</i>	1,23	7,2
<b>Electrolytique : AVEC lubrification</b>	<b>1,23</b>	<b>7,2</b>
<i>Diamant 1 µm : SANS lubrification</i>	1,23	19,7
<b>Diamant 1 µm : AVEC lubrification</b>	<b>1,23</b>	<b>17,1</b>
<i>Grade 1200 : SANS lubrification</i>	1,23	42,1
<b>Grade 1200 : AVEC lubrification</b>	<b>1,23</b>	<b>28,2</b>

**Figure BI.10.** Représentation de la loi de Nix et Gao des essais de dureté avec et sans lubrification au cours de l'indentation de l'acier inoxydable austénitique.

Pour la représentation de Li et Bradt, bien que le coefficient  $B_2$  reste constant, la variation constatée sur le coefficient  $B_1$  pose problème car celui-ci augmente pour le polissage électrolytique alors qu'il diminue pour les deux autres ce qui est difficile à expliquer physiquement. Pour le modèle de Nix et Gao, la dureté  $H_0$  est constante et les pentes  $d^*$  en cohérence avec l'aspect des surfaces, mais on observe, **Figure BI.10**, un fort écart à la linéarité pour l'échantillon poli à l'alumine au grade 1200.

Le modèle de Li et Bradt n'étant pas suffisamment discriminant pour préciser les effets dus aux différentes préparations de surface et le modèle de Nix et Gao montrant un écart à la

linéarité, il n'est pas encore possible de conclure sur les rôles respectifs de l'écroissage superficiel d'une part et sur l'effet de taille d'autre part. En effet, on peut penser que l'écroissage superficiel, en augmentant la dureté superficielle, masque d'autant plus l'effet de taille, qu'il est prononcé.

A partir des mesures effectuées sur le même acier meulé, nous allons maintenant proposer une méthodologie permettant de mettre en évidence les modifications de surface.

#### **BI-3.4. Comparaison des résultats avec l'effet d'un meulage.**

Le meulage a été étudié au laboratoire [11] pour évaluer son effet sur l'écroissage superficiel du matériau. L'objectif de ce travail était de comparer le rôle des conditions de meulage sur les propriétés mécaniques du matériau. Les conditions de meulage et les résultats obtenus en terme d'écroissage sont présentés dans le travail de doctorant de Bléhaut [11].

Dans ce qui suit, nous ne retiendrons que les résultats de dureté obtenus par application de charges d'indentation variant de 0,25 N à 400 N sur une surface présentant un relief très accidenté après meulage. Pour obtenir une valeur moyenne de dureté représentative du matériau, une dizaine de mesures par charge ont été nécessaires. Les résultats sont présentés dans le **Tableau BI.4**.

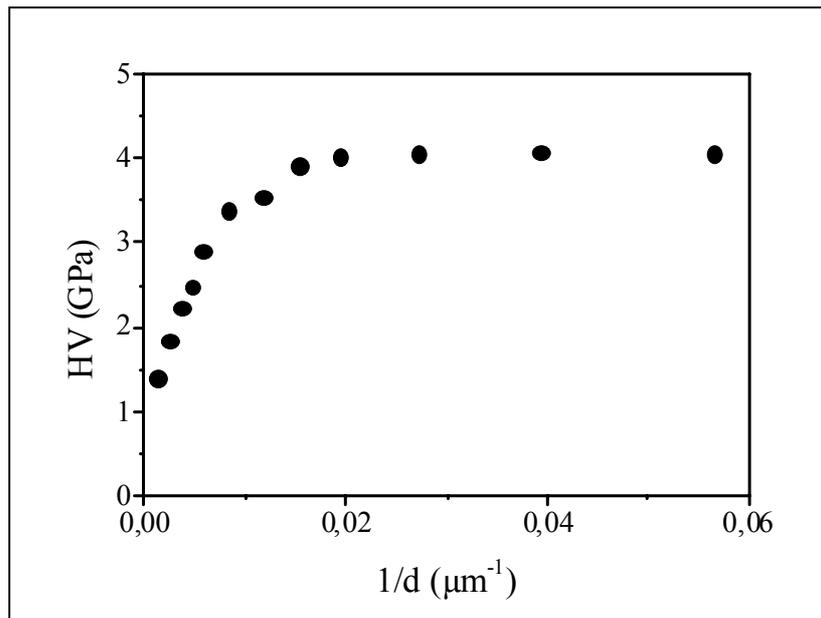
$P$ (N)	$d$ ( $\mu\text{m}$ )	$HV$ (GPa)
0,25	10,7	4,05
0,50	15,1	4,07
1	21,4	4,05
2	30,4	4,01
3	37,7	3,91
5	51,2	3,54
10	74,0	3,39
20	113,0	2,90
30	150,0	2,47
50	203,7	2,23
100	317,5	1,84
200	475,0	1,64
300	595,0	1,57
400	730,0	1,39

**Tableau I.4.** Résultats des essais d'indentation sur la surface meulée de l'acier inoxydable austénitique.

La représentation de Thomas [12] de ces résultats est montrée sur la **Figure BI.11**. Celle-ci est similaire à la relation de Li et Bradt. Elle exprime la dureté en fonction de l'inverse de la diagonale sous la forme:

$$HV = HV_0 + \frac{B_2}{d} \quad (\text{BI.6})$$

Pour un matériau massif homogène, la relation  $HV = f(1/d)$  devrait donc se traduire par une droite. La **Figure BI.11** montre qu'il n'en est pas ainsi pour le matériau meulé.



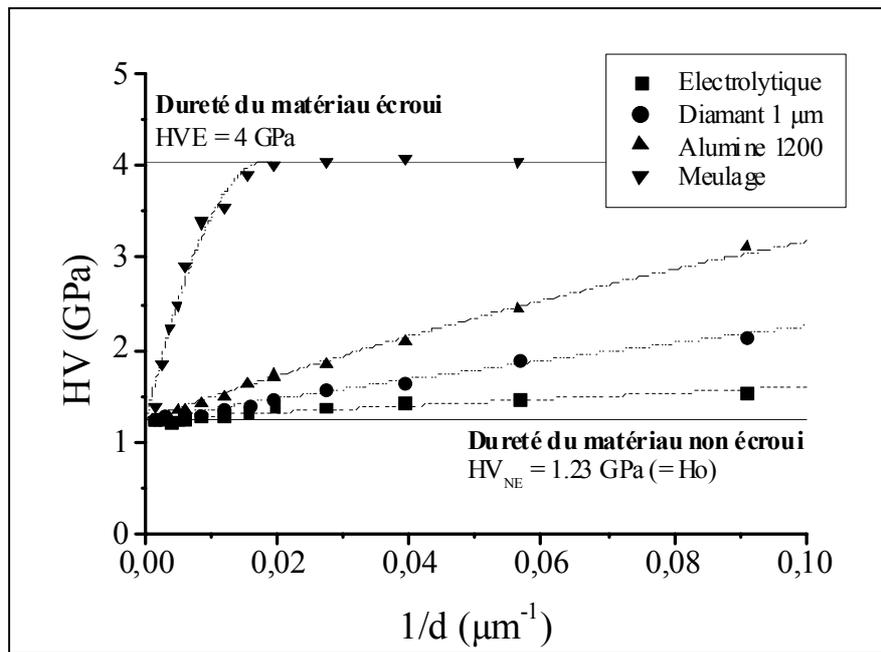
**Figure BI.11.** Représentation de Thomas de la dureté de l'acier inoxydable 316L meulé en fonction de l'inverse de la diagonale d'empreinte.

La **Figure BI.11** est néanmoins très intéressante car elle est caractéristique des évolutions constatées pour la mesure de dureté de films minces [13]. C'est à dire, une courbe présentant deux zones différentes. L'une, linéaire et quasi horizontale tendant vers un maximum de dureté pour les petites valeurs de  $d$ , et l'autre décroissante jusqu'à la valeur de la dureté du matériau de base non écroui. Le matériau meulé se comporte donc comme un "matériau revêtu" avec pour substrat le matériau non écroui et pour revêtement le matériau écroui à son maximum de dureté, voisin ici de 4 GPa. Pour les très fortes charges, la dureté que l'on obtient est celle du même matériau poli électrolytiquement. De cette constatation, nous allons maintenant rechercher l'épaisseur de durcissement associé à la courbe observée. Pour cela, on peut choisir un modèle simple de détermination de la dureté d'un film comme par exemple celui de Jönsson et Hogmark [14] qui s'applique lorsque substrat interfère sur la mesure :

$$H_C = H_S + a(H_F - H_S)$$

$$\text{avec } a = \left( \frac{A_F}{A} \right) = C \left( \frac{t}{d} \right) - C^2 \left( \frac{t}{d} \right)^2 \quad (\text{BI.7})$$

On voit donc que, grâce à cette méthodologie, on peut associer un niveau de durcissement et une épaisseur durcie à la modification superficielle induite par le meulage. Appliquons ceci aux trois autres états de surface dans la même représentation de Thomas (**Figure BI.12**).



**Figure BI.12.** Représentation de Thomas de la dureté de l'acier inoxydable 316L dans les quatre conditions de polissage en fonction de l'inverse de la diagonale d'empreinte.

Nature du polissage	Epaisseur équivalente du film de matériau écroui (µm)
Polissage électrolytique	1,5
Polissage diamant au drap 1 µm	4
Polissage alumine au grade 1200	9
Polissage par meulage	110

**Tableau BI.5.** Epaisseur équivalente du film constitué du matériau écroui de dureté 4 GPa.

En partant de l'hypothèse que le film écroui en surface atteint dans tous les cas la dureté de 4 GPa, il est possible de calculer une épaisseur équivalente du film pour chaque situation de polissage. Le **Tableau BI.5** rassemble les résultats.

On voit bien que l'épaisseur écrouie est d'autant plus élevée que le polissage est sévère. En d'autres termes, l'effet de taille constaté est dû essentiellement à la modification microstructurale du matériau engendrée par l'écrouissage. Dans ce sens, le résultat obtenu pour le polissage électrolytique mérite une discussion approfondie.

### **BI-3.5. Discussion sur le polissage électrolytique.**

On aurait pu s'attendre à ce que le polissage électrolytique élimine l'écrouissage superficiel or, on observe une épaisseur équivalente voisine de 1,5 µm. Une première hypothèse est de supposer que le film écroui n'a pas été éliminé complètement lors du polissage électrolytique. Pour vérifier cela, nous avons effectué des mesures sur un échantillon poli électrolytiquement après polissage diamant de 1 µm supposé produire un film écroui d'épaisseur plus réduite. Le **Tableau BI.6** rassemble les résultats et rappelle les résultats du polissage électrolytique après effectué après polissage du grade 1200.

P (N)	Après polissage grade 1200		Après polissage diamant 1 µm	
	d moyen	HV (GPa)	d (µm)	HV (GPa)
0,10	11,0 ± 0,3	1,53	11,0 ± 0,2	1,53
0,25	17,7 ± 0,3	1,48	17,7 ± 0,2	1,48
0,50	25,5 ± 0,3	1,43	25,6 ± 0,3	1,41
1	36,7 ± 1,0	1,38	36,4 ± 0,5	1,40
2	51,7 ± 0,5	1,39	52,5 ± 0,8	1,35
3	64,8 ± 0,5	1,32	65,4 ± 0,8	1,30
5	84,9 ± 1,3	1,29	85,3 ± 1,4	1,27
10	120,7 ± 1,8	1,27	122,5 ± 1,3	1,24

**Tableau BI.6.** Comparaison des résultats de dureté sur l'acier inoxydable austénitique après polissage au grade 1200 et polissage diamant de finition 1 µm.

De toute évidence, si le polissage électrolytique élimine pratiquement 99% de l'écrouissage obtenu après un polissage au grade 1200 (passage de 110 µm à 1,5 µm), alors la totalité de l'écrouissage devrait disparaître après un polissage électrolytique réalisé à la suite d'un polissage diamant de finition 1 µm. Or, la lecture du **Tableau BI.6** montre qu'il n'en est rien puisque l'on retrouve pratiquement les mêmes valeurs des diagonales d'empreinte et donc de dureté. C'est à dire qu'un effet de surface est bien présent et qu'il ne s'agit pas de

l'écrouissage. Nous pensons qu'il s'agit donc bien ici de l'effet de taille d'empreinte lié aux phénomènes locaux évoqués dans la théorie de Nix et Gao.

En conclusion, on peut dire que si de nombreuses études traitent de l'effet de taille d'indentation, un gros effort reste à faire pour bien comprendre et séparer les différentes contributions possibles. La méthodologie proposée ici, en permettant de séparer l'effet de l'écrouissage d'autres effets aussi bien physiques que mécaniques, contribue à cet effort.

#### **BI-4. Estimation du module d'élasticité par comparaison de HV et HK.**

##### **BI-4.1. Introduction.**

La dureté est le plus généralement définie comme la résistance d'une surface à la pénétration d'un indenteur. Le nombre de dureté calculé pour apprécier cette résistance est le rapport entre la charge appliquée et une aire représentative de l'empreinte résiduelle laissée par le contact indenteur/matériau. Les expressions suivantes montrent que l'essai Vickers considère l'aire totale du contact ( $A_t$ ) alors que l'aire projetée dans le plan de la surface ( $A_c$ ) est considérée pour l'essai Knoop :

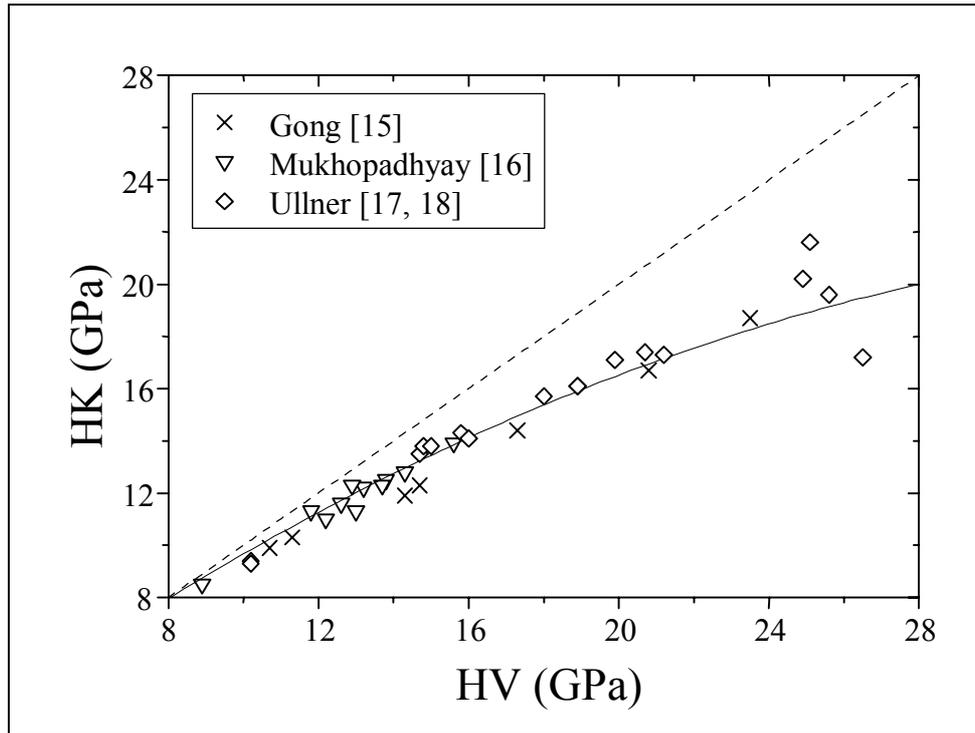
$$\text{Dureté Vickers} \quad HV = \frac{P}{A_t} = \alpha_V \cdot \frac{P}{A_c} = 0,927 \frac{P}{A_c} \quad (\text{BI.8})$$

$$\text{Dureté Knoop} \quad HK = \frac{P}{A_c} \quad (\text{BI.9})$$

où  $P$  représente la charge appliquée et  $\alpha_V$  un coefficient géométrique.

Ne pas tenir compte de cette différence entre les aires de contact pour le calcul des nombres de dureté Vickers et Knoop, peut conduire à une mauvaise interprétation des relations entre les nombres de dureté. Nous allons voir, dans la suite, les problèmes qui se posent lorsque l'on cherche à comparer ou à corréliser les valeurs  $HV$  et  $HK$  à partir de leur définition standard.

Des données relatives aux indentations Vickers et Knoop obtenues sur le même matériau peuvent être trouvées dans la bibliographie. On peut mentionner les travaux de Gong [15] sur différentes céramiques à base  $\text{Si}_3\text{N}_4$ , ceux de Mukhopadhyay [16] sur des nitrures de silicium et des céramiques  $\text{SiAlON}$  comme les travaux de Ullner [17, 18] sur des alumines  $\text{Al}_2\text{O}_3$  et des carbures de silicium  $\text{SiC}$ . Ces données représentées, sur le même diagramme (**Figure BI.13**) montre la relation générale entre les deux nombres de dureté.



**Figure B1.15.** Comparaison entre les nombres de duretés  $HV$  et  $HK$  extraites de la littérature.

On peut remarquer sur cette figure que les valeurs de  $HK$  sont toujours inférieures aux valeurs correspondantes  $HV$  pour des valeurs de  $HV$  supérieures à 8 GPa. Par exemple, un ajustement des données expérimentales par un polynôme de second ordre conduit à la relation suivante:

$$HK = 1,1 \cdot HV - 0,01 \cdot HV^2 \quad (\text{BI.10})$$

qui donne une valeur de 10 GPa quand  $HK$  est égal à  $HV$ . Ce résultat est en accord avec la valeur de 8 GPa indiquée par Gong [15].

Pour les faibles valeurs de dureté, une étude réalisée par Shaw [10] sur différents alliages métalliques montre sans ambiguïté que les valeurs de  $HK$  sont supérieures à celles de  $HV$  dans le domaine 1 à 2 GPa (**Figure BI.16**).

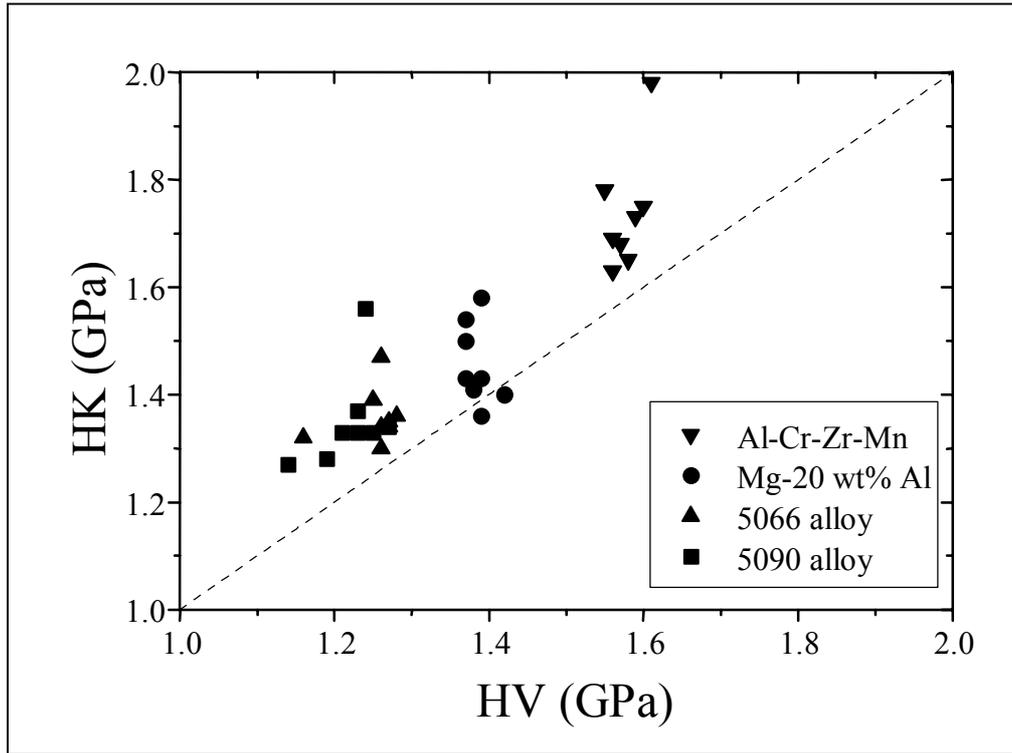


Figure BI.16. Données expérimentales de Shaw sur différents alliages.

Au laboratoire, des essais ont été menés pour vérifier cette tendance. Les résultats des mesures réalisées, sur les échantillons présentés dans le chapitre BI-2.2 sont rassemblés dans le **Tableau BI.7**. A titre indicatif, la valeur de  $HK$  calculée par la relation BI.10 est également fournie.

Matériau	WC/WTi	WC1	WC2	AsGa	Si
$HV$ (GPa)	14,9	15,5	14,8	5,4	3,4
$HK$ (GPa)	13,7	14,1	13,4	5,6	3,5
$HK$ converti (GPa)	14,2	14,6	14,1	5,6	3,6

Tableau BI.7. Matériaux étudiés et mesures de dureté.

Ce tableau confirme bien les tendances trouvées dans la littérature,  $HK$  inférieure à  $HV$  pour des valeurs au-dessus de 10 GPa et inférieures dans le cas contraire.

Dans des travaux récents [15, 19-21], la différence de retour élastique du matériau au cours de l'indentation Vickers et Knoop est proposée pour expliquer l'écart entre les nombres de dureté. C'est aussi ce que suggèrent Gong *et al.* [16], en accord avec les observations expérimentales de Lawn [25] et Marshall [20]. Cependant, nous allons voir que pour des valeurs de dureté inférieures à 8 ou 10 GPa, les équations disponibles (voir chapitre AI de la partie bibliographique) conduisent à des valeurs négatives du module d'élasticité. D'autre part, Shaw *et al.*[10] attribuent cette différence à un phénomène de friction au cours de l'indentation puisqu'une lubrification durant l'essai tend à réduire d'une manière significative cet effet. Des observations similaires sont reportées par Atkinson *et al.* [22-24].

Pour l'indentation Vickers, il est reconnu que le retour élastique ne change pas la valeur de la diagonale de l'empreinte mais seulement sa profondeur [10]. Pour l'indentation Knoop, au contraire, si le retour élastique n'affecte pas la valeur de la grande diagonale  $L$ , la petite diagonale  $w$  décroît lorsque la charge d'indentation croît. Une étude systématique conduite par Marshall [20] a montré que le rapport géométrique ( $w/L$ ) permet d'apprécier les propriétés élasto-plastiques du matériau. Blau [19] et Lima [21], sur la base de ces travaux, ont proposé d'exprimer le rapport ( $w/L$ ) comme une fonction de la dureté et du module d'élasticité par la relation suivante :

$$\left. \frac{w}{L} \right|_{\text{mesuré}} = \left. \frac{w}{L} \right|_{\text{théorique}} - 0,45 \cdot \frac{HK}{E} \quad (\text{BI.11})$$

où ( $w/L$ ) théorique se calcule à partir des caractéristiques géométriques de l'indenteur.

$$\frac{w}{L} = \frac{\tan(\varphi)}{\tan(\theta)} = \frac{\tan(86^{\circ}15')}{\tan(65^{\circ})} = 0,1406 \quad (= 1/7,11) \quad (\text{BI.12})$$

Cette relation a été utilisée avec succès par Gogotsi [26] et Amitay-Sadovsky [27] pour évaluer le module d'élasticité des matériaux testés.

Une autre expression a été proposée par Gong [16]. Elle relie le rapport ( $w/L$ ) mesuré expérimentalement au rapport des duretés ( $HV/HK$ ) :

$$\left. \frac{w}{L} \right|_{\text{mesuré}} = 0,1908 - 0,0595 \cdot \left( \frac{HV}{HK} \right) \quad (\text{BI.13})$$

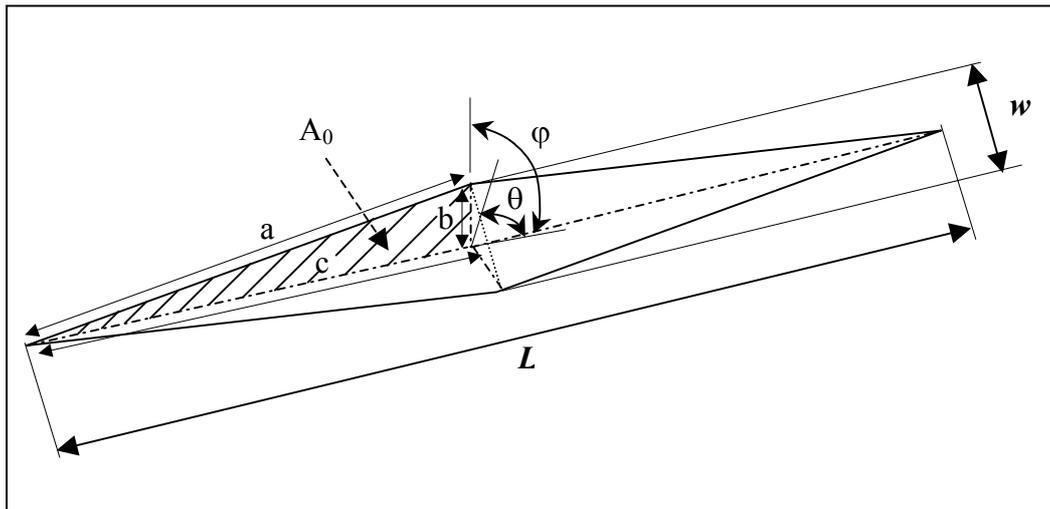
Les équations (BI.12) et (BI.13) doivent être considérées cependant avec prudence puisque leur combinaison implique une corrélation unique entre  $HV$ ,  $HK$  et  $E$ . Ceci n'est évidemment pas possible puisque le rapport ( $HV/HK$ ) peut varier pour un matériau donné suivant son état structural. Par exemple, la dureté des aciers trempés peut atteindre trois fois celle du même acier recuit, tandis que le module d'élasticité reste pratiquement constant. La relation de Gong

montre que le rapport  $(w/L)$  est égal à 0,1313 lorsque  $(HV/HK) = 1$ . Comme cette valeur est très proche de la valeur théorique 0,1406 précisée plus haut, Gong conclue que les duretés Vickers et Knoop devraient être pratiquement identiques en absence de retour élastique pendant l'indentation.

