

UNIVERSITÉ DES SCIENCES ET TECHNOLOGIES DE LILLE
UNIVERSITÉ DE LILLE 1

ÉCOLE DOCTORALE SCIENCES POUR L'INGÉNIEUR

THÈSE

présentée pour l'obtention du grade de

DOCTEUR DE L'UNIVERSITÉ DE LILLE 1

DISCIPLINE : MÉCANIQUE

par

GUILLAUME MAROT

Ingénieur diplômé

de l'école des Hautes études industrielles

MODÉLISATION DE L'ESSAI D'INDENTATION INTERFACIALE ET CONFRONTATION AUX ESSAIS NORMALISÉS POUR LA DÉTERMINATION DE L'ADHÉRENCE DE REVÊTEMENTS OBTENUS PAR PROJECTION THERMIQUE

Thèse soutenue le 5 décembre 2007 devant le jury composé de :

Président :	Pr JEAN-PAUL BRICOUT	Professeur des universités	Université de Valenciennes
Rapporteurs :	Pr GHISLAIN MONTAVON	Professeur des universités	Université de Limoges
	Dr GÉRARD MAUVOISIN	Maître de conférences habilité	Université de Rennes 1
Examineur :	Dr STEPHAN SIEGMANN	<i>Group leader</i>	EMPA Thun
Directeur de thèse :	Pr JACKY LESAGE	Professeur des universités	Université de Lille 1
Co-encadrant :	Dr PHILIPPE DÉMARÉCAUX	Enseignant - chercheur	Hautes Études d'Ingénieur

REMERCIEMENTS

Cette thèse a été préparée conjointement au Laboratoire de mécanique de Lille, UMR CNRS 8107 ; au sein du Pôle de recherche en structures et matériaux de l'école des Hautes études d'ingénieur et à l'Empa Thun.

Je tiens à remercier chaleureusement le **Professeur Jacky Lesage**, vice-président de l'Université des sciences et technologies de Lille chargé des relations internationales, responsable de l'équipe Endommagement – surface au Laboratoire de mécanique de Lille, et le **Docteur Philippe Démarécaux**, enseignant-chercheur à l'école des Hautes études d'ingénieur, pour avoir respectivement dirigé ma thèse et m'avoir supervisé pendant ces trois années, pour leurs conseils et le temps passé à corriger ce document.

De la même manière, je remercie les collaborateurs étrangers partenaires de cette thèse, le **Docteur Stephan Siegmann**, *group leader* à l'Empa Thun, pour m'avoir accueilli dans son équipe à trois reprises, pour m'avoir servi de guide particulier à Bâle et dans le *Bernerobersland*, et surtout pour avoir participé à cette étude à travers différentes publications communes. Je remercie aussi l'**Ing. dipl. Mousab Hadad**, *project leader* à l'Empa Thun, pour m'avoir accompagné et guidé au cours de mes différents séjours à l'Empa et en particulier en avril – juin 2004 pour m'avoir initié à la recherche !

Je suis reconnaissant envers le **Professeur Ghislain Montavon** de l'Université de Limoges et le **Docteur Gérard Mauvoisin**, maître de conférences habilité à diriger la recherche, de l'Université de Rennes 1, qui ont accepté de juger ce travail en étant rapporteurs.

Je remercie le **Professeur Jean-Paul Bricout** de l'Université de Valenciennes et le **Docteur Stephan Siegmann** qui ont accepté d'examiner ce travail.

Je remercie l'**association des Hautes études d'ingénieur**, et son président **Monsieur Eric Guyot**, pour le financement de mon allocation de recherche au cours des ces trois ans. Je remercie l'**Empa**, et son C.E.O le **Professeur Louis Schlapbach**, ainsi que l'entreprise **Stellba** pour le financement et la réalisation des échantillons. Je remercie également le **ministère des Affaires étrangères** et l'**association Egide** qui ont financé le Programme d'Actions Intégrées franco-suisse « Germaine-de-Staël » et le Programme de Coopération Post-gradué franco-vénézuélien qui m'ont permis d'entretenir des collaborations internationales essentielles pour ce travail.

Je remercie **Messieurs Jean-Marc Idoux**, directeur général ; **Michel Vittu**, directeur du développement ; le **Docteur Benoît Robyns**, directeur de la recherche ; **Messieurs Fabien Porée**, directeur des études ; **Jean-Michel Mairie**, responsable du département Conception mécanique ; **Raoul Motte Moitroux**, responsable de la formation ingénieur, et le **Docteur Jean-Marie Nianga**, responsable du Pôle de Recherche Structures et Matériaux à l'école des Hautes études d'ingénieur, qui ont mis à ma disposition les moyens matériels pour réaliser cette thèse dans de bonnes conditions.

Je remercie le **Professeur Lukas Rohr**, chef de la section Technologie des matériaux de l'Empa, qui m'a accueilli à trois reprises dans son laboratoire dans des conditions toujours aussi agréables et stimulantes.

Je remercie amicalement **Bernhard von Gunten**, technicien à l'Empa Thun, qui a réalisé la projection des échantillons et conçu et réalisé des portes-échantillons extraordinaires.

Je remercie **Patrice Seingier**, technicien à l'école des Hautes études d'ingénieur, ainsi que **Anton Böll**, **Hans-Peter Feuz**, **Hans-Beat Mosimann**, et **Christian Schwendimann**, techniciens à l'Empa Thun ; qui ont contribué par leurs travaux ou leurs aides à la réalisation des échantillons et aux manipulations.

Je remercie mes collègues de l'Institut universitaire de technologie, le **Professeur Didier Chicot** et les **Docteurs David Mercier et Arnaud Tricoteaux**, pour leur aide sur certains points de ce travail et pour les très bons moments passés à la fois dans le bureau ou à l'extérieur, en voyage à l'étranger ou au cours des soirées amicales qui ont jalonné cette thèse.

Je remercie les élèves de l'école des Hautes études d'ingénieur **Pierre Cerveau**, **Guillaume Lempereur**, **Aliénor Malapel**, **Antoine Marin**, **Charlotte Platteau**, **Guillaume Rondeau** et **Nicolas Sauron** qui ont participé à l'étude numérique de l'essai d'indentation interfaciale au cours de leurs projets de fin d'études.

Je remercie mes collègues de l'école des Hautes études d'ingénieur ; **Vincent**, **Mickael**, **Hélène**, **Stéphane**, **Abderrahim**, **Aymeric**, **Driss**, **Laurent**, **Thomas**, **Adil**, **Mokhtar**, **Dominique**, **Jean-Pierre**, **Antoine**, **Sylvie**, et à travers eux tout le personnel enseignant, administratif et technique de l'école des Hautes études d'ingénieur et des classes préparatoires Saint-Pierre.

Enfin, je remercie **mes parents**, **ma famille** et **mes amis**, qui m'ont soutenu au cours de ces trois années.

SOMMAIRE

REMERCIEMENTS	1
SOMMAIRE	3
LISTE DES FIGURES	7
LISTE DES TABLEAUX	9
INTRODUCTION	11
REVUE BIBLIOGRAPHIQUE	13
CHAPITRE 1 LA PROJECTION THERMIQUE	15
1 GÉNÉRALITÉS	15
1.1 <i>Les prémices de la projection thermique</i>	15
1.2 <i>Principe général</i>	15
1.3 <i>Les différentes méthodes de projection</i>	16
1.4 <i>Les applications actuelles</i>	17
2 LA PROJECTION PLASMA	17
2.1 <i>Le plasma</i>	17
2.2 <i>Le principe de la projection plasma</i>	17
2.3 <i>Les différents procédés de projection plasma</i>	18
2.4 <i>Quelques propriétés mécaniques des revêtements obtenus par projection plasma</i>	19
3 LA PROJECTION HVOF	19
3.1 <i>Le principe de la projection HVOF</i>	19
3.2 <i>Les principales caractéristiques mécaniques des revêtements obtenus par projection HVOF</i>	19
4 CONCLUSION	20
CHAPITRE 2 L'ADHÉRENCE DES REVÊTEMENTS ET LES MÉTHODES D'ESSAIS	21
1 L'ADHÉRENCE DES REVÊTEMENTS	21
1.1 <i>Définition de l'adhérence</i>	21
1.2 <i>Les enjeux de la mesure de l'adhérence</i>	21
1.3 <i>Comment déterminer l'adhérence ?</i>	22
2 UN GRAND NOMBRE D'ESSAIS	22
3 L'ESSAI NORMALISÉ DE TRACTION	23
4 LES ESSAIS DE CISAILLEMENT	25
4.1 <i>Les essais de cisaillement avec collage</i>	25
4.2 <i>L'essai de cisaillement sans utilisation de colle</i>	26
4.3 <i>L'essai de cisaillement par traction</i>	27
5 LES ESSAIS D'INDENTATION	28
5.1 <i>Les essais permettant de déterminer la dureté</i>	28
5.2 <i>Généralités sur les essais permettant de déterminer l'adhérence des revêtements épais</i>	29
5.3 <i>L'essai d'indentation interfaciale</i>	30
5.4 <i>Les essais d'indentation perpendiculaire au plan d'interface</i>	34
5.5 <i>Les essais d'indentation sur une section de l'échantillon</i>	34
6 LES AUTRES ESSAIS	35
6.1 <i>Les essais de ténacité</i>	36
6.2 <i>Les essais de flexion</i>	36
6.3 <i>Essai d'adhérence par choc laser</i>	37

6.4	<i>Essais non-destructifs</i>	37
7	TABLEAU RÉCAPITULATIF.....	38
8	CONCLUSION.....	38
CHAPITRE 3 LES CONTRAINTES RÉSIDUELLES DANS LES REVÊTEMENTS		39
1	GÉNÉRALITÉS.....	39
1.1	<i>Définition</i>	39
1.2	<i>Leurs origines</i>	39
2	LA DÉTERMINATION DES CONTRAINTES RÉSIDUELLES.....	40
2.1	<i>Les enjeux de la mesure des contraintes résiduelles</i>	40
2.2	<i>Les techniques de mesures</i>	40
3	ÉTAT DE CONTRAINTES RÉSIDUELLES DANS LES REVÊTEMENTS ET LEUR EFFET.....	42
3.1	<i>État de contraintes résiduelles</i>	42
3.2	<i>Effet du recuit sur les contraintes résiduelles</i>	44
3.3	<i>Effet des contraintes résiduelles</i>	44
4	CONCLUSION.....	44
MÉTHODES EXPÉRIMENTALES ET RÉSULTATS.....		45
CHAPITRE 4 MATÉRIAUX ET PROPRIÉTÉS.....		47
1	RÉALISATIONS DES ÉCHANTILLONS.....	47
1.1	<i>Substrat</i>	47
1.2	<i>Revêtements</i>	47
1.3	<i>Nomenclature générale</i>	48
2	CONTRÔLE DE LA RUGOSITÉ DES SUBSTRATS ET DE L'ÉPAISSEUR DES REVÊTEMENTS.....	50
2.1	<i>Les paramètres de rugosité</i>	50
2.2	<i>Contrôle de la rugosité du substrat</i>	50
2.3	<i>Contrôle de l'épaisseur des revêtements</i>	52
3	CARACTÉRISATION DES PROPRIÉTÉS PHYSIQUES DES MATÉRIAUX.....	53
3.1	<i>Généralités</i>	53
3.2	<i>Méthode d'Oliver et Pharr</i>	55
3.3	<i>Détermination du module d'élasticité</i>	55
3.4	<i>Expérimentation</i>	57
3.5	<i>Résultats</i>	58
4	COUPES MÉTALLOGRAPHIQUES DES REVÊTEMENTS.....	59
5	CONCLUSION.....	61
CHAPITRE 5 MÉTHODES DE DÉTERMINATION DE D'ADHÉRENCE.....		63
1	DÉTERMINATION DE LA TÉNACITÉ D'INTERFACE PAR ESSAIS D'INDENTATION INTERFACIALE.....	63
1.1	<i>Protocole de mesure défini au laboratoire</i>	63
1.2	<i>Résultats obtenus</i>	63
2	MESURES D'ADHÉRENCE PAR ESSAIS DE TRACTION.....	65
2.1	<i>Procédure expérimentale</i>	65
2.2	<i>Comportements observés</i>	66
2.3	<i>Évaluation de l'adhérence du revêtement dans le cas de rupture mixte</i>	66
2.4	<i>Tableau de synthèse</i>	68
2.5	<i>Graphiques de présentation des résultats</i>	69
3	MESURES D'ADHÉRENCE PAR ESSAI DE CISAILLEMENT.....	70
3.1	<i>Procédure expérimentale</i>	70
3.2	<i>Comportements observés</i>	71
3.3	<i>Présentation des résultats</i>	71
4	DISCUSSION.....	75
4.1	<i>L'essai d'indentation interfaciale</i>	75
4.2	<i>L'essai de traction EN 582</i>	75
4.3	<i>L'essai de cisaillement EN 15340</i>	75
4.4	<i>Comparaison des trois essais de détermination de l'adhérence</i>	75
4.5	<i>Comparaison des résultats obtenus par les trois essais</i>	77
4.6	<i>Effet de la rugosité du substrat</i>	77

4.7	<i>L'effet de l'épaisseur du revêtement</i>	78
5	CONCLUSION	78
CHAPITRE 6	ESTIMATION DES CONTRAINTES RÉSIDUELLES	79
1	MÉTHODE UTILISANT LES RÉSULTATS D'INDENTATION INTERFACIALE	79
1.1	<i>Modèle analytique</i>	79
1.2	<i>Résultats</i>	80
1.3	<i>Interprétation des résultats</i>	81
2	MÉTHODE DU RAYON DE COURBURE	81
2.1	<i>Principe</i>	81
2.2	<i>Modélisations</i>	81
2.3	<i>Procédure expérimentale</i>	83
2.4	<i>Traitement des résultats</i>	83
2.5	<i>Résultats</i>	84
3	INTERPRÉTATION DES RÉSULTATS	85
3.1	<i>Effet de la température du substrat lors de la projection</i>	85
3.2	<i>Critique des essais</i>	86
3.3	<i>Exploitation des résultats expérimentaux</i>	87
4	CONCLUSION	88
	MODÉLISATION NUMÉRIQUE DE L'ESSAI D'INDENTATION INTERFACIALE	89
CHAPITRE 7	MODÉLISATION NUMÉRIQUE	91
1	NOTION DE MÉCANIQUE DE LA RUPTURE	91
1.1	<i>Analyse élastique [69]</i>	91
1.2	<i>Mécanique de la rupture interfaciale</i>	94
2	MOTIVATIONS DE LA MODÉLISATION NUMÉRIQUE	96
3	EXPÉRIENCES PRÉLIMINAIRES	96
3.1	<i>Théorie</i>	96
3.2	<i>Application</i>	97
3.3	<i>Résultats</i>	97
4	MODÉLISATION	99
4.1	<i>Échantillon</i>	99
4.2	<i>Indenteur</i>	100
4.3	<i>Interface et assemblage</i>	100
4.4	<i>Conditions aux limites</i>	101
5	CALCUL DES FACTEURS D'INTENSITÉ DE CONTRAINTES	102
6	SIMULATIONS EFFECTUÉES	103
6.1	<i>Simulation avec une seule charge</i>	103
6.2	<i>Simulations avec variation de la charge</i>	105
6.3	<i>Simulations avec variation des contraintes résiduelles</i>	106
7	DISCUSSION	107
7.1	<i>Facteurs d'intensité de contraintes</i>	107
7.2	<i>Influence des contraintes résiduelles sur les résultats numériques</i>	107
7.3	<i>Pente des droites de fissuration</i>	108
8	CONCLUSION	110
	CONCLUSION	111
	RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES	113
	CURRICULUM VITAE	118
	PUBLICATIONS RÉALISÉES AU COURS DE LA THÈSE	119
	ANNEXE	121

LISTE DES FIGURES

FIGURE 1-1 : PRINCIPE FONDAMENTAL DE LA PROJECTION THERMIQUE [1]	15
FIGURE 1-2 : SCHÉMA DE COUPE D'UN DÉPÔT [1].....	16
FIGURE 1-3 : SCHÉMA DE PRINCIPE D'UNE TORCHE À PLASMA D'APRÈS [2].....	18
FIGURE 1-4 : SCHÉMA D'UN PISLOLET HVOF D'APRÈS [4].....	19
FIGURE 2-1 : REPRÉSENTATION SYMBOLIQUE DES ESSAIS D'ADHÉRENCE	22
FIGURE 2-2 : ASSEMBLAGE D'UNÉ ÉPROUVETTE POUR L'ESSAI DE TRACTION SELON LA NORME EN 582 [11]	24
FIGURE 2-3 : REVÊTEMENT D'ALUMINE (Al_2O_3) PURE APRÈS UN ESSAI DE TRACTION [12].....	24
FIGURE 2-4 : SCHÉMAS DE DEUX ESSAIS DE CISAILLEMENT. A) STANDARD. B) CORRIGÉ	25
FIGURE 2-5 : SCHÉMA DE L'ESSAI DE CISAILLEMENT SANS COLLE.....	26
FIGURE 2-6 : L'ESSAI DE CISAILLEMENT PAR TRACTION [17].....	27
FIGURE 2-7 : EXEMPLE DE COMPORTEMENT AU COURS DE L'ESSAI DE CISAILLEMENT PAR TRACTION	27
FIGURE 2-8 : INDENTEUR VICKERS [18].....	28
FIGURE 2-9 : INDENTEUR KNOOP [18]	29
FIGURE 2-10 : LES ESSAIS D'INDENTATION SUR UN ÉCHANTILLON REVÊTU.....	30
FIGURE 2-11 : REPRÉSENTATION SCHÉMATIQUE DE L'ESSAI D'INDENTATION INTERFACIALE [23].....	30
FIGURE 2-12 : REPRÉSENTATION SCHÉMATIQUE DES RÉSULTATS	32
FIGURE 2-13 : REPRÉSENTATION DE L'EMPREINTE ET DE LA ZONE PLASTIQUE À L'INTERFACE (D'APRÈS [23]).....	33
FIGURE 2-14 : MODÉLISATION NUMÉRIQUE DE L'ESSAI D'INDENTATION INTERFACIALE [29]	34
FIGURE 2-15 : SCHÉMA DE L'ESSAI D'INDENTATION DANS LE SUBSTRAT [32].....	35
FIGURE 2-16 : COURBE DE LA FORCE NORMALE EN FONCTION DU TEMPS [32].....	35
FIGURE 2-17 : ÉPROUVETTE CT MODIFIÉE POUR L'ESSAI DE TÉNACITÉ D'APRÈS [33]	36
FIGURE 2-18 : ÉPROUVETTE D'ESSAI DE FLEXION QUATRE POINTS [34].....	36
FIGURE 2-19 : ÉPROUVETTE DE FLEXION TROIS POINTS [35].....	37
FIGURE 2-20 : PRINCIPE DE L'ESSAI D'ADHÉRENCE PAR CHOC [38].....	37
FIGURE 3-1 : REPRÉSENTATION DE L'ORIENTATION DES AXES PRINCIPAUX DES CONTRAINTES	42
FIGURE 3-2 : REPRÉSENTATION DES CONTRAINTES RÉSIDUELLES AVEC VARIATION DES TECHNIQUES DE PROJECTION [49]	43
FIGURE 3-3 : ÉVOLUTION DES CONTRAINTES RÉSIDUELLES AVEC VARIATION DE LA TEMPÉRATURE DE PROJECTION [49].....	43
FIGURE 4-1 : PROFIL DÉFINISSANT UNE SURFACE SUR UNE LONGUEUR DE BASE L	50
FIGURE 4-2 : DÉTERMINATION DE LA RUGOSITÉ PAR TRAITEMENT D'IMAGE (EN HAUT : MICROGRAPHIE DE L'INTERFACE DE L'ÉCHANTILLON 1 M ; EN BAS : MODÉLISATION DE L'INTERFACE)	52
FIGURE 4-3 : COUPE MÉTALLOGRAPHIQUE DE L'ÉCHANTILLON C AL-150-4 (25M), ACIER (BLANC) REFROIDI REVÊTU DE $Al_2O_3-TiO_2$ (GRIS).	53
FIGURE 4-4 : MODÈLE D'UNE COURBE CHARGE – DÉPLACEMENT OBTENUE SUR UN ACIER COURANT	54
FIGURE 4-5 : REPRÉSENTATION SCHÉMATIQUE DU CONTACT INDENTEUR – ÉCHANTILLON.....	55
FIGURE 4-6 : ÉVOLUTION DE dH/dF EN FONCTION DE $1/Hc$	56
FIGURE 4-7 : GRAPHIQUE PERMETTANT LA DÉTERMINATION DE LA COMPLIANCE C_f	58
FIGURE 4-8 : COUPE MÉTALLOGRAPHIQUE D'UN ÉCHANTILLON REVÊTU DE NiCr (ECH 12).....	59
FIGURE 4-9 : COUPE MÉTALLOGRAPHIQUE D'UN ÉCHANTILLON REVÊTU DE WC-Co-Cr (ECH 13).....	60
FIGURE 4-10 : COUPE MÉTALLOGRAPHIQUE D'UN ÉCHANTILLON REVÊTU D' $Al_2O_3-TiO_2$ (ECH 27)	60
FIGURE 5-1 : ESSAI D'INDENTATION INTERFACIALE ($F=20$ KGF) SUR UN ÉCHANTILLON REVÊTU DE NiCr (ECH. 3).....	63
FIGURE 5-2 : RÉSULTATS DES ESSAIS D'INDENTATION INTERFACIALE POUR LES ÉCHANTILLONS NiCr.....	64
FIGURE 5-3 : EMPREINTE ET FISSURES PROVOQUÉES PAR UNE INDENTATION INTERFACIALE AVEC UNE CHARGE DE 10 KGF POUR UN ÉCHANTILLON D' $Al_2O_3-TiO_2$	65
FIGURE 5-4 : ÉCHANTILLON DE TRACTION PRÉSENTANT UNE RUPTURE MIXTE (ÉCHANTILLON 11 B).....	66

FIGURE 5-5 : RÉSULTATS DES MESURES DE RÉSISTANCE À LA TRACTION DES REVÊTEMENTS NiCr	69
FIGURE 5-6 : RÉSULTATS DES MESURES DE RÉSISTANCE À LA TRACTION DES REVÊTEMENTS WC-Co-Cr	69
FIGURE 5-7 : RÉSULTATS DES MESURES DE RÉSISTANCE À LA TRACTION DES REVÊTEMENTS $Al_2O_3-TiO_2$	70
FIGURE 5-8 : ENREGISTREMENT LORS D'UN ESSAI DE CISAILLEMENT (ÉCHANTILLON 12 E).....	71
FIGURE 5-9 : ÉVOLUTION DE LA FORCE MAXIMALE EN FONCTION DE LA DISTANCE DE CISAILLEMENT	74
FIGURE 5-10 : RÉSULTATS DES TROIS ESSAIS POUR LES ÉCHANTILLONS D'ACIER S 235 REVÊTU DE NiCr (VPS) ..	77
FIGURE 5-11 : EFFET DE L'ÉPAISSEUR SUR L'ADHÉRENCE.....	78
FIGURE 6-1 : REPRÉSENTATION DES TÉNACITÉS D'INTERFACE EN FONCTION DE L'ÉPAISSEUR	80
FIGURE 6-2 : ÉVOLUTION DES CONTRAINTES RÉSIDUELLES DÉTERMINÉES À PARTIR DES RÉSULTATS D'INDENTATION INTERFACIALE EN FONCTION DE L'ÉPAISSEUR.....	81
FIGURE 6-3 : DÉFINITION DU PARAMÈTRE DE COURBURE.....	82
FIGURE 6-4 : ÉVOLUTION DES CONTRAINTES POUR LES ÉCHANTILLONS NiCr	85
FIGURE 6-5 : ÉVOLUTION DES CONTRAINTES POUR LES ÉCHANTILLONS WC-Co-Cr	85
FIGURE 6-6 : ÉVOLUTION DES CONTRAINTES POUR LES ÉCHANTILLONS $Al_2O_3-TiO_2$	85
FIGURE 6-7 : REPRÉSENTATION SCHÉMATIQUE DE L'ÉVOLUTION DES CONTRAINTES DANS UN ÉCHANTILLON REVÊTU.....	87
FIGURE 6-8 : ÉVOLUTION DES CONTRAINTES RÉSIDUELLES EN FONCTION DE L'ÉPAISSEUR DU REVÊTEMENT.....	87
FIGURE 6-9 : ÉVOLUTION DES CONTRAINTES RÉSIDUELLES EN FONCTION DE LA TÉNACITÉ D'INTERFACE	88
FIGURE 7-1 : MODES DE SOLlicitATION D'UNE FISSURE.....	91
FIGURE 7-2 : AXES ET COORDONNÉES AU VOISINAGE DE L'EXTRÉMITÉ D'UNE FISSURE SOLlicitÉE EN MODE I.....	92
FIGURE 7-3 : FORMATION D'UNE FISSURE DE TYPE SEMI-CIRCULAIRE [70].....	94
FIGURE 7-4 : FISSURE INTERFACIALE ENTRE DEUX MATÉRIAUX [29]	94
FIGURE 7-5 : LOI DE COMPORTEMENT CALCULÉE DU REVÊTEMENT	98
FIGURE 7-6 : LOI DE COMPORTEMENT CALCULÉE DU SUBSTRAT	99
FIGURE 7-7 : INTERACTION DE SURFACE "CONTACT DUR"	101
FIGURE 7-8 : ÉCHANTILLON NUMÉRIQUE	101
FIGURE 7-9 : CONDITIONS AUX LIMITES	102
FIGURE 7-10 : ORIENTATION DU REPÈRE LOCAL SUR LE FRONT DE FISSURE	102
FIGURE 7-11 : REPÉRAGE DES NOEUDS LE LONG DU FRONT DE FISSURE	103
FIGURE 7-12 : ÉVOLUTION DES FACTEURS D'INTENSITÉ DE CONTRAINTES LE LONG DU FRONT DE FISSURE	104
FIGURE 7-13 : RÉSULTATS GRAPHIQUES DE LA SIMULATION AVEC VARIATION DE LA CHARGE	105
FIGURE 7-14 : MODÉLISATION DES CONTRAINTES RÉSIDUELLES	106
FIGURE 7-15 : DISTRIBUTION DES FACTEURS D'INTENSITÉ DES CONTRAINTES SUR LE FRONT DE FISSURE À L'INTERFACE DE DEUX MATÉRIAUX DIFFÉRENTS [29].....	107
FIGURE 7-16 : EFFET DES CONTRAINTES RÉSIDUELLES SUR LE PROCESSUS DE FISSURATION	108
FIGURE 7-17 : LONGUEURS DES FISSURES INTERFACIALE POUR LES ÉCHANTILLONS DE FONTE Ft 25 ET FGS 700-2 REVÊTUS DE Cr_3C_2-NiCr (D'APRÈS [78] À PARTIR DES MESURES DE [8]).....	110

LISTE DES TABLEAUX

TABLEAU 1-1 : EXEMPLES D'APPLICATIONS DE LA PROJECTION THERMIQUE	17
TABLEAU 2-1 : PRINCIPAUX ESSAIS D'ADHÉRENCE	38
TABLEAU 3-1 : INVENTAIRE NON-EXHAUSTIF DES TECHNIQUES DE DÉTERMINATION DES CONTRAINTES RÉSIDUELLES D'APRÈS [47]	41
TABLEAU 4-1 : PARAMÈTRES DE PROJECTION DES REVÊTEMENTS	47
TABLEAU 4-2 : NOMENCLATURE	49
TABLEAU 4-3 : MESURE DE LE RUGOSITÉ DES SUBSTRATS AVANT LA PROJECTION	51
TABLEAU 4-4 : MESURE DES ÉPAISSEURS DES REVÊTEMENTS	53
TABLEAU 4-5 : VALEURS DE β	57
TABLEAU 4-6 : PROPRIÉTÉS MÉCANIQUES DES MATÉRIAUX	59
TABLEAU 4-7 : TAUX DE POROSITÉ DES ÉCHANTILLONS REVÊTUS D' $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiO}_2$	61
TABLEAU 5-1 : RÉSULTATS DES ESSAIS D'INDENTATION INTERFACIALE POUR LES ÉCHANTILLONS NiCr	64
TABLEAU 5-2 : ÉVALUATION DE L'ADHÉRENCE POUR LES RUPTURES MIXTES	67
TABLEAU 5-3 : RÉSULTATS DES ESSAIS DE TRACTION	68
TABLEAU 5-4 : RÉSULTATS DES ESSAIS DE CISAILLEMENTS POUR LES ÉCHANTILLONS NiCr ET WC-Co-Cr	72
TABLEAU 5-5 : RÉSULTATS DES ESSAIS DE CISAILLEMENTS POUR LES REVÊTEMENTS CÉRAMIQUES	73
TABLEAU 5-6 : RÉSULTATS DES ESSAIS DE CISAILLEMENT POUR LES ÉCHANTILLONS $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiO}_2$	74
TABLEAU 5-7 : COMPARAISON TECHNIQUE DES ESSAIS	76
TABLEAU 5-8 : COMPARAISON DES RÉSULTATS DES TROIS ESSAIS D'ADHÉRENCE	77
TABLEAU 6-1 : RÉSULTAT DE L'ESTIMATION DES CONTRAINTES RÉSIDUELLES PAR INDENTATION INTERFACIALE ..	80
TABLEAU 6-2 : RÉSULTAT DES ESSAIS DE COURBURE	84
TABLEAU 7-1 : PARAMÈTRES D'INDENTATION	97
TABLEAU 7-2 : PROPRIÉTÉS PLASTIQUES DU REVÊTEMENT	98
TABLEAU 7-3 : PROPRIÉTÉS PLASTIQUES DU SUBSTRAT	99
TABLEAU 7-4 : PROPRIÉTÉS GÉOMÉTRIQUES ET MÉCANIQUES ET MAILLAGE DE L'ÉCHANTILLON	100
TABLEAU 7-5 : RÉSULTATS DE LA SIMULATION POUR CHARGE DE 10 KG	103
TABLEAU 7-6 : FACTEURS D'INTENSITÉ DE CONTRAINTES POUR LA PREMIÈRE SIMULATION	104
TABLEAU 7-7 : RÉSULTATS DE LA SIMULATION AVEC VARIATION DE LA CHARGE	105
TABLEAU 7-8 : RÉSULTATS DE LA SIMULATION AVEC VARIATION DES CONTRAINTES RÉSIDUELLES	106
TABLEAU 7-9 : CALCUL DES CONTRAINTES D'APRÈS L'ÉQUATION (7-25)	109

INTRODUCTION

Les revêtements obtenus par projection thermique sont largement employés pour modifier les propriétés physiques, chimiques et mécaniques des surfaces des pièces industrielles. Les sollicitations supportées par les revêtements peuvent être mécaniques, thermiques, chimiques ou une combinaison de celles-ci. Outre leurs propriétés intrinsèques, les propriétés d'application des revêtements reposent aussi sur celles de leur substrat et, bien entendu, tout au long de leur vie, de leur adhérence à celui-ci. Lorsque le niveau des actions mécaniques supportées est faible, l'adhérence n'est pas le facteur le plus important. Mais il devient essentiel lorsque l'intensité des efforts augmente. C'est pourquoi l'adhérence est devenue depuis une trentaine d'années une problématique majeure dans le développement des revêtements obtenus par projection thermique. Deux aspects sont ici à considérer. D'une part il est nécessaire d'apprécier l'adhérence des revêtements au moyen d'un essai approprié pour contrôler son aptitude au service. D'autre part, il est nécessaire de comprendre les mécanismes responsables de l'adhérence afin de rechercher plus efficacement les améliorations et les modes d'élaboration les plus à même de conférer au couple substrat - revêtement les meilleures propriétés d'usage.

Les méthodes cherchant à évaluer l'adhérence des revêtements sont très nombreuses. On ne recense pas moins d'une centaine d'essais différents parmi lesquels l'essai normalisé de traction (EN 582), des essais de cisaillement, de flexion ou encore des essais de ténacité sur éprouvette de mécanique de la rupture... Le nombre de ces essais illustre bien la difficulté d'estimer l'adhérence de revêtements qui, par sa nature, ne peut être une propriété intrinsèque et ne peut donc être mesurée directement à l'aide d'un simple essai.

De plus, la plupart d'entre eux mettent en jeu des chargements mécaniques assez éloignés du mode de sollicitation supportée en service et se révèlent souvent peu fiables et peu reproductibles. D'autre part, ces essais ne fournissent pas de renseignements sur le mécanisme d'adhésion lui-même.

Parmi les équipements de caractérisation les plus répandus, les machines de dureté micro et macroscopiques figurent en très bonne place aussi bien dans les laboratoires de contrôle industriel que dans les laboratoires de recherche. C'est pourquoi, tout naturellement, il a été recherché des méthodes d'estimation de l'adhérence basées sur des essais d'indentation.

Parmi ceux-ci, l'indentation interfaciale, développée à la fin des années 80, présente l'avantage d'être simple à réaliser. Conçue pour amorcer puis propager une fissure à l'interface entre le revêtement et son substrat, elle se prête à la modélisation par une énergie ou une ténacité d'interface mieux capable

de représenter les propriétés d'adhérence des matériaux que la résistance à la traction déduite de l'essai de traction standard.

Depuis une quinzaine d'année, l'équipe Endommagement / Surface du Laboratoire de mécanique de Lille cherche donner à cet essai les fondements théoriques et une expression analytique pour l'adhérence permettant de prendre en compte, non seulement les propriétés du revêtement et du substrat, mais aussi les contraintes résiduelles qui subsistent dans les matériaux après la projection thermique.

L'analyse de la fissuration interfaciale par simulation numérique, amorcée par Liu Guo dans le cadre d'une thèse récente soutenue au Laboratoire, a déjà montré la pertinence de l'hypothèse de prévalence du mode I d'ouverture dans l'expression analytique de la ténacité interfaciale prise comme critère d'adhérence.

Poursuivre cette analyse en montrant l'effet de la rugosité du substrat, de l'épaisseur du revêtement et des contraintes résiduelles fait l'objet du présent travail que nous allons présenter de la manière suivante :

Dans une première partie, après une courte introduction à la technique de la projection thermique (Chapitre 1), seront passés en revue quelques uns des essais de mesure de l'adhérence des revêtements parmi les plus représentatifs (Chapitre 2). Les origines des contraintes résiduelles dans les revêtements épais obtenus par projection thermique et la conséquence de leur présence sur les propriétés d'adhérence seront exposées au Chapitre 3.

La seconde partie du document présente les résultats expérimentaux obtenus pour différents échantillons revêtus par des matériaux métalliques (NiCr), céramiques ($Al_2O_3-TiO_2$) et cermets (WC-Co-Cr). Les paramètres de projection et les propriétés d'usages sont reportés dans le Chapitre 4. Les protocoles de mesures et les résultats des essais d'adhérence (Chapitre 5) et de contraintes résiduelles (Chapitre 6) sont ensuite détaillés.

La modélisation numérique de l'essai d'indentation interfaciale est abordée dans la troisième partie du document après un rappel des notions de base de mécanique de la rupture. Après une présentation des hypothèses retenues pour la modélisation réalisée avec le logiciel Abaqus, les résultats des simulations numériques sont reportées au Chapitre 7.

Les résultats obtenus sont discutés à l'issue de chaque chapitre. L'ensemble des chapitres de ce document sera suivi d'une conclusion générale.

PREMIÈRE PARTIE

REVUE BIBLIOGRAPHIQUE

La projection thermique est une technique centenaire qui se répand de plus en plus dans les industries avec des niveaux d'exigences de plus en plus sévères. Il est donc nécessaire de maîtriser la qualité des revêtements tant au point de vue métallurgique qu'au point de vue de ses propriétés d'adhérence sur le substrat. Depuis une trentaine d'année, de nombreuses équipes de recherche ont mis au point un certain nombre de techniques de projection visant à améliorer l'adhérence de revêtement tout en développant des essais permettant de déterminer qualitativement ou quantitativement l'adhérence des revêtements.

Après avoir présenté la projection thermique, les principales familles d'essais publiées à ce jour seront passées en revue avec une attention particulière pour l'essai d'indentation interfaciale. Enfin, nous détaillerons l'effet des contraintes résiduelles sur l'adhérence des revêtements.

Chapitre 1 LA PROJECTION THERMIQUE

1 GÉNÉRALITÉS

1.1 Les prémices de la projection thermique

C'est en observant le dépôt provoqué par l'impact d'une balle de plomb contre un mur en ciment que Schoop, un ingénieur zurichois, eut l'idée en 1909 de projeter du plomb fondu avec un vaporisateur puis du plomb sous forme de poudre à travers une flamme [1]. La projection thermique était née et a rapidement été mise en application. Les premières applications industrielles sont apparues au début de la Première Guerre mondiale pour revêtir la face arrière des obus avec de l'étain. L'industrie mécanique commence à utiliser cette technique après la Seconde Guerre mondiale pour la rénovation de pièces usagées.

1.2 Principe général

La projection thermique est un procédé qui consiste à projeter un matériau, fondu ou ramolli par une source de chaleur, sur une surface à revêtir sur laquelle il se solidifie après écrasement. Le matériau d'apport peut être, à l'état initial, sous forme de poudre, de fil ou de baguette. Le principe fondamental de la projection thermique est présenté Figure 1-1. Un gaz vecteur permet la pulvérisation de la matière, et le transport des gouttelettes ainsi formées jusqu'à la surface à revêtir.

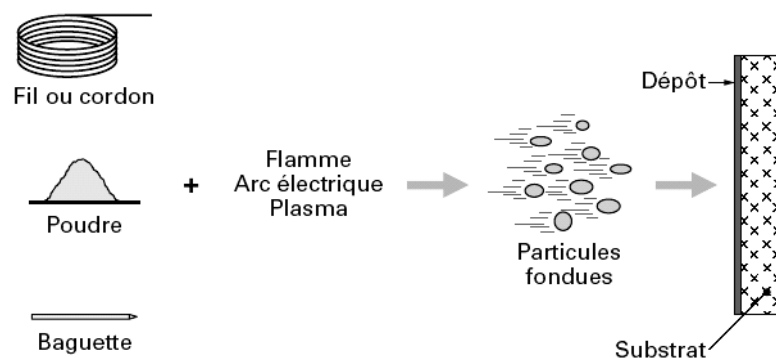


Figure 1-1 : Principe fondamental de la projection thermique [1]

La formation d'un dépôt résulte de la combinaison du phénomène d'écrasement et de solidification rapide de particules fondues sur le substrat et du balayage de la surface à traiter. La réaction chimique des particules avec les gaz environnants et les transferts de chaleur avec le substrat affectent les propriétés du dépôt, et en particulier le taux de porosité, le taux d'impureté, les contraintes résiduelles et la structure métallurgique.

Le taux de porosité peut varier de 1 à 25 % suivant les procédés et les matériaux utilisés. Les dépôts comportent des inclusions telles que des oxydes, des particules infondues ou partiellement fondues n'ayant pas subi un cycle thermique complet (en raison de leur taille ou de leur séjour trop court dans la source de chaleur). La coupe d'un dépôt est présentée schématiquement Figure 1-2. On remarque la structure en lamelles caractéristique des revêtements obtenus par projection.

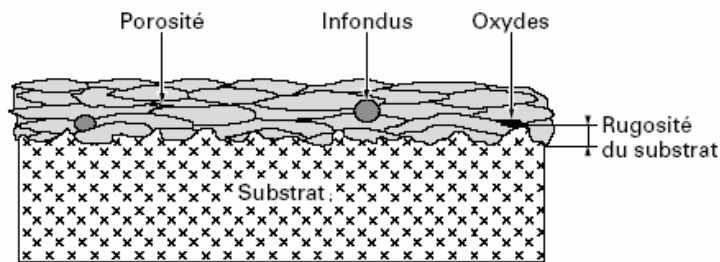


Figure 1-2 : Schéma de coupe d'un dépôt [1]

1.3 Les différentes méthodes de projection

On peut recenser cinq grands procédés de projection thermique :

- *la projection à la flamme* utilise l'énergie calorifique provenant de la combustion d'un gaz, généralement oxyacétylénique, générant une température de l'ordre de 3000°C. Les particules sont projetées avec une vitesse moyenne de 40 m/s. Les revêtements obtenus ont une adhérence inférieure à 40 MPa¹ et un taux de porosité compris entre 10 et 20 % ;
- *la projection à l'arc électrique* consiste à faire jaillir un arc électrique entre deux fils conducteurs électriques consommables, un jet d'air comprimé pulvérisant le métal fondu et projetant sur le substrat. Les revêtements obtenus ont une adhérence inférieure à 40 MPa et un taux de porosité compris entre 5 et 10 % ;
- *la projection hypersonique à tir discontinu*. Cette technique consiste à introduire le matériau d'apport (sous forme de poudre) dans un tube appelé canon à détonation et même temps que le gaz de combustion (oxygène, acétylène). Ce mélange explose grâce à une étincelle, à la fréquence de 8 allumages par seconde. Le régime de projection est donc discontinu. Ce type d'installation permet d'obtenir des revêtements avec un taux de porosité inférieur à 2 % et une adhérence supérieure à 60 MPa et jusqu'à 100 MPa ;
- *la projection plasma*. Ce procédé est détaillé ci-dessous (§ 2) ;

¹ Le terme adhérence ici correspond à une résistance à la traction déterminée par l'essai de traction (EN 582).

– la projection HVOF. Ce procédé est détaillé ci-dessous (§ 3).

1.4 Les applications actuelles

Aujourd'hui, les objectifs des industriels sont essentiellement la réduction des coûts et l'amélioration des performances. Les applications sont diverses et variées. Le Tableau 1-1 donne quelques exemples d'applications et de matériaux utilisés dans le secteur de la projection thermique.

	Exemple de pièce	Exemple de matériau projeté
Barrière thermique	Réacteur	ZrO ₂ – X (APS)
Réparation	Axe, arbre, carter	Sous-couche + matériau de base (FS)
Résistance à la corrosion	Cuve	316 L (HVOF), NiCrAlY, NiCr
Résistance à l'usure	Arbre, aubes de turbine	WC-Co-Cr (HVOF), Al ₂ O ₃ (PS)
Gain de poids	Chemise de moteur	Acier sur un alliage d'aluminium (APS, TWEA)
Biocompatibilité	Prothèse	Hydroxyapatite sur TiAl ₆ V ₄ (APS)

Tableau 1-1 : Exemples d'applications de la projection thermique

2 LA PROJECTION PLASMA

2.1 Le plasma

Le plasma est un milieu ionisé, constitué d'un mélange d'ions, d'électrons et d'espèces neutres, excitées ou non. Plus de 99 % de la matière de l'univers existe à l'état de plasma.

2.2 Le principe de la projection plasma

Une torche de projection plasma est constituée de deux électrodes : une cathode conique placée à l'intérieur d'une anode cylindrique formant une buse. Un gaz inerte (habituellement de l'argon, éventuellement associé avec de l'hydrogène ou de l'hélium) circule entre les deux électrodes où il est ionisé pour former un plasma. Le matériau à projeter est introduit dans le jet de plasma ainsi créé. Le refroidissement des électrodes est assuré par de l'eau sous pression pour éviter leur échauffement et leur destruction. Le schéma d'une torche à plasma est présenté Figure 1-3.

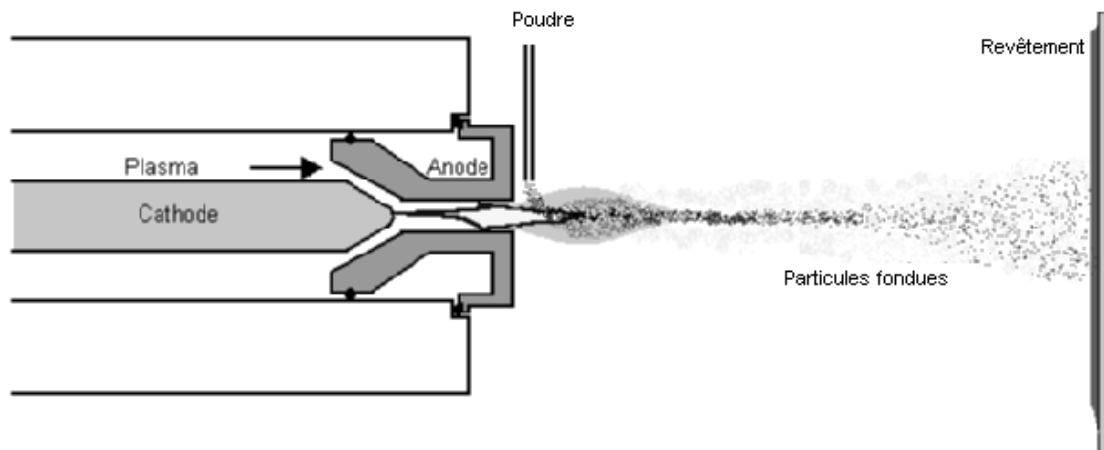


Figure 1-3 : Schéma de principe d'une torche à plasma d'après [2]

La température du jet de plasma généré, nettement supérieure à celles des autres procédés de projection thermique, permet de projeter une large variété de matériaux. Elle peut aller jusqu'à 12 000°C. La seule condition est qu'il doit exister un écart d'au moins 300°C entre la température de fusion et celle d'évaporation ou de dissociation du matériau. Malheureusement ces températures élevées favorisent la formation d'oxyde avec le matériau projeté.

Les particules percutent le substrat dans un état de fusion avancée, à des vitesses importantes, de l'ordre de quelques centaines de mètres par seconde. Elles s'écrasent sur le substrat et refroidissent très rapidement, puis s'empilent les unes sur les autres réalisant ainsi progressivement un dépôt de plusieurs dizaines de microns à quelques centimètres d'épaisseur.