#### BI-4.2. Nouvelle définition de la dureté Knoop.

Pour être comparés, les nombres de dureté Vickers et Knoop devraient utiliser la même définition, c'est à dire, prendre en compte soit l'aire totale, soit l'aire projetée de l'empreinte. Comme l'essai Vickers est plus couramment employé que l'essai Knoop, nous allons considérer la définition de la dureté Vickers qui fait intervenir l'aire totale du contact.

Pour l'indenteur Knoop, l'aire totale du contact ( $A_t$ ) peut se déduire du triangle délimité par les côtés  $a$ ,  $b$  et  $c$  du tétraèdre formé par l'empreinte, comme il est indiqué sur la **Figure BI.17**.



**Figure BI.17.** Paramètres géométriques pour le calcul de l'aire de contact total.

Les deux angles  $\varphi$  et  $\theta$  nécessaires au calcul sont de  $65^\circ$  et  $86^\circ 15'$ , respectivement.

L'aire  $A_0$  de chacune des quatre faces de l'empreinte peut être calculée par :

$$A_0 = \sqrt{s \cdot (s-a) \cdot (s-b) \cdot (s-c)} \quad \text{avec} \quad s = \frac{a+b+c}{2} \quad (\text{BI.14})$$

$a$ ,  $b$  et  $c$  peuvent être exprimés en fonction de  $L$  et des deux angles  $\varphi$  et  $\theta$  de la manière suivante :

$$a = \frac{l}{2} \cdot \left(1 + \frac{\operatorname{tg}^2 \varphi}{\operatorname{tg}^2 \theta}\right)^{1/2}, \quad b = \frac{l}{2} \cdot \left(\frac{1}{\cos \varphi \cdot \operatorname{tg} \theta}\right), \quad c = \frac{l}{2 \cdot \sin \theta} \quad (\text{BI.15})$$

Ces valeurs, utilisées dans la relation (BI.14) permettent de calculer un nouveau nombre de dureté que nous appellerons  $HK_C$  dans la suite :

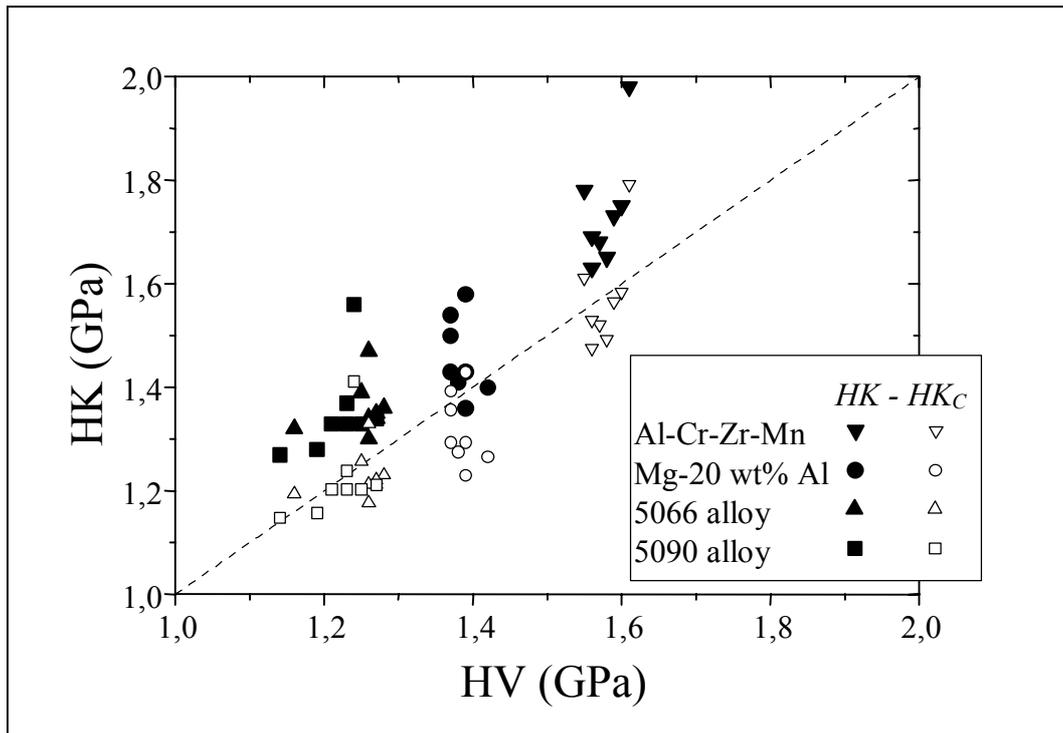
$$\boxed{HK_C = \frac{P}{A_t} = 12,873 \cdot \frac{P}{L^2}} \quad \text{avec } A_t = 4 A_0 \quad (\text{BI.16})$$

Cette expression diffère uniquement de la définition standard de la dureté Knoop généralement utilisée par son coefficient numérique :

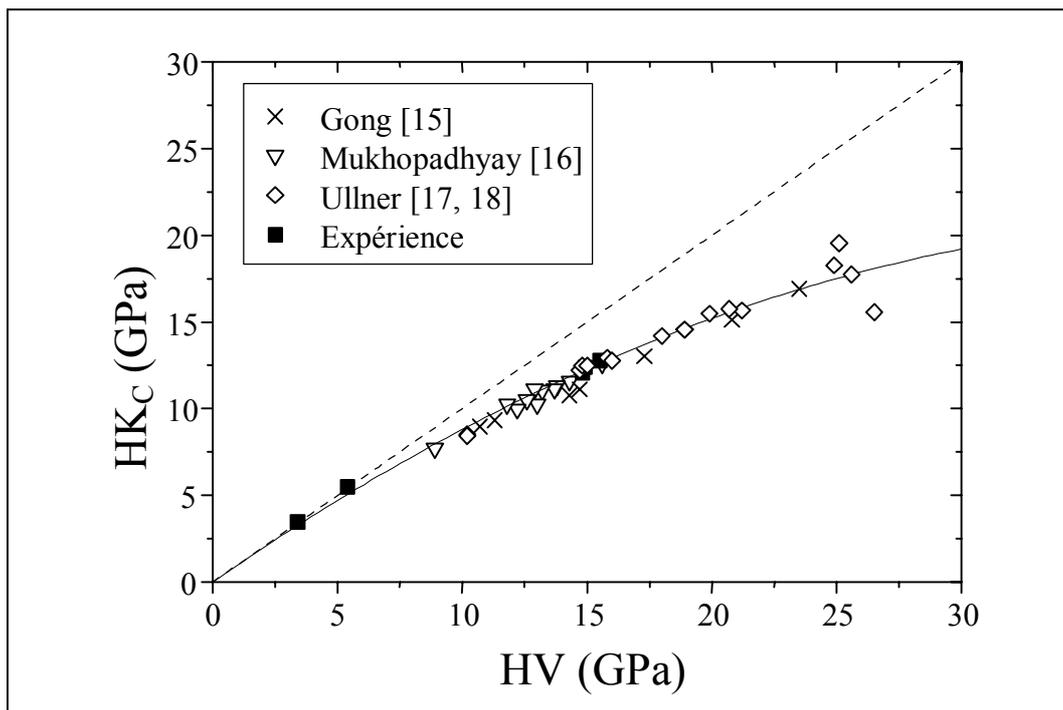
$$HK = \frac{P}{A_c} = 14,229 \cdot \frac{P}{L^2} \quad (\text{BI.17})$$

#### **BI-4.3. Comparaison des duretés Vickers et Knoop.**

En utilisant la relation (BI.9), il est maintenant possible de représenter à nouveau la dureté Knoop,  $HK_C$ , en fonction de la dureté Vickers. Toutes les valeurs des nombres de dureté Knoop indiquées sur les **Figures BI.15** et **BI.16** doivent être recalculées pour obtenir la valeur de  $HK_C$  en multipliant la valeur de  $HK$  par le nombre 0,9047 correspondant au rapport des duretés  $HK_C / HK$ .



(a)



(b)

**Figure BI.18.** Comparaison entre HV et HK<sub>C</sub> (a) pour les faibles valeurs et (b) pour les fortes valeurs de dureté.

Les nouvelles données sont représentées sur la **Figure BI.18 (a)** pour les faibles valeurs de dureté et sur la **Figure BI .18 (b)** pour le domaine entier de dureté. Comme on peut le voir, les valeurs de  $HK_C$  sont maintenant toujours inférieures aux valeurs de  $HV$ , sur l'ensemble du domaine de dureté.

L'ajustement des données expérimentales de la **Figure BI.18 (b)** par un polynôme de second ordre conduit à la relation suivante entre  $HK_C$  et  $HV$  :

$$HK_C = HV - 0.011 \cdot HV^2 \quad (\text{BI.18})$$

Cette relation est très séduisante car elle montre que  $HK_C$  est toujours inférieure à  $HV$  quelle que soit la valeur de la dureté  $HV$ . De plus, cette expression permet de définir un paramètre adimensionnel,  $\Delta ER$ , que nous appellerons paramètre de retour élastique :

$$\Delta ER = \frac{HV - HK_C}{HV} \quad (\text{BI.19})$$

Une nouvelle expression du nombre de dureté Knoop en fonction du nombre de dureté Vickers peut aussi être formulée :

$$HK_C = (1 - \Delta ER) \cdot HV \quad (\text{BI.20})$$

Pour expliciter  $\Delta ER$ , nous allons suivre la même idée que celle avancée par Gong [15] sur la relation entre les dimensions de l'empreinte Knoop et le rapport des duretés  $HV/HK$  (voir **Equation B1.13**). Le **Tableau BI.8** rassemble les valeurs de  $(w/L)$  et de  $(HV/HK_C)$ . Ces valeurs sont celles obtenues pour les matériaux testés au laboratoire, ainsi que les valeurs calculées à partir des résultats publiés dans la littérature par Gong [15] sur des  $Si_3N_4$ , et de Gogotsi [26] sur deux zircons pour deux directions cristallographiques  $\langle 001 \rangle$  et  $\langle 011 \rangle$ .

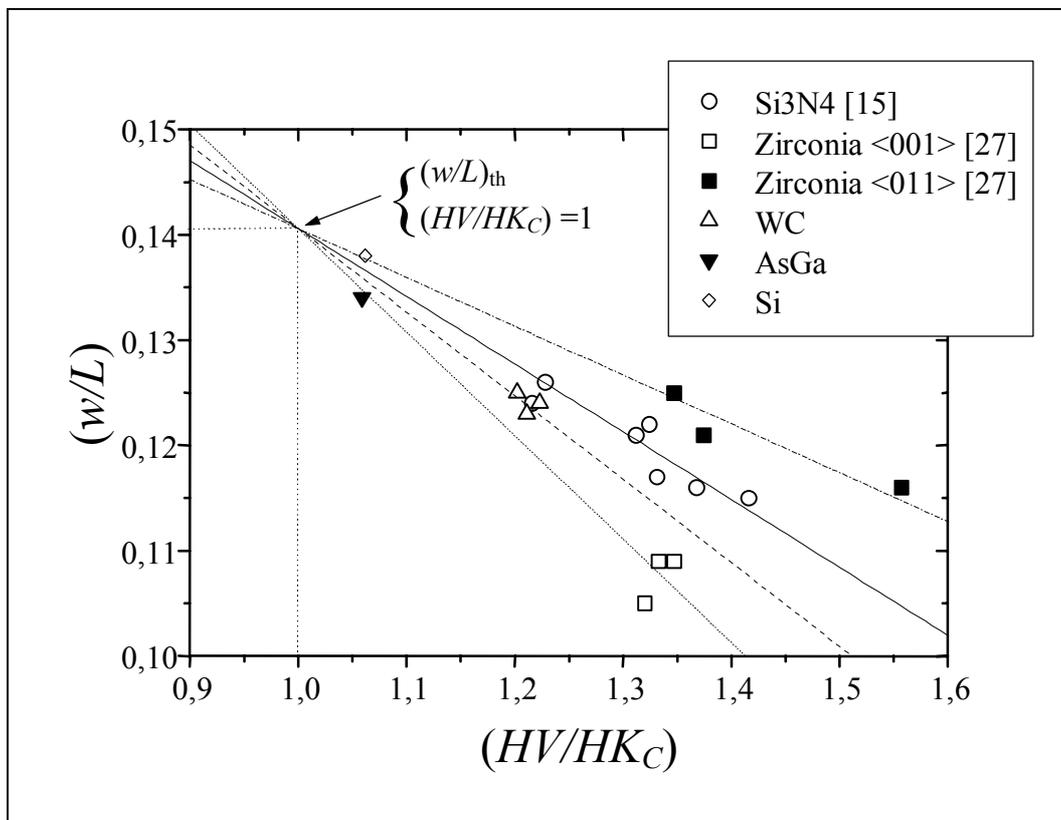
Matériaux	WC/WTi	WC1	WC2	AsGa	Si
$(w/L)$	0.125	0.123	0.124	0.134	0.138
$HV$ (GPa)	14.9	15.5	14.8	5.4	3.4
$HK_C$ (GPa)	12.4	12.8	12.1	5.1	3.2
$(HV/HK_C)$	1.202	1.211	1.223	1.059	1.062

Matériaux	Si3N4 [15]						
(w/L)	0.124	0.126	0.122	0.121	0.117	0.116	0.115
HV (GPa)	10.7	11.3	14.3	14.7	17.3	20.8	23.5
HK <sub>C</sub> (GPa)	8.8	9.2	10.8	11.2	13.0	15.2	16.6
(HV/HK <sub>C</sub> )	1.216	1.228	1.324	1.312	1.331	1.368	1.416

Matériaux	Zirconia <001> [26]			Zirconia <011> [26]		
(w/L)	0.109	0.105	0.109	0.116	0.125	0.121
HV (GPa)	14.4	13.6	13.6	15.1	13.6	13.6
HK <sub>C</sub> (GPa)	10.8	10.3	10.1	9.7	10.1	9.9
(HV/HK <sub>C</sub> )	1.333	1.320	1.347	1.557	1.347	1.374

**Tableau BI.8.** Rapports des largeurs (w/L) en fonction du rapport des duretés (HV/HK<sub>C</sub>).

L'ensemble de ces résultats est représenté **Figure BI.19** dans un diagramme (w/L) en fonction de (HV/HK<sub>C</sub>).



**Figure BI.19.** Rapport (w/L) en fonction du rapport (HV/HK<sub>C</sub>).

On peut voir que la relation entre  $(w/L)$  et  $(HV/HK_C)$  est linéaire et que toutes les droites associées aux divers matériaux testés se coupent logiquement au même point de coordonnées  $(w/L) = (w/L)_{th}$  et  $(HV/HK_C) = 1$ .

Dans ces conditions, et si on appelle  $(w/L)_{max}$  l'ordonnée à l'origine, il est possible d'écrire la relation générale suivante :

$$\left(\frac{w}{L}\right)_{exp.} = \left(\frac{w}{L}\right)_{max.} + \left[ \left(\frac{w}{L}\right)_{th.} - \left(\frac{w}{L}\right)_{max.} \right] \cdot \left(\frac{HV}{HK_C}\right) \quad (BI.21)$$

Cette nouvelle équation prend en compte un paramètre  $(w/L)_{max}$ , fonction des propriétés du matériau, qui peut être aisément déduit de la représentation de  $(w/L)$  en fonction de  $(HV/HK_C)$ .

### BI-4.3. Détermination du module d'élasticité.

A partir des équations (BI.20) et (BI.21) il est maintenant possible d'exprimer  $\Delta ER$  comme une fonction de  $(w/L)$  par la relation :

$$\Delta ER = \left( \frac{(w/L)_{th.} - (w/L)_{exp.}}{(w/L)_{max.} - (w/L)_{exp.}} \right) \quad (BI.22)$$

Finalement, l'équation (BI.11) peut être modifiée en prenant en compte d'une part la nouvelle expression du nombre de dureté Knoop (pour laquelle la valeur du coefficient 0,45 devient 0,5) et d'autre part de l'équation (BI.21) ainsi  $\Delta ER$  devient :

$$\Delta ER = \frac{HK_C}{2(\Delta\tau)E + HK_C} \quad \text{où} \quad \Delta\tau = \left(\frac{w}{L}\right)_{max.} - \left(\frac{w}{L}\right)_{th.} \quad (BI.23)$$

Cette équation permet la détermination du module d'élasticité  $E$  après calcul de  $\Delta ER$  par l'équation (BI.19). Le **Tableau BI.9** rassemble les données relatives aux différents matériaux et les résultats du calcul du module d'élasticité pour les matériaux testés.

Matériaux	WC/WTi	WC1	WC2	AsGa	Si
$(w/L)_{max.}$	0.220			0.252	0.183
$\Delta ER$	0.168	0.174	0.182	0.056	0.059
E (GPa)	385	385	340	385	600

Matériaux	Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub> [15]						
$(w/L)_{max}$	0.205						
$\Delta ER$	0.178	0.186	0.245	0.238	0.249	0.269	0.294
E (GPa)	315	315	260	280	305	320	310

Matériaux	Zirconia <001> [26]			Zirconia <011> [26]		
$(w/L)_{max}$	0.239			0.187		
$\Delta ER$	0.250	0.243	0.257	0.358	0.257	0.272
E (GPa)	165	165	150	185	315	285

**Tableau BI.9.** Modules d'élasticité calculés à partir de la comparaison des nombres de duretés Vickers et Knoop.

Pour chaque groupe de données, on peut voir que la valeur de  $E$  est du même ordre de grandeur que celle généralement admise dans la littérature. Ici, une valeur de 380 GPa est obtenue pour les carbures de tungstène alors que celles de la littérature sont comprises entre 400 to 600 GPa, en fonction de la quantité de carbures [28]. Pour les céramiques à base Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>, les valeurs de  $E$  calculées se situent entre 280 et 315 GPa et sont en très bon accord avec les valeurs classiques trouvées pour ce type de matériau (i.e. 250 – 350 GPa) [29]. Pour les zircons et selon l'orientation des plans atomiques, les valeurs moyennes de  $E$  calculées sont de 160 GPa pour la direction ZrO<sub>2</sub> (<001>) et de 260 pour ZrO<sub>2</sub> (<011>), valeurs également très proches des valeurs publiées (200-220 GPa). Nous n'avons pas trouvé de valeur précise du module d'élasticité dans la bibliographie pour les matériaux de la microélectronique, mais compte tenu du bon accord obtenu pour les autres matériaux on peut penser que les valeurs du module d'élasticité de 400 et 600 GPa respectivement sont des valeurs raisonnables pour ces matériaux, Arsénure de Gallium (AsGa) et Silicium (Si) testés ici.

### BI-5. Conclusion

Dans ce premier chapitre, nous avons discuté de deux aspects très importants à prendre en compte dans l'indentation de matériaux massifs. Il s'agit d'une part de l'effet de charge ou encore de la variation du nombre de dureté en fonction de la charge appliquée et d'autre part de la conversion des duretés Vickers et Knoop. Si de nombreux modèles sont disponibles pour expliquer l'effet de charge, il faut être pour autant prudent quant à leur utilisation. En effet, nous avons montré ici que l'effet du polissage masque entièrement le phénomène d'effet

de charge. De plus, la présence d'un film d'huile entre l'indenteur et le matériau conduit à une baisse significative des valeurs de duretés, d'autant plus que l'effet du polissage est marqué. Ceci tend à démontrer que le frottement entre l'indenteur et le matériau est un paramètre non négligeable lorsque la surface est modifiée mécaniquement. En effet, sur un matériau poli électrolytiquement, le film d'huile ne modifie pas le résultat même si on observe, dans ce cas, l'effet de charge réel. Nous avons observé que, dans de nombreuses études menées sur l'effet de charge, les auteurs n'ont pas toujours pris les précautions nécessaires et la surface n'est pas homogène d'un point de vue mécanique ce qui conduit souvent à une mauvaise interprétation des résultats.

Pour ce qui concerne la conversion des duretés, nous avons montré que la dureté Knoop doit être exprimée sur les mêmes bases que la dureté Vickers pour une meilleure analyse des processus de déformation qui prennent place pendant l'indentation. Une nouvelle expression incluant un paramètre de retour élastique basé sur les modifications des diagonales Knoop est proposée. De cette manière, l'ensemble du domaine de dureté peut être valablement représenté. La comparaison entre les nombres de dureté Vickers et Knoop permet ainsi d'estimer correctement le module d'élasticité d'un matériau. Cette nouvelle méthodologie se présente particulièrement intéressante pour les films ou revêtements pour lesquels la détermination directe du module d'élasticité est très difficile.

### **Bibliographie du chapitre BI**

- [1] J. Gong, J. Wu, Z. Guan. "Examination of the indentation size effect in low-load vickers hardness testing of ceramics", *Journal of the European Ceramic Society*, 19, Issue 15 (1999) 2625.
- [2] H. Kim, T. Kim. "Measurement of hardness on traditional ceramics", *Journal of the European Ceramic Society*, 22, Issues 9-10 (2002) 1437.
- [3] M.L. Weaver, M.E. Stevenson, R.C. Bradt. "Knoop microhardness anisotropy and the indentation size effect on the (100) of single crystal NiAl", *Materials Science and Engineering A*, 345, Issues 1-2 (2003) 113.
- [4] J. Gong, Z. Guan. "Load dependence of low-load Knoop hardness in ceramics: a modified PSR model", *Materials Letters*, 47, Issue 3 (2001) 140.
- [5] E. Meyer. *Phys. Z.* 9 (1908) 66.
- [6] C. Hays, E. G. Kendall. "An analysis of Knoop microhardness", *Metallography*, 6, Issue 4 (1973) 275.

- [7] S. J. Bull, D. S. Rickerby. "New developments in the modelling of the hardness and scratch adhesion of thin films", *Surface and Coatings Technology*, 42, Issue 2 (1990) 149.
- [8] H. Li, R.C. Bradt. "The indentation size effect and the hardness of single crystal diamond on the (001) <110>", *Diamond and Related Materials*, 1, Issue 12 (1992) 1161.
- [9] W.D. Nix, H. Gao. "Indentation size effects in crystalline materials: A law for strain gradient plasticity", *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 46, Issue 3 (1998) 411.
- [10] C. Shaw, Y. Li, H. Jones, "Effect of load and lubrication on low load hardness of a rapidly solidified light alloy", *Materials Letters* 28, issues 1-3 (1996) 33.
- [11] H. Bléhaut, D. Chicot, P. Flahaut, J. Lesage. "Propriétés mécaniques de surface après meulage d'un acier inoxydable austénitique". *Revue de Métallurgie CIT, Science et Génie des Matériaux*, A paraître.
- [12] A. Thomas. "Micro-hardness measurement as a quality control technique for thin hardness coating". *Surface Engineering*, 3 (1987) 117.
- [13] D. Chicot, J. Lesage, "Absolute hardness of films and coating", *Thin Solid Films*, 254 (1995) 123.
- [14] B. Jönsson, S. Hogmark, "Hardness measurements of thin films". *Thin Solid Films*, 114 (1984) 257.
- [15] J. Gong, J. Wang, Z. Guan, "A comparison between Knoop and Vickers hardness of silicon nitride ceramics", *Materials Letters*, 56, Issue 6 (2002) 941.
- [16] A.K. Mukhopadhyay, S.K. Datta, D. Chakraborty, "On the microhardness of silicon nitride and sialon ceramics". *Journal of European Ceramic Society*, 6 (1990) 303.
- [17] C. Ullner, A. Germak, H. Le Doussal, R. Morrell, T. Reich, W. Vandermeulen, "Hardness testing on advanced technical ceramics", *Journal of European Ceramic Society*, 21, Issue 4, (2001) 439.
- [18] C. Ullner, J. Beckmann, R. Morrell, "Instrumented indentation test for advanced technical ceramics", *Journal of European Ceramic Society*, 22, Issue 8 (2002) 1183.
- [19] P.J. Blau, *The Lab Handbook of micro indentation Hardness testing*, section 5.2, Blue rock Technical Publications, Oak Ridge, TN, 2000.
- [20] D.B. Marshall, T. Noma, A.G. Evans, "A simple method for determining elastic modulus to hardness ratios using Knoop indentation measurements", *Journal American Ceramic Society* 65 (1982) 175.

- [21] R.S. Lima, A. Kucuk and C.C. Berndt, "Evaluation of microhardness and elastic modulus of thermally sprayed nanostructured zirconia coatings", *Surface and Coatings Technology*, 135, Issues 2-3 (2001) 166.
- [22] M. Atkinson, H. Shi, *Material Science Technology*, 5 (1989) 613.
- [23] H. Shi, M. Atkinson, "A friction model in low-load hardness testing of copper and aluminium", *Journal of Material Science*, 25 (1990) 2111.
- [24] M. Atkinson, *Journal Test and Evaluation*, 19 (1991) 368.
- [25] B.R. Lawn, V.R. Howes, "Elastic recovery at hardness indentations", *Journal of Material Science*, 16 (1981) 2745.
- [26] G.A. Gogotsi, S.N. Dub, E.E. Lomonova, B.I. Ozersky, "Vickers and Knoop Indentation Behaviour of Cubic and Partially Stabilized Zirconia Crystals", *Journal of the European Ceramic Society*, 15, Issue 15 (1995) 405.
- [27] E. Amitay-Sadovsky, H.D. Wagner, "Evaluation of Young's modulus of polymers from Knoop microindentation tests", *Polymer* 39, Issue 11, 2387-2390 (1998).
- [28] R. B. Bhagat, J. C. Jr. Conway, M. F. Amateau, R. A. Brezler, "Tribological performance evaluation of tungsten carbide-based cermets and development of a fracture mechanics wear model", *Wear* 201, issues 1-2, 233-243 (1996).
- [29] *CRC Materials Science and Engineering Handbook*, p.509.