Plus de soixante paramètres peuvent influencer sur la structure et les propriétés du revêtement [3]. Les paramètres comme l'intensité de courant, les débits ou les compositions des gaz peuvent être contrôlés tandis que de la tension des électrodes, l'efficacité du refroidissement ou l'usure des électrodes.

2.3 Les différents procédés de projection plasma

Il existe un grand nombre de techniques de projection plasma. On recense, de façon non-exhaustive, les procédés présentés ci-dessous :

- *A.P.S.* : *Atmospheric plasma spraying* (projection atmosphérique) ;
- *V.P.S.* : *Vacuum plasma spraying* (sous vide) ;
- *R.P.S.* : *Reactive plasma spraying* (sous atmosphère réactive ; par exemple, en présence d'azote pour nitrurer un matériau) ;
- *I.P.S.* : *Inert plasma spraying* (quand l'atmosphère est contrôlée ; par exemple, l'air est remplacé par un gaz neutre) ;
- *H.P.P.S.* : *High pressure plasma spraying* (en présence une légère augmentation de pression pour favoriser le transfert de chaleur).

2.4 Quelques propriétés mécaniques des revêtements obtenus par projection plasma

Les caractéristiques mécaniques des revêtements obtenus par projection thermique plasma dépendent du procédé utilisé. La résistance à la traction pourra ainsi être comprise entre 30 et 70 MPa et le taux de porosité entre 1 et 10 %.

3 LA PROJECTION HVOF

3.1 Le principe de la projection HVOF

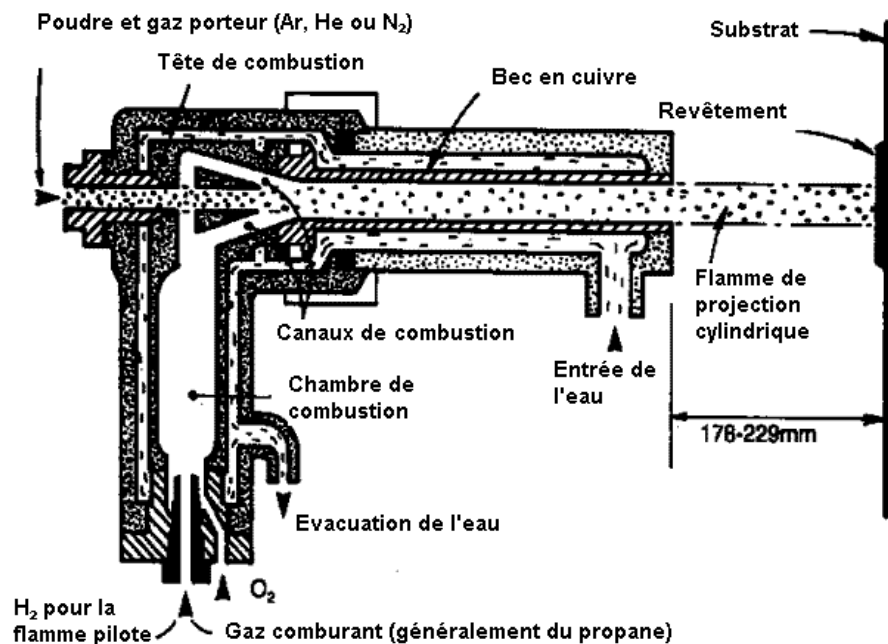


Figure 1-4 : Schéma d'un pistolet HVOF d'après [4]

Développée dès la fin des années 70, la technique de projection HVOF (de l'anglais *high velocity oxy-fuel*) produit une flamme hypersonique par la combustion d'hydrocarbures avec de l'oxygène sous grande pression. Les hydrocarbures utilisés sont, entre autres, l'acétylène, le kérosène, le propane et le propylène. Ils sont mélangés à de l'oxygène avant d'être brûlés dans la chambre de combustion (Figure 1-4) à la sortie de laquelle, la poudre sera généralement injectée. La température de la flamme ainsi formée peut atteindre plus de 3000°C et sa vitesse de sortie est d'environ 2000 m/s [5].

3.2 Les principales caractéristiques mécaniques des revêtements obtenus par projection HVOF

Ce mode de projection permet d'élaborer des revêtements durs particulièrement intéressants dans le cadre des applications tribologiques. En développant une grande énergie cinétique, ce procédé permet de réaliser des revêtements présentant un faible taux de porosité (inférieur à 1 %) et une grande adhérence (proche voire supérieure à 100 MPa).

La projection HVOF de carbures ou de Stellite permet de protéger des pistes de glissement dans les pièces mobiles dans les domaines de haute technologie.

4 CONCLUSION

Sous l'expression « projection thermique » on retrouve donc un grand nombre de techniques qui permettent de déposer les revêtements de qualité variable. Un revêtement sera développé pour ses propriétés physiques telles que sa grande dureté, sa capacité à résister aux attaques chimiques ou à être biocompatible. Toutefois, il est indispensable de connaître l'adhérence du revêtement sur le substrat et de pouvoir la quantifier rapidement et de façon fiable. Les méthodes utilisées pour l'estimer sont présentées dans le chapitre suivant.

Chapitre 2 L'ADHÉRENCE DES REVÊTEMENTS ET LES MÉTHODES D'ESSAIS

1 L'ADHÉRENCE DES REVÊTEMENTS

1.1 Définition de l'adhérence

Il convient de différencier les deux mots français « adhérence » et « adhésion » qui se traduisent tous les deux par le mot « *adhesion* » en anglais mais qui n'ont pas la même signification.

L'adhésion représente la liaison de surface d'un matériau à un autre. Cette liaison est réalisée par des forces situées à l'interface entre les deux matériaux [6]. Elles peuvent être de natures différentes. On distingue les forces de Van-Der-Waals² (interaction physique) et des forces d'accrochage chimique ou de diffusion (interaction métallurgique) [3,5,7]. Quant à l'adhérence, elle caractérise la résistance à la rupture de l'interface entre les deux matériaux [8].

L'adhérence et l'adhésion sont donc deux notions différentes mais complémentaires. L'adhérence caractérise la tenue d'un ensemble de deux matériaux maintenus solidaires par adhésion.

1.2 Les enjeux de la mesure de l'adhérence

Nous avons vu dans le chapitre précédent que la projection thermique est une technique qui permet de créer un revêtement dans le but de modifier les propriétés mécaniques superficielles d'une pièce. On cherchera donc à créer un revêtement dont l'objectif sera exprimé dans le cahier des charges du traitement de surface demandé. L'adhérence, bien que ne faisant pas partie directement des propriétés désirées, est un paramètre essentiel dans la fiabilité du revêtement déposé. En effet, à quoi servirai le revêtement le plus performant possible s'il se détachait du substrat au premier cycle de chargement subi ? Le projeteur devra donc s'attacher à créer des revêtements fortement adhérents spécialement dans le cas de pièces soumises à des chargements élevés. Il convient donc ensuite de pouvoir déterminer l'adhérence des revêtements, avec des techniques simples, rapides et fiables.

² Interactions électromagnétiques produites par le mouvement électronique.

1.3 Comment déterminer l'adhérence ?

L'adhérence peut être appréciée de plusieurs manières par exemple en terme de force ou en terme de travail. Selon Rickerby [7], la mesure doit remplir idéalement un certain nombre de critères. Elle doit :

- être non destructive ;
- être facilement adaptable à des essais systématiques sur des pièces de géométrie complexe ;
- être relativement simple à réaliser et à interpréter ;
- permettre une standardisation et une automatisation ;
- être reproductible ;
- être directement reliée à la fiabilité du revêtement dans son utilisation spécifique.

2 UN GRAND NOMBRE D'ESSAIS

Le recensement de la totalité des essais d'adhérence est quasiment impossible à réaliser étant donné le nombre d'essais et de variantes possibles [9]. Toutefois, il est possible de distinguer quelques grandes familles (Figure 2-1).

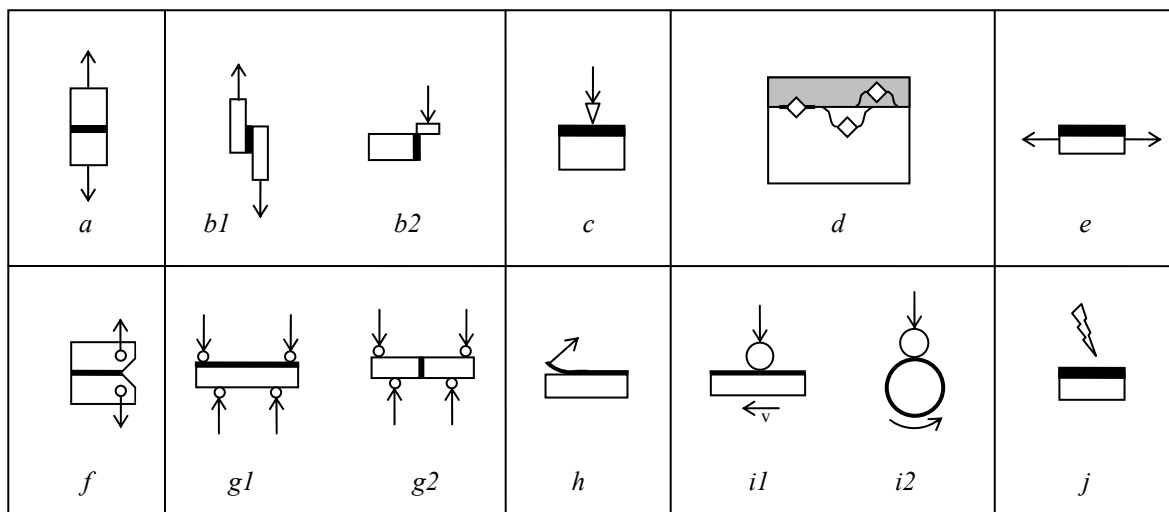


Figure 2-1 : Représentation symbolique des essais d'adhérence

Les essais de traction par pions collés (*a*) sont les plus répandus et sont normalisés (EN 582, ISO 14916, ASTM C 633). Dans certains cas, on réalise une préfissuration de l'éprouvette pour localiser la rupture à l'interface [10].

Des essais de cisaillement peuvent aussi être utilisés. Certains reprennent le principe de l'essai de traction avec une contre-éprouvette collée (*b1*), d'autres recourent à l'application d'une charge directement sur le revêtement (*b2*) mais seulement pour les revêtements épais (d'épaisseur supérieure à 150 μm selon EN 15340).

Les essais d'indentation sur le revêtement cherchent à produire le décollement du revêtement et à mesurer la longueur de la fissure formée à l'interface. On distingue les essais d'indentation normaux à

la surface (*c*) des essais réalisés dans la section de l'échantillon (*d*) à l'interface ou bien dans l'un ou l'autre des matériaux.

D'autres essais de traction peuvent être réalisés longitudinalement (*e*) mais la caractérisation de l'adhérence se heurte à des problèmes d'interprétation.

Des essais de ténacité sur éprouvettes CT (*f*) ou des essais DCB (*double cantilever beam*) sont parfois réalisés mais le collage est aussi nécessaire pour la réalisation de ces essais.

Plus rarement, on pourra rencontrer des essais de flexion qui agiront en cisaillement (*g1*) voire en traction (*g2*) sur le revêtement, avec le recourt au collage pour ce dernier et éventuellement à une préfiessuration de l'interface ; des essais d'arrachement du revêtement (*h*) ; des essais tribologiques sur des échantillons plans (*i1*) ou cylindriques (*i2*).

De nouvelles méthodes (*j*) permettent aussi de mesurer l'adhérence des revêtements en appliquant une action à distance (action thermique, choc laser...) mais elles restent expérimentales.

3 L'ESSAI NORMALISÉ DE TRACTION

L'essai de traction est un des rares essais normalisés pour la mesure de la résistance de l'interface. Ses normes sont européenne (EN 582), américaine (ASTM C 633) ou internationale (ISO 14916). Il s'agit de l'essai le plus répandu dans les laboratoires industriels et même les laboratoires scientifiques jusqu'à récemment.

Pour réaliser l'essai, une éprouvette cylindrique standard, revêtue sur sa face plane, est assemblée par collage, généralement avec de la résine d'époxy, à une contre-éprouvette de dimension identique (Figure 2-2). Cet assemblage est soumis à un essai de traction jusqu'à sa rupture. La valeur de la résistance à la traction est obtenue en divisant la force maximale de rupture par l'aire de la surface projetée.

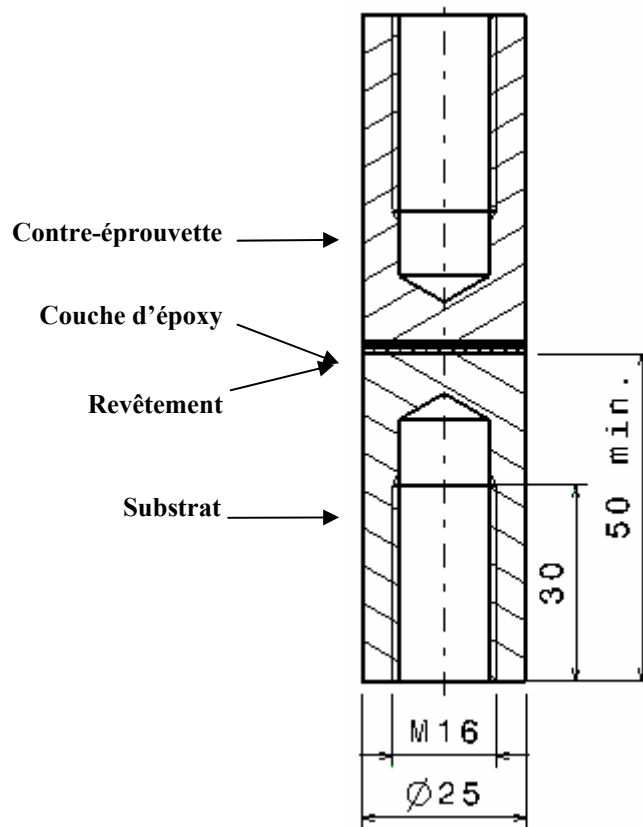


Figure 2-2 : Assemblage d'une éprouvette pour l'essai de traction selon la norme EN 582 [11]

Au cours de cet essai, plusieurs types de rupture peuvent apparaître. Il pourra s'agir *i*) de rupture dite « adhésive » quand la rupture de l'interface entre le substrat et le revêtement ; *ii*) de rupture dite « cohésive » lorsque la rupture du revêtement apparaît dans son épaisseur ; *iii*) de rupture de la colle (à l'intérieure de la couche de colle ou à l'interface entre la colle et le revêtement ou à l'interface entre la colle et la contre-éprouvette). Ces différents modes de ruptures peuvent apparaître simultanément [11,12,13]. La Figure 2-3 représente une éprouvette revêtue d'alumine ayant subi l'essai de traction. On peut observer les trois modes de rupture. L'interprétation du résultat de l'essai est dans ce cas très difficile et des valeurs identiques de résistance à la traction peuvent représenter des mécanismes de ruptures extrêmement différents.

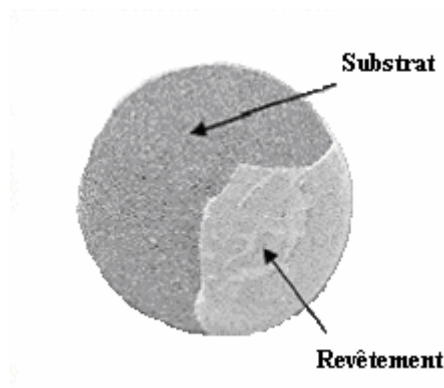


Figure 2-3 : Revêtement d'alumine (Al_2O_3) pure après un essai de traction [12]

L'utilisation de colle est une source de problèmes de différents ordres. Tout d'abord, la colle possède une résistance à la traction qui est parfois inférieure à celle du revêtement ce qui limite les capacités de l'essai. De plus, la colle peut pénétrer dans les porosités ouvertes du revêtement [13], et dans le cas des revêtements minces, atteindre le substrat, formant une sorte de composite « colle – revêtement ». Ce composite possède alors des propriétés mécaniques différentes de celles du revêtement et n'est donc pas représentatif du comportement observé. La norme [11] recommande alors l'utilisation d'un essai de flexion mais ce dernier a aussi ses propres limitations et est très sensible aux conditions de préparation.

De même, il faut noter que cet essai est difficile à mettre en œuvre car il impose que le système soit parfaitement aligné pour que la sollicitation en traction soit unidirectionnelle. Cet alignement peut être favorisé par l'utilisation de rotules sur l'axe de traction mais n'est jamais parfait dans la pratique.

4 LES ESSAIS DE CISAILLEMENT

4.1 Les essais de cisaillement avec collage

En service, les revêtements sont majoritairement sollicités par des efforts de cisaillement. C'est pourquoi l'essai de cisaillement, proposé par la norme américaine ASTM F 1044 [14] (Figure 2-4 a), est communément utilisé pour remplacer l'essai de traction décrit précédemment.

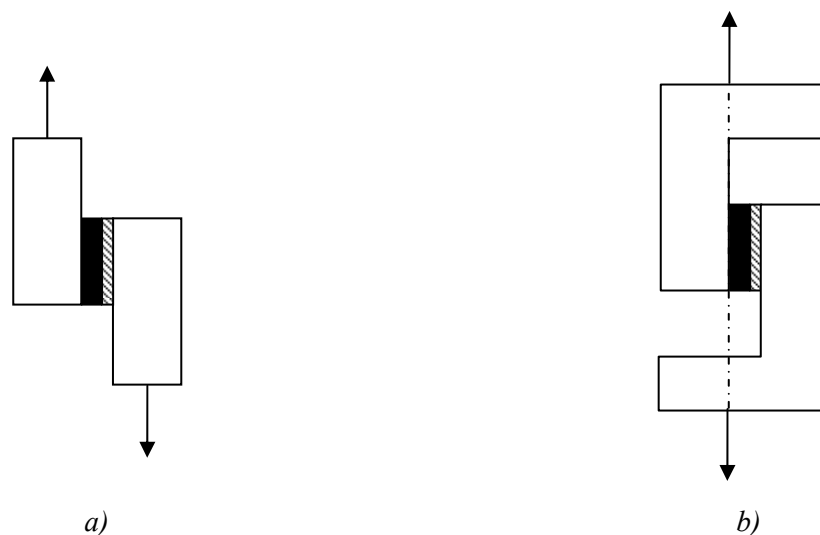


Figure 2-4 : Schémas de deux essais de cisaillement. a) standard. b) corrigé

Dans cet essai, on cherche à imposer le cisaillement pur par l'action des contraintes tangentielles dans la zone d'interface [14]. Pour cela, un échantillon revêtu est collé à une contre-éprouvette (Figure 2-4 a) puis l'assemblage est soumis à un effort croissant jusqu'à sa rupture. On constate néanmoins que cet essai présente un grand nombre des inconvénients déjà évoqué pour l'essai de traction comme par exemple l'utilisation d'une colle limitant la plage de mesure et pouvant pénétrer le revêtement. De plus il est rigoureusement impossible d'obtenir du cisaillement pur par cet assemblage. En effet, le

désalignement des forces appliquées crée un moment de flexion et un effort de traction au niveau de l'interface. Le cisaillement pur est envisageable en corrigeant la configuration des éprouvettes et en appliquant l'effort de cisaillement dans le plan de l'interface revêtement / substrat (Figure 2-4 b).

4.2 L'essai de cisaillement sans utilisation de colle

Afin de remédier aux problèmes engendrés par l'utilisation de colle, il est possible de réaliser l'essai de cisaillement à l'aide d'un outil qui cherche à séparer le revêtement en appliquant sur ce dernier une action de cisaillement (Figure 2-5). Cet essai est normalisé selon EN 15340 [15].

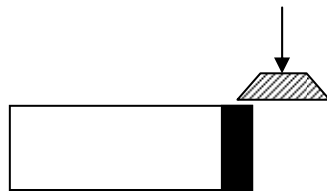


Figure 2-5 : Schéma de l'essai de cisaillement sans colle

Une éprouvette est soumise à un chargement en cisaillement dans une direction parallèle au plan d'interface en utilisant un outil d'usinage en métal dur (généralement en carbure de chrome ou de tungstène) comme un poinçon appuyant sur le revêtement tandis qu'un porte-éprouvette maintient le substrat fixe pendant l'essai. La force est augmentée jusqu'au délaminage ou la rupture du revêtement. La force nécessaire pour produire la rupture est appelée limite de résistance en cisaillement.

Trois modes de ruptures peuvent être observés. Le premier correspond à la localisation de la fissure à l'interface. C'est le cas idéal quand la cohésion du revêtement est supérieure à son adhérence au substrat. Dans cette situation, la contrainte limite en cisaillement associée au délaminage du revêtement, c'est-à-dire la résistance au cisaillement, peut être calculée. Le second mode correspond à une rupture mixte quand l'adhérence est similaire à la cohésion. Le troisième mode apparaît quand l'adhérence est supérieure à la cohésion [16].

Les principaux avantages de cet essai sont l'absence de colle, la rapidité d'exécution et l'absence de préparation contrairement à l'essai réalisé sur une machine de traction. Toutefois, cet essai présente quelques limitations. Par exemple, il n'est pas possible de calculer une résistance en cisaillement pertinente quand la rupture est mixte ou cohésive. L'épaisseur du revêtement est aussi une limitation car la charge est appliquée sur le revêtement approximativement à 50 – 100 μm de l'interface. Afin d'être appliqué correctement sans glissement, le chargement doit concerner une part substantielle du revêtement. C'est pourquoi l'essai est recommandé pour des revêtements d'épaisseur supérieure à 150 μm [15]. De plus, il existe un moment de flexion non nul au niveau de l'interface.

4.3 L'essai de cisaillement par traction

On rencontre aussi un troisième type d'essai de cisaillement, il s'agit d'un essai de traction où le revêtement est sollicité principalement en cisaillement. Une éprouvette de traction plane est revêtue sur une des ses faces (Figure 2-6) et soumise à un essai de traction avec un chargement appliqué lentement jusqu'à la rupture totale de l'éprouvette.

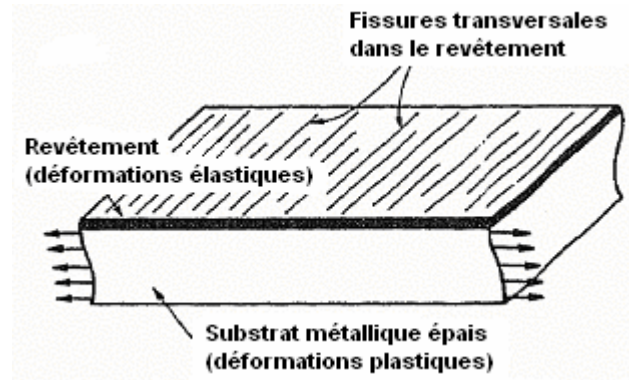


Figure 2-6 : L'essai de cisaillement par traction [17]

Au cours cet essai, deux familles de comportements peuvent être observées en fonction de la ductilité du revêtement ; pour chacun des ces comportements, il existe plusieurs modèles qui permettent d'obtenir une ténacité d'interface du système revêtement – substrat.

Le modèle le plus fiable concerne le cas où le revêtement subit un délaminage. Lors de l'essai, une fissure est créée et se propage le long de l'interface. Le revêtement est alors rompu et fléchit sous l'effet des contraintes résiduelles (Figure 2-7). Malheureusement, ce cas idéal est rarement rencontré pour les revêtements durs et épais.

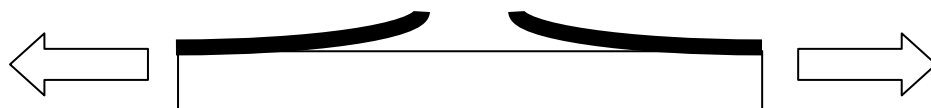


Figure 2-7 : Exemple de comportement au cours de l'essai de cisaillement par traction

La cohésion du revêtement est supérieure à l'adhérence ce qui permet d'estimer le taux de restitution d'énergie d'une fissure à l'interface (G_i). Il est défini par l'équation (2-1).

$$G_i = \frac{1}{2} \sigma \cdot \varepsilon_1 \cdot h_r = \frac{1}{2} E_r \cdot \varepsilon_1^2 \cdot h_r = \frac{1}{2} \frac{\sigma^2}{E_r} h_r \quad (2-1)$$

où ε_1 est la déformation pour laquelle a lieu la rupture du revêtement produite par la première fissure propagée à l'interface, h_r est l'épaisseur du revêtement, E_r est le module d'élasticité de Young du revêtement. La valeur des contraintes résiduelles est un paramètre essentiel pour obtenir G_i car l'énergie de déformation correspondante participe à la propagation de la fissure interfaciale. Cette influence peut être exprimée par la valeur de G_{res} .

$$G_{\text{res}} = \frac{1}{2} E_r \times \varepsilon_{\text{res}}^2 \times h_r = \frac{1}{2} \frac{\sigma_{\text{res}}^2}{E_r} h_r \quad (2-2)$$

Ainsi, l'énergie d'interface totale G_{totale} est définie par l'équation (2-3).

$$G_{\text{totale}} = G_i \pm G_{\text{res}} \quad (2-3)$$

5 LES ESSAIS D'INDENTATION

5.1 Les essais permettant de déterminer la dureté

Un essai de mesure de dureté permet de déterminer la résistance à la déformation d'un matériau. Généralement, les essais de dureté consistent à mesurer la déformation plastique après pénétration du matériau.

On recense plusieurs essais de dureté par pénétration. Dans l'industrie on rencontrera fréquemment les essais Brinell et Rockwell où le pénétrateur prend la forme d'une sphère ou d'un cône. Pour nos utilisations en recherche, les essais Vickers et Knoop (pénétrateurs pyramidaux à base carrée et losange) seront plus volontiers employés bien que les deux précédents puissent être toujours utilisés (surtout pour leur propriété de symétrie axiale). On utilise différentes charges de pénétration. Pour des charges appliquées supérieures à 2 N, on parle de macro-indentation. Pour des profondeurs de pénétration de l'indenteur inférieures à 200 nm, on parle de nano-indentation. Entre ces deux bornes, on parle de micro-indentation voire d'indentation sous charge réduite (norme ISO 14577-1).

On définit ci-dessous les essais que nous rencontrerons au cours de la présente étude. Dans tous les cas, la dureté est équivalente à la charge appliquée divisée par l'aire de l'empreinte persistante après le retrait du pénétrateur.

5.1.1 L'essai de dureté Vickers

Cet essai est réalisé en utilisant un pénétrateur pyramidal à base carrée avec un angle au sommet de 136° (Figure 2-8).

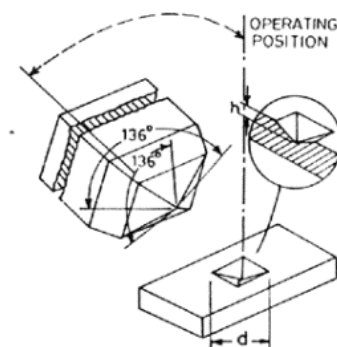


Figure 2-8 : Indenteur Vickers [18]

Le nombre de dureté Vickers noté HV est défini par l'équation (2-4).

$$HV = 1,854 \frac{P}{d^2} = 0,189 \frac{F}{d^2} \quad (2-4)$$

où P est la charge exprimée en kgf, d est la moyenne des longueurs des diagonales de l'empreinte en mm et F est la charge exprimée en N.

5.1.2 L'essai de dureté Knoop

Cet essai reprend les bases de l'essai Vickers ; seules les dimensions du pénétrateur sont modifiées. Il est réalisé en utilisant un pénétrateur pyramidal à base losange dont une diagonale est sept fois plus longue que l'autre (Figure 2-9).

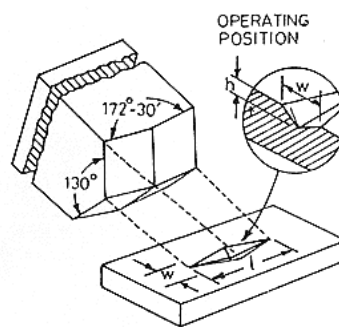


Figure 2-9 : Indenteur Knoop [18]

Le nombre de dureté Knoop noté HK est défini par l'équation (2-5).

$$HK = 14,229 \frac{P}{l^2} \quad (2-5)$$

où P est la charge exprimée en kgf et l est la longueur de la grande diagonale de l'empreinte en mm.

5.1.3 L'essai de dureté Rockwell

L'essai de dureté Rockwell est réalisé à l'aide de pénétrateur conique (HRC) ou sphérique (HRB). Dans le cas de la dureté Rockwell C, le pénétrateur est un cône à 120° en diamant et la charge appliquée est 150 kgf. Le nombre de dureté dépend de la profondeur de l'empreinte après le retrait de la charge.

5.2 Généralités sur les essais permettant de déterminer l'adhérence des revêtements épais

A partir de ces essais de bases, plusieurs équipes ont cherché à délaminer le revêtement du substrat. Il est possible de classer la diversité de ces essais en trois grandes familles (Figure 2-10) :

- les essais réalisés sur le revêtement, perpendiculairement au plan d'interface (1),
- les essais réalisés sur une section de l'échantillon, dans le revêtement (2), dans le substrat (3, 4),
- les essais réalisés à l'interface entre le revêtement et le substrat (5).

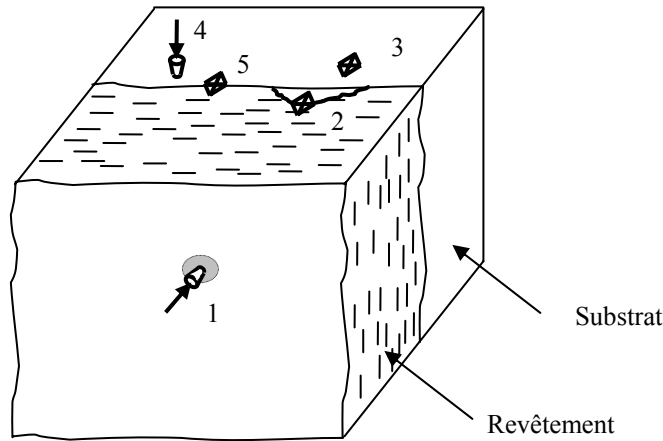


Figure 2-10 : Les essais d'indentation sur un échantillon revêtu

Nous détaillerons chacune de ses familles dans les paragraphes suivants.

5.3 L'essai d'indentation interfaciale

L'essai d'indentation interfaciale a été utilisé pour la première fois à la fin des années 80 et a reçu depuis plusieurs développements en particulier pour l'interprétation en terme de ténacité apparente d'interface. Cet essai est désormais de plus en plus employé pour remplacer d'autres essais [19,20]. Le principe de cet essai est de réaliser une série d'indentation Vickers dans une section de l'échantillon pour créer et propager une fissure le long de l'interface entre le revêtement et le substrat.

5.3.1 Les travaux de Choulier, Ostojic et Mc Pherson

Choulier [21] a été le premier en France à réaliser l'indentation à l'interface avec un indenteur Vickers créant ainsi une fissure le long l'interface. L'intérêt de ses travaux, appliqués à un revêtement de Stellite déposé sur de l'acier inox 304 L, réside dans la choix des paramètres d'études : l'épaisseur du revêtement, les traitements thermiques post-projection et la durée d'application de la charge. Il montre, à l'instar de Ostojic et Mc Pherson [22], que la fissure interfaciale est de forme globalement semi-circulaire et située dans le plan de l'interface (Figure 2-11).

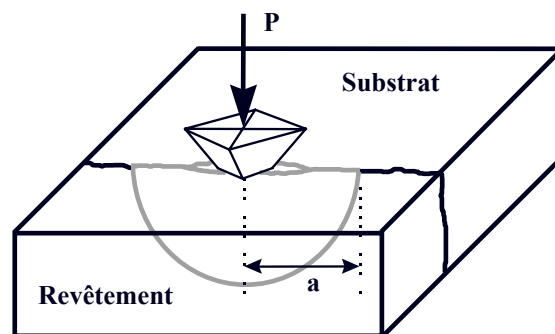


Figure 2-11 : Représentation schématique de l'essai d'indentation interfaciale [23]

A partir du modèle proposé dans [24], Choulier détermine un couple (P_c, a_c) définissant l'amorçage visible de la fissure interfaciale ; P_c étant la charge appliquée et a_c la taille de la diagonale de l'empreinte, égale pour ce point à la longueur de la fissure.

Il définit à partir de ce point une « ténacité interfaciale » K_{IC} par l'équation (2-6) :

$$K_{IC} = \frac{1}{\pi^{3/2} \times \tan \psi} \times \frac{P_c}{a_c^{3/2}} \quad (2-6)$$

où ψ est le demi angle au sommet de l'indenteur ($\psi = 68^\circ$).

Il définit cette valeur (K_{IC}) comme une caractéristique mécanique de l'interface. Il évoque la possibilité que cette valeur dépende aussi du module d'Young et de l'épaisseur du revêtement mais ces deux paramètres ne sont pas présents dans l'expression proposée.

Cette hypothèse est développée par Richard *et al.* [25] qui proposent la relation (2-7) en absence de contraintes résiduelles :

$$K_{IC} = C_{ste} \left(\frac{E}{H} \right)^{1/2} \times \frac{P}{a^{3/2}} \quad (2-7)$$

où E et H sont le module de Young et la dureté, respectivement, sans préciser de quel matériau il s'agit.

5.3.2 Les développements de Lesage, Chicot et Démarécaux

Démarécaux, Chicot et Lesage [26] reprennent l'analyse des travaux de Choulier et, en les associant à leurs propres travaux, démontrent que les modèles de Choulier et Richard ne peuvent s'appliquer et proposent l'analyse qui suit. Premièrement, l'exposant 3/2 n'est jamais vérifié expérimentalement à l'interface. Deuxièmement, ces modèles ne prennent pas en compte les propriétés du substrat, or il apparaît qu'elles sont indispensables pour modéliser le comportement à l'interface.

Ils reviennent à l'idée première de Choulier [24] en définissant à partir des essais d'indentation interfaciale un point critique d'apparition de la fissure. En utilisant ses données et en les regroupant dans un graphique avec une échelle bilogarithmique, la relation entre la charge appliquée (P) et la longueur de fissure (a) est représentée par une droite appelée droite de fissuration (Figure 2-12).

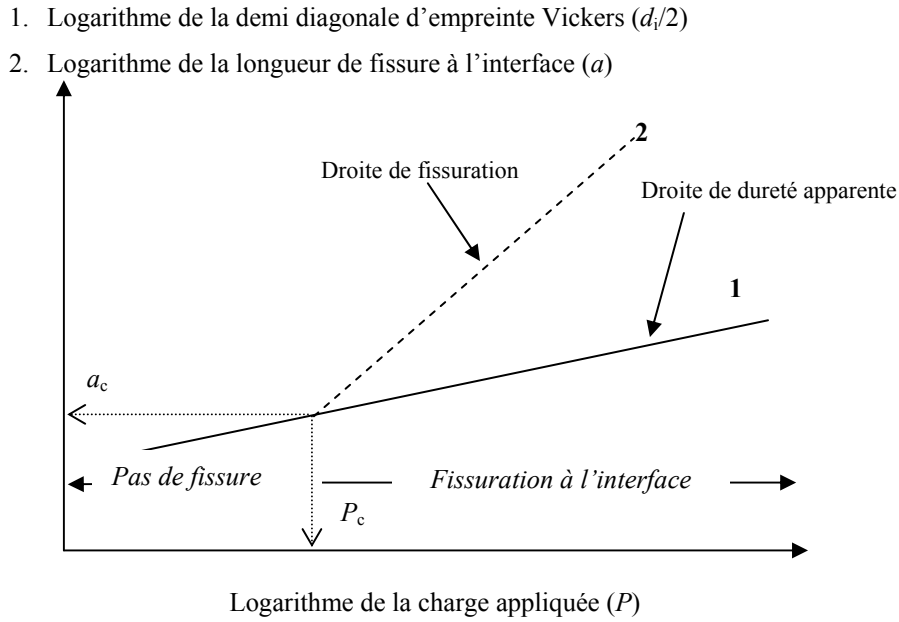


Figure 2-12 : Représentation schématique des résultats

A partir du couple (P_c , a_c) ainsi obtenu, les auteurs proposent la relation (2-8) pour définir une ténacité apparente d'interface notée K_{ca} [23] :

$$K_{ca} = 0,015 \frac{P_c}{a_c^{3/2}} \cdot \left(\frac{E}{H} \right)_1^{1/2} \quad (2-8)$$

où P_c et a_c sont les coordonnées du point critique défini ci-dessus et $(E/H)_1$ le rapport défini ci-dessous.

Les auteurs considèrent la moyenne des caractéristiques géométriques dans le substrat et dans le revêtement des diagonales d'empreintes (d) et des rayons de zones plastiques (b) pour écrire à l'interface :

$$d_1 = \frac{d_R + d_S}{2} \quad (2-9)$$

et

$$b_1 = \frac{b_R + b_S}{2} \quad (2-10)$$

où d et b sont la diagonale d'empreinte et le rayon de zone plastique respectivement et où les indices I, S, R représentent, respectivement, l'interface, le substrat et le revêtement.

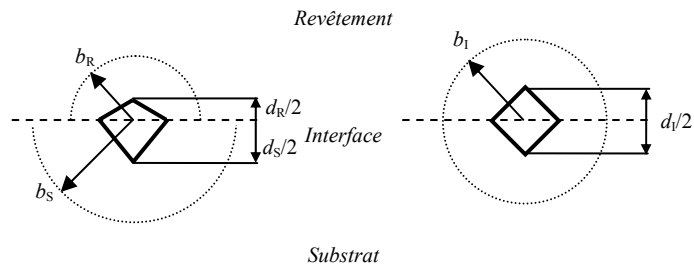


Figure 2-13 : Représentation de l'empreinte et de la zone plastique à l'interface (d'après [23])

Les diagonales d'empreintes sont définies par la relation générale de la dureté exprimée par l'équation (2-11) :

$$H = C \cdot \frac{P}{d^2} \quad (2-11)$$

où H est la dureté, C est une constante, P est la charge appliquée,

et les rayons de zone plastique sont définis par la relation de Lawn [27] qui les exprime en fonction des propriétés mécaniques des matériaux :

$$b = \frac{d}{2} \sqrt{\frac{E}{H}} \cot^{1/3} \xi \quad (2-12)$$

où ξ est le demi angle entre les arêtes de l'indenteur (pour un indenteur Vickers, $\xi = 74^\circ$)

A l'interface, en remplaçant les équations (2-9) et (2-10) dans (2-12), on obtient

$$\left(\frac{E}{H}\right)_I^{1/2} = \frac{2}{\cot^{1/3} \xi} \times \frac{b_I}{d_I} = \frac{2}{\cot^{1/3} \xi} \times \frac{b_R + b_S}{d_R + d_S} \quad (2-13)$$

En remplaçant d_R , d_S , b_R , b_S par leurs expressions définies en (2-9) et (2-10) on obtient la relation (2-14) qui caractérise le comportement global du système revêtement – substrat.

$$\left(\frac{E}{H}\right)_I^{1/2} = \frac{\left(\frac{E}{H}\right)_S^{1/2}}{1 + \left(\frac{H_S}{H_R}\right)^{1/2}} + \frac{\left(\frac{E}{H}\right)_R^{1/2}}{1 + \left(\frac{H_R}{H_S}\right)^{1/2}} \quad (2-14)$$

5.3.3 Le travail de Liu

En 2005, Liu [28,29] a réalisé une modélisation par éléments finis où il confirme le modèle proposé au paragraphe précédent. Cette modélisation reprend des résultats de mesure de longueur de fissure interfaciale et détermine les coefficients d'intensité de contraintes K et taux de restitution d'énergie G .

Il met en évidence le fait que K_I soit prépondérant dans le mécanisme de délaminage et confirme ainsi les hypothèses de Chicot, Démarécaux et Lesage.

La Figure 2-14, issue de la thèse de Liu [29], présente le modèle numérique. Le revêtement et le substrat sont assemblés et l'interface présente un bloc-fissure permettant sa rupture. L'indenteur Vickers est modélisé indéformable.

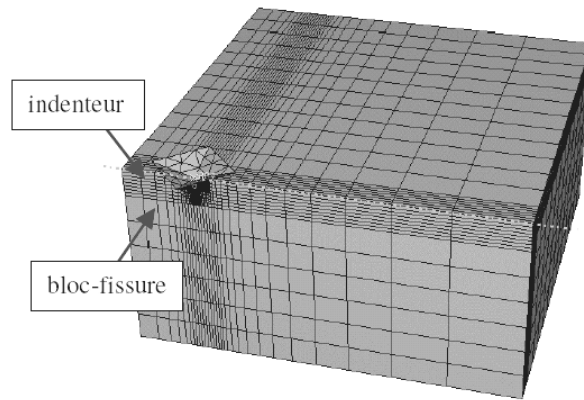


Figure 2-14 : Modélisation numérique de l'essai d'indentation interfaciale [29]

5.4 Les essais d'indentation perpendiculaire au plan d'interface

Pour réaliser ses essais, un essai de dureté Rockwell C est pratiqué sur la surface de l'échantillon revêtu avec une forte charge, le but étant de délaminer le revêtement en créant une fissure à l'interface des deux matériaux. Le rapport des rayons de l'empreinte laissée sur le revêtement et de la fissure interfaciale sert de base à la modélisation numérique qui permettra de définir la ténacité d'interface du couple revêtement – substrat [30,31].

La principale difficulté de cette méthode est la mesure de cette fissure d'interface qui est cachée par le revêtement. Cette mesure pourra être effectuée plus aisément avec un revêtement mince et translucide. Elle pourra aussi être réalisée à l'aide d'un profilomètre qui pourra mettre en évidence la légère bosse engendrée par la fissure.

5.5 Les essais d'indentation sur une section de l'échantillon

Récemment, Zhang et Li [32] ont proposé une méthode de détermination de l'adhérence basée sur un essai de dureté instrumenté. L'indentation est pratiquée sur une section de l'échantillon, dans le substrat, à proximité de l'interface (Figure 2-15). La force appliquée est augmentée jusqu'au délaminage du revêtement.

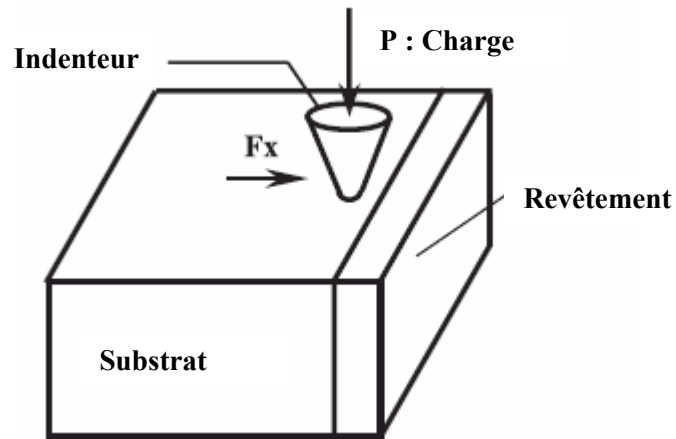


Figure 2-15 : Schéma de l'essai d'indentation dans le substrat [32]

Pendant l'essai, la force normale au plan du revêtement F_x est enregistrée en fonction du temps. Au début de l'essai, la valeur absolue de F_x augmente jusqu'à ce qu'elle atteigne une certaine valeur à partir de laquelle elle décroît. Cette valeur correspond à un changement de pente sur la courbe (Figure 2-16) indiquant l'apparition du délaminage du revêtement (point III).

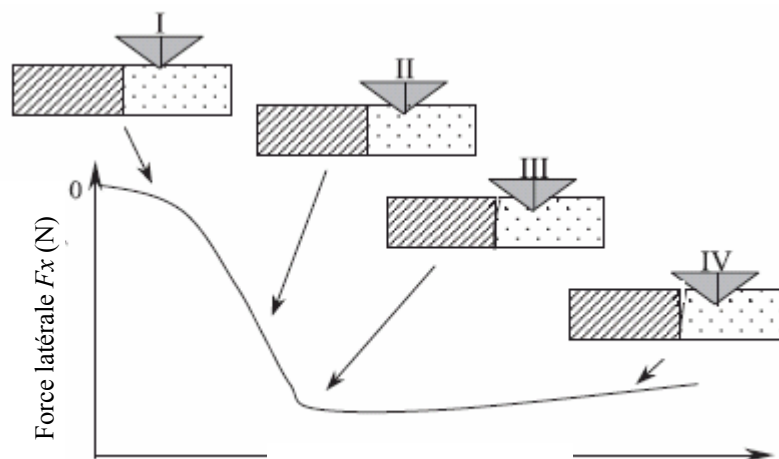


Figure 2-16 : Courbe de la force normale en fonction du temps [32]

Cette méthode d'essai, associée à un traitement numérique par éléments finis a été employée avec les revêtements céramiques ($\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiO}_2$) projetés sur de l'acier. Les résultats obtenus ont été comparés avec des résultats obtenus par essais de traction et sont dans la même gamme de valeurs.

6 LES AUTRES ESSAIS

Nous décrivons dans cette section quelques essais moins utilisés ou en cours de développement.

6.1 Les essais de ténacité

La ténacité d'interface peut aussi être obtenue par un essai proche de l'essai normalisé qui permet de déterminer la ténacité des matériaux massifs à l'aide d'éprouvette CT (Figure 2-17). L'éprouvette est réalisée en appliquant le revêtement sur une demi-éprouvette puis en collant une autre demi-éprouvette à l'aide d'une résine époxy. L'interface revêtement – substrat est pré-fissurée puis l'essai est mené de façon classique selon la norme ASTM 399 [33].