## Chapitre BII : Fissuration de matériaux fragiles par essais Vickers et Knoop.

---

### BII-1. Introduction.

Dans ce deuxième chapitre, nous allons étudier et comparer la fissuration provoquée par les indenteurs Vickers et Knoop. En effet, si l'étude de la fissuration de matériaux massifs fragiles par indentation Vickers est largement répandue, il n'en est pas de même de la fissuration par un indenteur Knoop. Au contraire de la ténacité déduite des essais Vickers, aucune formulation mathématique n'est proposée pour exprimer la ténacité à partir de l'essai Knoop. Lorsqu'elles sont générées par l'indentation, on reconnaît généralement deux types de fissure : (1) la fissure de type Palmqvist (type P) qui apparaissent aux extrémités de l'empreinte et (2) celle de type Median (type M) lorsque la fissure se propage sous l'empreinte. Les deux types n'apparaissent pas en même temps. Il est admis depuis de nombreuses années que la fissure est de type Médian pour les matériaux à faible ténacité, alors qu'elle est de type Palmqvist pour les matériaux de ténacité élevée. De plus, comme nous l'avons déjà signalé, de nombreux matériaux présentent les deux formes de fissuration selon le niveau de chargement. Pour les faibles charges, la fissure est de type Palmqvist et de type Median pour les charges plus élevées. Pour expliquer la transition entre les deux modes, Lube [1] propose un modèle basé sur la présence d'une zone centrale qui empêche la génération de la fissure sous l'empreinte. Pour déterminer la charge critique nécessaire au passage d'un mode de fissuration à l'autre, un critère formel a été proposé par Niihara *et al.*[2].

Nous verrons ici comment ce critère peut être appliqué puis nous discuterons de l'évolution des paramètres de fissuration pour les systèmes Palmqvist ou Médian en fonction de la charge appliquée.

Ensuite, nous chercherons à établir une formulation de la ténacité Knoop. Celle-ci devant bien entendu conduire à une valeur de ténacité identique à celle obtenue par l'indentation Vickers.

### BII-2. Techniques expérimentales, matériaux et résultats.

Les techniques expérimentales et les matériaux testés dans ce travail ont été présentés dans le chapitre BI-1 de la partie expérimentale. Les mesures des longueurs des fissures sont effectuées directement sur l'appareil ou à l'aide d'un microscope optique lorsqu'elles sont de plus petite taille.

Des essais supplémentaires ont été réalisés sur un alliage de Nickel Phosphore constituant un revêtement épais déposé sur un acier à bas carbone. Le revêtement est obtenu par le procédé industriel Kanigen [3] qui consiste à plonger le substrat dans un bain, de pH 4,7, composé de sulfate du nickel, d'hypophosphite du sodium, de soude caustique et d'acide lactique. La température du bain est voisine de 90 °C. La durée d'immersion est choisie de manière à obtenir une couche d'épaisseur visée de 80 µm. Deux traitements de post-déposition à l'air ont été réalisés à 300 °C et 600 °C pendant 6 heures afin d'obtenir des valeurs de dureté différentes du revêtement, soit 5 et 7 GPa respectivement.

Les résultats de fissuration sous indentation Vickers sont rassemblés dans le **Tableau BII.1**. Le tableau rappelle la charge appliquée ( $P$ ) exprimée en N, les longueurs des demi-diagonales d'empreinte ( $a$ ), des fissures ( $l$  et  $c$ ) respectivement mesurées à partir des extrémités de l'empreinte ou de son centre. Les longueurs sont exprimées en micron.

Carbure de tungstène fritté WC – WTi

$P$ (N)	50	100	156	200	300	400	500	625
$a$ (µm)	39	55	69	78	98	115	125	140
$l$ (µm)	2 ± 1	16 ± 2	34 ± 3	43 ± 3	58 ± 5	84 ± 4	95 ± 7	135 ± 6
$c$ (µm)	41 ± 1	71 ± 2	103 ± 3	121 ± 3	156 ± 5	199 ± 4	220 ± 7	275 ± 6

Carbure de tungstène WC1

$P$ (N)	300	400	500	1250
$a$ (µm)	97	110	125	200
$l$ (µm)	60 ± 1	80 ± 1	100 ± 2	230 ± 2
$c$ (µm)	157 ± 1	190 ± 1	225 ± 2	430 ± 2

Carbure de tungstène WC2

$P$ (N)	100	200	300	400	500	625	1250	2500
$a$ (µm)	52	76	94	110	125	137	195	280
$l$ (µm)	2 ± 2	30 ± 3	46 ± 5	61 ± 2	81 ± 3	102 ± 5	220 ± 14	400 ± 10
$c$ (µm)	54 ± 2	106 ± 3	140 ± 5	171 ± 2	206 ± 3	239 ± 5	415 ± 14	680 ± 10

Nickel Phosphore à 300 °C

$P$ (N)	3	5	10	20	30	50
$a$ (µm)	11	15	20	35	44	63
$l$ (µm)	20 ± 5	40 ± 5	65 ± 5	130 ± 7	175 ± 10	280 ± 10
$c$ (µm)	31 ± 5	55 ± 5	85 ± 5	165 ± 7	220 ± 10	340 ± 10

Nickel Phosphore à 600 °C

$P$ (N)	5	10	20	30	50	100	156	200
$a$ ( $\mu\text{m}$ )	15	23	33	42	57	91	114	137
$l$ ( $\mu\text{m}$ )	$14 \pm 1$	$26 \pm 3$	$62 \pm 6$	$95 \pm 8$	$140 \pm 10$	$280 \pm 10$	$403 \pm 15$	$528 \pm 20$
$c$ ( $\mu\text{m}$ )	$29 \pm 1$	$49 \pm 3$	$95 \pm 6$	$137 \pm 8$	$197 \pm 10$	$371 \pm 10$	$515 \pm 15$	$665 \pm 20$

Silicium Pur

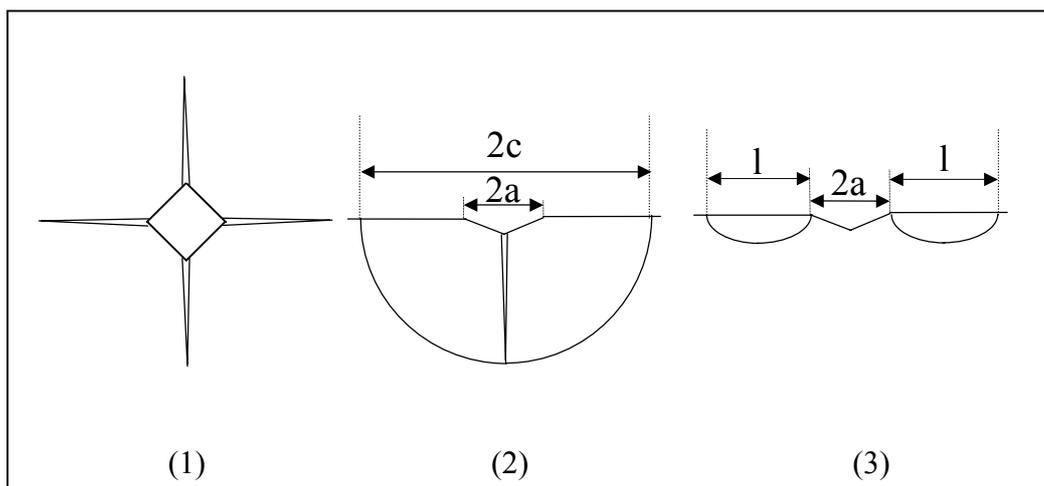
$P$ (N)	0,5	1	2	3	5	10
$a$ ( $\mu\text{m}$ )	5,1	7,1	9,6	12,0	15,8	21,8
$l$ ( $\mu\text{m}$ )	$7 \pm 1$	$12 \pm 1$	$25 \pm 2$	$33 \pm 4$	$51 \pm 6$	$77 \pm 6$
$c$ ( $\mu\text{m}$ )	$12 \pm 1$	$19 \pm 1$	$35 \pm 2$	$45 \pm 3$	$67 \pm 6$	$99 \pm 6$

**Tableau BII.1.** Résultats expérimentaux de fissuration par indentation Vickers des matériaux étudiés.

**BII-3. Modes de fissuration par indentation Vickers.**

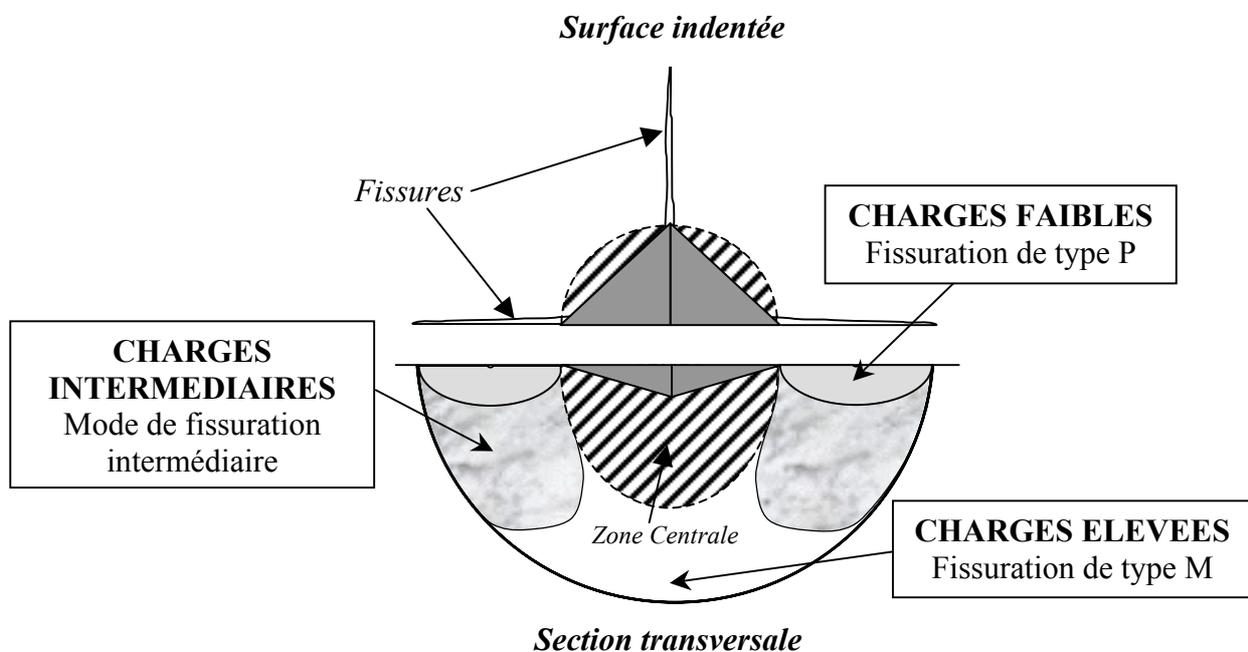
**BII-3.1 Rappel sur les généralités.**

D'un point de vue général, les fissures produites par indentation Vickers suivent les directions des diagonales. Bien que d'apparence similaire à la surface indentée, on peut distinguer deux régimes de fissuration : Médiane (ou un demi-disque) et de type Palmqvist. Les deux types de fissures sont représentés schématiquement sur la **Figure BII-1**.



**Figure BII.1.** Schémas des fissures obtenues par indentation Vickers: (1) à la surface indentée, (2) dans la section transversale pour des fissures de type M et (3) pour des fissures de type P.

Pour le calcul de la ténacité, il est nécessaire de connaître la forme des fissures car les expressions mathématiques utilisées dépendent du régime de fissuration (voir Tableau AII.1). En règle générale, des polissages successifs de la surface indentée permettent de distinguer la forme de la fissure. En effet, lorsque les fissures touchent constamment l'empreinte, les fissures sont de type P et lorsqu'elles semblent s'écarter de l'empreinte résiduelle, elles sont de type M. Cependant, des régimes plus compliqués ont été observés. Par exemple, Matsumoto [4] a observé sur un même matériau un système de fissures Palmqvist sous faibles charges et des fissures médianes pour des charges plus élevées, la charge limite entre les deux systèmes se situe dans des charges comprises entre 500 et 600 N. Pour un autre matériau de ténacité  $8 \text{ MPa.m}^{1/2}$ , Glandus [5] a trouvé une limite à 625 N. Cook [6] et Kaliszewski [7], en étudiant systématiquement la forme de la fissure en fonction de la charge d'indentation, ont montré que les fissures Palmqvist se forment pour des faibles charges pour ensuite se transformer en fissures de type M au-dessus d'une charge critique dont la valeur dépend du matériau. Pour expliquer la transition entre les deux modes de fissurations, Lube [3] a proposé l'existence d'une zone centrale. La **Figure BII.2** explique très bien schématiquement la transition entre les deux systèmes de fissuration par indentation Vickers.



**Figure BII.2.** Vue schématique de la surface indentée et de la section transversale d'un système de fissuration par indentation Vickers.

Comme le montre la **Figure BII.2**, la taille de la zone centrale est liée à la dimension de la diagonale d'empreinte. Ainsi, pour les faibles charges, la fissure serait de type Palmqvist. Alors que, pour les charges élevées, les fissures seraient de type M, la charge étant suffisante pour que la fissure puisse traverser la zone centrale. On peut penser que le phénomène de fissuration peut ainsi se développer progressivement entre les deux modes, cette hypothèse contredirait alors les affirmations de Lin [8], supposant une transition brutale entre les deux modes de fissuration. C'est ce que nous allons étudier dans la suite de ce chapitre à partir de la définition d'un critère de fissuration.

### **BII-3.2 Critère de fissuration.**

Nous avons vu dans la partie bibliographique quelques unes des différentes relations proposées pour calculer la ténacité suivant le régime de fissuration

Ponton et Rawlings [9] ont généralisé ces relations sous la forme suivante :

$$K_{ICM} = \alpha \left( \frac{E}{HV} \right)^q \cdot \frac{P}{c^{3/2}} \quad \text{avec } c = a + l \quad \text{pour le type M} \quad (\text{BII.1})$$

$$K_{ICP} = \beta \left( \frac{E}{HV} \right)^r \cdot \frac{P}{al^{1/2}} \quad \text{pour le type P} \quad (\text{BII.2})$$

où  $\alpha$  et  $\beta$  sont des coefficients et  $q$  et  $r$  des exposants qui prennent des valeurs différentes selon les auteurs. Les relations les plus utilisées ont été proposées par Evans [10] et Shetty [11] pour les modes de fissuration de type M et P. Ces relations sont présentées par les équations BII.3 et BII.4, respectivement :

$$K_{ICM} = 0.0824 \frac{P}{c^{3/2}} \quad (\text{BII.3})$$

$$K_{ICP} = 0.0319 \frac{P}{al^{1/2}} \quad (\text{BII.4})$$

Pour distinguer les deux modes de fissuration, on peut étudier l'évolution du rapport ( $c/a$ ) en fonction de la charge appliquée ( $P$ ). En effet, les longueurs de la fissure ( $c$ ) et ( $l$ ) sont reliées à la demi-diagonale ( $a$ ) par une relation simple faisant intervenir la charge :

$$\frac{c}{a} = \left(1 + \frac{l}{a}\right) = f(P) \quad (\text{BII.5})$$

A partir des relations (BII.3) et (BII.4), il est possible d'écrire les rapports ( $c/a$ ) et ( $l/a$ ) de la relation (BII.5) en fonction de charge appliquée ( $P$ ) et la demi-diagonale ( $a$ ) de la manière suivante :

$$\frac{c}{a} = \left(\frac{0.0824}{K_{ICM}}\right)^{2/3} \cdot \frac{P^{2/3}}{a} = C_{M1} \cdot \frac{P^{2/3}}{a} \quad \text{avec } C_{M1} \text{ une constante dépendant du matériau} \quad (\text{BII.6})$$

$$\frac{l}{a} = \left(\frac{0.0319}{K_{ICP}}\right)^2 \cdot \frac{P^2}{a^3} = C_{P1} \cdot \frac{P^2}{a^3} \quad \text{avec } C_{P1} \text{ une constante dépendant du matériau} \quad (\text{BII.7})$$

Pour exprimer ces relations en fonction de la charge seule, il faut connaître la variation de la demi-diagonale ( $a$ ) de l'empreinte Vickers en fonction de la charge applique.

Pour cela une relation très simple entre la demi-diagonale et la charge appliquée est la suivante :

$$a = a_m \cdot P^n \quad (\text{BII.8})$$

où les coefficients  $a_m$  et  $n$  sont des coefficient et indice analogues à ceux de la loi de Meyer.

De cette façon, on peut écrire les relations :

$$\frac{c}{a} = C_{M2} \cdot P^g \quad \text{pour le type M} \quad (\text{BII.9})$$

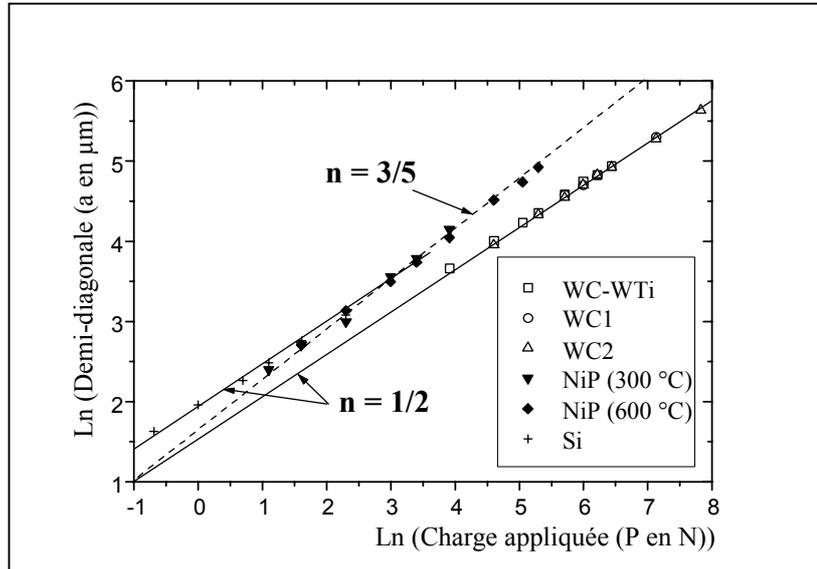
$$\text{et } \frac{l}{a} = C_{P2} \cdot P^f \quad \text{pour le type P} \quad (\text{BII.10})$$

où  $C_{M2} = \frac{C_{M1}}{a_m}$ ,  $C_{P2} = \frac{C_{P1}}{a_m^3}$ ,  $g = 2/3 - n$  et  $f = 2 - 3n (= 3 \cdot g)$  sont des constantes.

Dans ces conditions, la représentation bi-logarithmique du rapport ( $c/a$ ) en fonction de la charge ( $P$ ), doit conduire à une droite de pente égale à  $f$  ou  $g$  selon le type de fissuration. Nous disposons donc maintenant d'un nouvel outil qui va nous permettre de distinguer les deux régimes de fissuration.

### BII-3.3 Application d'un critère de fissuration.

Pour déterminer l'exposant  $f$  ou  $g$  des relations (BII.9) et (BII.10), on peut représenter l'ensemble des mesures obtenues dans un diagramme bi-logarithmique

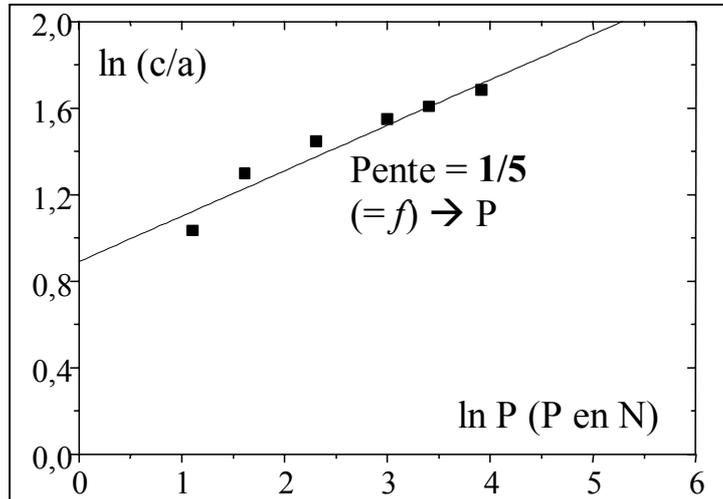


**Figure BII.3.** Relation entre  $a$  et  $P$  pour les matériaux étudiés.

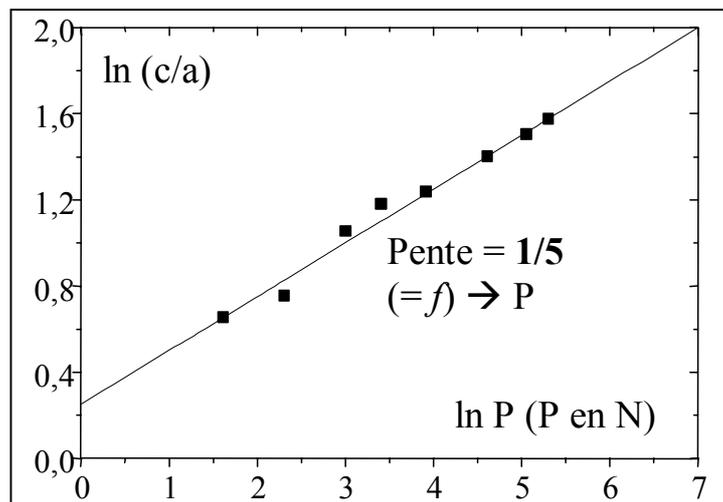
Comme on peut le voir sur la figure, la pente ( $n$ ) des duretés est respectivement de  $1/2$  pour les matériaux massifs et de  $3/5$  pour les revêtements de Nickel-Phosphore. Ce qui permet de calculer  $f = 1/2$ ,  $g = 1/6$  pour les matériaux massifs et  $f = 1/5$ ,  $g = 1/15$  pour les revêtements.

On rappelle que  $f$  est associé à la fissuration de type P tandis que  $g$  est associé à la fissuration type M. On peut constater sur la **Figure BII.4** (a) et (b), que la pente de la relation  $\ln(c/a)$  en fonction de  $\ln(P)$  vaut  $1/5$  ce qui devrait correspondre à la fissuration de Palmqvist. C'est effectivement ce qui est constaté par polissages successifs de la surface [12]. Par contre, pour les matériaux massifs **Figure BII.4** (c) à (f), on constate que, ni la pente de  $1/2$ , ni celle de  $1/6$ , ne peuvent représenter correctement les observations expérimentales. Mais, ainsi que nous les avons matérialisé par des flèches sur la **Figure BII.4**, les pentes de  $1/2$  et  $1/6$  semblent bien représenter les limites, lesquelles tendent vers les résultats expérimentaux. Deux enseignements peuvent être tirés de cette observation. D'une part, les deux modes de fissuration apparaissent suivant la charge appliquée et d'autre part la transition entre les deux modes de fissuration, Palmqvist pour les faibles charges, Médiane pour les charges plus

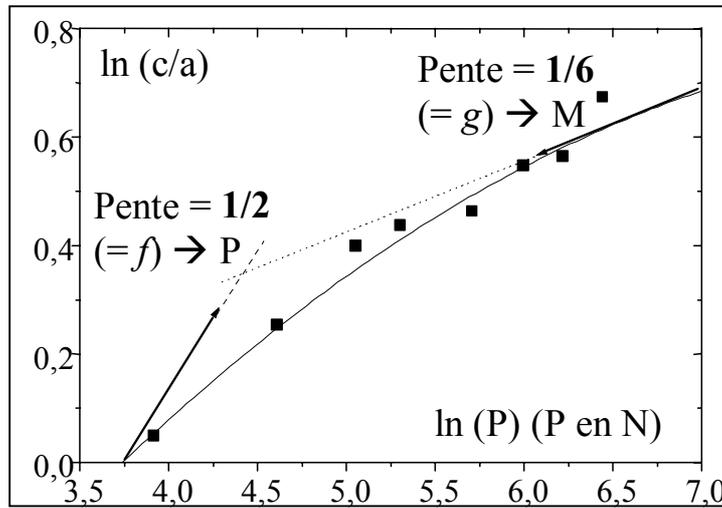
élevées, n'est pas brutale (hypothèse de Lin et Duh [8]) mais progressive (hypothèse de Lube [1]).



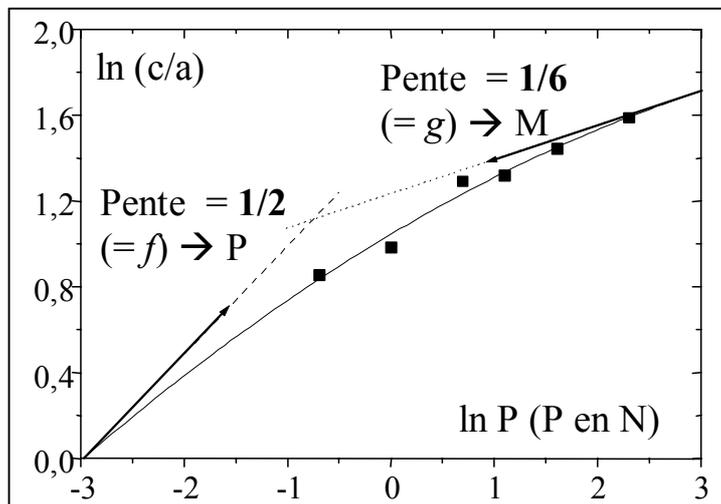
(a) Nickel phosphore traité à 300 °C.



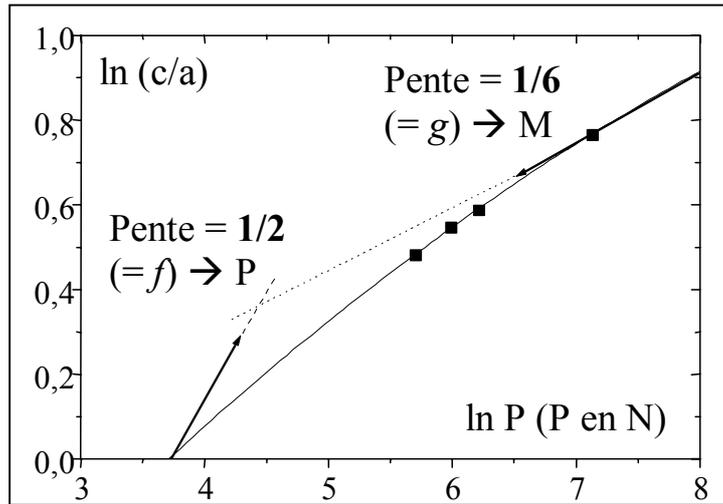
(b) Nickel phosphore traité à 600 °C.



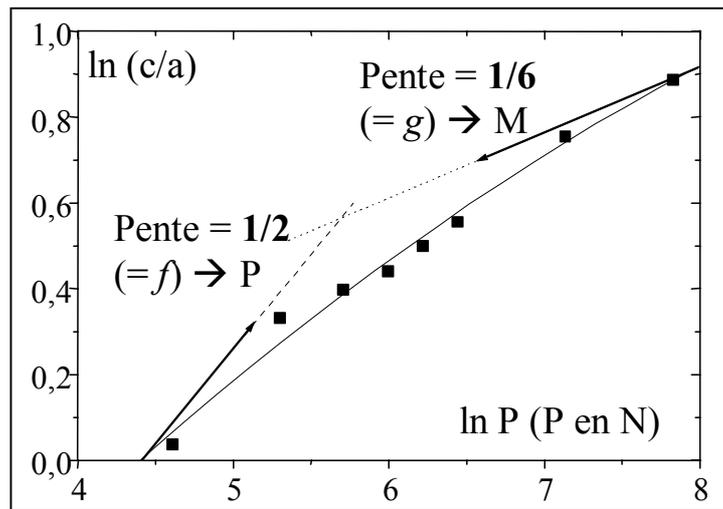
(c) Carbure de tungstène fritté WC-WTi.



(d) Silicium pur



(e) Carbure de tungstène WC1.



(f) Carbure de tungstène WC2.

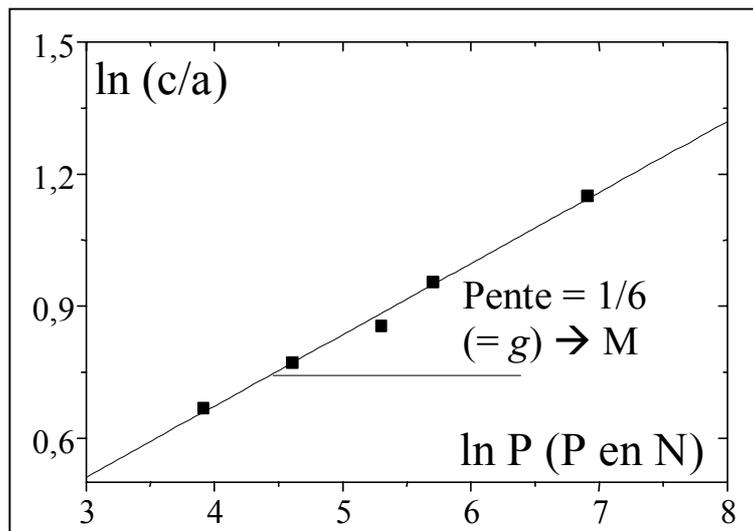
**Figure BII.4.** Représentation du critère de fissuration pour les matériaux étudiés ( $P$  indique palmqvist et  $M$  Median).

**BII-4. Calcul de la ténacité à la fracture.**

Pour calculer la ténacité à la rupture  $K_{IC}$ , nous avons vu qu'il est nécessaire de connaître le mode de fissuration. Par exemple Lube [1] en examinant la forme des fissures sur la surface d'un nitrure de silicium indenté par une pyramide Vickers, constate la fissuration Médiane. Cette observation, lui permet ensuite de calculer une ténacité  $K_{IC} = 5,8 \text{ MPa.m}^{1/2}$  valeur

comparable à la valeur de  $6,4 \text{ MPa.m}^{1/2}$  obtenue par la méthode SENB (poutre entaillée d'un seul côté) [1, 13, 14].

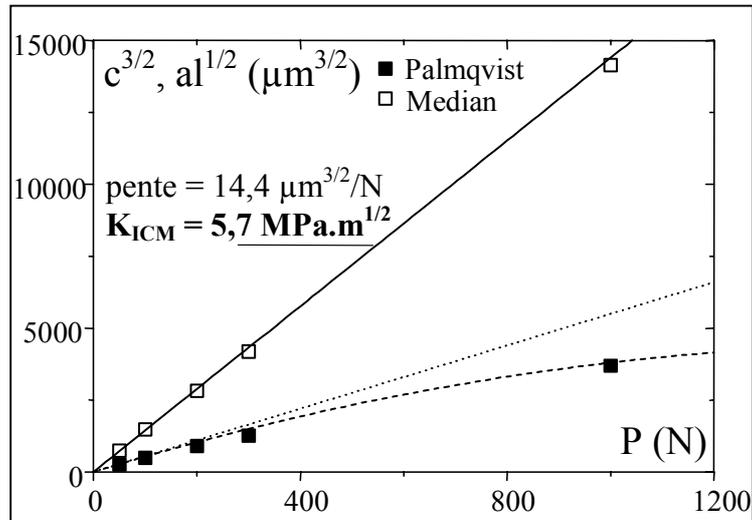
Si l'on applique le raisonnement développé précédemment, nous devons donc constater une pente de  $1/6$  caractéristique de la fissuration Médiane dans la représentation  $\text{Ln}(c/a) - \text{Ln}(P)$  des résultats de Lube [1]. C'est effectivement ce que l'on observe sur la **Figure BII.5**.



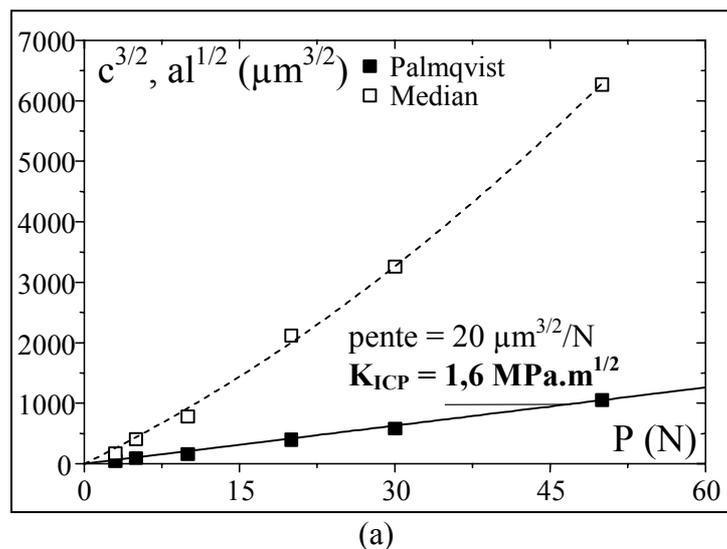
**Figure BII.5.** Application du critère de fissuration par indentation Vickers d'alliages de nitrure de silicium  $\text{Si}_3\text{N}_4$ .

Il est donc maintenant possible de proposer une méthodologie générale pour le calcul de la ténacité.

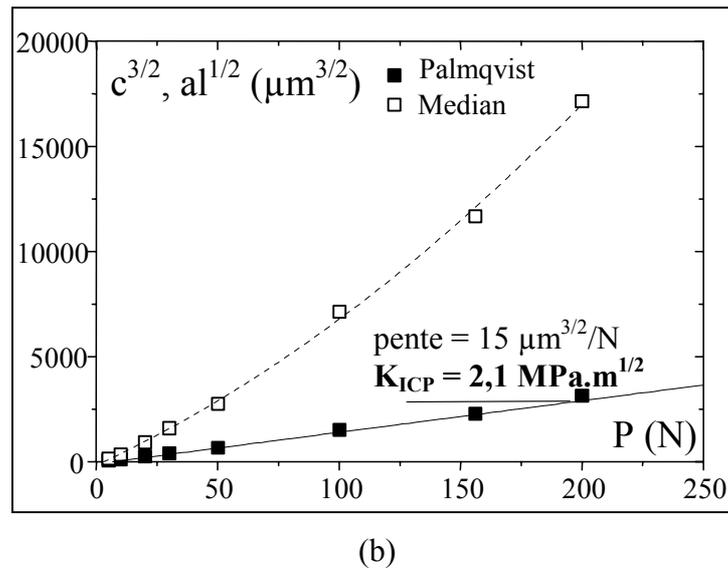
Pour cela, nous allons étendre la représentation proposée par Milekhine [15],  $c^{3/2} = f(P)$  pour la fissuration de mode M à la représentation  $a^{1/2} = f(P)$  pour la fissuration de mode P. Dans l'un ou l'autre cas, les résultats expérimentaux doivent s'aligner sur des droites. Les exemples suivants montrent que cette représentation permet aussi de caractériser le mode de fissuration et de calculer la ténacité à partir des droites obtenues.



**Figure BII.6.** Représentation des paramètres de fissuration en fonction de charge appliquée d'après les modes de fissuration M et P obtenue par indentation Vickers d'alliages de nitrure de silicium  $\text{Si}_3\text{N}_4$ .



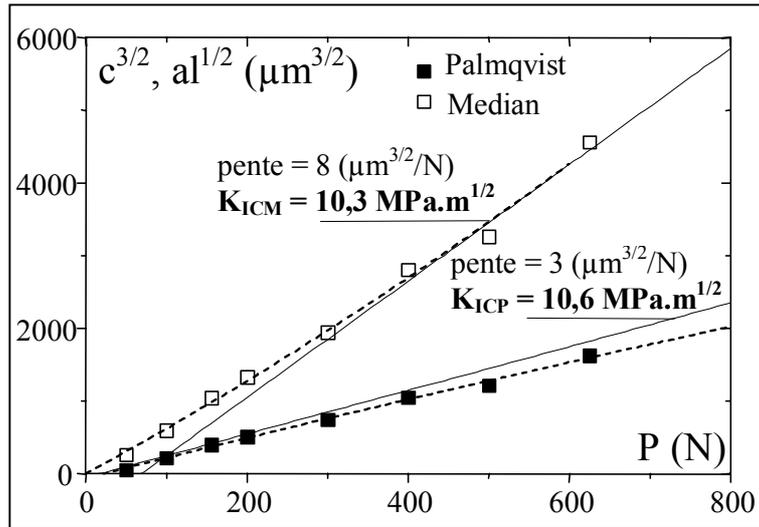
(a)



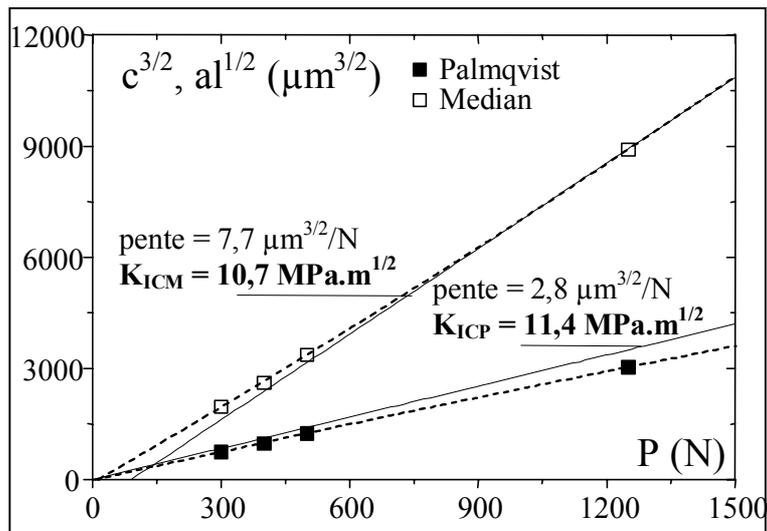
**Figure BII.7.** Paramètres de fissuration en fonction de la charge appliquée selon les modes de fissurations M et P pour les revêtements Nickel - Phosphore traités à : (a) à 300 °C et (b) à 600 °C.

Qu'en est-il lorsque les deux modes de fissuration coexistent ?

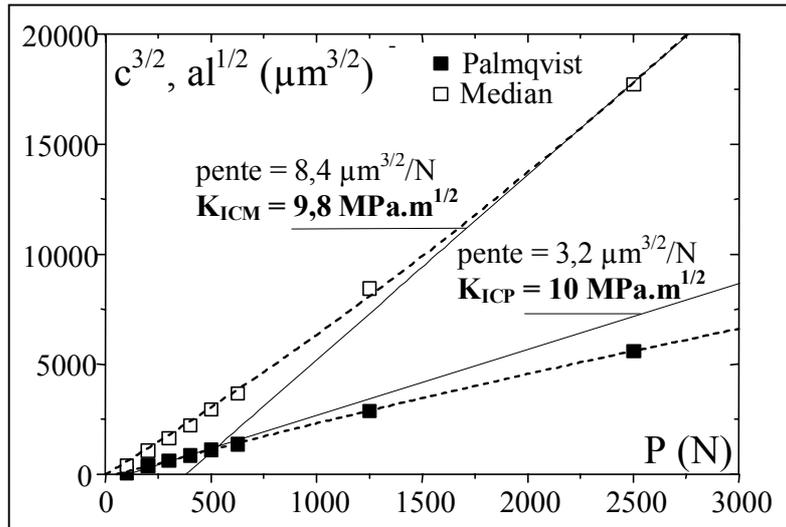
C'est que nous allons voir maintenant à partir de l'examen des résultats expérimentaux pour lesquels nous avons observé ces deux modes. Quelle que soit la méthode envisagée, il est bien entendu qu'il ne saurait exister qu'une seule valeur de la ténacité  $K_{IC}$  pour un matériau donné dans un état métallurgique donné. De plus, pour les matériaux de l'étude, nous avons montré que la fissuration de Palmqvist est associée aux plus faibles charges d'indentation et la fissuration Médiane aux charges les plus élevées. Ainsi les tangentes aux points expérimentaux associées aux deux modes de fissuration devraient-elles correspondre à la même valeur de ténacité pour un matériau donné. C'est effectivement ce que montrent les **Figures BII.8** (a) à (d) et les calculs de ténacité associés.



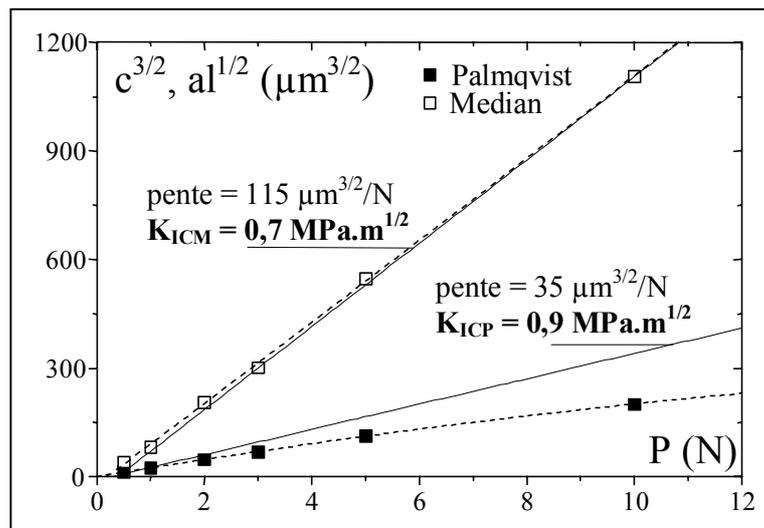
(a) Carbure de Tungstène fritté WC-WTi.



(b) Carbure de Tungstène WC1.



(c) Carbure de Tungstène WC2.



(d) Silicium pur.

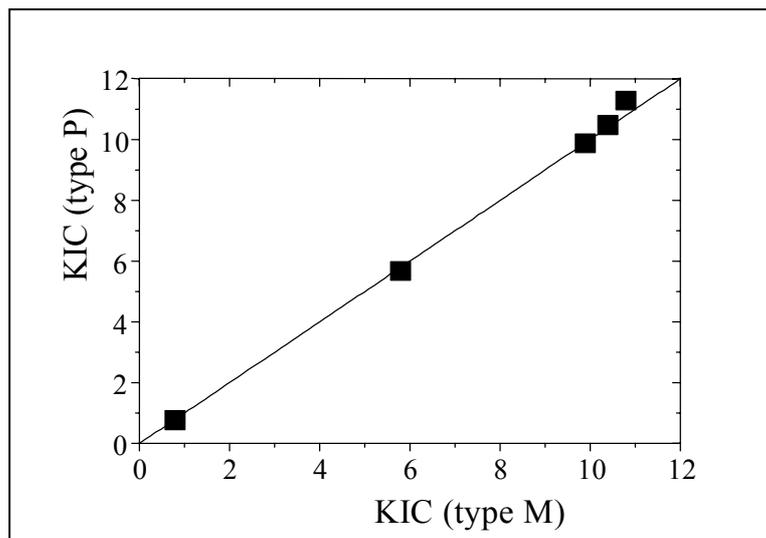
**Figure BII.8.** Paramètres de fissuration en fonction de la charge appliquée selon les modes de fissurations M et P pour les matériaux étudiés.

Les valeurs de  $K_{IC}$ , sont rassemblées dans le **Tableau BII.2**.

Matériaux	$K_{ICM}$ (MPa.m <sup>1/2</sup> )	$K_{ICP}$ (MPa.m <sup>1/2</sup> )
Carbure de tungstène WC-WTi	10,3	10,6
Carbure de tungstène WC1	10,7	11,4
Carbure de tungstène WC2	9,8	10,0
Silicium pur	0,7	0,9

**Tableau BII.2.** Valeurs des ténacités calculées pour les modes de fissuration M et P des matériaux étudiés.

La **Figure BII.9** montre la comparaison entre les valeurs de la ténacité calculées en utilisant la représentation des modes de fissuration de type P et M. Cette figure confirme les hypothèses sur le mode de calcul de la ténacité.



**Figure BII.9.** Comparaison des valeurs de ténacité calculées pour les modes de fissuration M et P.

On voit bien, cependant, que le calcul de la pente des courbes représentatives avec une précision suffisante dépend du nombre de points expérimentaux. De plus, Fisher [16] a montré qu'une déviation à la linéarité dans la représentation du paramètre  $(P/c^{3/2})$  avec la charge ( $P$ ) était due à la présence de contraintes résiduelles.

Nous pensons néanmoins que la méthodologie présentée apporte des éléments de réponse aux difficultés d'analyse des données expérimentales.

## BII-5. Ténacité et indentation Knoop.

### BII-5.1 Résultats et observations.

Plus allongée et moins profonde que l'empreinte Vickers à charge d'indentation égale, l'empreinte Knoop devrait privilégier la fissuration dans le plan de la grande diagonale et, par suite, modifier le processus d'apparition et de développement des fissures. Pour étudier ce comportement, nous avons réalisé des séries d'indentation Knoop sur le carbure de tungstène fritté (WC-WTi), le carbure de tungstène commercial (WC1) et le silicium pur (Si). Les résultats des essais sont rassemblés dans le **Tableau BII.3** qui reprend la charge appliquée ( $P$ ), la longueur de la demi-diagonale mesurée selon le grand axe ( $L/2$ ), la longueur de la fissure mesurée à partir de l'extrémité de l'empreinte ( $l$ ) et la longueur de la fissure mesurée à partir du centre de l'empreinte ( $c$ ).

<i>Carbure de tungstène fritté WC – WTi</i>						
$P$ (N)	400	500	625	1250	1875	2500
$L/2$ ( $\mu\text{m}$ )	330	365	410	585	700	800
$l$ ( $\mu\text{m}$ )	6	15	27	125	337	405
$c$ ( $\mu\text{m}$ )	336	380	437	710	1037	1250

<i>Carbure de tungstène WC1</i>			
$P$ (N)	1250	1875	2500
$L/2$ ( $\mu\text{m}$ )	580	705	825
$l$ ( $\mu\text{m}$ )	257	355	535
$c$ ( $\mu\text{m}$ )	837	1060	1360

<i>Silicium Pur</i>					
$P$ (N)	1	2	3	5	10
$L/2$ ( $\mu\text{m}$ )	21	30	37	48	63
$l$ ( $\mu\text{m}$ )	5	8	21	34	50
$c$ ( $\mu\text{m}$ )	26	38	58	82	113

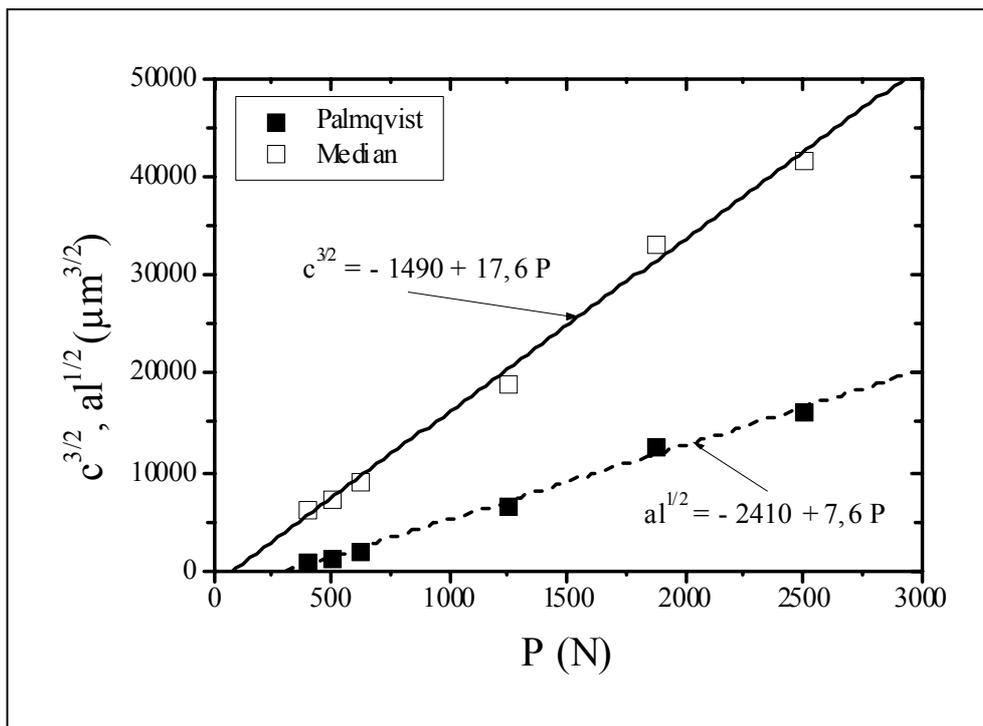
**Tableau BII.3.** Résultats expérimentaux de fissuration par indentation Knoop des matériaux étudiés.

Par rapport à la fissuration par indentation Vickers, on peut observer plusieurs différences notables. La première, tient au nombre de fissures générées. Quatre fissures sont amorcées en indentation Vickers tandis que seules 2 fissures sont visibles aux extrémités de la grande diagonale Knoop.

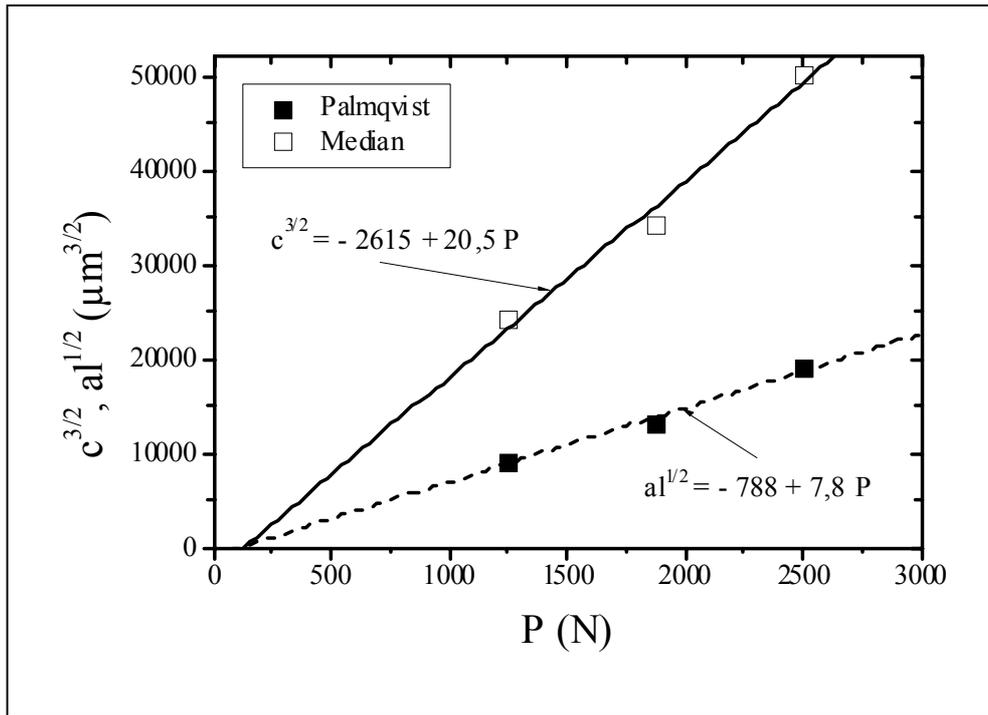
Une deuxième différence apparaît à la lecture du tableau. En effet, seules les charges appliquées pour lesquelles on a observé une fissure sont reportées dans ce tableau. Ainsi, en comparant avec les valeurs de charges données dans le **Tableau BII.2** relatif à l'indentation Vickers, on note qu'une charge beaucoup plus élevée est nécessaire pour amorcer une fissure sous indentation Knoop, le rapport variant entre 2 et 8 selon le matériau.