On constate que cet essai impose l'utilisation d'un agent collant qui possède ses propres limites mécaniques et ainsi limite les capacités de l'essai pour les revêtements très adhérents.

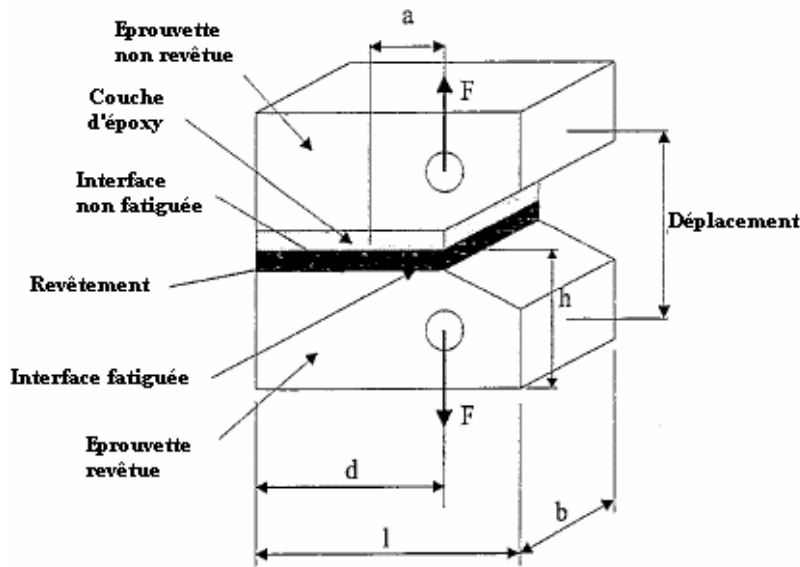


Figure 2-17 : Éprouvette CT modifiée pour l'essai de ténacité d'après [33]

6.2 Les essais de flexion

Les essais de flexion peuvent avoir différentes configurations. Le revêtement peut être principalement sollicité en traction ou en cisaillement. Richard *et al.* [34] ont réalisé des essais de flexion quatre points (Figure 2-18) pour créer des fissures de mode I détectées par les capteurs acoustiques. Les fissures apparaissent premièrement sur le revêtement sollicité en traction.

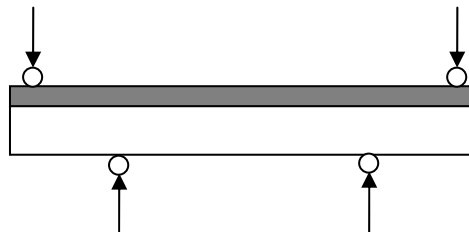


Figure 2-18 : Éprouvette d'essai de flexion quatre points [34]

Dans cet essai, plus le nombre de fissures créées et l'amplitude du signal sont grands, plus les dommages sur l'éprouvette sont visibles. Cette méthode est purement quantitative et permet simplement des comparaisons entre deux éprouvettes.

Thurn *et al.* [35] utilisent un essai de flexion trois points (Figure 2-19) pour créer une fissure interfaciale mesurée au microscope pour obtenir une ténacité interfaciale.

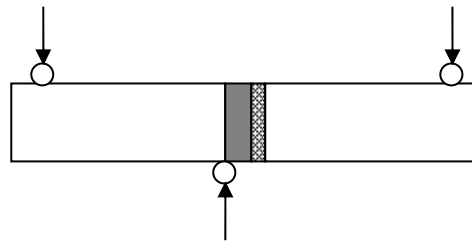


Figure 2-19 : Éprouvette de flexion trois points [35]

Il est aussi possible de pré-fissurer l'éprouvette [36, 37] et de réaliser un essai de flexion quatre points appelé en anglais *single-edge notch-bend (SENB) test*.

Toutefois, cette mesure n'est pas facile à réaliser et la validité de la longueur mesurée n'est pas assurée. De plus, l'utilisation d'une colle peut aussi être un problème comme nous l'avons observé pour l'essai normalisé de traction.

6.3 Essai d'adhérence par choc laser

Cet essai, développé il y a une dizaine d'années, a comme principe de base la propagation d'une onde de choc créée à l'aide d'un laser impulsionnel de haute énergie. Le choc se propage dans le substrat jusqu'à ce qu'il atteigne l'interface puis le revêtement. La réflexion de l'onde sur la surface libre du substrat génère une onde de traction qui provoque ou non la rupture de l'interface en fonction de l'adhérence du revêtement et de l'énergie introduite (Figure 2-20).

Cet essai qui ne nécessite pas de préparation particulière présente toutefois quelques inconvénients ; le choc laser génère des effets dynamiques importants qui sont difficilement modélisables analytiquement et numériquement.

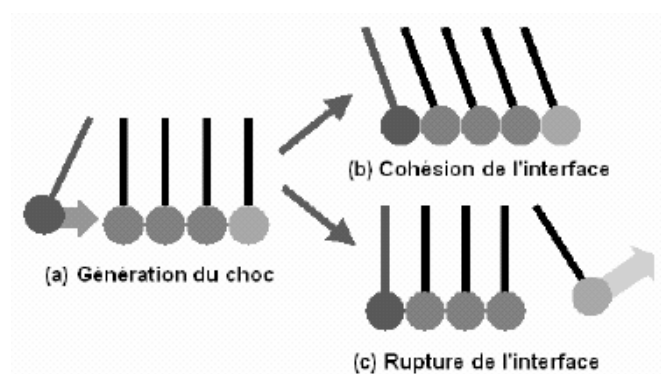


Figure 2-20 : Principe de l'essai d'adhérence par choc [38]

6.4 Essais non-destructifs

Il existe dans la littérature quelques essais non-destructifs, en particulier ultrasonores [39], qui ne sollicitent pas directement l'interface. Toutefois leur utilisation est limitée car ils ne permettent que de détecter les défauts à l'interface mais pas de quantifier l'adhérence du revêtement.

7 TABLEAU RÉCAPITULATIF




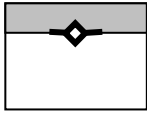
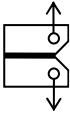
Essai Normes	Principe	Avantages	Inconvénients	Mesure	Réf.
Essai de traction <i>ASTM C 633</i> <i>EN 582</i> <i>ISO 14916</i>		Simple Standard couramment reconnu dans l'industrie.	Réalisation des éprouvettes. Durée de l'essai. Tri-axialité des contraintes. Ruptures mixtes. Ne représente pas un mode de sollicitation courante pour les revêtements	Force de rupture de l'assemblage collé	[11]
Essai de cisaillement <i>EN 15340</i>		Simple Rapide. Représente un mode de sollicitation courante	Ruptures mixtes. Nécessite un équipement spécial	Force de rupture du revêtement	[15,16]
Essai de cisaillement par traction		Représente un mode de sollicitation	Modélisation inexistante ou peu efficace	Densité de fissure en surface	[17]
Essai d'indentation interfaciale		Simple Universel. Peut être réalisé sur les revêtements multicouches.	Durée de l'essai et de la préparation.	Ténacité d'interface	[21,23]
Essai de ténacité			Durée de l'essai et préparation de l'échantillon.	Ténacité d'interface	[33]

Tableau 2-1 : Principaux essais d'adhérence

8 CONCLUSION

La grande diversité de méthodes d'essai que nous venons d'évoquer montre la complexité du problème de la détermination de l'adhérence des revêtements. Celui-ci est encore rendu plus difficile à traiter par la présence de contraintes résiduelles qui persistent dans le revêtement et le substrat. Les niveaux élevés qu'elles peuvent atteindre ont un effet très significatif sur l'adhérence. Leurs origines et les méthodes pour les mesurer sont décrites dans le chapitre suivant.

Chapitre 3 LES CONTRAINTES RÉSIDUELLES DANS LES REVÊTEMENTS

1 GÉNÉRALITÉS

1.1 Définition

Les contraintes résiduelles sont des contraintes qui existent dans un matériau alors qu'il n'est soumis à aucune action extérieure. Elles agissent de façon significative sur l'adhérence et la cohésion des revêtements [8].

1.2 Leurs origines

On peut recenser trois origines pour les contraintes résiduelles présentes dans les revêtements projetés thermiquement ; les contraintes microscopiques, des contraintes d'origines métallurgiques et les contraintes thermiques [40].

1.2.1 Les contraintes microscopiques

Elles proviennent du refroidissement brutal (trempe) des particules fondues qui percutent le substrat ou le revêtement déjà solidifié. En atteignant la surface froide, elles se contractent mais sont gênées dans leur refroidissement par les particules environnantes. Cette gêne engendre des contraintes résiduelles microscopiques au niveau de la particule.

1.2.2 Les contraintes d'origine métallurgique

Il peut arriver au cours de la projection que les matériaux subissent des transformations métallurgiques. Ces transformations s'accompagnent généralement de variations de volume qui peuvent engendrer un état de contraintes de compression dans le revêtement.

1.2.3 Les contraintes thermiques

Au cours de refroidissement de l'ensemble de la pièce après la phase de projection, les différentes propriétés thermomécaniques des matériaux, en particulier les coefficients de dilatation thermique, provoquent une hétérogénéité des déformations en particulier dans la zone de l'interface. Celles-ci

engendrent donc des contraintes résiduelles de compression ou de traction dans le revêtement et dans le substrat.

2 LA DÉTERMINATION DES CONTRAINTES RÉSIDUELLES

2.1 Les enjeux de la mesure des contraintes résiduelles

Les contraintes résiduelles présentes dans les revêtements modifient le comportement de ce dernier et peuvent influencer sur son épaisseur maximale pouvant être projetée, son adhérence, sa ténacité, ses paramètres tribologiques et sa tenue en fatigue. Il est donc très important de connaître l'état des contraintes résiduelles dans un revêtement pour comprendre le comportement du système revêtement-substrat.

2.2 Les techniques de mesures

Comme pour les techniques de mesure de l'adhérence, on recense de nombreuses méthodes de détermination des contraintes résiduelles dans un revêtement épais. Le Tableau 3-1 répertorie quelques unes des techniques ainsi que les informations nécessaires à leur choix. Aucune méthode ne permet une détermination directe des contraintes résiduelles. En général, les déformations sont déterminées ou mesurées puis les contraintes sont calculées par l'intermédiaire des lois d'élasticité.

On peut distinguer deux grandes familles de méthodes ; les méthodes qui endommagent l'échantillon (méthodes destructives) et celles qui maintiennent l'échantillon intact (méthodes non destructives).

2.2.1 Les méthodes destructives

Les méthodes destructives sont basées sur l'enlèvement de matière et le retour à l'équilibre des échantillons. La modification des déformations dans l'échantillon est mesurée et les contraintes sont calculées à partir des lois d'élasticité. On peut citer parmi ces techniques la méthode du trou [41] qui consiste à percer un trou dans le revêtement pour relaxer les contraintes. Les déformations sont mesurées en surface et le profil des contraintes peut être déterminé à l'aide d'une modélisation.

Parmi ces méthodes, le principe de la méthode de la flèche sera décrit dans la partie expérimentale de ce travail. Cette méthode permet aussi de déterminer le profil des contraintes dans le revêtement si on procède à un enlèvement de matière graduel.

2.2.2 Les méthodes non destructives

Les méthodes non destructives sont généralement basées sur la détermination des paramètres cristallographiques et physiques. On remarque parmi ces techniques les méthodes magnétiques, ultrasonores, piézo-spectroscopiques (Raman), de diffraction des rayons X et des neutrons et le synchrotron. Ces méthodes n'étant pas utilisées dans ce travail, nous ne chercherons pas à les décrire en détail.

Technique	Méthode	Technique de labo. ou portable	Équipement	Vitesse	Niveau d'ex-pertise requis	Type de matériaux	Préparation
Méthode du trou	Destructive	Les deux	Répandu et peu onéreux	Rapide / moyenne	Bas / moyen	Métaux, plastics, céramiques	Soignée
Diffraction des RX	Non destructive	Les deux	Disponible et assez cher	Rapide / moyenne	Moyen	Métaux, céramiques	Importante
Synchrotron	Non destructive	Laboratoire	Pour les spécialistes et très cher	Rapide	Élevé	Métaux, céramiques	Importante
Diffraction des neutrons	Non destructive	Laboratoire	Pour les spécialistes et très cher	Moyenne / basse	Élevé	Métaux, céramiques	-
Courbure et enlèvement de matière	Destructive	Laboratoire	Disponible et peu onéreux	Moyenne	Bas / moyen	Tous	-
Ultrasonique	Non destructive	Les deux	Disponible et cher	Rapide	Moyen	Métaux, céramiques	-
Technique	Résolution	Profondeur de pénétration	État des contraintes	Incertitude	Échantillonnage	Référence	
Méthode du trou	50 - 100 μm (incrément en profondeur)	= Diamètre du trou	Biaxial	Varie avec la profondeur	1-2 mm diam. x 1-2 mm	[41]	
Diffraction des RX	20 μm en profondeur, 1 mm latéral	5 μm - Ti, 50 μm - Al	Biaxial	Limitée	0,1 - 1 mm^2 x 0,05 - 0,1 mm	[42]	
Synchrotron	20 μm latéral au rayon incident, 1mm en parallèle	> 500 μm 100 μm -Al	Triaxial	Limitée	0,1 mm^3	[43]	
Diffraction des neutrons	500 μm	100 mm -Al, 25 mm - Fe	Triaxial	Limitée	> 1 mm^3	[44]	
Courbure et enlèvement de matière	Dépend du matériel et de la méthode		Biaxial			[45]	
Ultrasonique	5 mm	> 100 μm	Biaxial		1 - 400 mm^2	[46]	

Tableau 3-1 : Inventaire non-exhaustif des techniques de détermination des contraintes résiduelles

d'après [47]

3 ÉTAT DE CONTRAINTES RÉSIDUELLES DANS LES REVÊTEMENTS ET LEUR EFFET

3.1 État de contraintes résiduelles

Les contraintes résiduelles n'ont pas une intensité constante dans le revêtement et le substrat mais elles évoluent dans les trois dimensions. On représente Figure 3-1 l'orientation des axes principaux des contraintes dans un échantillon revêtu.

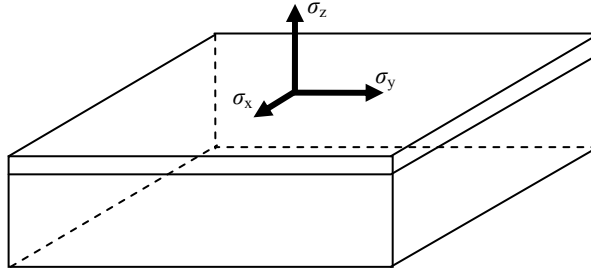


Figure 3-1 : Représentation de l'orientation des axes principaux des contraintes

On différencie les contraintes situées dans le plan (σ_x, σ_y) des contraintes en profondeur (σ_z). On admet généralement que les contraintes situées dans le plan ont la même intensité quelque soit leur direction, et que les contraintes en profondeur (σ_z) sont négligeables [47] car la structure est orthotrope.

Ainsi, on pourra écrire que les contraintes résiduelles ne varient que selon l'axe z :

$$\sigma_x(x, y, z) = \sigma_y(x, y, z)$$

$$\text{ainsi } \sigma_x(z) = \sigma_y(z)$$

$$\sigma_z(x, y, z) = 0$$

Les contraintes résiduelles étant principalement d'origine thermique, on peut exprimer les contraintes selon les équations suivantes :

$$\sigma_R = \sigma_{th} + \sigma_q \quad (3-1)$$

où σ_R est la valeur des contraintes résiduelles dans le plan, σ_{th} est la valeur des contraintes d'origine thermique exprimée par l'équation (3-2) et σ_q est la valeur des contraintes d'origine microscopique (issue de la trempe des particules) exprimée par l'équation (3-3).

$$\sigma_{th} = \left(\frac{E_r}{1-\nu_r} \right) \cdot \varepsilon \approx \left(\frac{E_r}{1-\nu_r} \right) \cdot (\alpha_s - \alpha_r) \cdot (T_{ch} - T_d) \quad (3-2)$$

$$\sigma_q = E_r(T_{ch}) \int_{T_s}^{\beta T_m} \alpha_r(T) \cdot dT \quad (3-3)$$

où E est le module apparent d'Young, ν est le coefficient de Poisson, ε est la déformation, α est le coefficient linéaire de dilatation thermique, T_{ch} est la température de la chambre de projection, T_d est la température de projection, T_s est la température du substrat pendant la projection, T_m est la température

de la chambre de projection, $E_r(T_{ch})$ est le module d'élasticité du revêtement à la température de la chambre de projection, β est un coefficient de réduction de température permettant de prendre en compte les effets de relaxation tel que le fluage, et les indices r et s représentent le revêtement et le substrat, respectivement [48].

Araujo *et al.* [49] ont présenté différentes courbes représentant l'évolution des contraintes résiduelles en fonction de la profondeur dans le revêtement. Les contraintes résiduelles ont été déterminées par Sampath *et al.* [50] par diffraction des neutrons dans des revêtements (Ni-5%_w Al) déposées de différentes manières sur de l'acier. La Figure 3-2 représente l'évolution des contraintes résiduelles pour échantillons projetés avec différentes techniques (a- Air Plasma Spraying (APS) ; b- Twin Wire-Arc spraying (TWA) ; c- High Velocity Oxy-Fuel (HVOF)).

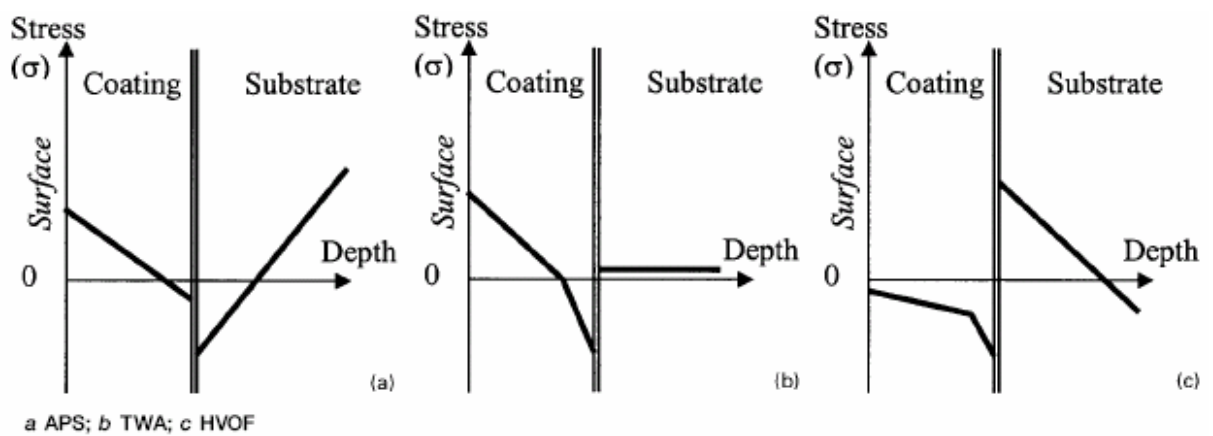


Figure 3-2 : Représentation des contraintes résiduelles avec variation des techniques de projection [49]

On observe que l'intensité et la répartition des contraintes résiduelles sont significativement différentes selon la technique de projection utilisée.

Pour une même technique de projection, Matejcek *et al.* [51] montrent que les contraintes résiduelles peuvent aussi être très différentes lorsque l'on fait varier la température de projection. La Figure 3-3 représente l'évolution des contraintes résiduelles mesurées in situ par la méthode de courbure sur des revêtements de molybdène projeté sur de l'acier.

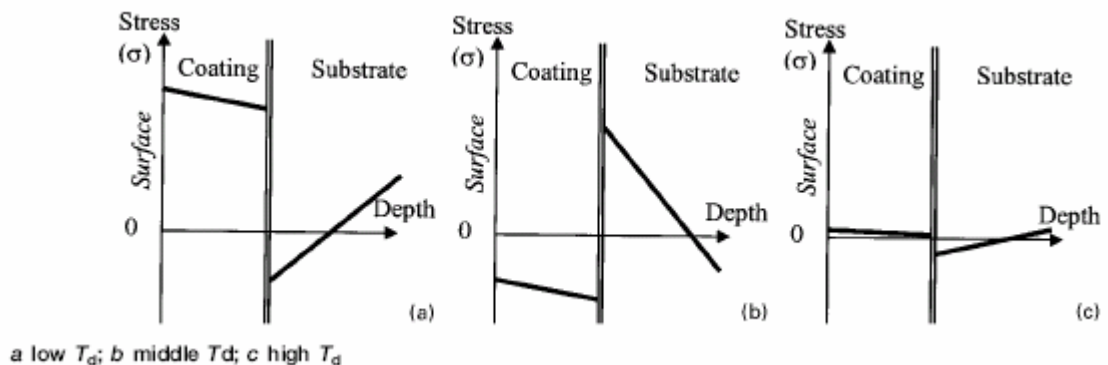


Figure 3-3 : Évolution des contraintes résiduelles avec variation de la température de projection [49]

3.2 Effet du recuit sur les contraintes résiduelles

Pour limiter l'intensité des contraintes résiduelles, il est possible de réaliser un recuit de détente. Ce recuit consiste à chauffer l'échantillon pendant un temps suffisamment long puis de le laisser refroidir à l'air ambiant. On veille à ce que la température de chauffage ne soit pas trop élevée afin de ne pas modifier la structure cristallographique des matériaux. Dans le cas des revêtements obtenus par projection thermique, le recuit permettra d'atténuer significativement les contraintes résiduelles microscopique et métallurgique (voir § 1.2) mais pas les contraintes d'origine thermiques car le refroidissement engendrera toujours des contraintes résiduelles à cause de la différence des coefficients de dilatation thermique. Ainsi, le recuit modifiera le champ des contraintes résiduelles dans le revêtement, mais il n'est pas certain qu'il en diminuera l'intensité.

Lesage *et al.* [52] ont ainsi réalisé des recuits à 600°C pendant deux heures sur des revêtements de NiCr 80-20 projetés sur de l'acier. Ils ont remarqué que le recuit permettait d'augmenter la ténacité d'interface grâce à la modification du champ des contraintes résiduelles dans le revêtement.

3.3 Effet des contraintes résiduelles

Les contraintes résiduelles de compression dans le revêtement sont favorables à la tenue en fatigue [53] et permettent de limiter la propagation des fissures à l'interface [52] comme nous le verrons dans cette étude. A l'inverse, les contraintes résiduelles de traction augmentent la possibilité de fissuration et de décollement du revêtement [54].

Lesage *et al.* [52], en diminuant l'intensité des contraintes résiduelles présentes autour de l'interface entre le revêtement et le substrat par un recuit de détente, ont montré que la longueur de la fissure interfaciale diminuait lorsque l'intensité des contraintes résiduelles diminuait.