### BII-5.2 Analyse des résultats.

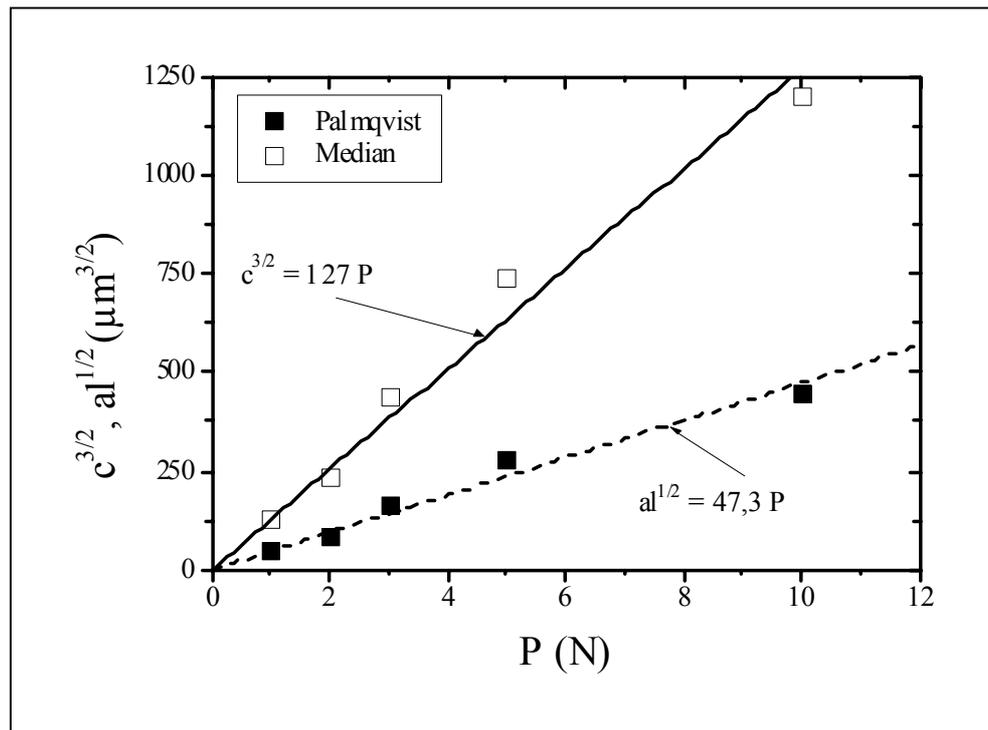
Pour caractériser au mieux la fissuration par indentation Knoop, nous allons dans ce chapitre appliquer la même démarche que pour l'indentation Vickers. Nous avons vu que la représentation  $c/a$  en fonction de  $P$  n'est pas toujours nécessaire pour déterminer la forme de la fissure, c'est pourquoi nous utilisons ici que la représentation analogue à celle présentée dans les **Figures BII.6** et **BII.7**. Les **Figures BII.10** (a), (b) et (c) montrent les courbes obtenues pour les trois échantillons étudiés. La courbe en trait plein correspond au type M et celle en trait pointillé au type P.



(a) WC-WTi



(b) WC1.



(c) Silicium.

Figure BII.10. Paramètres de fissuration de type P et M pour les trois matériaux étudiés.

Pour les trois cas, il n'est pas possible de distinguer le mode de fissuration par la simple observation des tendances des courbes au contraire des observations faites pour l'indentation

Vickers. En effet, il semble ici que chacun des paramètres puisse être représenté par une droite.

Il n'est donc pas possible de décider quel mode de fissuration plutôt qu'un autre agit lors de l'indentation. Dans le prochain chapitre, nous allons donc utiliser les résultats obtenus pour l'indentation Vickers, à savoir que l'utilisation des deux paramètres de fissuration doit conduire à une valeur identique de la ténacité.

### BII-5.3 Calcul de la ténacité Knoop.

Pour proposer un mode de calcul de la ténacité sous indentation Knoop, nous ne disposons pas dans la bibliographie de relations similaires à celles proposées pour l'indentation Vickers. Même si des auteurs comme Lube [1] se sont intéressés à la fissuration Knoop. Nous allons donc transposer à l'indenteur Knoop les relations écrites pour un indenteur Vickers. Nous rappelons les formules retenues pour l'indentation Vickers, respectivement pour une fissuration de type M et de type P :

$$K_{ICM} = 0,0824 \frac{P}{c^{3/2}} \quad (\text{BII.11})$$

$$K_{ICP} = 0,0319 \frac{P}{al^{1/2}} \quad (\text{BII.12})$$

Nous avons fait ce choix par raison de commodité car ces relations ne font intervenir ni le nombre de dureté ni le module d'élasticité. Ceci présente l'avantage de ne pas nécessiter la conversion entre les nombres de dureté lors du passage de la ténacité Vickers à la ténacité Knoop. Il est néanmoins possible que cette conversion soit à considérer dans l'avenir pour obtenir une meilleure corrélation des valeurs de ténacité Vickers et Knoop.

Pour appliquer ces deux relations, il faut tenir compte du fait que l'indentation Vickers conduit à 4 fissures tandis que l'indentation Knoop n'en provoque que 2. Ce rapport de 2 doit donc être pris en compte dans les coefficients des relations BII.11 et BII.12. Dans ces conditions, nous proposons d'écrire simplement les relations de ténacité Knoop sous la forme suivante :

$$KK_{ICM} = 2^{3/2} \times 0,0824 \frac{P}{c^{3/2}} = \mathbf{0,2331} \frac{P}{c^{3/2}} \quad (\text{BII.13})$$

$$KK_{ICP} = 2^{3/2} \times 0,0319 \frac{P}{al^{1/2}} = \mathbf{0,0902} \frac{P}{al^{1/2}} \quad (\text{BII.14})$$

Avec ces deux relations, on peut calculer la ténacité à partir des pentes des droites (**Figure BII.10**) représentant les paramètres de fissuration de type M,  $c^{3/2}$ , soit de type P,  $al^{1/2}$ , en fonction de la charge  $P$ . Le **Tableau BII.4** rassemble les valeurs de ténacité obtenues.

	WC-WTi	WC1	Si
$KK_{ICM}$ (MPa.m <sup>1/2</sup> )	13,2	11,4	1,8
$KK_{ICP}$ (MPa.m <sup>1/2</sup> )	11,9	11,6	1,9
<b>KK<sub>IC</sub> (MPa.m<sup>1/2</sup>) Knoop</b>	<b>12,55</b>	<b>11,50</b>	<b>1,85</b>
<b>KK<sub>IC</sub> (MPa.m<sup>1/2</sup>) Vickers</b>	<b>10,45</b>	<b>11,00</b>	<b>0,80</b>

**Tableau BII.4.** Valeurs de la ténacité Knoop et Vickers calculées pour une fissuration de type M et de type P pour les trois matériaux étudiés.

Pour tous les matériaux, on constate que les valeurs obtenues sont très voisines indépendamment du type de fissuration considéré. De plus, les résultats sont aussi très proches de ceux obtenus par l'indentation Vickers. Ainsi, pour l'indentation Knoop, il n'est pas nécessaire d'identifier la forme de la fissure pour proposer une valeur de la ténacité. Ce résultat est très prometteur mais il mériterait d'être confirmé pour d'autres matériaux.

### BII-6. Conclusions.

La détermination de la ténacité par indentation utilise une technique très simple mais l'analyse des résultats de fissuration doit être effectuée avec précaution. Dans la première partie de ce chapitre, nous avons précisé les limites d'utilisation de la méthode avec un indenteur Vickers. Nous avons aussi montré qu'il n'est pas nécessaire de déterminer au préalable la forme des fissures pour calculer la ténacité. La seule mesure des longueurs de fissure à la surface du matériau indenté est suffisant. Ces résultats sont parfaitement transposables à l'indentation Knoop. En effet, nous avons vu que le calcul de la ténacité en supposant une fissuration de type M ou de type P conduisait à la même valeur. De plus, la modification des relations de ténacité, que nous proposons pour l'indenteur Knoop, permet d'obtenir des valeurs très voisines ou identiques à celles calculées à partir d'indentations Vickers. Cette étude montre que, selon le matériau à étudier, on peut utiliser l'une ou l'autre des techniques d'indentation pour déterminer la ténacité d'un matériau fragile.

**Bibliographie du chapitre BII**

- [1] T. Lube, "Indentation crack profiles in silicon nitride", *Journal of European Ceramic Society*, 21, Issue 2 (2001) 211.
- [2] K. Niihara, R. Morena, D.P. Hasselman, "Evaluation of  $K_{Ic}$  of brittle solids by the indentation method with low crack-to-indent ratios", *Journal of Material Science Letter*, 1 (1982) 13.
- [3] A.K. Dutta, N. Narasaiah, A.B. Chattopadhyaya, K.K. Ray, "The load dependence of hardness in alumina–silver composites", *Ceramic International* 27, Issue 4 (2001) 407.
- [4] R.L.K. Matsumoto, "Evaluation of fracture toughness determination methods as applied to ceria-stabilized tetragonal zirconia polycrystal", *Journal of American Ceramic Society*, 70 (1987) 366.
- [5] J.C. Glandus, T. Rouxel, Q. Tai, "Study of the Y-TZP toughness by an indentation method", *Ceramic International*, 17 (1991) 129.
- [6] S.G. Cook, J.E. King, J.A. Little, "Surface and subsurface Vickers indentation cracks in SiC, Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>, and sialon ceramics", *Material Science and Technology*, 11 (1995) 1093.
- [7] M.S. Kaliszewski, G. Behrens, A.H. Heuer et al., "Indentation studies on Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-stabilized ZrO<sub>2</sub>: I, development of indentation-induced cracks", *Journal of American Ceramic Society*, 77 (1994) 1185.
- [8] J.D. Lin, J.G. Duh, "Fracture toughness and hardness of ceria- and yttria-doped tetragonal zirconia ceramics", *Material Chemistry and Physics*, 78, Issues 1-2 (2003) 253.
- [9] C.B. Ponton, R.D. Rawlings, "Vickers indentation fracture toughness test. Part 1. Review of literature and formulation of standardised indentation toughness equations", *Material Science and Technology*, 5 (1989) 865.
- [10] A.G. Evans, E.A. Charles, "Fracture toughness determinations by indentation", *Journal of American Ceramic Society*, 59, Issues 7-8 (1976) 371.
- [11] D.K. Shetty, I.G. Wright, P.N. Mincer, A.H. Clauer, "Indentation fracture of wc-co cermets", *Journal of Material Science*, 20 (1985) 1873.
- [12] A. Roman, D. Chicot, J. Lesage, "Indentation tests to determine the fracture toughness of nickel phosphorus coatings", *Surface and Coating Technology*, 155, Issues 2 - 3 (2002) 161.

- [13] J. Wang, W. M. Rainforth, I. Wadsworth, R. Stevens, “The effects of notch width on the SENB toughness for oxide ceramics”, *Journal of the European Ceramic Society*, 10, Issue 1 (1992) 21.
- [14] R. J. Damani, C. Schuster and R. Danzer, “Polished notch modification of SENB-S fracture toughness testing”, *Journal of European Ceramic Society*, 17 (1997) 1685.
- [15] V. Milekhine, M.I. Onsoien, J.K. Solberg, T. Skaland, “Mechanical properties of FeSi ( $\epsilon$ ), FeSi<sub>2</sub> ( $\delta$ ) and Mg<sub>2</sub>Si”, *Intermetallics*, 10 (2002) 743.
- [16] H. Fischer, R. Marx, “Fracture toughness of dental ceramics: comparison of bending and indentation method”, *Dental Materials*, 18, Issue 1 (2002) 12.

## Chapitre BIII : Indentation interfaciale avec l'indenteur Knoop.

---

### BIII-1. Introduction.

Pour estimer l'adhérence de revêtements, nous appliquons la méthode d'indentation interfaciale pratiquée depuis plusieurs années au laboratoire [1-6]. Pour cela, on utilise un indenteur Vickers jouant le rôle d'un coin inséré à l'interface entre un substrat et son revêtement. La méthode aboutit à une ténacité apparente d'interface caractéristique de l'adhérence du revêtement sur son substrat. Au cours des différentes études effectuées sur de nombreux couples substrat / revêtement de différentes épaisseurs, on a constaté une limitation pour l'utilisation de l'indenteur Vickers, par exemple lorsque le revêtement est d'épaisseur trop faible ou lorsque la cohésion du revêtement lui-même est faible. C'est pourquoi, nous proposons d'appliquer l'indenteur Knoop en alignant la grande diagonale avec l'interface. Le but de ce travail est de valider l'utilisation de l'indenteur Knoop dans l'essai d'indentation interfaciale et de discuter des résultats obtenus par les deux méthodologies « Vickers » et « Knoop ».

### BIII-2. Matériaux et techniques expérimentales.

Pour cette étude, nous utilisons un acier revêtu d'un alliage de Nickel et d'Aluminium par projection thermique. Le substrat est un acier à bas carbone et se présente sous la forme d'un parallélépipède de 120 mm de longueur, 20 mm de largeur et 5 mm d'épaisseur. La poudre de projection est un mélange de Nickel avec 30 % d'Aluminium. Cette poudre est déposée sur le substrat à l'aide d'une torche CASTODYN 8000. Les épaisseurs visées pour le revêtement sont de 300, 400 et 500  $\mu\text{m}$ . Les principaux paramètres de projection sont rassemblés dans le **Tableau BIII.1.**

Préchauffage	80-100 °C
Epaisseur de couche par passe	$\approx 0,1$ mm
Pression d'oxygène	4 bars
Pression d'acétylène	0,7 bars
Pression d'air	1,0 bars

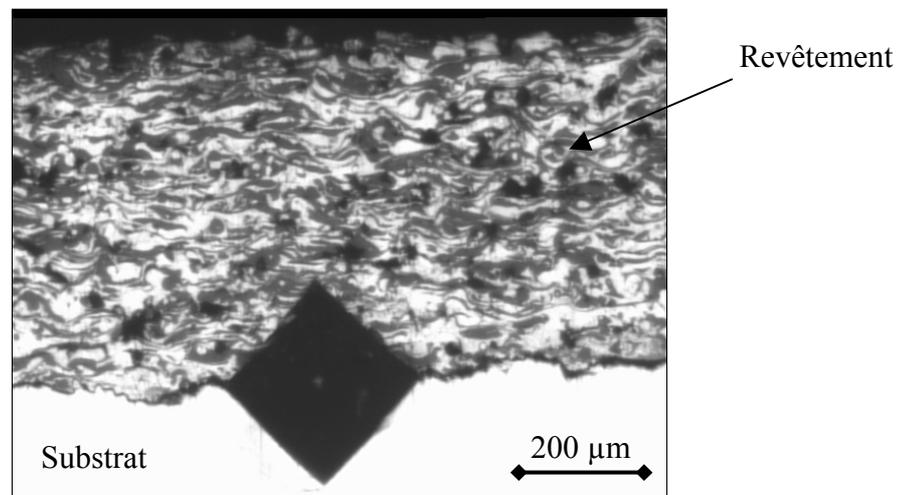
**Tableau BIII.1.** Paramètres de projection.

Les essais de fissuration à l'interface utilisant les indenteurs Vickers ou Knoop sont effectués sur le même appareil classique d'indentation, il s'agit ici d'un duromètre de type Wölper pour le domaine de charges élevées. Les charges appliquées varient de 20 N jusque 156 N. Les conditions d'application de la charge sont de 15 secondes pour la descente de l'indenteur et de 2 minutes de maintien à la charge maximale. Les diagonales de l'empreinte et les longueurs des fissures sont mesurées à l'aide de la règle de mesure de la vitre dépolie de l'appareil. Lorsque les fissures sont de trop petites dimensions, elles sont mesurées à l'aide d'un microscope optique Nikon de manière à obtenir une valeur plus précise.

### BIII-3. Indentation interfaciale avec l'indenteur Vickers.

#### BIII-3.1. Résultats.

La **Figure BIII.1** montre le résultat d'un essai d'indentation Vickers. On voit que l'empreinte est telle que l'une de ses diagonales est contenue dans le plan d'interface. La Fissure qui apparaît en noir sur la figure s'est propagée à l'interface à partir des extrémités de l'empreinte.



**Figure BIII.1.** Indentation Vickers à l'interface substrat et revêtement d'épaisseur 500 μm pour une charge d'indentation de 100 N.

Pour chaque empreinte et donc chaque charge d'indentation, on mesure la demi-diagonale de l'empreinte à l'interface ( $d/2$ ) et la longueur des deux fissures générées des deux côtés de l'empreinte. L'ensemble des valeurs est rassemblé dans le **Tableau BIII.2** dans lequel la fissure ( $c$ ) est considérée à partir du centre de l'empreinte d'indentation. Il a été montré que la

fissure est en demi-disque [7]. Chaque valeur de diagonale et de longueur de fissure est la moyenne effectuée sur trois essais.

Charge (N)		20	30	50	100
$e = 300 \mu\text{m}$	$d/2 (\mu\text{m})$	66	94	108	170
	$c (\mu\text{m})$	150	195	465	1145
$e = 400 \mu\text{m}$	$d/2 (\mu\text{m})$	64	86	102	166
	$c (\mu\text{m})$	95	145	485	1280
$e = 500 \mu\text{m}$	$d/2 (\mu\text{m})$	70	81	123	170
	$c (\mu\text{m})$	160	275	490	1240

**Tableau BIII.2.** *Résultats des essais d'indentation interfaciale avec l'indenteur Vickers.*

Pour obtenir la valeur de la ténacité apparente à l'interface, il faut suivre une procédure qui consiste à déterminer la droite de dureté apparente puis à représenter la droite de fissuration sur le même graphe. L'intersection des deux droites est le point critique qui est utilisé pour le calcul de la valeur de la ténacité [8].

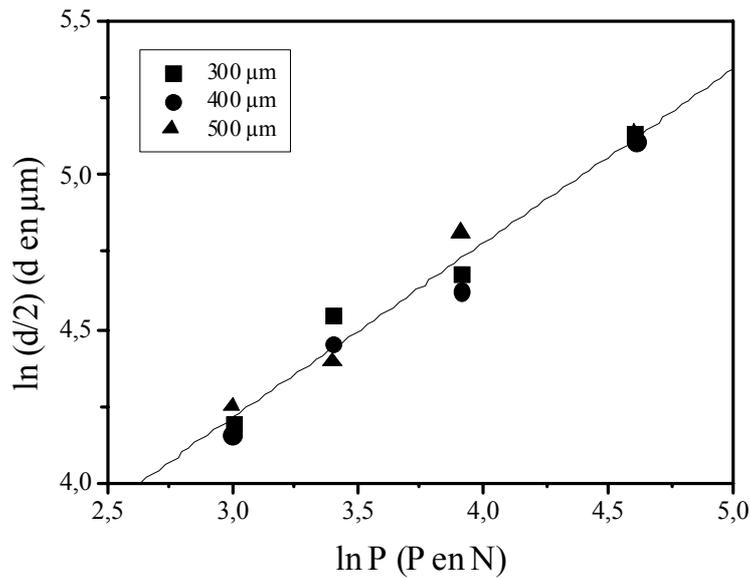
### **BIII-3.2. Droite de dureté apparente.**

La droite de dureté apparente est appelée ainsi car, mesurée à l'interface, la diagonale de l'empreinte est associée à la dureté des deux matériaux situés de part et d'autre de l'interface. Elle représente l'évolution de la demi-diagonale de l'empreinte en fonction de la charge appliquée qui peut s'écrire sous la forme suivante :

$$\frac{d}{2} = a \cdot P^n \tag{BIII.1}$$

où  $a$  et  $n$  sont des coefficients liés à la nature du matériau.

Lorsque le nombre de dureté est indépendant de la charge appliquée, la valeur de  $n$  est égale à  $1/2$ . C'est une valeur que l'on trouve habituellement dans ce type d'essai. La **Figure BIII.2** représente la demi-diagonale de l'empreinte en fonction de la charge appliquée en coordonnées bi-logarithmiques pour l'indentation interfaciale Vickers pratiquée pour les trois épaisseurs de revêtement.



**Figure BIII.2.** Représentation de la droite de dureté apparente dans le cas de l'indentation Vickers.

La **Figure BIII.2** montre que la représentation de  $d/2$  en fonction de  $P$  est bien linéaire en coordonnées bi-logarithmiques. Comme on peut le constater, cette droite est indépendante de l'épaisseur du revêtement. D'un point de vue mathématique, la régression linéaire appliquée aux points expérimentaux conduit à la relation suivante :

$$\ln(d/2) = 2,51 + 0,57 \cdot \ln(P) \quad (\text{BIII.2})$$

Soit encore à la relation suivante si on adopte la forme donnée à l'équation BIII.1 :

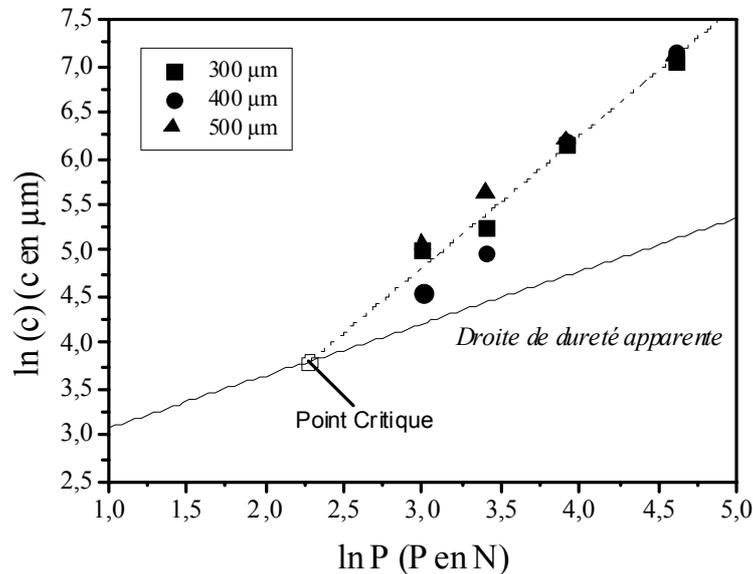
$$\frac{d}{2} = 12,3 \cdot P^{0,57} \quad (\text{BIII.3})$$

Cette relation sera utilisée pour déterminer le point d'intersection entre la droite de dureté apparente et la droite de fissuration.

### BIII-3.3. Droite de fissuration et calcul de $K_{CA}$ .

La droite de fissuration représente la longueur de fissure en fonction de la charge appliquée. Comme il a été montré au laboratoire, la représentation est linéaire en échelle bi-

logarithmique. Dans la **Figure BIII.3**, nous représentons la longueur de fissure en fonction de la charge puis nous y superposons la droite de dureté apparente trouvée auparavant.



**Figure BIII.3.** Droites de fissuration et de dureté apparente dans le cas de l'indentation Vickers.

On voit que les essais d'indentation interfaciale permettent de définir un point critique. Par contre, au contraire des observations généralement faites au laboratoire, la fissuration à l'interface ne montre pas de dépendance avec l'épaisseur du revêtement. Comme il a été montré que la relation pente - épaisseur de revêtement dépend des contraintes résiduelles, on peut penser qu'elles sont ici d'intensité très faible pour modifier l'extension des fissures à l'interface. L'ensemble des points expérimentaux de fissuration peut donc être représenté par une seule droite d'équation :

$$\ln(c) = 0,56 + 1,42 \cdot \ln(P) \quad (\text{BIII.4})$$

A partir des équations BIII.2 et BIII.4, il est maintenant possible de calculer les coordonnées du point critique, point de concours des deux droites, en résolvant le système construit à partir de ces deux équations. Le résultat du calcul donne :

$$P = 10 \text{ N et } c = 45,5 \text{ } \mu\text{m} \quad (\text{BIII.5})$$

Pour calculer la ténacité apparente d'interface, on utilise la relation donnée dans le chapitre bibliographique AIII. Cette relation fait intervenir le nombre de dureté et le module d'élasticité apparents, liés aux propriétés de l'interface. Les équations BIII.6 et BIII.7 sont les relations utilisées pour le calcul :

$$K_{ca} = 0,015 \cdot \frac{P_c}{a_c^{3/2}} \cdot \left(\frac{E}{H}\right)_i^{1/2} \quad (\text{BIII.6})$$

avec :

$$\left(\frac{E}{H}\right)_i^{1/2} = \frac{\left(\frac{E}{H}\right)_s^{1/2}}{1 + \left(\frac{H_s}{H_r}\right)} + \frac{\left(\frac{E}{H}\right)_r^{1/2}}{1 + \left(\frac{H_r}{H_s}\right)} \quad (\text{BIII.7})$$

Pour appliquer ces relations, on doit connaître les propriétés élasto-plastiques du revêtement et du substrat. Si pour la dureté, cela ne pose pas de problème particulier, il n'en va pas de même du module d'élasticité du revêtement, souvent inconnu. Pour la présente étude, on ne connaît pas ce module mais on trouve quelques données dans la bibliographie. Par exemple, García-Galán [10] donne une valeur de 52 GPa pour un alliage constitué de 50 % Ni et 50 % Al, tandis que Hawk [11] propose une valeur de 193 GPa par un alliage NiAl, comparable à l'alliage précédent. Dans la suite, nous considérerons ces deux valeurs pour estimer l'influence d'une telle différence sur le calcul de la ténacité.

Le **Tableau BIII.3** rappelle toutes les données expérimentales ou bibliographiques nécessaires au calcul du rapport  $(E/H)_i$ .

$H_S$ (GPa)	$H_R$ (GPa)	$E_S$ (GPa)	$E_R$ (GPa)	$(E/H)^{1/2}i$
1,9	2,7	200	52 [10]	<b>7,6</b>
1,9	2,7	200	193 [11]	<b>9,4</b>

**Tableau BIII.3.** Données élasto-plastiques du substrat et du revêtement et paramètre de l'interface.

A partir des coordonnées du point critique et de la valeur du paramètre de l'interface du **Tableau BIII.3**, il est possible de calculer une valeur de la ténacité, soit :

$$K_{AC} = 3,7 \text{ MPa.m}^{1/2} \text{ avec } E_R = 52 \text{ GPa}$$

et  $K_{AC} = 4,6 \text{ MPa.m}^{1/2} \text{ avec } E_R = 193 \text{ GPa}$  (BIII.8)

Comme nous l'avons précisé dans le chapitre précédent, il est possible d'utiliser la relation de Evans [12] lorsque l'on ne connaît pas le module d'élasticité du revêtement :

$$K_{CA} = 0,0824 \frac{P}{c^{3/2}} \quad (\text{BIII.9})$$

A partir de cette relation et des coordonnées du point critique (BIII.5), le calcul de la ténacité apparente d'interface conduit à :

$$K_{CA} = 2,7 \text{ MPa.m}^{1/2} \quad (\text{BIII.10})$$

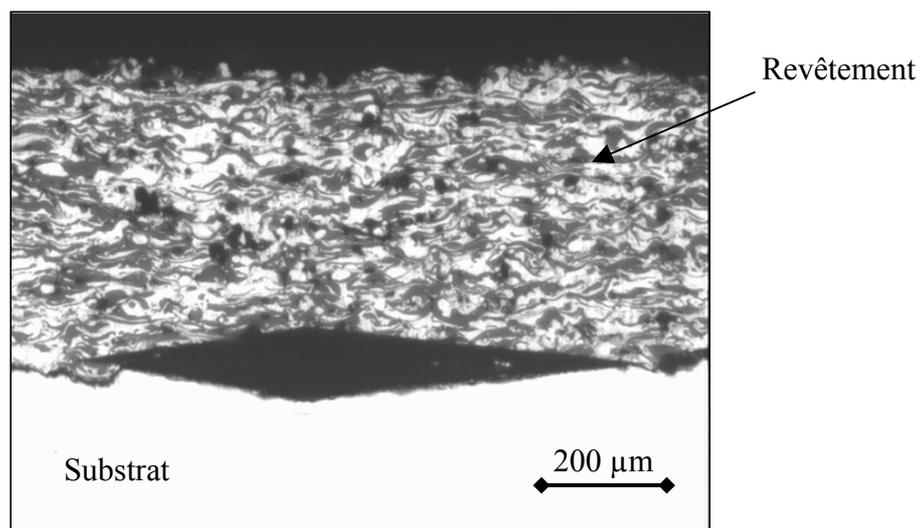
qui s'écarte des valeurs précédentes d'un facteur voisin de 1,5.

Sans la connaissance du module d'élasticité exact, il n'est pas possible de décider quelle valeur est la plus probable parmi les trois valeurs calculées.

#### BIII-4. Indentation interfaciale avec l'indenteur Knoop.

##### BIII-4.1. Résultats.

L'indentation interfaciale avec un indenteur Knoop est effectuée à l'interface revêtement / substrat, la grande diagonale étant alignée avec le plan de l'interface pour privilégier la fissuration dans le plan de l'interface. A titre d'exemple, la **Figure BIII.4**, montre une indentation Knoop qui a permis de générer une fissure à l'interface.



**Figure BIII.4.** Indentation Knoop à l'interface substrat revêtement d'épaisseur 500 µm sous une charge d'indentation de 100 N.

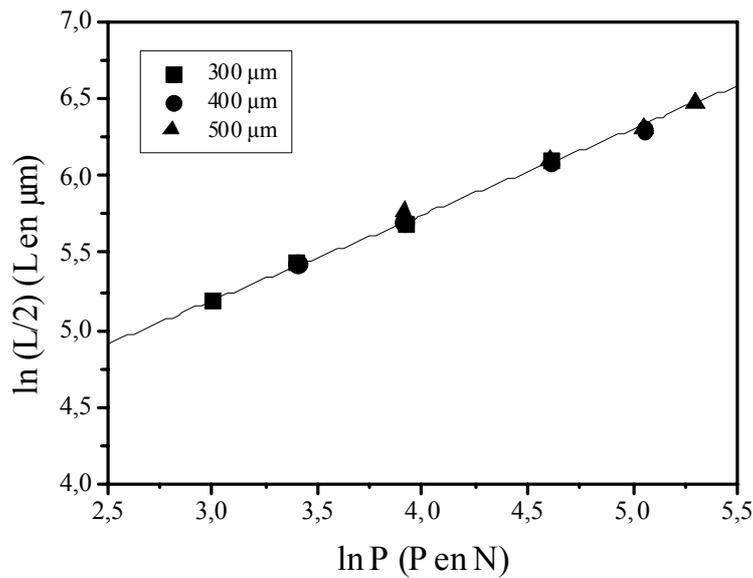
On peut remarquer sur cette figure la difficulté de bien localiser la grande diagonale dans le plan de l'interface. En effet, du fait de sa plus grande taille par rapport à une empreinte Vickers, il est plus difficile de trouver une parfaite coïncidence des deux extrémités de l'empreinte avec le plan de l'interface. Cette difficulté est aggravée lorsque la rugosité du substrat avant déposition est élevée. Dans l'exemple montré ici, on remarque que l'extrémité gauche de l'empreinte se situe légèrement dans le revêtement. Ceci peut modifier la charge critique d'apparition d'une fissure, puis son extension. Il convient donc de réaliser plusieurs essais afin d'obtenir des valeurs réellement significatives. Les résultats obtenus sur au moins trois essais sont rassemblés dans le **Tableau BIII.4** dans lequel  $L$  représente la grande diagonale de l'empreinte et  $c_L$  la longueur de fissure mesurée à partir du centre de l'empreinte.

Charge (N)		20	30	50	100	156	200
$e = 300 \mu\text{m}$	$L/2 (\mu\text{m})$	180	230	300	450	-	-
	$c_L (\mu\text{m})$	230	290	420	800	-	-
$e = 400 \mu\text{m}$	$L/2 (\mu\text{m})$	-	230	300	440	550	-
	$c_L (\mu\text{m})$	-	340	520	950	1380	-
$e = 500 \mu\text{m}$	$L/2 (\mu\text{m})$	-	-	320	450	550	650
	$c_L (\mu\text{m})$	-	-	570	900	1410	1720

**Tableau BIII.4.** *Résultats des essais d'indentation interfaciale avec l'indenteur Knoop.*

**BIII-4.2. Droite de dureté apparente.**

De même qu'avec l'indenteur Vickers, il est possible de représenter la droite de dureté apparente déduite de l'essai Knoop. Pour cela, on représente la demi-diagonale ( $L/2$ ) en fonction de la charge appliquée ( $P$ ). Comme le montre la **Figure BIII.5**, la longueur de la diagonale mesurée est quasi indépendante de l'épaisseur du revêtement. Cette observation nous permet de proposer une seule droite de dureté apparente qui sera reprise dans la suite.



**Figure BIII.5.** Représentation de la droite de dureté apparente avec l'indentation Knoop.

L'expression mathématique de la droite de la **Figure BIII.5** est obtenue par régression linéaire sur l'ensemble des points expérimentaux. Cela conduit à :

$$\ln(L/2) = 3,51 + 0,57 \cdot \ln(P) \quad (\text{BIII.11})$$

Cette relation peut se présenter sous la forme :

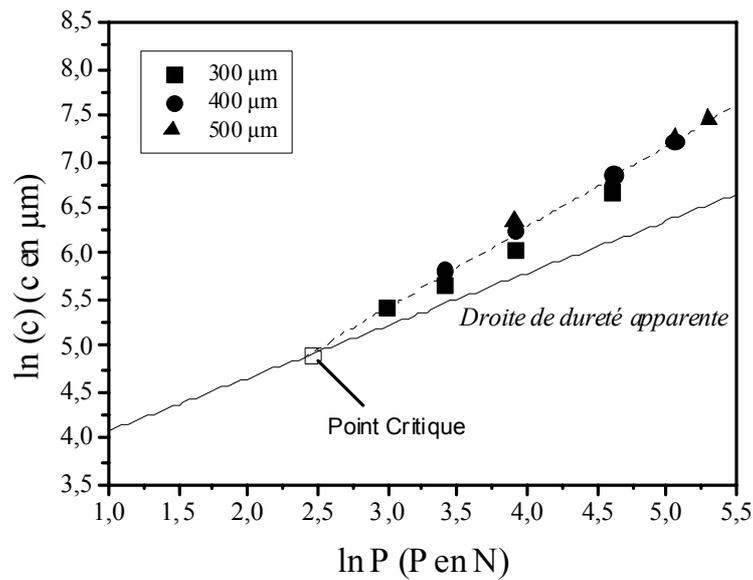
$$\frac{L}{2} = 33,4 \cdot P^{0,57} \quad (\text{BIII.12})$$

L'indentation interfaciale Knoop a permis de générer des fissures à l'interface substrat – revêtement. Nous allons maintenant étudier ces fissures et comparer les résultats à ceux obtenus par indentation Vickers.

#### **BIII-4.3. Droite de fissuration et calcul de $K_{CA}$ .**

La **Figure BIII.6** représente la droite de fissuration et la droite de dureté apparente. Comme pour les résultats obtenus en indentation Vickers, la fissuration peut être représentée par une droite unique indépendante de l'épaisseur du revêtement. La régression linéaire réalisée sur l'ensemble des points de fissuration conduit à la relation suivante :

$$\ln(c) = 2,77 + 0,88 \cdot \ln(P) \quad (\text{BIII.13})$$



**Figure BIII.6.** Droites de fissuration et de dureté apparente sous indentation Knoop.

En égalant les relations BIII.11 et BIII.13, on trouve aisément les coordonnées du point critique, à savoir :

$$P = 11 \text{ N et } c = 131,5 \text{ µm} \quad (\text{BIII.13})$$

Pour proposer une valeur de la ténacité à partir de l'essai d'indentation interfaciale Knoop et en l'absence d'une relation mathématique pour cet essai, nous utiliserons la relation que nous avons proposé dans le chapitre précédente pour déterminer la ténacité de matériaux massifs :

$$KK_{ca} = 0,2331 \cdot \frac{P_c}{a_c^{3/2}} \quad (\text{BIII.14})$$

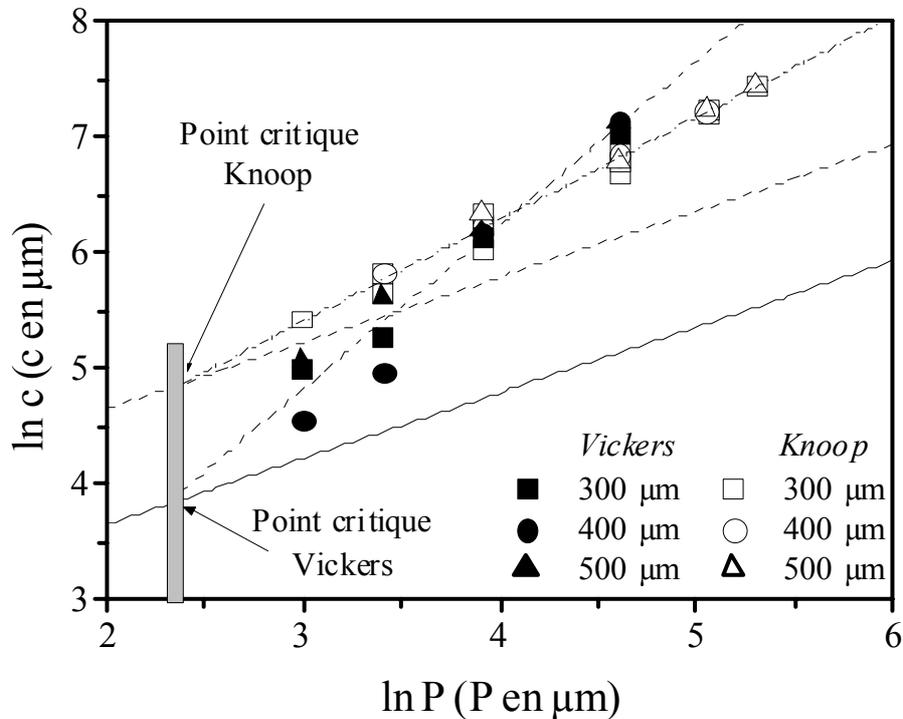
En utilisant les valeurs trouvées pour le point critique, le calcul de la relation BIII.14 conduit à la valeur suivante :

$$KK_{CA} = 1,7 \text{ MPa.m}^{1/2} \quad (\text{BIII.15})$$

Cette valeur est plus faible que celle de  $2,7 \text{ MPa.m}^{1/2}$

**BIII-5. Comparaison Vickers – Knoop.**

Pour comparer les résultats obtenus en indentation Vickers et en indentation Knoop, on peut présenter les droites de dureté apparente ainsi que les droites de fissuration dans un même diagramme. La **Figure BIII.7** permet de bien visualiser les deux méthodes.



**Figure BIII.7.** Comparaison des droites de fissuration et de dureté apparente sous indentations Vickers et Knoop.

Cette figure amène plusieurs remarques :

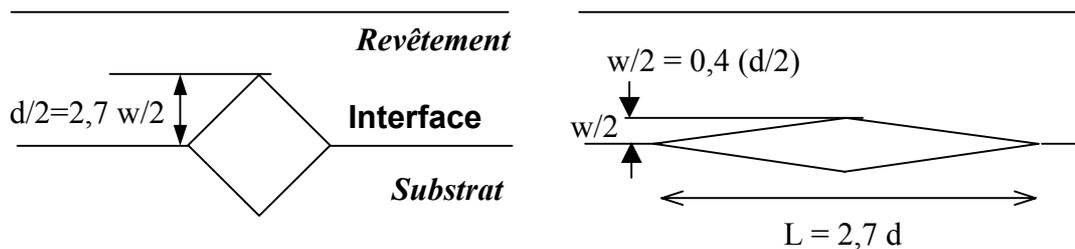
- 1) Les droites de dureté apparente sont parallèles et de pente 0,57. Cela signifie que l'évolution de la diagonale d'empreinte avec la charge appliquée est indépendante, a priori, de la forme de l'indenteur. L'écart entre les deux droites s'obtient par le rapport des relations BIII.3 et BIII.12, soit :

$$\frac{L}{d} = \frac{33,4 \cdot P^{0,57}}{12,3 \cdot P^{0,57}} = 2,7 \quad (\text{BIII.16})$$

Notons que ce rapport est égal au rapport des longueurs des diagonales calculé à partir des expressions générales de la dureté en supposant que les nombres de duretés vérifient la relation BI.18 pour une dureté voisine de 2 GPa :

$$\frac{L}{d} = \sqrt{\frac{12,873}{1,8544}} \cdot \sqrt{\frac{HV}{HK}} = \sqrt{\frac{12,873}{1,8544}} \cdot \sqrt{\frac{1}{0,978}} = 2,7 \quad (\text{BIII.17})$$

- 2) Au contraire de la droite de dureté apparente, la pente de la droite de fissuration en indentation Vickers est beaucoup plus accentuée que celle en indentation Knoop, respectivement 1,42 et 0,88. Cela signifie que la fissure progresse plus vite avec un indenteur Vickers. Ce résultat n'est pas surprenant puisque l'effet de coin de l'indenteur Vickers est plus intense que celui de l'indenteur Knoop. En effet, à charge identique, nous venons de voir que la grande diagonale de l'empreinte Knoop ( $L$ ) est 2,7 fois plus grande que la diagonale Vickers ( $d$ ). De plus, le rapport des diagonales de l'empreinte Knoop ( $L/w$ ) est égal à 7,1 comme nous l'avons précisé dans la relation AI.10. Ainsi, la diagonale de l'empreinte dans le revêtement est 2,6 fois plus grande pour Vickers que pour Knoop. Le Schéma de la **Figure BIII.8** résume bien cette démonstration.



**Figure BIII.8.** Schéma des empreintes d'indentation Vickers et Knoop effectuées sous la même charge d'indentation (le rapport des dimensions est respecté).

- 3) La charge critique d'amorçage de la fissure trouvée est la même que l'on utilise un indenteur Vickers ou un indenteur Knoop, c'est à dire que l'on a trouvé une valeur voisine de 10 N. Ce résultat est intéressant mais peut amener un commentaire eu égard à ce que l'on vient de dire précédemment. En effet, si l'effet de coin, dont le rôle est évident sur la fissuration à l'interface, doit être le même dans les deux situations alors la charge appliquée pour fissurer avec un indenteur Knoop devrait être plus élevée, environ 5 fois plus si on utilise les relations des droites de fissuration et de dureté apparente. Vu le résultat, l'effet d'acuité d'entaille doit aussi jouer un rôle dans la fissuration. Il serait intéressant de réaliser des essais sur d'autres couples substrat / revêtement pour confirmer ou non cette observation.

Pour ce qui concerne le calcul de la ténacité apparente à l'interface, les deux méthodes conduisent respectivement à 2,7 et 1,7 MPa.m<sup>1/2</sup> pour l'indenteur Vickers et l'indenteur Knoop.

### **BIII-6. Conclusion.**

Nous avons montré ici qu'il était possible d'étendre à l'indentation Knoop l'essai d'indentation interfaciale développé au laboratoire avec un indenteur Vickers. En effet, l'application d'une charge donnée sur un indenteur Knoop permet aussi d'amorcer une fissure à l'interface. Nous avons constaté que l'ensemble des points de fissuration s'alignait de la même manière sur une droite même si la pente est différente. L'intersection de la droite de fissuration avec la droite de dureté apparente décalée d'une quantité que l'on relie aisément au rapport des duretés permet la définition d'un point critique. Utilisant la relation de ténacité développée pour des matériaux massifs, il nous est possible de calculer une valeur de la ténacité apparente de l'interface. Malheureusement, on constate un écart significatif avec la valeur obtenue pour l'indenteur Vickers. Des études complémentaires sont maintenant nécessaires sur d'autres couples substrat / revêtement pour vérifier si cette différence provient de la modélisation elle-même ou de la seule dispersion expérimentale plus élevée en Vickers qu'en Knoop. Il semble aussi qu'il faudra tenir compte du fait que l'indenteur Vickers génère seulement une fissure médiane à l'interface alors que le modèle de calcul a été développé pour une empreinte provoquant deux fissures médianes.

### **Bibliographie du chapitre BIII**

- [1] P. Démarécaux, D. Chicot, J. Lesage, "Interface indentation test for the determination of adhesive properties of thermal sprayed coatings". *Journal of Materials Science Letters*, Vol. 15, 16 (1996) 1377.
- [2] D. Chicot, P. Démarécaux, J. Lesage, "Apparent interface toughness of substrate and coating couples from indentation tests". *Thin Solid Films*, 283 (1996) 151.
- [3] J. Lesage, D. Chicot, "Models for hardness and adhesion of coatings". *Surface Engineering*, Vol. 15, 6 (1999) 447.
- [4] J. Lesage, D. Chicot, P. Araujo, M. Zampronio, P.E.V. De Miranda, "Role of hydrogen on adhesion of NiCr thermal sprayed coatings". *Thin Solid Films*, Vol. 377-378, 1-2 (2000) 675.

- [5] J. Lesage, M.H. Staia, D. Chicot, C. Godoy, P.E.V. De Miranda, "Effect of thermal treatments on adhesive properties of a NiCr thermal sprayed coatings". *Thin Solid Films*, Vol. 377-378, 1-2 (2000) 681.
- [6] J. Lesage, D. Chicot, "Role of residual stresses on interface toughness of thermally sprayed coatings". *Thin Solid Films*, 415 (2002) 143.
- [7]
- [8] J. Lesage, P. Démarécaux, O. Bartier, G. Mesmacque, " Détermination de l'adhérence de revêtements par le test d'indentation interfaciale ". *La Revue de Métallurgie, CIT / Science et Génie des Matériaux*, Déc., 1993, pp 1655-1663.
- [9] E. Meyer, *Z. ver. deut. Ing.*, Vol. 52, pags. 645 -54, 1908.
- [10] S. García-Galán, G. Arámburo-Pérez, C. González-Rivera, J. Juárez-Islas, "The effect of Cu-macroalloying on  $\beta$ -NiAl intermetallic compound obtained by mechanical alloying", *Journal of Materials Processing Technology*, In Press, Corrected Proof, Available online 22 April 2003.
- [11] J. A. Hawk, D. E. Alman, "Abrasive wear behavior of NiAl and NiAl-TiB<sub>2</sub> composites", *Wear*, 225-229, Part 1 (1999) 544.
- [12] A.G. Evans, E.A. Charles, "Fracture toughness determination by indentations". *Journal of American Ceramic Society*, 59 (1976) 371.

## Chapitre BIV : Indentation de films minces.

---

### BIV-1. Introduction.

Pour améliorer la résistance des surfaces à l'endommagement par des actions mécaniques, des recherches considérables ont été effectuées dans le but d'augmenter la dureté superficielle des pièces mécaniques. Cela peut être réalisé, par exemple, en créant à la surface des matériaux des films de dureté élevée par divers procédés physico-chimiques. Généralement de l'ordre du micron jusque la dizaine de microns, leur faible épaisseur ne permet pas la détermination directe de leur dureté par microdurométrie conventionnelle pour une large gamme de charges d'indentation. En effet, pour ces niveaux de chargement, le substrat subit lui aussi une partie de la déformation plastique d'indentation [1].

Par conséquent, la dureté  $H_C$ , calculée à partir de l'empreinte mesurée, est le résultat des contributions conjointes du substrat et du film. Dans ces conditions, des modèles mathématiques sont nécessaires pour séparer ces deux contributions afin de déterminer la dureté du film seul. De nombreux auteurs ont cherché à construire de tels modèles en considérant différentes hypothèses. Pour les modèles publiés dans la littérature, on trouve ceux de Jönsson et Hogmark [2], Burnett et Rickerby [3, 4], Bull et Rickerby [5], Chicot et Lesage [6], Korsunsky et al. [7], Ichimura et al. [8], Puchi-Cabrera [9]. Tous ces modèles ont en commun de supposer une loi linéaire additive pour exprimer la dureté superficielle (ou composite)  $H_C$ , en fonction des duretés  $H_F$  et  $H_S$  du film et du substrat :

$$H_C = H_S + a(H_F - H_S) \quad (\text{BIV.1})$$

où  $a$  est le coefficient d'influence du film.

L'application de ces modèles exige souvent l'introduction de données (comme le module d'élasticité par exemple) qui doivent être déduites d'autres expériences ou de la bibliographie. L'objectif que nous nous sommes fixés est de proposer un modèle ne nécessitant aucune autre donnée que celles facilement obtenues par les mesures standard (épaisseur et dureté apparente). L'idée de base sur laquelle nous allons construire ce modèle repose sur la considération que, suivant la charge d'indentation appliquée, le couple de matériaux sollicité pendant l'indentation devrait se comporter de deux manières différentes. Pour les charges

élevées, le couple doit avoir tendance à se comporter plutôt comme le substrat alors que pour les charges faibles, le couple aura tendance à se comporter comme le film. Cette idée est nouvelle puisque pour l'ensemble des auteurs un seul comportement, intermédiaire à celui des deux matériaux, est envisagé.

Pour discuter de la validité de ce nouveau modèle, la dureté du film, calculée pour plusieurs couples de films et de substrats, sera comparée aux prévisions d'un ensemble de modèles représentatifs, à partir de valeurs expérimentales obtenues dans notre laboratoire ou tirées de la bibliographie.

#### **IV-2. Données expérimentales.**

Les films étudiés au laboratoire ont été obtenus par un processus industriel de déposition physique en phase vapeur. Deux types de films ont été réalisés sur un acier à bas carbone ayant subi au préalable un polissage mécanique : Nitrure de titane (TiN) et diamant (DLC) respectivement d'épaisseur 1,4 et 1,6  $\mu\text{m}$ . Les empreintes Vickers ont été réalisées sur les échantillons revêtus à l'aide d'un microduromètre Leco sous des charges comprises entre 0,25 à 100 N. Cinq essais ont été effectués à chaque niveau de charge dans le but d'obtenir un intervalle de confiance raisonnable pour la valeur moyenne de la dureté calculée. Les épaisseurs du film ont été mesurées par microscopie sur une section droite d'un échantillon revêtu ou en utilisant une technique d'usure par bille (ball cratering). Une autre série de données provient de la bibliographie, cela concerne des films élaborés à partir de techniques PVD ou CVD sur divers substrats en acier.

Le **Tableau BIV.1** résume toutes les données bibliographiques associées aux différents couples de films et substrats, ainsi que les mesures des diagonales de l'empreinte et le nombre de dureté composite correspondant. L'épaisseur du film ( $t$ ) et la valeur de la diagonale d'empreinte ( $d$ ) sont exprimées en  $\mu\text{m}$ . Les nombres de dureté ( $H_S$ ,  $H_C$ ) et les modules d'élasticité ( $E_S$ ,  $E_F$ ) sont données en GPa.

N°	Film / $t$ Substrat, $H_S$ $E_S / E_F$	Charge d'indentation ( $P$ ) Diagonale d'empreinte ( $d$ ) Nombre de dureté composite ( $H_C$ )							
		$P$	0,05	0,1	0,25	0,5	1	2	3
1	Cr / 1,0 BBS, 6,7 200 / 280	$d$	3,0	4,4	7,2	10,4	15,6	23,0	28,8
		$H_C$	10,3	9,6	8,9	8,6	7,6	7,0	6,7
		$P$	0,05	0,1	0,25	0,5	1	2	3
2	Cr / 1,0 acier HSLA, 5,0 200 / 280	$d$	4,4	7,9	11,8	17,4	25,3	32,4	
		$H_C$	9,6	7,4	6,7	6,1	5,8	5,3	
		$P$	0,1	0,25	0,5	1	2	3	
3	Cr / 1,0 SS, 1,9 200 / 280	$d$	4,3	6,9	12,0	18,7	28,4	41,5	52,7
		$H_C$	5,0	3,9	3,2	2,7	2,3	2,2	2,0
		$P$	0,05	0,1	0,25	0,5	1	2	3
4	Cr / 1,0 cuivre, 0,9 200 / 280	$d$	5,6	9,6	17,6	26,7	39,3	58,0	73,9
		$H_C$	3,0	2,0	1,5	1,3	1,2	1,1	1,0
		$P$	0,05	0,1	0,25	0,5	1	2	3

(a)

5	TiN / 2,5 acier à outil, 6,0 200 / 600	$d$	6,2	9,8	15,1	22,9	28,7	37,7	54,3
		$H_C$	12,1	9,7	8,1	7,1	6,8	6,5	6,3
		$P$	0,25	0,5	1	2	3	5	10
6	TiN / 9,0 acier à outil, 6,0 200 / 600	$d$	6,2	10,2	16,8	22,4	31,6	48,1	
		$H_C$	24,1	17,8	13,1	11,1	9,3	8,0	
		$P$	0,5	1	2	3	5	10	
7	TiN / 2,0 acier austénitique, 1,6 200 / 600	$d$	5,1	10,5	18,2	28,4	43,5	54,5	
		$H_C$	7,1	4,2	2,8	2,3	2,0	1,9	
		$P$	0,1	0,25	0,5	1	2	3	
8	TiN / 5,5 acier austénitique, 1,6 200 / 600	$d$	6,1	11,0	20,5	36,0	48,8		
		$H_C$	12,5	7,7	4,4	2,9	2,3		
		$P$	0,25	0,5	1	2	3		

(b)

9	Ti / 4,0 acier à haut C, 2,0 200 / 120	$d$	6,4	11,4	17,5	26,7	39,4	49,5	65,1	93,6
		$H_C$	4,5	3,6	3,0	2,6	2,4	2,3	2,2	2,1
		$P$	0,1	0,25	0,5	1	2	3	5	10
10	TiC / 4,0 acier à haut C, 6,4 200 / 460	$d$	7,3	11,6	17,9	22,7	30,7	45,9		
		$H_C$	17,4	13,8	11,6	10,8	9,8	8,8		
		$P$	0,5	1	2	3	5	10		

(c)

11	ZrN <sub>0,5</sub> / 3,0 acier, 1,6 220 / 460	$d$	2,9	4,4	8,6	15,4	23,6	33,6	49,7
		$H_C$	10,9	9,5	6,1	3,8	3,3	3,2	2,9
		$P$	0,05	0,1	0,25	0,5	1	2	4
12	ZrN <sub>0,6</sub> / 3,0 acier, 1,6 220 / 460	$d$	2,2	3,8	7,7	14,2	21,6	33,7	50,0
		$H_C$	18,4	12,7	7,6	4,5	3,9	3,2	2,9
		$P$	0,05	0,1	0,25	0,5	1	2	4
13	ZrN <sub>0,7</sub> / 3,0 acier, 1,6 220 / 460	$d$	1,7	3,1	6,0	11,5	19,6	31,6	50,0
		$H_C$	29,8	19,1	12,6	6,9	4,7	3,6	2,9
		$P$	0,05	0,1	0,25	0,5	1	2	4

(d)

Chapitre BIV - Indentation de films minces.