4 CONCLUSION

Les contraintes résiduelles générées par le procédé d'élaboration des revêtements jouent un rôle important dans l'adhérence et la ténacité interfaciale des revêtements. Elles peuvent être évaluées de différentes manières plus ou moins aisées et coûteuses à mettre en oeuvre. Nous verrons dans la suite du document que l'interprétation sur le rôle des contraintes résiduelles ne peut être dissociée du rôle de l'épaisseur du revêtement.

DEUXIÈME PARTIE

MÉTHODES EXPÉRIMENTALES ET RÉSULTATS

Cette étude a été réalisée sur différents échantillons revêtus avec des matériaux métalliques (NiCr), céramiques ($\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiO}_2$) et cermets (WC-Co-Cr). Les revêtements ont différentes épaisseurs et ont été déposés sur des substrats de rugosités différentes. Les échantillons céramiques ont été projetés sur des substrats refroidis et sur des substrats libres de température.

Les paramètres de projection sont reportés dans le Chapitre 4 ainsi que les résultats des mesures des propriétés mécaniques d'usage.

Les protocoles de mesures et les résultats des essais d'adhérence réalisés (essai de traction EN 582, essai de cisaillement EN 15340 et essai d'indentation interfaciale) sont présentés dans le Chapitre 5.

De même des résultats de l'évaluation des contraintes résiduelles sont exposés dans le Chapitre 6.

Les objectifs majeurs de son expérimentation sont d'étudier les effets de l'épaisseur et de la rugosité du substrat sur « l'adhérence » de différents revêtements. L'intensité des contraintes résiduelles et leurs effets sont aussi étudiés.

Chapitre 4 MATÉRIAUX ET PROPRIÉTÉS

1 RÉALISATIONS DES ÉCHANTILLONS

Trois séries d'échantillons ont été réalisées. L'ensemble de ces séries permet de balayer un large éventail de configuration de matériaux pour rendre compte des comportements possibles pendant les essais. Au cours de la projection, réalisée à l'Empa et dans l'entreprise Stellba, en Suisse, trois types de revêtements ont été déposés en trois épaisseurs sur un acier de construction préalablement dégraissé à l'acétone et sablé à l'alumine pour obtenir trois niveaux de rugosité avant projection. Certains échantillons ont subi un traitement thermique à l'issue de la projection.

1.1 Substrat

Le substrat employé est l'acier de construction de norme S 235³ laminé à chaud.

1.2 Revêtements

Des revêtements métalliques (nickel – chrome), cermets (carbure de tungstène avec une matrice de cobalt et de chrome) et céramiques (alumine – dioxyde de titane) ont été projetés. Les principaux paramètres de projection sont présentés dans le Tableau 4-1.

	Composition relative (pourcentage pondéral)	Mode de projection	Température maximale du substrat pendant la projection	Taille des particules
NiCr	80 – 20	VPS	500°C	-53 + 20 µm
WC-Co-Cr	86 – 10 – 4	HVOF	200°C	-50 + 20 µm
Al ₂ O ₃ -TiO ₂	87 – 13	VPS	530° C (Éch. 28 – 30) 110°C (Éch. 25 – 27)	-22 + 5 µm

Tableau 4-1 : Paramètres de projection des revêtements

³ Anciennement E 24 selon AFNOR et St 37-2 selon DIN

Pour les revêtements céramiques, une série d'échantillons était refroidie pendant la projection. Ce refroidissement était réalisé à l'aide du porte-échantillons muni d'un échangeur de chaleur. Le fluide utilisé était de l'eau de ville à la température de distribution. L'autre série, projetée en même temps, n'était pas refroidie.

1.3 Nomenclature générale

Dans la nomenclature (Tableau 4-2), le préfixe « X » signifie que l'échantillon est recuit à 600°C pendant deux heures et le préfixe « C » signifie que le substrat est refroidi pendant la projection.

	Revêtement	Épaisseur du revêtement (μm)	Rugosité du substrat Ra (μm)	Nomenclature
1	NiCr	110 \pm 20	2,3 \pm 0,2	Ni-150-2
2	NiCr	180 \pm 20	2,3 \pm 0,2	Ni-300-2
3	NiCr	480 \pm 20	2,3 \pm 0,2	Ni-600-2
4	NiCr	110 \pm 20	4,5 \pm 0,5	Ni-150-4
5	NiCr	180 \pm 20	4,5 \pm 0,5	Ni-300-4
6	NiCr	480 \pm 20	4,5 \pm 0,5	Ni-600-4
7	NiCr	110 \pm 20	4,5 \pm 0,5	X Ni-150-4
8	NiCr	180 \pm 20	4,5 \pm 0,5	X Ni-300-4
9	NiCr	480 \pm 20	4,5 \pm 0,5	X Ni-600-4
10	NiCr	110 \pm 20	6,0 \pm 0,3	Ni-150-6
11	NiCr	180 \pm 20	6,0 \pm 0,3	Ni-300-6
12	NiCr	480 \pm 20	6,0 \pm 0,3	Ni-600-6
13	WC-Co-Cr	150 \pm 20	2,3 \pm 0,2	W-150-2
14	WC-Co-Cr	300 \pm 20	2,3 \pm 0,2	W-300-2
15	WC-Co-Cr	600 \pm 20	2,3 \pm 0,2	W-600-2
16	WC-Co-Cr	150 \pm 20	4,5 \pm 0,5	W-150-4
17	WC-Co-Cr	300 \pm 20	4,5 \pm 0,5	W-300-4
18	WC-Co-Cr	600 \pm 20	4,5 \pm 0,5	W-600-4
19	WC-Co-Cr	150 \pm 20	4,5 \pm 0,5	X W-150-4
20	WC-Co-Cr	300 \pm 20	4,5 \pm 0,5	X W-300-4
21	WC-Co-Cr	600 \pm 20	4,5 \pm 0,5	X W-600-4
22	WC-Co-Cr	150 \pm 20	6,0 \pm 0,3	W-150-6
23	WC-Co-Cr	300 \pm 20	6,0 \pm 0,3	W-300-6
24	WC-Co-Cr	600 \pm 20	6,0 \pm 0,3	W-600-6
25	Al ₂ O ₃ TiO ₂	90 \pm 20	4,0 \pm 0,2	C Al-150-4
26	Al ₂ O ₃ TiO ₂	230 \pm 20	4,0 \pm 0,2	C Al-250-4
27	Al ₂ O ₃ TiO ₂	400 \pm 20	4,0 \pm 0,2	C Al-400-4
28	Al ₂ O ₃ TiO ₂	90 \pm 20	4,0 \pm 0,2	Al-150-4
29	Al ₂ O ₃ TiO ₂	240 \pm 20	4,0 \pm 0,2	Al-250-4
30	Al ₂ O ₃ TiO ₂	400 \pm 20	4,0 \pm 0,2	Al-400-4

Tableau 4-2 : Nomenclature

2 CONTRÔLE DE LA RUGOSITÉ DES SUBSTRATS ET DE L'ÉPAISSEUR DES REVÊTEMENTS

2.1 Les paramètres de rugosité

Il existe de nombreux paramètres permettant de définir la rugosité d'une surface. Chaque paramètre considère un profil $z(x)$ définissant la surface sur une longueur de référence.

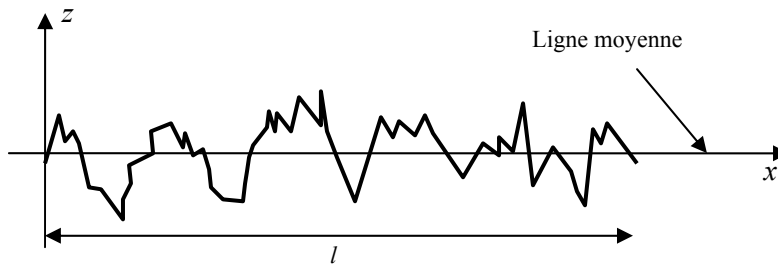


Figure 4-1 : Profil définissant une surface sur une longueur de base l

Le paramètre de rugosité Ra est la moyenne arithmétique de toutes les ordonnées du profil à l'intérieur de la longueur de référence l .

$$Ra = \frac{1}{l} \int_0^l |z(x)| dx \quad (4-1)$$

En général, les profils sont définis par une série de n points, ainsi

$$Ra = \frac{1}{n} \sum_{i=0}^{i=n} |z_i| \quad (4-2)$$

L'écart quadratique de rugosité Rq est la moyenne quadratique de toutes les ordonnées du profil à l'intérieur de la longueur de base :

$$Rq = \sqrt{\frac{1}{l} \int_0^l z^2(x) dx} \quad (4-3)$$

De même, le paramètre de rugosité Rt est la différence de hauteur la saillie la plus haute et le creux le plus profond.

$$Rt = |\max[z(x)]| + |\min[z(x)]|, \forall x \in [0, l] \quad (4-4)$$

2.2 Contrôle de la rugosité du substrat

2.2.1 Avant la projection

La rugosité des substrats a été obtenue par projection de particules d'alumine sous pression (entre 1 et 4 bars). Cette étape de préparation vise à nettoyer le substrat d'éventuelles impuretés et à favoriser l'accrochage mécanique du revêtement. La mesure de la rugosité obtenue se fait à l'aide d'un rugosimètre à palpeur mécanique donnant directement la valeur de la rugosité moyenne (Ra). Une

dizaine de mesure sur un échantillon plat permettent de donner une moyenne de la rugosité à la surface du substrat avant la projection.

Revêtement	Rugosité visée	Rugosité obtenue
NiCr et WC-Co-Cr	2 μm	2,3 \pm 0,2 μm
NiCr et WC-Co-Cr	4 μm	4,5 \pm 0,5 μm
NiCr et WC-Co-Cr	6 μm	6,0 \pm 0,3 μm
Al ₂ O ₃ TiO ₂	4 μm	4,0 \pm 0,2 μm

Tableau 4-3 : Mesure de la rugosité des substrats avant la projection

2.2.2 Après la projection

Il est aussi possible de mesurer la rugosité d'interface de l'échantillon. Ceci permet de comparer la rugosité du substrat avant la projection et la rugosité d'interface après la projection.

Pour effectuer cette détermination, nous avons pris une photo de l'interface à l'aide d'un microscope optique équipé d'une caméra numérique. Le contraste de la ligne d'interface est accentué puis un logiciel calcule les coordonnées des points situés sur l'interface. Cette série de points peut être traitée numériquement pour obtenir le ou les paramètres de rugosité souhaités.

Cette démarche est présentée ci-dessous pour l'échantillon Ni-150-2. La ligne d'interface a été discrétisée en 1936 points. L'ensemble de cette série de point a permis d'obtenir les paramètres de rugosité suivants :

$$Ra = 2,8 \mu\text{m} ; Rq = 3,6 \mu\text{m} ; Rt = 17 \mu\text{m}.$$

Or, d'après notre mesure mécanique, le paramètre de rugosité donnait une valeur

$$Ra = 2,3 \pm 0,2 \mu\text{m}.$$

Cette valeur est proche de celle déterminée métallographiquement. La différence provient sûrement la longueur d'interface prise en compte, de l'ordre du millimètre pour la mesure mécanique et seulement 250 μm pour la méthode métallographique.

Cette méthode peut donc s'avérer intéressante si l'on souhaite connaître la rugosité d'interface alors qu'on ne l'a pas mesurée avant la projection.

La Figure 4-2 présente les photos et courbes déterminées au cours de cette expérience.

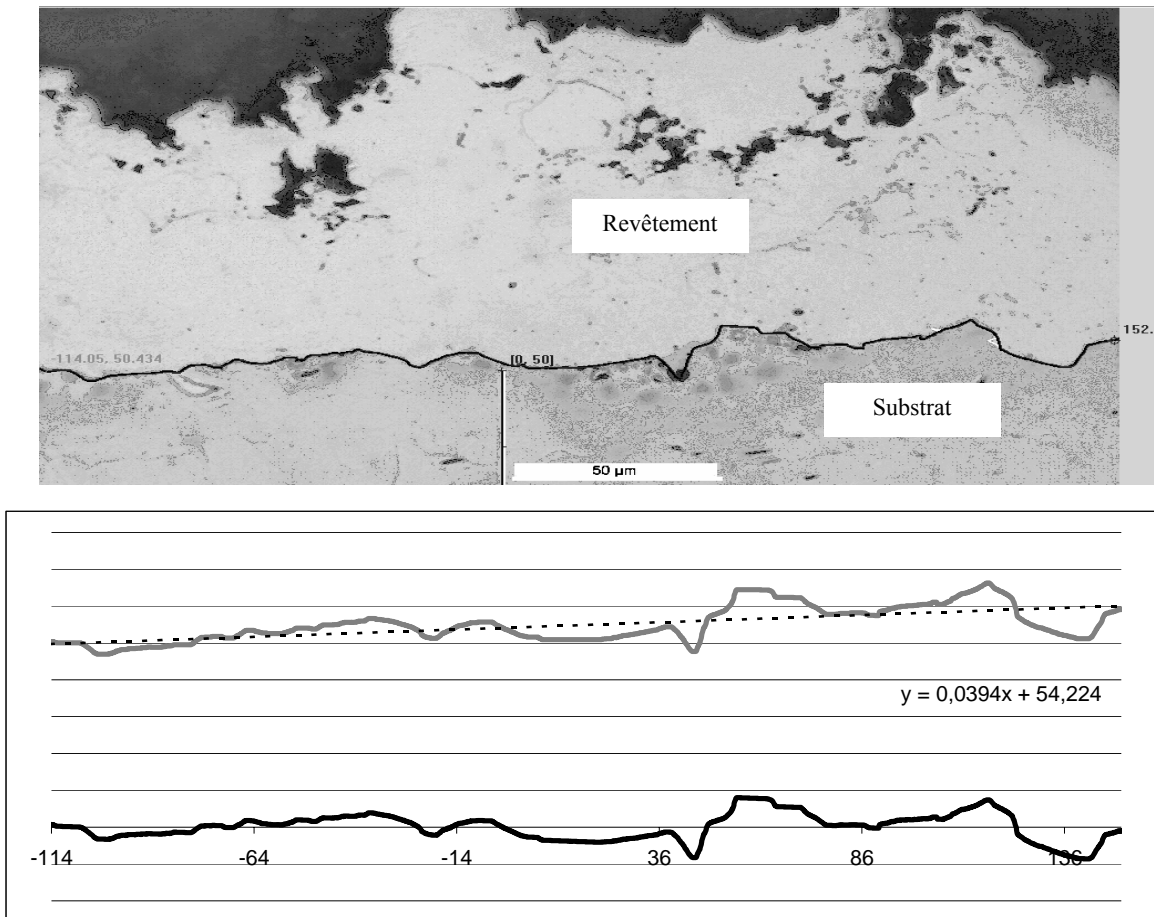


Figure 4-2 : Détermination de la rugosité par traitement d'image
(En haut : micrographie de l'interface de l'échantillon 1 M ; en bas : modélisation de l'interface)

2.3 Contrôle de l'épaisseur des revêtements

Les épaisseurs des revêtements ont été déterminées de deux manières différentes, l'une mécanique et l'autre métallographique.

2.3.1 Méthode mécanique

Cette méthode consiste à faire une mesure à l'aide d'un comparateur avant et après la projection. Il s'agit d'une méthode rapide mais peu fiable car il faut réaliser les deux mesures au même endroit ce qui est difficile.

2.3.2 Méthode métallographique

Cette méthode consiste à mesurer l'épaisseur du revêtement à l'aide d'un microscope et d'un logiciel de traitement d'images. Il faut pour cela réaliser une découpe et un polissage soignés de l'échantillon puis réaliser l'observation au microscope (Figure 4-3) en faisant la moyenne d'une dizaine de mesures réparties le long de l'interface. Il s'agit d'une méthode fiable et précise mais elle demande un temps de préparation long. Toutefois, lorsque l'on souhaite réaliser une mesure de ténacité d'interface par indentation, cette méthode est particulièrement efficace car elle ne nécessite pas d'efforts supplémentaires. Cette méthode est normalisée selon ISO 1463.

2.3.3 Résultats des mesures

A l'issue de la campagne de mesure, on retient les épaisseurs suivantes :

Revêtement	Méthode de projection	Épaisseur visée	Épaisseur mesurée mécaniquement	Épaisseur mesurée par coupe métallographique
NiCr	VPS	150 μm	120 μm	110 μm
		300 μm	280 μm	180 μm
		600 μm	580 μm	480 μm
WC-Co-Cr	HVOF	150 μm	150 μm	145 μm
		300 μm	290 μm	260 μm
		600 μm	590 μm	540 μm
Al ₂ O ₃ + TiO ₂	VPS	150 μm	130 μm	90 μm
		250 μm	270 μm	230 μm
		400 μm	400 μm	400 μm
Al ₂ O ₃ + TiO ₂ (Substrat refroidi)	VPS	150 μm	130 μm	90 μm
		250 μm	250 μm	240 μm
		400 μm	440 μm	400 μm

Tableau 4-4 : Mesure des épaisseurs des revêtements

On constate que des écarts significatifs apparaissent pour certaines épaisseurs. Les mesures métallographiques présentent plus de précision que la méthode mécanique qui surévalue naturellement l'épaisseur puisqu'elle prend en compte les pics de rugosité de part et d'autre de l'échantillon. Ainsi, on ne retiendra pour la suite de cette étude que les épaisseurs mesurées par coupe métallographique.

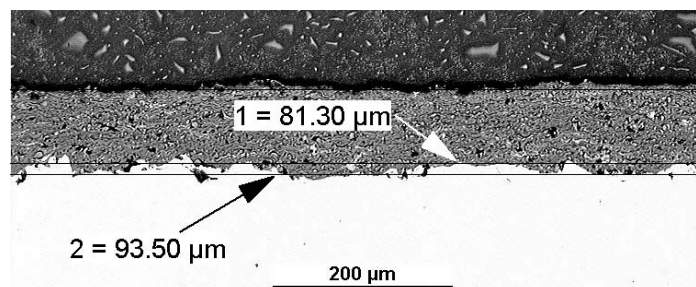


Figure 4-3 : Coupe métallographique de l'échantillon C Al-150-4 (25M), acier (blanc) refroidi revêtu de Al₂O₃-TiO₂ (gris).

3 CARACTÉRISATION DES PROPRIÉTÉS PHYSIQUES DES MATÉRIAUX

3.1 Généralités

Pour appliquer les différentes méthodes de détermination de l'adhérence et des contraintes résiduelles, il est nécessaire de connaître les propriétés élasto-plastiques du substrat et du revêtement. Il s'agit de

la dureté et du module apparent d'élasticité de Young. Si, en général, cela ne pose pas de problèmes particuliers pour le substrat dont les propriétés sont généralement accessibles dans la bibliographie ou facilement mesurable, il n'en est pas de même pour le revêtement dont les propriétés élasto-plastiques peuvent s'écarter assez largement des mêmes propriétés du matériau massif de même nature. Dans la plupart des cas en l'absence d'autres moyens de mesure, on considère les propriétés du même matériau massif. Cependant, nous disposons au Laboratoire de mécanique de Lille d'un système d'indentation instrumentée qui permet de mesurer la dureté et le module d'élasticité.

Le principe de la méthode consiste à appliquer un indenteur, ici de type Vickers, soumis à une charge ou un déplacement contrôlé et à mesurer respectivement soit le déplacement soit la charge. Dans un cas comme dans l'autre, on construit une courbe charge – déplacement représentée schématiquement Figure 4-4.

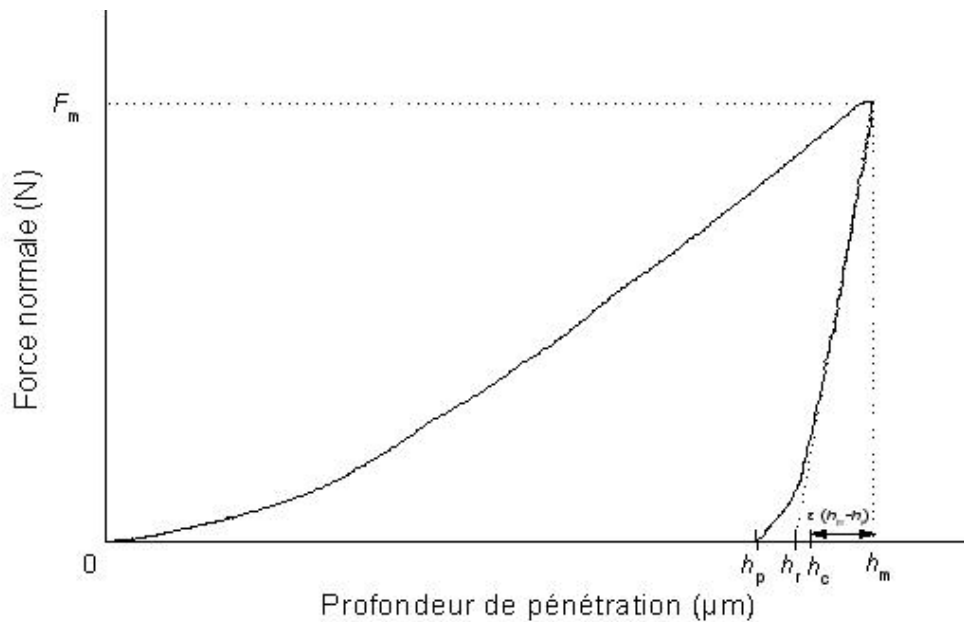


Figure 4-4 : Modèle d'une courbe charge – déplacement obtenue sur un acier courant

La première partie de la courbe commençant au point origine correspond à la phase de chargement. Cette phase se termine au point de chargement maximum F_m choisi par l'opérateur. A partir de ce point, la phase de déchargement commence après un temps de pause durant généralement 15 secondes. Lorsque l'indenteur n'est plus en contact avec le matériau, c'est à dire lorsque la charge devient nulle, il persiste une profondeur h_p mesurable sur la courbe et qui correspond à la déformation permanente du matériau après indentation. La Figure 4-5 montre bien la correspondance entre les différentes épaisseurs relevées sur la courbe et les épaisseurs mesurées sur un profil d'une empreinte d'indentation.