14	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> / 1,8 verre, 6,6 75 / 150	<i>d</i>	1,7	2,1	2,5	2,8	3,1	3,4	3,6	4,6	5,4	6,1
		<i>H<sub>C</sub></i>	10,5	10,2	10,1	10,1	9,9	9,9	9,8	9,4	8,9	8,7
15	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> / 1,0 verre, 6,6 75 / 150	<i>d</i>	1,7	2,6	3,9	4,8	5,8	6,4				
		<i>H<sub>C</sub></i>	10,3	9,6	8,8	8,3	7,9	7,7				
16	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> / 1,9 verre, 4,2 220 / 150	<i>d</i>	1,6	2,0	2,3	2,6	2,9	3,2	3,5	4,7	5,9	6,8
		<i>H<sub>C</sub></i>	10,6	10,2	10,1	9,7	9,3	8,9	8,8	6,7	5,6	5,2

(e)

17	TiN / 3,25 acier M-2, 8,6 200 / 300	<i>P</i>	0,25	0,5	0,6	1	1,35	2	3	3,85	5	5,85	6,85
		<i>d</i>	4,5	7,0	7,8	10,7	12,8	17,0	22,0	25,0	29,7	32,4	35,5
		<i>H<sub>C</sub></i>	22,9	18,9	18,3	16,2	15,3	12,8	11,5	11,4	10,5	10,3	10,1
18	TiCN / 3,25 acier M-2, 8,5 210 / 255	<i>P</i>	0,25	0,5	0,6	1	1,35	2	3	5			
		<i>d</i>	3,4	5,2	6,6	10,1	11,7	16,7	22,1	29,8			
		<i>H<sub>C</sub></i>	40,1	34,3	25,5	18,2	18,3	13,3	11,4	10,4			

(f)

19	TiN <sub>0,55</sub> / 3,0 acier 316L SS, 2,7 200 / 600	<i>P</i>	0,05	0,1	0,25	0,5	1	2	3			
		<i>d</i>	2,5	4,2	9,4	16	23	35	51			
		<i>H<sub>C</sub></i>	14,8	10,5	5,2	3,6	3,5	3,0	2,9			
20	TiN <sub>0,65</sub> / 3,0 acier 316L SS, 2,7 200 / 600	<i>P</i>	0,05	0,1	0,25	0,5	1	2	3			
		<i>d</i>	2,2	3,4	7,3	14	23	33	51			
		<i>H<sub>C</sub></i>	19,2	16,0	8,7	4,7	3,5	3,4	2,9			
21	TiN <sub>0,75</sub> / 3,0 acier 316L SS, 2,7 200 / 600	<i>P</i>	0,05	0,1	0,25	0,5	1	2	3			
		<i>d</i>	1,6	2,6	5,9	14	22	33	49			
		<i>H<sub>C</sub></i>	36,2	27,4	13,3	4,7	3,8	3,4	3,1			

(g)

22	TiN / 1,4 acier de bas C, 1,8 200 / 600	<i>P</i>	0,25	0,5	1	2	3	5	10	20	30	50	100
		<i>d</i>	7,6	13,8	24,0	36,9	47,3	61,9	90,1	131	163	210	302
		<i>H<sub>C</sub></i>	8,0	4,9	3,2	2,7	2,5	2,4	2,3	2,2	2,1	2,1	2,0
23	DLC / 1,6 acier de bas C, 1,9 200 / 440	<i>P</i>	0,5	1	2	3	5	10	20	30	50	100	200
		<i>d</i>	14,7	23,7	37,5	46,0	61,2	89,3	137	186	251	310	441
		<i>H<sub>C</sub></i>	4,3	3,3	2,8	2,6	2,5	2,3	2,0	2,0	1,9	1,9	1,9

(h)

**Tableau BIV.1.** Résultats expérimentaux du laboratoire et tirés de la littérature :

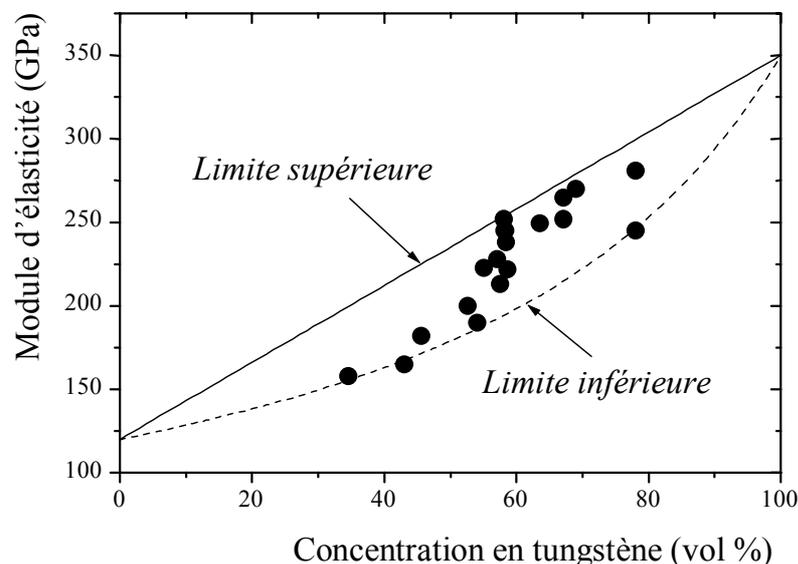
(a) Jönsson et Hogmark [2], (b) Burnett et Rickerby [4], (c) Chicot et Lesage [6], (d) Puchi-Cabrera [9], (e) Ahn et Kwon [12], (f) Lesage et al. [13], (g) Puchi et al. [14] et (h) au Laboratoire.

### BIV.3. Le modèle

Comme nous venons de le préciser dans l'introduction, la plupart des modèles disponibles dans la littérature expriment la dureté composite  $H_C$  sous la forme d'une loi linéaire additive en fonction de la dureté du film ( $H_F$ ) et la dureté du substrat ( $H_S$ ) (relation IV-1). Cette relation sera appelée " relation série " dans la suite. Par ailleurs, nous n'avons trouvé dans la littérature aucun modèle du type :

$$\frac{1}{H_C} = \frac{1}{H_S} + a \left( \frac{1}{H_F} - \frac{1}{H_S} \right) \quad (\text{BIV.2})$$

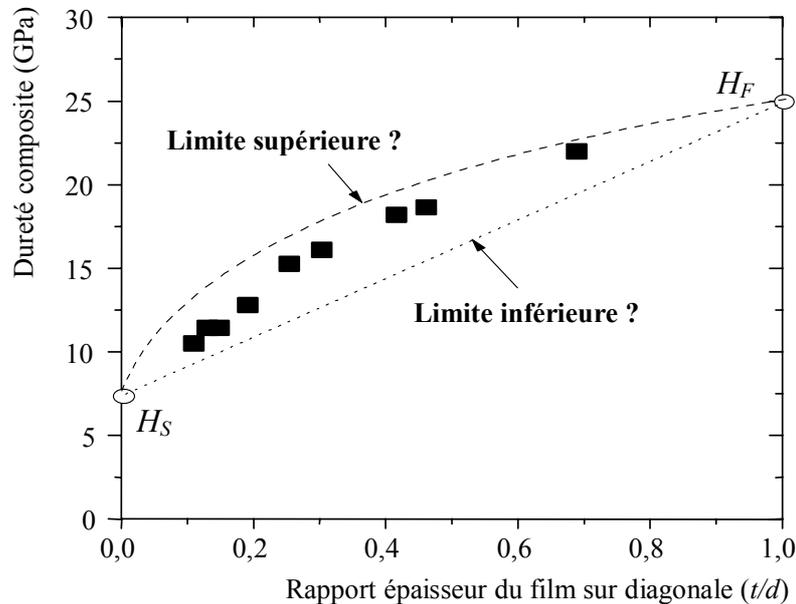
qui pourrait être appelé " relation parallèle " en plus de la relation série. C'est aussi ce type de relation que nous chercherons à adapter dans le nouveau modèle. En effet, des relations similaires déduites de modèles rhéologiques simples ont été utilisées par le passé pour représenter les limites supérieure et inférieure entre lesquelles s'inscrivent les modules d'élasticité de composites renforcés en fonction de la fraction volumique de particules [10]. On observe que, suivant cette fraction, la valeur du module du composite tend vers l'une ou l'autre de ces limites en fonction de la quantité de renfort (**Figure BIV.1**).



**Figure BIV.1.** Exemple de limites du module d'élasticité pour un composite à renfort [10].

A la lecture de cette figure, un modèle décrivant le module d'élasticité en fonction de la fraction volumique de particules pourrait être une combinaison des deux relations décrivant les limites supérieure et inférieure. Ceci afin d'estimer la tendance, matrice ou renfort, pour le passage du comportement de la matrice vers celui du matériau renforcé.

Nous examinerons comment cette idée très simple pourrait être transposée à la dureté composite de films minces. La variation généralement rencontrée de la dureté composite en fonction du rapport entre l'épaisseur du film et la diagonale de l'empreinte ( $t/d$ ) est représentée sur la **Figure BIV.2**.



**Figure BIV.2.** Exemple de variation de la dureté composite en fonction du rapport ( $t/d$ ).

On peut observer que la variation de la dureté composite correspond à une variation de ( $t/d$ ) entre la valeur 0 et une valeur proche de 1 (cela a été observé pour une grande variété de films et de substrats). Pour les charges d'indentation les plus élevées, la diagonale d'empreinte est grande et par conséquent le rapport ( $t/d$ ) tend vers 0. La dureté composite tend alors vers celle du substrat. Cela correspond à la limite inférieure. Au contraire, lorsque les charges d'indentation sont faibles, ( $t/d$ ) tend vers 1 et la dureté composite tend vers celle du film. Au-delà de cette valeur limite de 1, on reconnaît généralement que la dureté composite mesurée est celle du film, les modèles n'ont donc plus lieu de s'appliquer. Pour des valeurs du rapport ( $t/d$ ) qui s'approchent de 1, la limite considérée est la limite supérieure.

Dans le cas du module d'élasticité des matériaux composites renforcés les relations aux limites s'écrivent :

$$E_S = E_M + V_R \cdot (E_R - E_M) \quad (\text{BIV.3})$$

$$\frac{1}{E_I} = \frac{1}{E_M} + V_R \cdot \left( \frac{1}{E_R} - \frac{1}{E_M} \right) \quad (\text{BIV.4})$$

où  $E_S$  et  $E_I$  sont les limites Supérieures et Inférieures,  $E_M$  et  $E_R$  représentent respectivement le module d'élasticité de la Matrice et du Renfort,  $V_R$  la fraction volumique de renfort.

Par analogie, nous pouvons écrire pour la dureté deux relations simples pour représenter la limite supérieure ( $H_{CS}$ ) et la limite inférieure ( $H_{CI}$ ) de la dureté composite où le coefficient d'influence  $a$  serait exprimé ici comme une fonction de  $(t/d)$  :

$$H_{CS} = H_S + f\left(\frac{t}{d}\right) \cdot (H_F - H_S) \quad (\text{BIV.5})$$

$$\frac{1}{H_{CI}} = \frac{1}{H_S} + f\left(\frac{t}{d}\right) \cdot \left(\frac{1}{H_F} - \frac{1}{H_S}\right) \quad (\text{BIV.6})$$

La relation (BIV.5) correspond au comportement à tendance film pour des valeurs de  $(t/d)$  et de charges faibles et la relation (BIV.6) au comportement à tendance du substrat des valeurs de  $(t/d)$  et de charges plus élevées. Pour permettre une transition entre la tendance du substrat et la tendance du film, nous considérons la relation suivante qui combine les deux relations précédentes :

$$H_C = H_{CI} + f\left(\frac{t}{d}\right) \cdot (H_{CS} - H_{CI}) \quad (\text{BIV.7})$$

Nous supposons ici que le coefficient d'influence est décrit par la même fonction du rapport  $(t/d)$  dans les relations BIV.5, BIV.6 et BIV.7.

La transition entre  $H_{CI}$  et  $H_{CS}$  va dépendre de la variation du rapport  $(t/d)$  entre les valeurs limites 0 et 1. Le problème est de donner une forme aussi simple et acceptable que possible à la fonction  $f(t/d)$ .

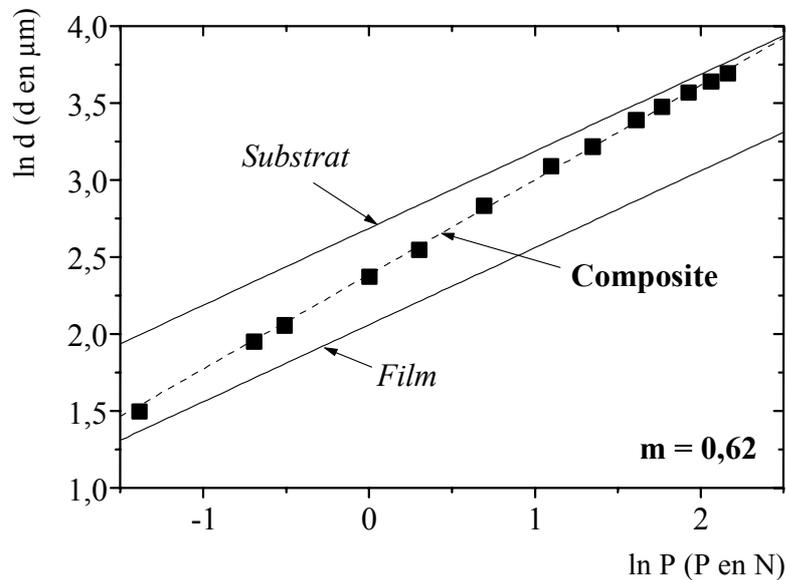
Considérons en premier lieu la relation de Meyer [11]. Cette relation exprime la variation de la diagonale de l'empreinte  $d$  comme une fonction de la charge appliquée  $P$  sous la forme :

$$P = a \cdot d^n \quad (\text{BIV.8})$$

où  $n$  est un exposant appelé indice de Meyer et  $a$  un coefficient qui dépend des propriétés du matériau.

Dans le cas particulier d'un couple substrat et film, la **Figure BIV.3** montre que l'évolution de la diagonale mesurée et de la charge appliquée est également linéaire dans une

représentation bi-logarithmique. Ceci n'est plus vrai pour les valeurs de  $(t/d)$  proches de 0 et de 1 pour lesquels les points expérimentaux s'aligneraient sur les droites relatives au substrat et au film.



**Figure BIV.3.** Exemple de la relation entre la diagonale d'empreinte  $d$  et la charge appliquée  $P$  en coordonnées bi-logarithmiques (film TiN sur acier M-2,  $t = 3,25 \mu\text{m}$  [13]).

Pour un couple substrat / film, il est donc possible d'exprimer la charge en fonction de la diagonale par une relation similaire à la loi de Meyer :

$$P = a_C \cdot d^{n_C} \quad (\text{BIV.9})$$

On peut alors introduire cette expression dans la définition du nombre de dureté Vickers :

$$HV = \alpha \cdot \frac{P}{d^2} \quad (\text{BIV.10})$$

Et le nombre de la dureté composite peut être exprimé par la relation suivante si l'épaisseur  $t$  du film est introduite dans la relation :

$$H_C = \alpha' \cdot \left(\frac{t}{d}\right)^{2-n_C} \quad \text{avec } \alpha' = \alpha \cdot a_C / t^{(2-n_C)} \quad (\text{BIV.11})$$

Dans cette relation, la variation du nombre de dureté avec la charge est représentée par le facteur  $n_C$ . Pour étudier la dureté composite, le choix d'une relation  $f(t/d)$  devrait impliquer ce facteur. De plus, il est nécessaire pour la fonction d'admettre les mêmes limites que le rapport  $(t/d)$ , c'est à dire 0 et 1. La fonction doit aussi tendre de façon asymptotique vers 0 (dureté du

substrat) pour les charges les plus élevées et tendre vers 1 pour les charges faibles (dureté du film). Pour respecter ces conditions, nous pouvons adopter l'expression suivante :

$$f\left(\frac{t}{d}\right) = \left(\frac{t}{d}\right)^m = f \quad \text{où} \quad m = 1/n_C \quad (\text{BIV.12})$$

Dans ces conditions, la dureté composite peut être exprimée par la relation générale :

$$H_C = (1-f) \left/ \left( \frac{1}{H_S} + f \cdot \left( \frac{1}{H_F} - \frac{1}{H_S} \right) \right) \right. + f \cdot (H_S + f \cdot (H_F - H_S)) \quad (\text{BIV.13})$$

La dureté du film est donc la racine positive de l'équation :

$$A_P \cdot H_F^2 + B_P \cdot H_F + C_P = 0, \quad (\text{BIV.14})$$

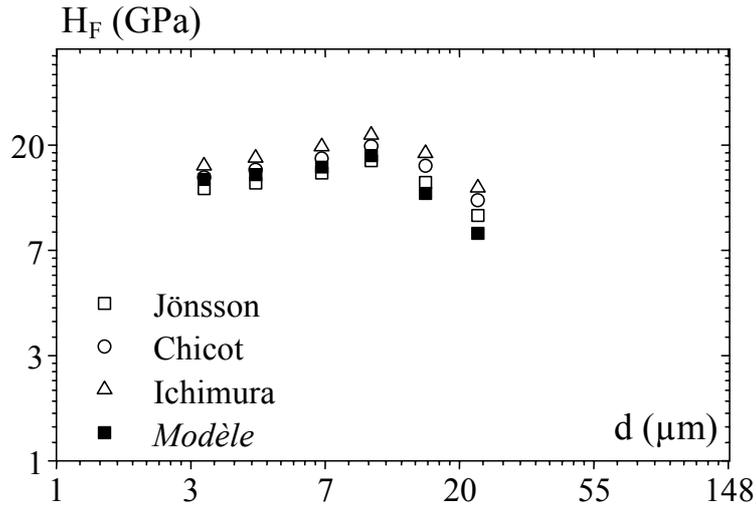
$$\text{avec} \left\{ \begin{array}{l} A_P = f^2 \cdot (f-1) \\ B_P = (-2 \cdot f^3 + 2 \cdot f^2 - 1) \cdot H_S + (1-f) \cdot H_C \\ C_P = f \cdot H_C \cdot H_S + f^2 \cdot (f-1) \cdot H_S^2 \end{array} \right\}$$

La valeur de  $m$  est calculée par une régression linéaire sur tous les points expérimentaux obtenus par un couple donné substrat et film et se déduit de la relation :

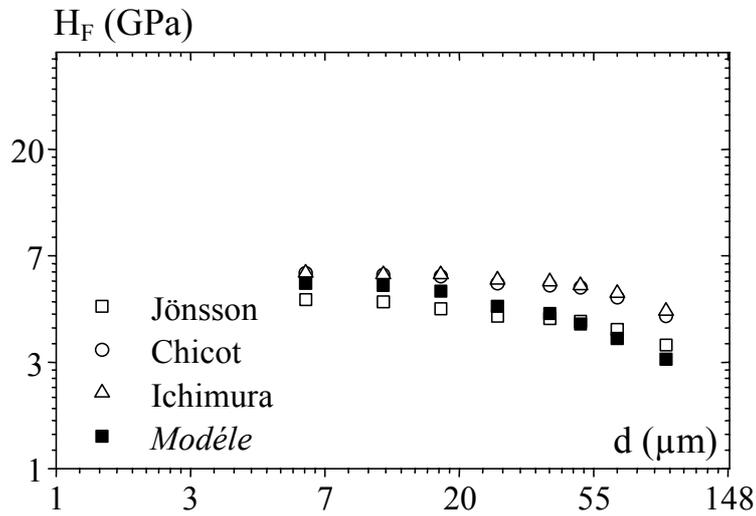
$$\ln d = m \cdot \ln P + b \quad (\text{BIV.15})$$

#### **BIV-4. Application et validation du modèle**

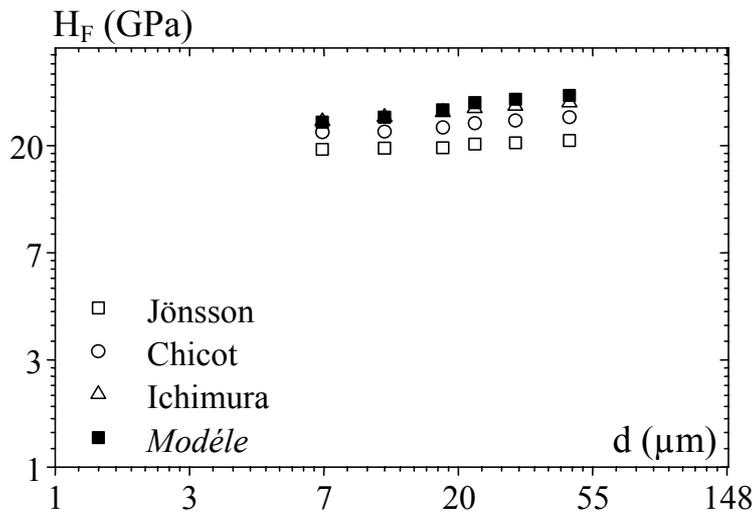
Pour appliquer le modèle, la première étape consiste à déterminer le coefficient  $m$  par une simple régression linéaire des points expérimentaux. Dans une deuxième étape, il convient de calculer  $H_F$  pour chaque valeur de  $H_C$  en utilisant la relation (BIV.14). On constate souvent que les valeurs obtenues pour  $H_F$  ne sont pas constantes en fonction de la valeur de la diagonale d'empreinte  $d$  ou encore en fonction de la charge  $P$ . Quelques variations rencontrées sont présentées dans la **Figure BIV.4** pour plusieurs couples substrat / film. Nous avons retenu ici que les variations qui présentent des évolutions différentes.



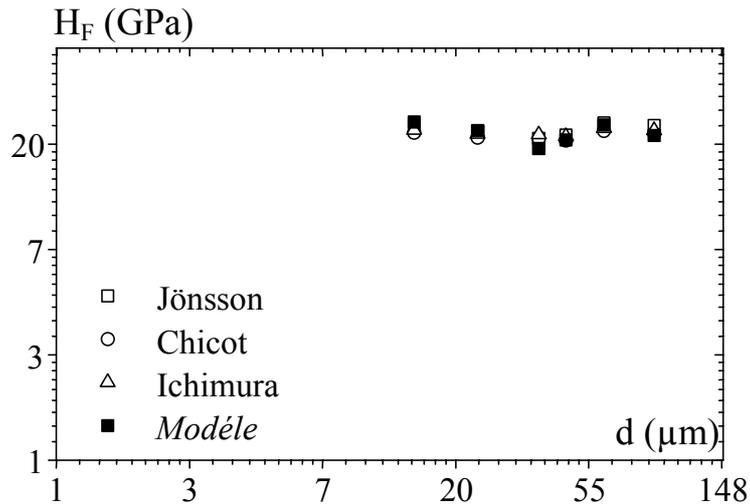
a) Echantillon n° 1 (Cr).



b) Echantillon n° 9 (Ti).



c) Echantillon n° 10 (TiC).



d) Echantillon n° 23 (DLC).

**Figure BIV.4.** Variations constatées de la dureté du film  $H_F$  pour différents couples substrat / revêtement.

On peut observer sur la **Figure BIV.4** que les valeurs de  $H_F$  dans la représentation  $\text{Ln } H_F - \text{Ln } d$  peuvent augmenter, diminuer ou même montrer un changement de pente selon le cas. Mais, quel que soit le modèle appliqué, Jönsson et Hogmark [2], Chicot et Lesage [6], Ichimura et al. [8] ou le nouveau modèle, les variations sont semblables même si les amplitudes sont différentes. Du fait que tous les modèles sont basés sur des hypothèses très différentes on peut penser que, les variations doivent être reliées à des phénomènes physiques et non le fait des modèles. Même si ces phénomènes ne sont pas tous complètement connus, on peut citer quelques-uns d'entre eux comme l'effet de taille d'empreinte [15-17], la fissuration au voisinage ou dans l'empreinte [18], la contribution élastique du substrat pour les charges les plus faibles [19] ou encore l'écrasement du film pour les charges les plus élevées [20]. Pour éviter d'amplifier certains de ces phénomènes, nous avons limité l'application de tous les modèles aux valeurs de  $H_C$  supérieures à  $1,1 H_S$ .

La comparaison directe des duretés de films déterminées par les modèles ne peut pas être faite facilement sous la forme de relations déduites de l'analyse des droites de la **Figure BIV-4**. D'autant plus que ces relations ne peuvent pas être comparées directement aux valeurs données par les modèles de Korsunsky et al. [7] et de Puchi-Cabrera [9]. Pour ces deux modèles, c'est l'ajustement des points expérimentaux par le modèle qui conduit aux valeurs de la dureté du film. Les **Figures BIV.5** et **BIV.6** représentent respectivement l'application du modèle de Korsunsky et Puchi-Cabrera.

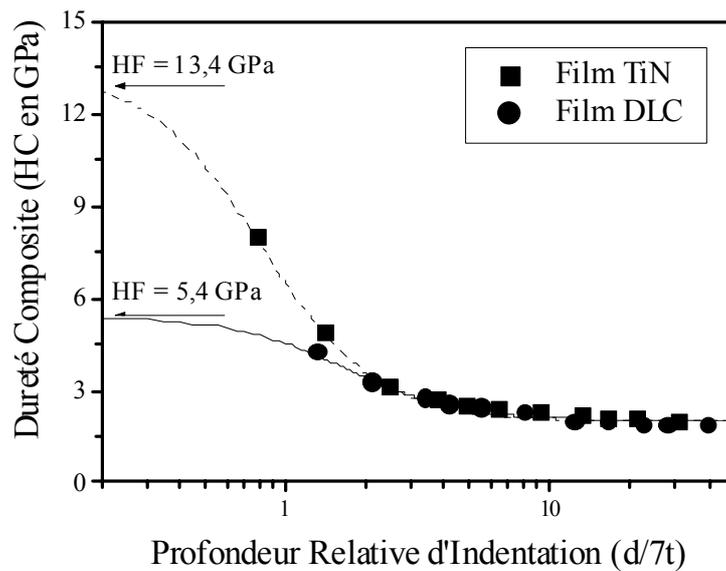


Figure BIV.5. Exemple d'application du modèle de Korsunsky : TiN (n°22) et DLC (n°23).

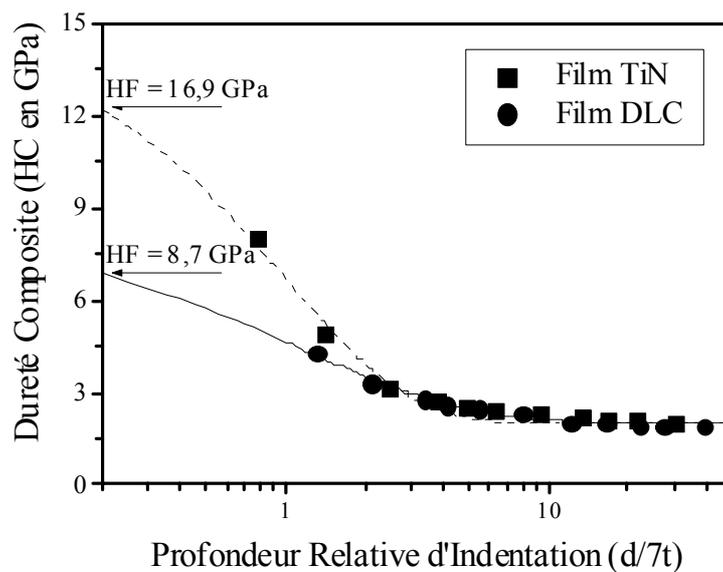
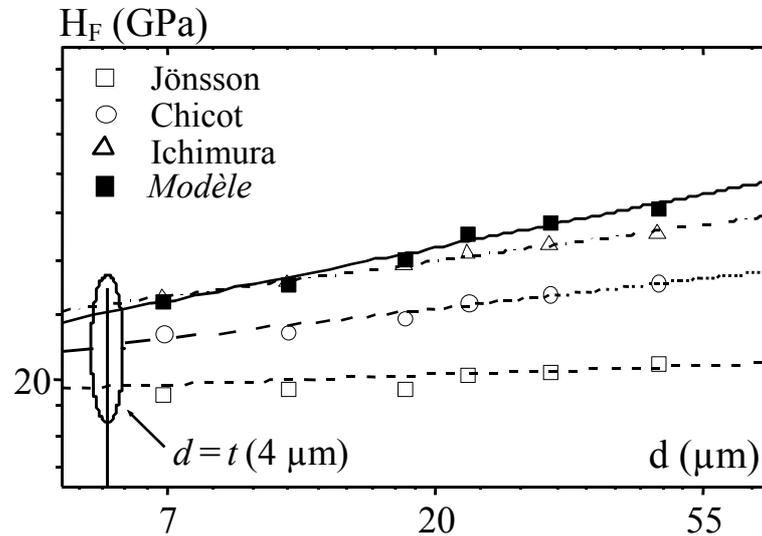


Figure BIV.6. Exemple d'application du modèle de Puchi-Cabrera : TiN (n°22) et DLC (n°23).

Ces deux modèles sont très sensibles au nombre de points expérimentaux mais ils sont supposés montrer quand les substrats ont cessé de participer au processus d'indentation. Comme nous l'avons mentionné précédemment, nous pouvons considérer que la limite d'influence du substrat sur la mesure correspond à  $(t/d) = 1$ . C'est pourquoi nous calculerons la valeur de  $H_F$  en ce point en utilisant chaque représentation mathématique que l'on déduira de l'analyse des courbes de la **Figure BIV.4**.

La **Figure BIV.7** montre, à titre d'exemple, les droites obtenues pour représenter la dureté du film de TiC (échantillon n° 10) en utilisant les modèles de Jönsson, Chicot, Ichimura et le nouveau modèle.



**Figure BIV.7.** Application des modèles au cas du film TiC, échantillon N° 10.

Une régression linéaire effectuée pour chaque modèle permet de décrire l'évolution de la dureté du film par les relations suivantes :

$$H_F = 18,8 \cdot d^{0,026} \quad \text{pour le modèle de Jönsson} \quad (\text{BIV.16})$$

$$H_F = 19,0 \cdot d^{0,083} \quad \text{pour le modèle de Chicot} \quad (\text{BIV.17})$$

$$H_F = 20,7 \cdot d^{0,099} \quad \text{pour le modèle de Ichimura} \quad (\text{BIV.18})$$

$$H_F = 18,6 \cdot d^{0,146} \quad \text{pour le nouveau modèle} \quad (\text{BIV.19})$$

Comme nous l'avons mentionné, il est difficile de comparer ces relations entre-elles, nous allons donc calculer la dureté du film lorsque la valeur de la diagonale est égale à l'épaisseur du film, ici 4  $\mu\text{m}$ . On obtient les valeurs de dureté suivantes :

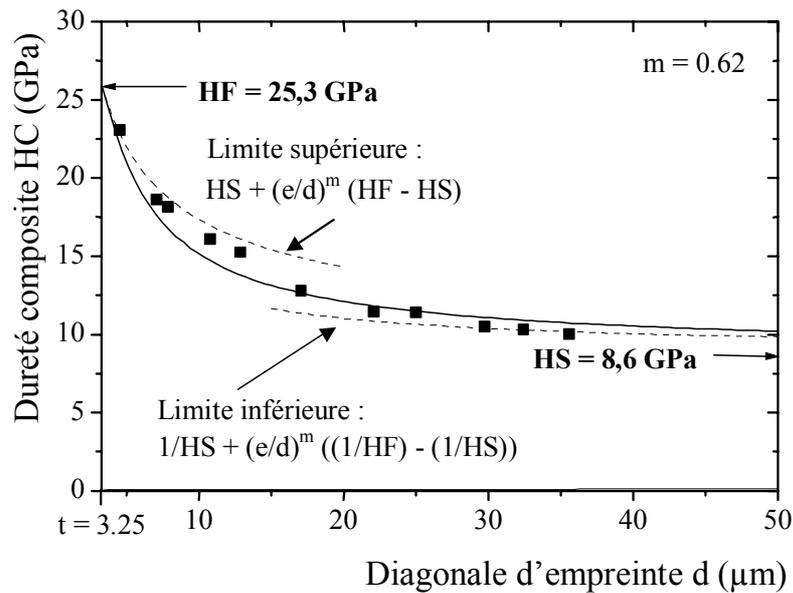
$$H_F = 19,5 \quad \text{pour le modèle de Jönsson} \quad (\text{BIV.20})$$

$$H_F = 21,3 \quad \text{pour le modèle de Chicot} \quad (\text{BIV.21})$$

$$H_F = 23,7 \quad \text{pour le modèle de Ichimura} \quad (\text{BIV.22})$$

$$H_F = 22,8 \quad \text{pour le nouveau modèle} \quad (\text{BIV.23})$$

La **Figure BIV.8** montre un exemple d'application du nouveau modèle pour le film TiN déposé sur un acier M-2 (n° 17) sur laquelle on a représenté les courbes limites supérieures et inférieures de la dureté composite en utilisant les relations BIV.5 et BIV.6. Les courbes représentatives de ces deux limites permettent de bien encadrer les points expérimentaux. De plus, la combinaison de ces deux limites comme nous l'avons proposé dans le modèle permet de bien représenter l'évolution des points expérimentaux. On peut ainsi s'attendre à ce que la valeur obtenue de la dureté du film soit pertinente et en accord avec celles prévues par les autres modèles.



**Figure BIV.8.** Exemple d'application du nouveau modèle pour le film TiN n° 17.

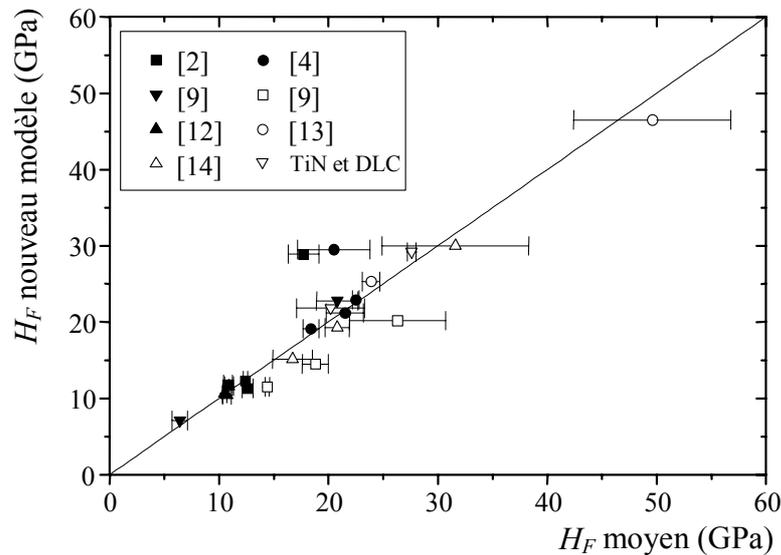
Le **Tableau IV-2** rassemble tous les résultats obtenus en utilisant les différents modèles. Le modèle de Jönsson et Hogmark [2] est appliquée avec la condition  $(H_F/H_S)$  supérieur ou inférieur à 5 pour le choix de la constante  $C$  respectivement pour  $C = 0,5$  et  $C = 1$ . La valeur de  $H_F$  pour les modèles de Jönsson, Chicot, Ichimura et le nouveau modèle sont données pour  $(t/d) = 1$ . Pour les modèles de Korsunsky et de Puchi, on considère la valeur unique prédite par le modèle. Le modèle de Bull n'est pas considéré ici à cause de sa similitude avec celui d'Ichimura et al. [8] lequel est plus facile à appliquer.

Pour valider le nouveau modèle, nous comparons ses prédictions pour chaque film à la valeur moyenne des prédictions des autres modèles utilisés. Si on examine l'erreur standard sur la moyenne, on observe que, pour certains modèles, les prédictions (en italique dans le **Tableau BIV-2**) diffèrent de la moyenne de plus d'un écart type. Pour cette raison, ces valeurs n'ont pas été considérées pour le calcul de la dureté moyenne.

N°	Film $E_F$ (GPa)	Jönsson	Chicot	Ichimura	Korsunsky	Puchi	$H_F$ (GPa) moyen	$H_F$ (GPa) modèle
1	280	10,4	11,3	12,7	10,6	11,1	<b>10,8 ± 0,4</b>	<b>11,8</b>
2	280	17,1	19,6	21,1	11,3	16,4	<b>17,7 ± 1,4</b>	<b>28,9</b>
3	280	13,3	12,5	12,8	5,6	11,9	<b>12,6 ± 0,5</b>	<b>11,3</b>
4	280	12,2	12,4	12,5	3,8	12,7	<b>12,4 ± 0,2</b>	<b>12,3</b>
(a)								
5	600	19,6	25,0	29,5	15,8	17,0	<b>20,5 ± 3,3</b>	<b>29,5</b>
6	600	19,7	21,1	23,7	28,9	48,7	<b>21,5 ± 1,7</b>	<b>21,2</b>
7	600	22,2	22,3	22,9	9,6	11,1	<b>22,5 ± 0,3</b>	<b>22,9</b>
8	600	18,8	18,9	18,8	17,2	24,3	<b>18,4 ± 0,7</b>	<b>19,1</b>
(b)								
9	120	5,5	7,0	6,8	5,1	7,3	<b>6,4 ± 0,7</b>	<b>7,1</b>
10	460	19,5	21,3	23,7	18,8	44,7	<b>20,8 ± 1,9</b>	<b>22,8</b>
(c)								
11	460	14,5	14,6	14,2	11,7	16,9	<b>14,4 ± 0,2</b>	<b>11,5</b>
12	460	18,9	18,3	17,3	20,7	37,3	<b>18,8 ± 1,2</b>	<b>14,5</b>
13	460	26,1	24,8	21,2	33,2	52,2	<b>26,3 ± 4,4</b>	<b>20,2</b>
(d)								
14	150	10,4	10,3	10,3	10,7	10,6	<b>10,5 ± 0,2</b>	<b>10,6</b>
15	150	10,8	10,4	10,8	11,1	11,6	<b>10,9 ± 0,4</b>	<b>11,6</b>
16	150	10,4	10,6	10,4	12,6	11,3	<b>10,7 ± 0,4</b>	<b>10,4</b>
(e)								
17	300	23,9	23,5	23,0	25,1	29,3	<b>23,9 ± 0,8</b>	<b>25,3</b>
18	255	57,3	39,9	39,0	51,5	68,8	<b>49,6 ± 7,2</b>	<b>46,5</b>
(f)								
19	600	15,5	15,4	16,3	19,8	31,3	<b>16,7 ± 1,8</b>	<b>15,1</b>
20	600	20,5	19,7	20,2	22,7	29,0	<b>20,8 ± 1,1</b>	<b>19,3</b>
21	600	27,8	27,3	28,1	43,3	65,0	<b>31,6 ± 6,7</b>	<b>30,0</b>
(g)								
22	600	22,6	21,3	22,0	13,4	16,9	<b>20,7 ± 2,2</b>	<b>21,8</b>
23	440	28,0	27,0	27,8	5,4	8,7	<b>27,6 ± 0,4</b>	<b>29,2</b>
(h)								

**Tableau BVI-2.** Résultats du calcul de  $H_F$  pour tous les modèles : (a) Jönsson et Hogmark [2], (b) Burnett et Rickerby [4], (c) Chicot et Lesage [6], (d) Puchi-Cabrera [9], (e) Ahn et Kwon [12], (f) Lesage et al. [13], (g) Puchi et al. [14], (h) nouveau modèle.

En observant le **Tableau BIV-2**, on confirme que la limite de 5 pour le rapport  $H_F/H_S$  pour le choix de la constante C du modèle Jönsson et Hogmark [2] est pertinente puisque les prédictions sont en bon accord avec la valeur moyenne de la dureté. C'est aussi le cas pour les prédictions du nouveau modèle, qui est aussi présenté sur la **Figure BIV-8**.



**Figure BIV-8.** Comparaison entre les prédictions du nouveau modèle et la moyenne de la prédiction des autres modèles.

### BIV-5. Conclusion

Nous avons montré qu'en partant d'une analogie avec les composites renforcés, il était possible de représenter les variations de dureté d'un couple film-substrat soumis à un processus d'indentation. Pour les charges élevées, le couple tend vers le comportement du substrat, aux charges plus faibles, il tend vers le comportement du film. Le nouveau modèle propose de combiner ces deux tendances à l'aide d'une relation similaire à celle de Meyer qui décrit la diagonale d'empreinte du matériau composite en fonction de la charge appliquée. Les prédictions pour la dureté du film calculées en utilisant ce nouveau modèle sont du même ordre de grandeur que celles données par les autres modèles proposés dans la littérature. Un autre intérêt du nouveau modèle est qu'il permet aussi une prédiction correcte lorsque le nombre de données disponible est petit, au contraire d'autres modèles qui ont besoin d'un paramètre d'ajustement pour estimer la dureté du film.

**Bibliographie du chapitre BIV**

- [1] Y. Sun, T. Bell, S. Zheng, *Thin Solid Films*, 258 (1995) 198.
- [2] B. Jönsson, S. Hogmark, "Hardness measurements of thin films". *Thin Solid Films*, 114 (1984) 257.
- [3] P.J. Burnett, D.S. Rickerby, "The mechanical properties of wear-resistant coatings: I: Modelling of hardness behaviour", *Thin Solid Films*, 148 (1987) 41.
- [4] P.J. Burnett, D.S. Rickerby, "The mechanical properties of wear-resistant coatings: II: Experimental studies and interpretation of hardness", *Thin Solid Films*, 148 (1987) 51.
- [5] S.J. Bull, D.S. Rickerby, "New developments in the modelling of the hardness and scratch adhesion of thin films", *Surface Coating and Technology*, 42 (1990) 149.
- [6] D. Chicot, J. Lesage, "Absolute hardness of films and coating", *Thin Solid Films*, 254 (1995) 123.
- [7] A.M. Korsunsky, M.R. McGurk, S.J. Bull, T.F. Page, "On the hardness of coated systems". *Surface coating Technology*, 99 (1998) 171.
- [8] H. Ichimura, F.M. Rodriguez, A. Rodrigo, "The composite and film hardness of TiN coating prepared by cathodic arc evaporation", *Surface Coating and Technology*, 127 (2000) 138.
- [9] E.S. Puchi-Cabrera, "A new model for the computation of the composite hardness of coated systems", *Surface coating Technology*, 160 (2002) 177.
- [10] W.D. Callister Jr., *Materials Science and Engineering, An introduction, Fifth Edition*, John Wiley & Sons, Inc. (1999) 523.
- [11] E. Meyer, *Phys. Z.* 9 (1908) 66.
- [12] J.H. Ahn, D. Kwon, "Micromechanical estimation of composite hardness using nanoindentation technique for thin-film coated system". *Materials Science and Engineering A285* (2000) 172.
- [13] J. Lesage, D. Chicot, A.M. Korsunsky, J. Tuck, D.G. Bhat, 14th Inter. Conference on Surface Modification Technologies, SMT 14, Paris (2000).
- [14] E.S. Puchi-Cabrera, J.A. Berrios, D.G. Teer, "On the computation of the absolute hardness of thin solid films". *Surface and Coatings Technology*, 157, Issues 2-3 (2002) 185.
- [15] J. Gong, Z. Zhao, Z. Guan, H. Miao, "Load-dependence of Knoop hardness of Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-TiC composites". *Journal of the European Ceramic Society*, 20, Issue 12 (2000) 1895.

- [16] K. Sangwal, B. Surowska, P. Blaziak, "Analysis of the indentation size effect in the microhardness measurement of some cobalt-based alloys". *Materials Chemistry and Physics*, 77 (2) (2002) 511.
- [17] J.G. Swadener, E.P. George, G.M. Pharr, "The Correlation of the Indentation Size Effect Measured with Indenters of Various Shape". *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 50 (2002) 681.
- [18] J.R. Tuck, A.M. Korsunsky, R.I. Davidson, S.J. Bull, D.M. Elliott, "Modelling of the hardness of elastroplated nickel coatings on copper substrates". *Surface and Coatings Technology*, 127 (2000) 1.
- [19] J. Musil, F. Kunc, H. Zeman, H. Polakova, "Relationships between hardness, Young's modulus and elastic recovery in hard nanocomposite coatings". *Surface and Coatings Technology*, 154, Issues 2-3 (2002) 304.
- [20] Y. Fu, X. Zhu, K. Xu, J. He, "Mechanical and tribological properties of ion-beam-enhanced-deposition TiN thin films". *Journal of Materials Processing Technology*, 83, Issues 1-3 (1998) 209.

## ***- CONCLUSION GENERALE -***

---

L'indentation des matériaux par les techniques traditionnelles de micro et de macro indentation sont utilisées depuis plus d'un siècle et l'on pourrait croire que tout a été dit sur ce sujet. Nous avons montré, dans ce document, qu'il n'en est rien et qu'il reste beaucoup à faire pour mieux comprendre les phénomènes mis en jeu pendant l'indentation des matériaux. Les domaines de caractérisation mécanique concernés par l'indentation sont en effet très nombreux et les méthodes mises en œuvre pas toujours bien maîtrisées. Ici, nous nous sommes attachés à évaluer les limites d'utilisation d'une part et les limites d'interprétation d'autre part pour trois propriétés très importantes des matériaux qui sont la dureté des matériaux massifs ou des films, la ténacité des matériaux fragiles et l'adhérence des revêtements.

Pour bien comprendre l'effet de l'indenteur, nous avons pris le parti de comparer deux indenteurs traditionnellement utilisés, l'indenteur Vickers et l'indenteur Knoop. En choisissant une grande variété de matériaux, de films et de revêtements, il a été possible de proposer des modèles mathématiques ou des modèles de comportement. On peut citer, par exemple, la séparation des effets de préparation de surface des effets réels de taille d'empreinte et la détermination de la dureté de films minces. Il a été possible aussi de préciser comment interpréter les modes de fissuration de matériaux fragiles sans faire d'hypothèse sur la forme des fissures générées sous la surface. Grâce à la comparaison des indentations Vickers et Knoop, on a pu proposer un modèle de calcul du module d'élasticité, un modèle pour la ténacité de matériaux fragiles sur la base d'une fissuration Knoop. Enfin, nous avons prouvé l'efficacité de l'indentation Knoop pour la détermination de l'adhérence de revêtements projetés thermiquement.

Pour autant, il reste encore beaucoup à faire ainsi que nous avons pu le mettre en évidence tout au long de ce travail, par exemple, pour déterminer les lois de comportement élasto-plastique, pour la modélisation du contact indenteur / matériau, pour l'étude des propagations de fissures dans ou à l'interface entre deux matériaux. Les années qui viennent, grâce à la mise sur le marché d'équipements d'indentation permettant d'évaluer le déplacement de l'indenteur pendant le chargement, et à l'augmentation des puissances de calcul numérique et le développement des méthodes inverses, verront sans doute plusieurs des réponses aux questions soulevées ici.

---

## RESUME en français

Les essais d'indentation pour la mesure de la dureté de matériaux massifs et de films minces, la détermination de la ténacité de matériaux fragiles et la caractérisation de l'adhérence de revêtements épais sur leurs substrats ont été étudiés dans ce travail en utilisant les indenteurs Vickers et Knoop. Il a été montré que l'écaillage du matériau par polissage masque en grande partie le phénomène d'effet de charge et que la présence d'un film d'huile entre l'indenteur et le matériau à tester conduit à une diminution significative de la dureté. Nous montrons aussi qu'à partir de la comparaison des nombres de dureté Vickers et Knoop, il est possible de remonter au module d'élasticité du matériau pour l'ensemble du domaine de dureté si une nouvelle expression est donnée à la dureté Knoop. Pour estimer la dureté d'un film mince, un nouveau modèle n'utilisant que les seules mesures expérimentales a été développé. Celui-ci présente l'avantage par rapport aux autres de ne pas nécessiter la connaissance de données élasto-plastiques ou l'introduction de paramètres d'ajustement. Lorsque le matériau se fissure par indentation, nous montrons qu'une étude systématique de la ténacité de type Palmqvist ou demi-disque en fonction d'un paramètre de fissuration adapté suffit pour calculer une valeur de ténacité. De plus, nous proposons une formule pour calculer la ténacité sous indentation Knoop. Lorsque l'essai d'indentation est réalisé à l'interface d'un revêtement et de son substrat, il est possible d'obtenir une valeur caractéristique de l'adhérence à partir de la fissuration qui se développe généralement dans le plan de l'interface. L'utilisation de cet essai d'indentation interfaciale développé au laboratoire avec un indenteur Vickers a été étendue ici avec succès à l'indentation Knoop.

---

## TITRE en anglais

### **THE INDENTATION VICKERS AND KNOOP OF MATERIALS SOLID OR RECOVERED : Hardness, tenacity and adhesion**

---

## RESUME en anglais

The indentation test for the measure of the hardness of solid materials and of thin films, the determination of the tenacity of fragile materials and the characterization of the adherence of thick coating on their substrata, have been studied in this work using the indenters Vickers and Knoop. It has been shown that the work hardening in the material for polishing, largely masks the phenomenon of load effect and that the presence of a film of oil between the indenter and the material to testing leads to a significant decrease of the hardness. We also show that starting from the comparison of the numbers of hardness Vickers and Knoop, is possible to obtain the module of elasticity of the material, for a group of values of hardness, whenever utilising the given expression of the hardness Knoop. To estimate the hardness of thin films, it has been developed a new model that uses only experimental measures. This presents the advantage of to not need the knowledge of the elastic-plastic properties or the introduction of adjustment parameters. When the material suffers fissures under indentation, we show that a systematic studies of the Palmqvist type tenacity or semi-disk in function of a crack parameter, is enough to calculate the tenacity value. Also, we propose one relationship to calculate the tenacity under Knoop indentation. When the indentation test is carried out in the interface coating - substrate, it is possible to obtain a characteristic value of the adherence starting from the fissures that are generally developed in the interface plane. The use of this interfacial indentation test developed in the laboratory with an indenter Vickers, it has been extended here with success for the indentation Knoop.

---

DISCIPLINE            Mécanique

---

MOTS-CLES            Dureté, Ténacité, Adhérence, Indentation, Films Minces, Fissuration, Comparaison Vickers et Knoop, Indentation interfaciale.