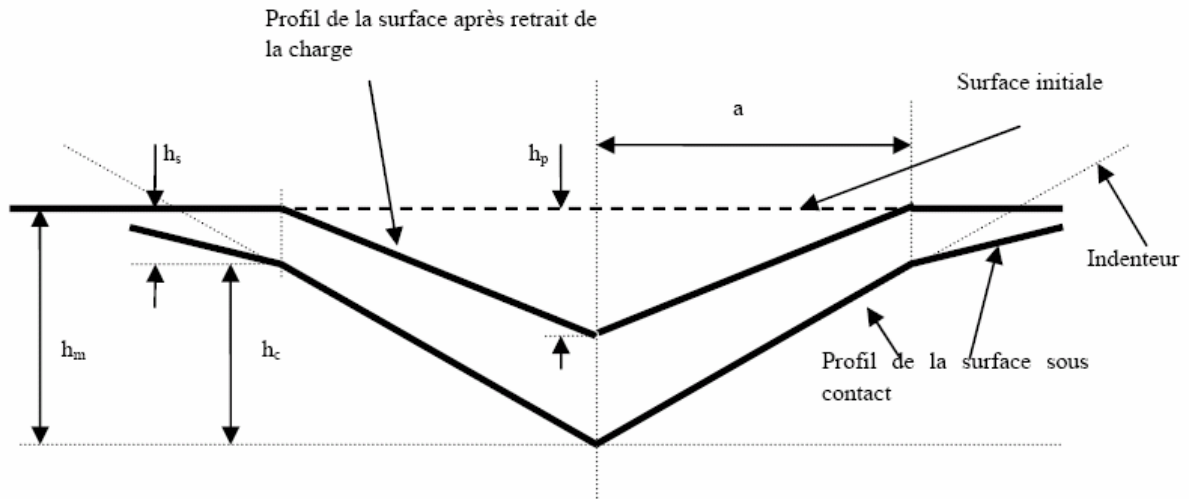


Figure 4-5 : Représentation schématique du contact indenteur – échantillon

Cette technique permet de calculer la dureté du matériau mais elle présente surtout l'avantage de permettre la détermination de son module d'élasticité à partir de la courbe au déchargement. C'est en effet l'élasticité du matériau testé qui conduit, pour l'essentiel, au retour d'empreinte. Pendant cette période de déchargement, la charge varie linéairement ou non avec la profondeur.

3.2 Méthode d'Oliver et Pharr

Oliver et Pharr [55] considèrent que le déchargement s'effectue selon une loi puissance. La régression est effectuée en 98% et 40% de F_m . La loi puissance s'exprime suivant l'équation (4-5) :

$$F = F_m \left(\frac{h - h_p}{h_m - h_p} \right)^m \quad (4-5)$$

On définit la raideur selon Oliver et Pharr S_{op} telle que

$$S_{op} = \frac{dF}{dh} = m \frac{F_m}{h_m - h_p} \quad (4-6)$$

Le système de mesure dont nous disposons au laboratoire détermine les coefficients de la loi puissance et la raideur selon cette méthode.

3.3 Détermination du module d'élasticité

3.3.1 Calcul de la compliance du matériel de mesure

L'élasticité du système de mesure doit être prise en compte lors de la détermination du module de Young et de la dureté.

Pour cela, on détermine la compliance C_f du système en observant l'évolution de l'inverse de la raideur S_{op} en fonction de l'inverse de la profondeur d'indentation h_c déterminées par le système pour des charges appliquées différentes.

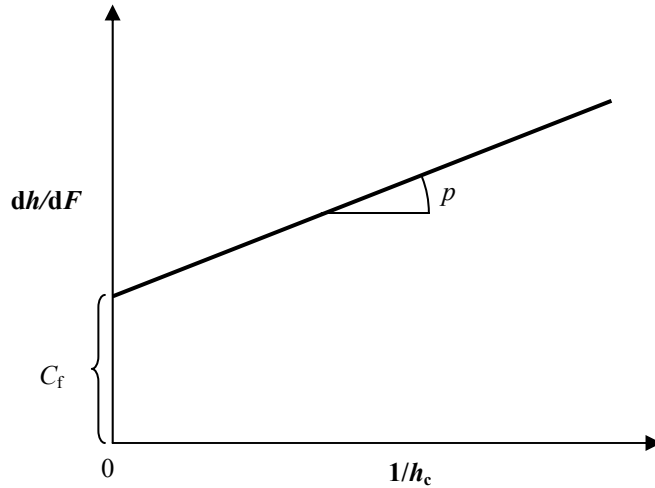


Figure 4-6 : Évolution de dh/dF en fonction de $1/hc$

Les points s'alignent sur une droite de pente p et d'expression :

$$\frac{1}{S_{op}} = \frac{dh}{dF} = p \times \frac{1}{h_c} + C_f \quad (4-7)$$

où S_{op} est la raideur déterminée par le système (c'est-à-dire avec l'influence de la compliance que l'on cherche) ; h_c est la profondeur de contact déterminée par le système ; p et C_f sont la pente et l'ordonnée à l'origine de la droite déterminée par régression linéaire. C_f est la compliance de l'ensemble instrument de mesure + échantillon [56].

3.3.2 Calcul de l'élasticité

Le module d'élasticité E du matériau étudié est déterminé selon l'équation (4-8) :

$$E = \frac{1 - \nu_m^2}{\frac{1}{E_r} - \frac{1 - \nu_i^2}{E_i}} \quad (4-8)$$

où E_i et ν_i sont le module d'élasticité et le coefficient de Poisson de l'indenteur (1141 GPa et 0,07 pour notre matériel), respectivement, ν_m est le coefficient de Poisson du matériau étudié et E_r est le module d'élasticité réduit exprimé par l'équation (4-9).

$$E_r = \frac{\sqrt{\pi} \cdot S}{2\beta\sqrt{A_p}} \quad (4-9)$$

où S est la raideur, β est un facteur géométrique dépendant de la forme de l'indenteur, A_p est l'aire projetée de l'empreinte. L'aire projetée A_p est exprimée selon l'équation (4-10) pour un indenteur pyramidal :

$$A_p = 4 \tan^2(\alpha) h_c^2 \quad (4-10)$$

où α est l'angle entre les faces de l'indenteur (68° pour l'indenteur Vickers).

Ainsi on détermine le module d'élasticité réduit selon l'équation (4-11) et le module d'élasticité du matériau étudié est calculé selon l'équation (6-4).

$$E_r = \frac{\sqrt{\pi}}{2\beta} \times \frac{S}{2 \tan^2(\alpha) h_c} = \frac{\sqrt{\pi}}{4\beta \tan^2(\alpha)} \times \frac{1}{p} \quad (4-11)$$

Le facteur β est donné selon les valeurs reportées dans le Tableau 4-5 :

Forme de l'indenteur	Valeur de β
Circulaire	1
Triangulaire	1,034
Carré	1,012

Tableau 4-5 : Valeurs de β

3.3.3 Calcul de la dureté

La dureté HV est définie comme étant la valeur de la charge maximale appliquée P_m (exprimée en kgf) divisée par l'aire de l'empreinte formée.

$$HV = \sin(\alpha) \times \frac{P_m}{A_{pm}} \quad (4-12)$$

où A_{pm} est l'aire de l'empreinte projeté telle que

$$A_{pm} = 4 (h_m^*)^2 \tan^2(\alpha) \quad (4-13)$$

où α est l'angle entre les faces de l'indenteur (68° pour l'indenteur Vickers) et h_m^* est la profondeur maximale de l'enfoncement de l'indenteur corrigée telle que

$$h_m^* = h_m - C_f \times F_m \quad (4-14)$$

où h_m est l'enfoncement maximal de l'indenteur déterminé par le système ; C_f est la compliance ; F_m est la force maximale appliquée.

La dureté est calculée pour une charge donnée en faisant la moyenne sur plusieurs essais.

3.4 Expérimentation

Pour déterminer le module d'élasticité et la dureté du matériau, nous avons utilisé des échantillons de dimensions $25 \times 15 \times 5 \text{ mm}^3$ revêtus sur la plus grande surface. La surface du revêtement a été polie avec du papier abrasif de grade 180 puis 800 pendant 1 min. à chaque étape.

Les indentations ont été réalisées perpendiculairement au plan du revêtement à l'aide d'un micro-duromètre instrumenté CSM muni d'un indenteur Vickers en diamant. Une moyenne de cinq indentations ont été réalisées pour définir chaque point de la courbe des résultats présentée Figure 4-7. A chaque indentation, la profondeur de pénétration est contrôlée pour rester inférieure à 10 % de l'épaisseur du revêtement.

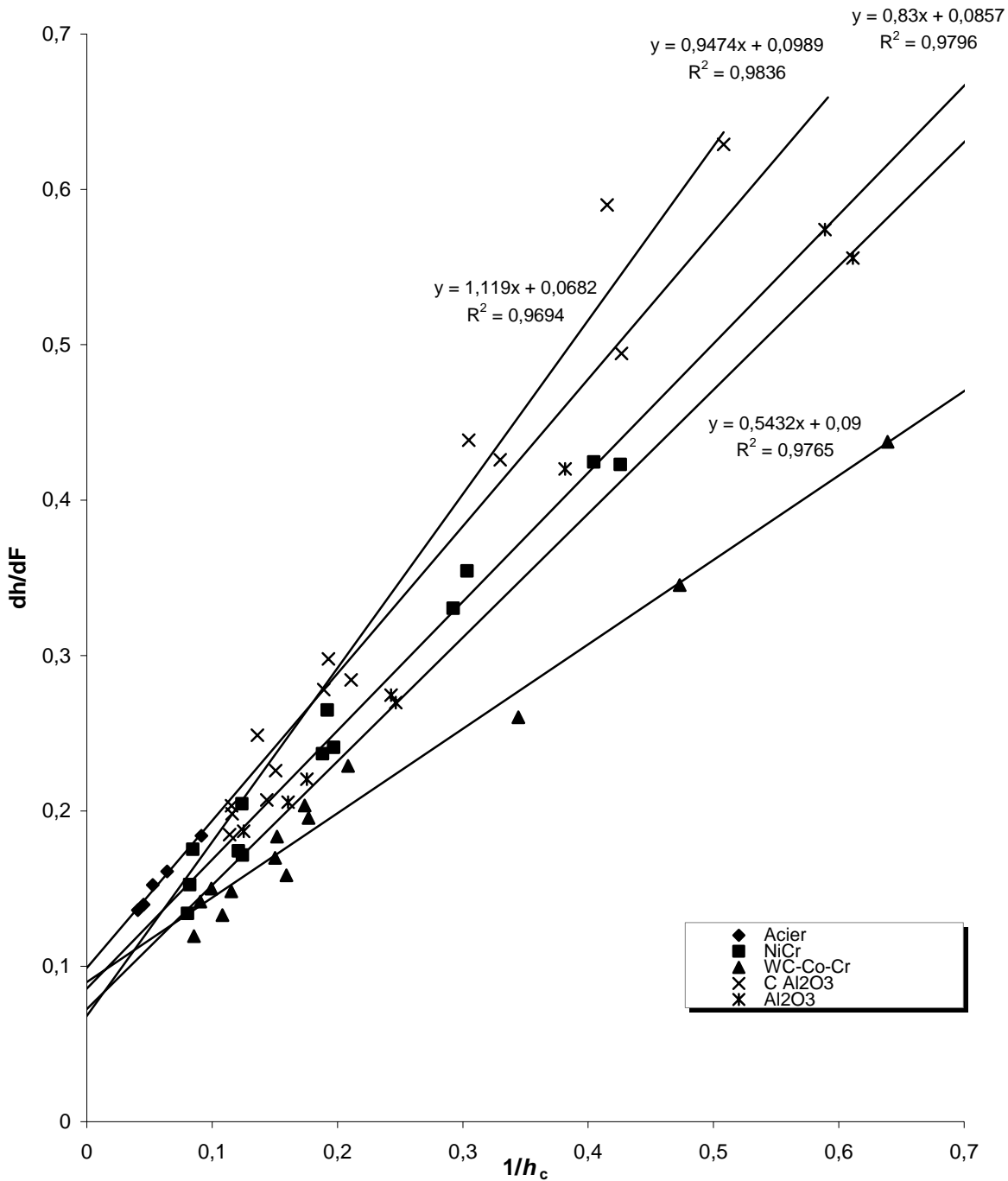


Figure 4-7 : Graphique permettant la détermination de la compliance C_f

On constate ainsi que la compliance de l'ensemble {système + échantillon} varie peu en fonction de l'échantillon. Ceci paraît normal puisque les variations ne pourraient avoir pour origine qu'un défaut d'horizontalité des échantillons [57].

3.5 Résultats

Les valeurs moyennes de la dureté et du module d'élasticité des matériaux sont rassemblées dans le Tableau 4-6.

	Dureté (à 10 N)	Module d'élasticité	Coefficient de Poisson ⁴
Acier S 235	151 HV	200 GPa	0,30
NiCr	244 HV	218 GPa	0,31 [58]
WC-Co-Cr	781 HV	386 GPa	0,26 [59]
Al ₂ O ₃ TiO ₂	882 HV	233 GPa	0,23 [32]
Al ₂ O ₃ TiO ₂ avec le substrat refroidi	590 HV	161 GPa	0,23 [32]

Tableau 4-6 : Propriétés mécaniques des matériaux

4 COUPES MÉTALLOGRAPHIQUES DES REVÊTEMENTS

Des coupes métallographiques des échantillons ont été réalisées afin de constater la densité et l'architecture des revêtements et les caractéristiques de l'interface. Les échantillons analysés ont été découpés, enrobés et polis jusqu'à l'étape de finition de polissage à la pâte diamantée à 1 µm voire à 0,25 µm. Les observations ont été réalisées sur des microscopes optiques à réflexion.

Des micrographies sont présentées en Figure 4-8, Figure 4-9 et Figure 4-10.

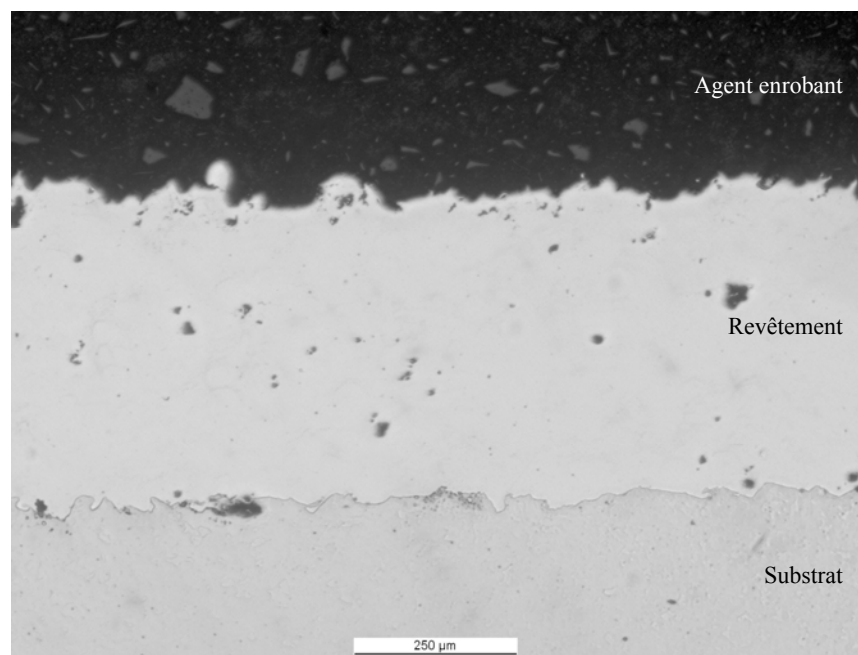


Figure 4-8 : Coupe métallographique d'un échantillon revêtu de NiCr (Ech 12)

⁴ Valeur estimée à partir de la bibliographie mentionnée entre crochets

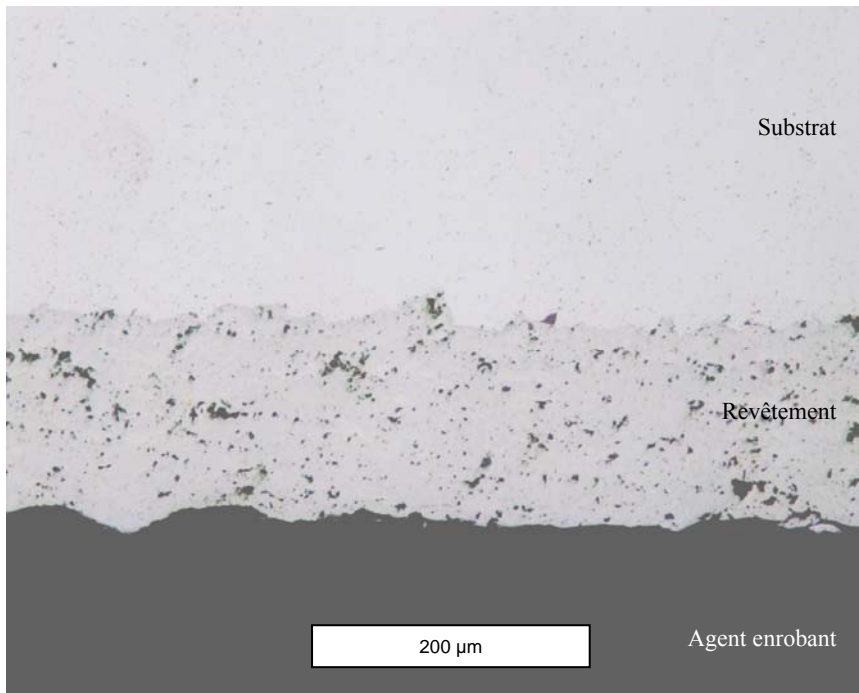


Figure 4-9 : Coupe métallographique d'un échantillon revêtu de WC-Co-Cr (Ech 13)

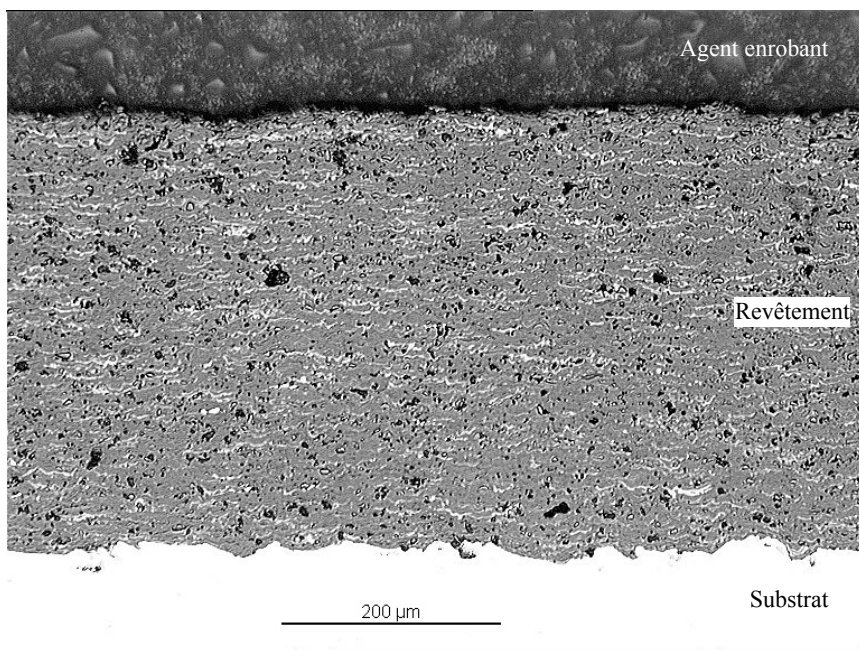


Figure 4-10 : Coupe métallographique d'un échantillon revêtu d'Al₂O₃-TiO₂ (Ech 27)

Pour les revêtements Al₂O₃-TiO₂, des analyses d'images ont été réalisées pour tous les échantillons. La teneur volumique apparente moyenne en TiO₂ est de 4,5 %. La moyenne est effectuée sur 31 mesures réalisées aléatoirement sur tous les échantillons. La répartition est gaussienne. En ce qui concerne les taux de porosité surfacique, ils varient en fonction des échantillons. Les résultats sont donnés dans le Tableau 4-7.

	Nomenclature	Épaisseur du revêtement (μm)	Taux de porosité (%)
25	C Al-150-4	90 ± 20	$2,9 \pm 0,6$
26	C Al-250-4	230 ± 20	$2,6 \pm 0,5$
27	C Al-400-4	400 ± 20	$4,8 \pm 0,6$
28	Al-150-4	90 ± 20	$5,4 \pm 1,0$
29	Al-250-4	240 ± 20	$4,4 \pm 0,9$
30	Al-400-4	400 ± 20	$3,8 \pm 0,8$

Tableau 4-7 : Taux de porosité des échantillons revêtus d' Al_2O_3 - TiO_2

On constate donc que les revêtements sont peu poreux et les interfaces présentent peu d'imperfections.

5 CONCLUSION

Nous avons donc réalisé une caractérisation métallographique des revêtements et du substrat. Les épaisseurs des revêtements ainsi que leur porosité, la rugosité du substrat ont été déterminées mécaniquement et/ou par analyse d'images. Les propriétés mécaniques apparentes des revêtements et du substrat ont été déterminées par essais d'indentations. Les résultats obtenus seront utilisés dans le chapitre suivant pour la détermination de l'adhérence des revêtements.

Chapitre 5 MÉTHODES DE DÉTERMINATION DE L'ADHÉRENCE

1 DÉTERMINATION DE LA TÉNACITÉ D'INTERFACE PAR ESSAIS D'INDENTATION INTERFACIALE

Les déterminations de ténacité d'interface par essais d'indentation interfaciale ont été réalisées au laboratoire de l'Institut universitaire de technologie « A » de l'Université de Lille 1. La procédure expérimentale suit le protocole défini par l'équipe de recherche au début de cette étude.

1.1 Protocole de mesure défini au laboratoire

Le protocole présenté en annexe est celui que j'ai réalisé pour le laboratoire afin de réaliser la mesure de la ténacité d'interface à partir d'essais d'indentation interfaciale. Les expérimentations ont été conduites selon ce protocole.

1.2 Résultats obtenus

1.2.1 Échantillons NiCr

Pour les échantillons NiCr la détermination des diagonales d'empreintes et des longueurs de fissures était relativement aisée, l'interface étant quasiment sans défaut comme le montre la Figure 5-1.

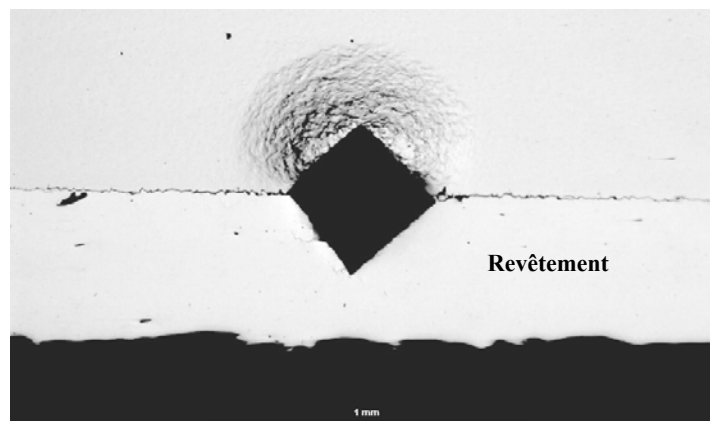


Figure 5-1 : Essai d'indentation interfaciale ($F=20$ kgf) sur un échantillon revêtu de NiCr (Ech. 3)

Le Tableau 5-1 regroupe les résultats obtenus à partir d'une moyenne de 25 indentations à différentes charges par échantillons. Dans le tableau, sont présentés l'épaisseur t du revêtement, la rugosité Ra du substrat avant la projection, les coordonnées du point critique (P_c , a_c), la valeur du rapport $(E/H)^{1/2}$ et la valeur de la ténacité d'interface Kca .

		t [μm]	Ra [μm]	a_c [μm]	P_c [N]	$(E/H)^{1/2}$	Kca [$\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$]
1	Ni-150-2	110	2,3	20,09	2,10	10,71	3,75
2	Ni-300-2	180	2,3	52,06	12,23	10,71	5,23
3	Ni-600-2	480	2,3	82,88	27,97	10,71	5,95
4	Ni-150-4	110	4,5	23,19	1,94	10,71	2,79
5	Ni-300-4	180	4,5	76,44	23,55	10,71	5,66
6	Ni-600-4	480	4,5	143,04	80,03	10,71	7,51
7	X Ni-150-4	110	4,5	16,57	1,39	10,71	3,30
8	X Ni-300-4	180	4,5	55,93	13,42	10,71	5,15
9	X Ni-600-4	480	4,5	109,82	49,45	10,71	6,90
10	Ni-150-6	110	6,0	6,91	0,38	10,71	3,35
11	Ni-300-6	180	6,0	39,83	7,81	10,71	4,99
12	Ni-600-6	480	6,0	78,51	23,60	10,71	5,45

Tableau 5-1 : Résultats des essais d'indentation interfaciale pour les échantillons NiCr

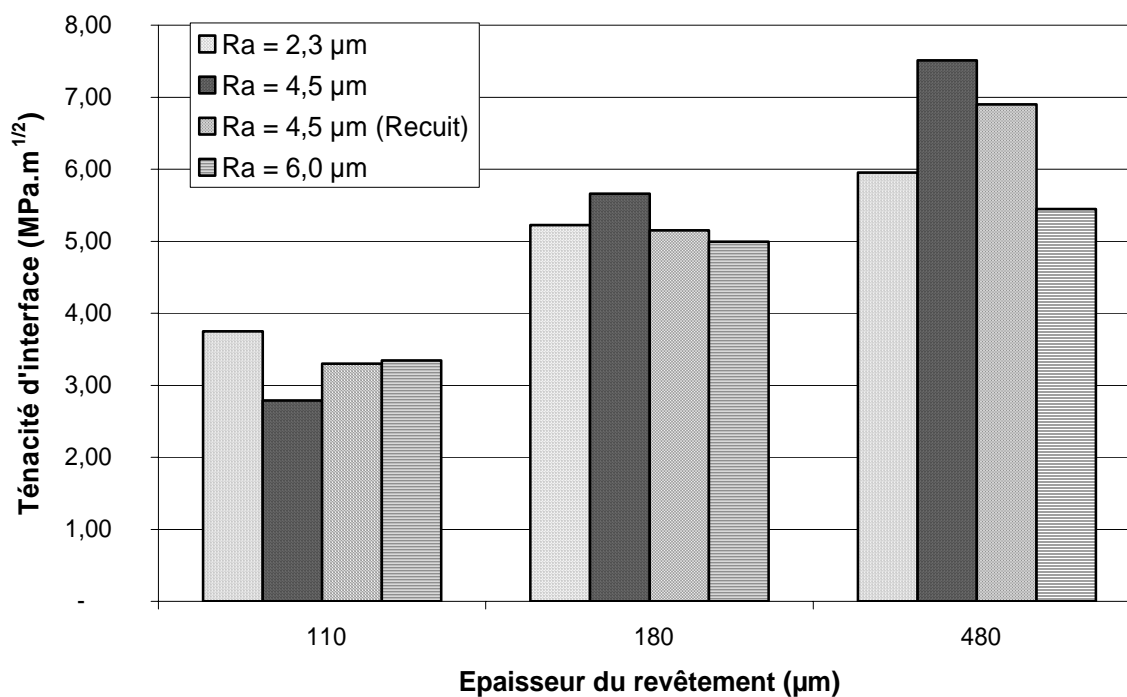


Figure 5-2 : Résultats des essais d'indentation interfaciale pour les échantillons NiCr

1.2.2 Échantillons WC-Co-Cr et échantillons $Al_2O_3-TiO_2$

Pour les échantillons revêtus de WC-Co-Cr et de $Al_2O_3-TiO_2$, la réalisation de l'essai s'est avérée difficile. En effet, les revêtements WC-Co-Cr fissuraient dans leur épaisseur avant l'interface, si bien qu'il était impossible de déterminer des longueurs de fissure interfaciale. Quant aux revêtements $Al_2O_3-TiO_2$, ils fissuraient à la fois à l'interface et dans l'épaisseur comme le montre la Figure 5-3. Ces deux comportements interdisait l'application du modèle de Démarécaux, Chicot et Lesage.

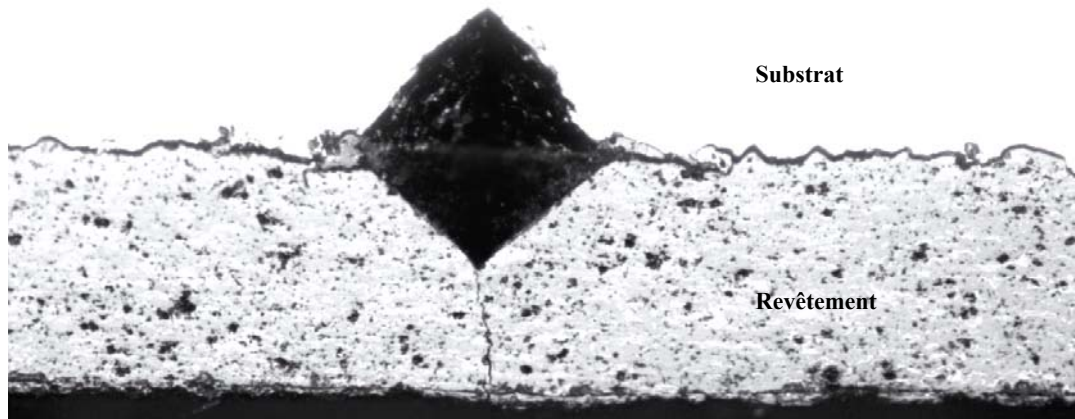


Figure 5-3 : Empreinte et fissures provoquées par une indentation interfaciale avec une charge de 10 kgf pour un échantillon d' $Al_2O_3-TiO_2$

Peu de solutions étaient envisageables pour résoudre ces problèmes car nous étions limités par les charges possibles sur la machine normalisée d'essai de dureté. En effet, il arrivait souvent que l'interface ne fissure pas pour une charge donnée mais le revêtement cassait pour la charge immédiatement supérieure.

2 MESURES D'ADHÉRENCE PAR ESSAIS DE TRACTION

Les mesures d'adhérence par essais de traction ont été menées dans les laboratoires de l'Empa en respectant la norme européenne EN 582 [11]. Les valeurs présentées ci-après sont le résultat d'une moyenne de quatre essais ; les écart-types résultants de ces moyennes leur sont associées.

2.1 Procédure expérimentale

Les échantillons revêtus sont d'abord nettoyés à l'acétone puis séchés à l'air. Ils sont ensuite collés avec une colle d'époxy à un contre-échantillon, non revêtu, de rugosité (R_a) comprise entre 4 et 6 μm et nettoyé de la même façon. Les échantillons sont installés dans un système permettant de les maintenir en position alignée. Le serrage est effectué par une clé dynamométrique pour atteindre un couple de 2,5 N.m. Les échantillons sont soumis à un cycle thermique durant 9 heures et 15 minutes. A l'issue du cycle, les échantillons sont sortis du four et sont marqués de façon à repérer leur alignement.

Les échantillons sont soumis à un essai de traction classique dans une machine universelle d'essai. La vitesse de chargement moyenne est de $2 \text{ N.mm}^{-2}.\text{s}^{-1}$. La force de rupture est enregistrée puis divisée par la section de l'échantillon pour obtenir la contrainte d'adhérence après observation du faciès.

Il faut noter qu'avant chaque série de mesure, un essai de traction est réalisé sur un échantillon témoin, constitué de deux échantillons non revêtus et collés ensemble. Cet essai témoin permet de mesurer l'adhérence de la colle avant chaque série quotidienne. Les valeurs mesurées étaient comprises entre 100 et 105 MPa.

2.2 Comportements observés

Sur les 120 échantillons préparés pour cette campagne d'essais nous avons pu observer les comportements de rupture suivant :

- une rupture 100 % adhésive du revêtement. C'est le cas de 28 échantillons. Dans ce cas, la valeur d'adhérence est validée et enregistrée ;
- une rupture de la colle d'époxy. C'est le cas de 80 échantillons. Ce phénomène est dû au fait que l'adhérence du revêtement est supérieure à celle de la colle. Dans ce cas, la valeur est reportée mais une astérisque (*) est présente en marge de la valeur ;
- une rupture mixte de l'échantillon (Figure 5-4). C'est le cas de 12 échantillons. Dans ce cas, la valeur d'adhérence est corrigée (§ 2.3) pour ne prendre en compte que la partie purement adhésive de la rupture.

Les phénomènes de rupture cohésive du revêtement n'ont pas été observés au cours de cette campagne d'essai.

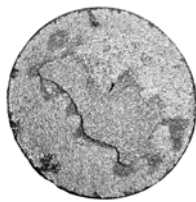


Figure 5-4 : Échantillon de traction présentant une rupture mixte (Échantillon 11 B)

2.3 Évaluation de l'adhérence du revêtement dans le cas de rupture mixte

Il arrive au cours de l'essai de traction que le revêtement ne soit pas totalement détaché. Ce phénomène fausse la mesure de l'adhérence si on divise la force nécessaire pour obtenir la rupture par l'aire totale de la section de l'échantillon. On propose donc ici une méthode pour évaluer la seule part adhésive de la rupture et ainsi l'adhérence du revêtement.

2.3.1 Hypothèses et notations

On supposera pour cette évaluation, que le revêtement et la couche d'époxy sont infiniment cohésifs et que, de ce fait, une rupture ne peut se produire qu'à l'interface époxy / revêtement ou l'interface revêtement / substrat.

On pose

x , tel que $0 \leq x \leq 1$, la part de revêtement détachée du substrat au cours de l'essai de traction,

σ_m , la contrainte de rupture mesurée au cours de l'essai,

σ_r , la contrainte de rupture théorique du revêtement,

σ_e , la contrainte de rupture de l'époxy.

2.3.2 Mise en équation du problème

Lors de la rupture, la somme des forces appliquées sur les deux parts de surfaces de rupture (F_1 et F_2) est égale à la force totale appliquée au système (F).

$$F = F_1 + F_2 \quad (5-1)$$

En remplaçant la valeur des forces par les données énoncées ci-dessus et en divisant par la surface totale de l'échantillon, on obtient :

$$\sigma_m = x \cdot \sigma_r + (1 - x) \cdot \sigma_e \quad (5-2)$$

Soit, pour obtenir la valeur de l'adhérence du revêtement

$$\sigma_r = \frac{\sigma_m - (1 - x) \cdot \sigma_e}{x} \quad (5-3)$$

2.3.3 Application

On applique l'équation (5-3) aux échantillons présentant une rupture mixte. Les résultats sont présentés dans le Tableau 5-2. On utilise la valeur $\sigma_e = 104$ MPa.

	x	σ_m (MPa)	σ_r (MPa)
2 B	10 %	104	104
5 D	75 %	86	80
5 C	2 %	86	-
10 C	5 %	93	-
10 A	10 %	97	34
11 D	70 %	86	78
11 C	34 %	88	57
11 B	34 %	81	36

Tableau 5-2 : Évaluation de l'adhérence pour les ruptures mixtes

Cette méthode que nous présentons ici mériterait sans doute d'être étendue à d'autres types de revêtements et examinée plus en détail en ce qui concerne la mécanique de la rupture.

2.4 Tableau de synthèse

	Revêtement	Épaisseur du revêtement (μm)	Rugosité du substrat ($\text{Ra } \mu\text{m}$)	Nomenclature	Résistance à la traction (MPa)			
1	NiCr	110 \pm 20	2,3 \pm 0,2	Ni-150-2	91	\pm	9	*
2	NiCr	180 \pm 20	2,3 \pm 0,2	Ni-300-2	104	\pm	1	*
3	NiCr	480 \pm 20	2,3 \pm 0,2	Ni-600-2	21	\pm	5	
4	NiCr	110 \pm 20	4,5 \pm 0,5	Ni-150-4	105	\pm	4	*
5	NiCr	180 \pm 20	4,5 \pm 0,5	Ni-300-4	80			(1)
6	NiCr	480 \pm 20	4,5 \pm 0,5	Ni-600-4	46	\pm	2	
7	NiCr	110 \pm 20	4,5 \pm 0,5	X Ni-150-4	62	\pm	2	
8	NiCr	180 \pm 20	4,5 \pm 0,5	X Ni-300-4	64	\pm	5	
9	NiCr	480 \pm 20	4,5 \pm 0,5	X Ni-600-4	68	\pm	5	
10	NiCr	110 \pm 20	6,0 \pm 0,3	Ni-150-6	34			(1)
11	NiCr	180 \pm 20	6,0 \pm 0,3	Ni-300-6	57	\pm	17	(1)
12	NiCr	480 \pm 20	6,0 \pm 0,3	Ni-600-6	39	\pm	4	
13	WC-Co-Cr	145 \pm 20	2,3 \pm 0,2	W-150-2	97	\pm	3	*
14	WC-Co-Cr	260 \pm 20	2,3 \pm 0,2	W-300-2	89	\pm	2	*
15	WC-Co-Cr	540 \pm 20	2,3 \pm 0,2	W-600-2	72	\pm	2	*
16	WC-Co-Cr	145 \pm 20	4,5 \pm 0,5	W-150-4	95	\pm	1	*
17	WC-Co-Cr	260 \pm 20	4,5 \pm 0,5	W-300-4	84	\pm	4	*
18	WC-Co-Cr	540 \pm 20	4,5 \pm 0,5	W-600-4	67	\pm	2	*
19	WC-Co-Cr	145 \pm 20	4,5 \pm 0,5	X W-150-4	90	\pm	2	*
20	WC-Co-Cr	260 \pm 20	4,5 \pm 0,5	X W-300-4	81	\pm	3	*
21	WC-Co-Cr	540 \pm 20	4,5 \pm 0,5	X W-600-4	65	\pm	5	*
22	WC-Co-Cr	145 \pm 20	6,0 \pm 0,3	W-150-6	94	\pm	3	*
23	WC-Co-Cr	260 \pm 20	6,0 \pm 0,3	W-300-6	86	\pm	3	*
24	WC-Co-Cr	540 \pm 20	6,0 \pm 0,3	W-600-6	75	\pm	3	*
25	Al ₂ O ₃ -TiO ₂	90 \pm 20	4,0 \pm 0,2	C Al-150-4	86	\pm	3	*
26	Al ₂ O ₃ -TiO ₂	240 \pm 20	4,0 \pm 0,2	C Al-250-4	66	\pm	4	*
27	Al ₂ O ₃ -TiO ₂	400 \pm 20	4,0 \pm 0,2	C Al-400-4	42	\pm	2	*
28	Al ₂ O ₃ -TiO ₂	90 \pm 20	4,0 \pm 0,2	Al-150-4	89	\pm	6	*
29	Al ₂ O ₃ -TiO ₂	230 \pm 20	4,0 \pm 0,2	Al-250-4	57	\pm	3	*
30	Al ₂ O ₃ -TiO ₂	400 \pm 20	4,0 \pm 0,2	Al-400-4	50	\pm	8	

(1) : Valeur corrigée. * : rupture dans l'époxy.

Tableau 5-3 : Résultats des essais de traction

2.5 Graphiques de présentation des résultats

On représente ci-dessous l'évolution des résistances à la traction déterminées par essais de traction selon EN 582 en fonction de l'épaisseur des revêtements pour les différentes rugosités.

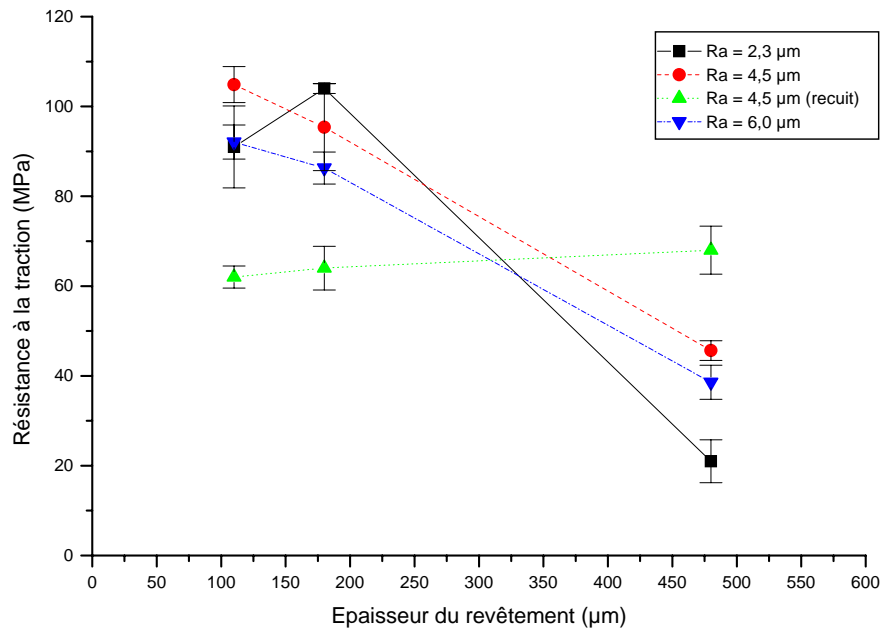


Figure 5-5 : Résultats des mesures de résistance à la traction des revêtements NiCr

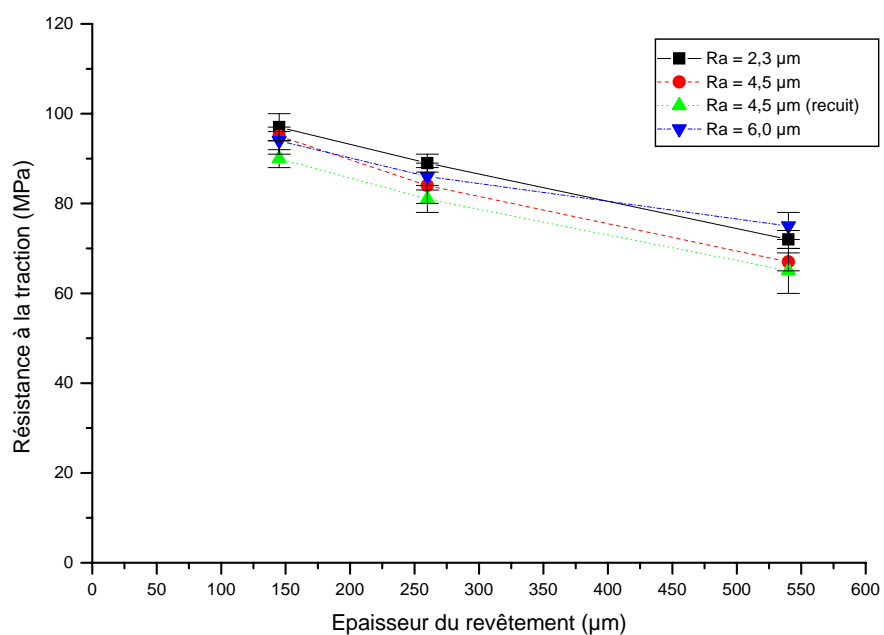


Figure 5-6 : Résultats des mesures de résistance à la traction des revêtements WC-Co-Cr

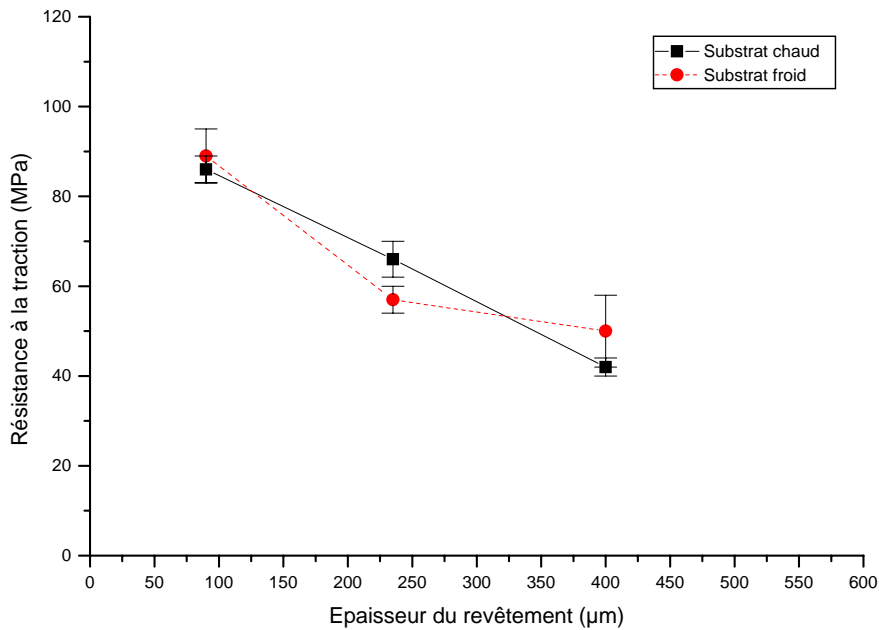


Figure 5-7 : Résultats des mesures de résistance à la traction des revêtements $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiO}_2$

On constate que la résistance à la traction diminue lorsque l'épaisseur augmente à l'exception des échantillons NiCr recuit. Toutefois il est nécessaire de noter que la rupture a majoritairement lieu dans la couche de colle d'époxy. Ainsi, on ne peut pas conclure quant à résistance à l'arrachement du revêtement. On peut simplement dire qu'elle est supérieure à 100 MPa. Il s'agit certes d'une information importante, souvent satisfaisante industriellement, mais cette valeur n'est pas quantitative et ne permet pas une interprétation précise.

3 MESURES D'ADHÉRENCE PAR ESSAI DE CISAILLEMENT

Les essais de cisaillement ont été réalisés à l'Empa en suivant le protocole déterminé dans le laboratoire désormais normalisé selon EN 15340 [15]. Les valeurs présentées ci-après sont le résultat d'une moyenne de cinq essais minimum ; les écart-types résultants de ces moyennes leur sont associés.

3.1 Procédure expérimentale

Après un polissage rapide des faces non revêtues de l'échantillon pour éliminer les éventuelles projections de revêtement, ce premier est inséré dans le porte-échantillon de la machine de cisaillement spécialement dédiée à cet essai.

La charge est ensuite appliquée sur le revêtement à l'aide d'une plaquette commerciale d'usinage en carbure de tungstène. La courbe charge – déplacement (Figure 5-8) est enregistrée par l'ordinateur et le premier maximum local est déterminé. Ce point est considéré comme étant la charge maximale de cisaillement.

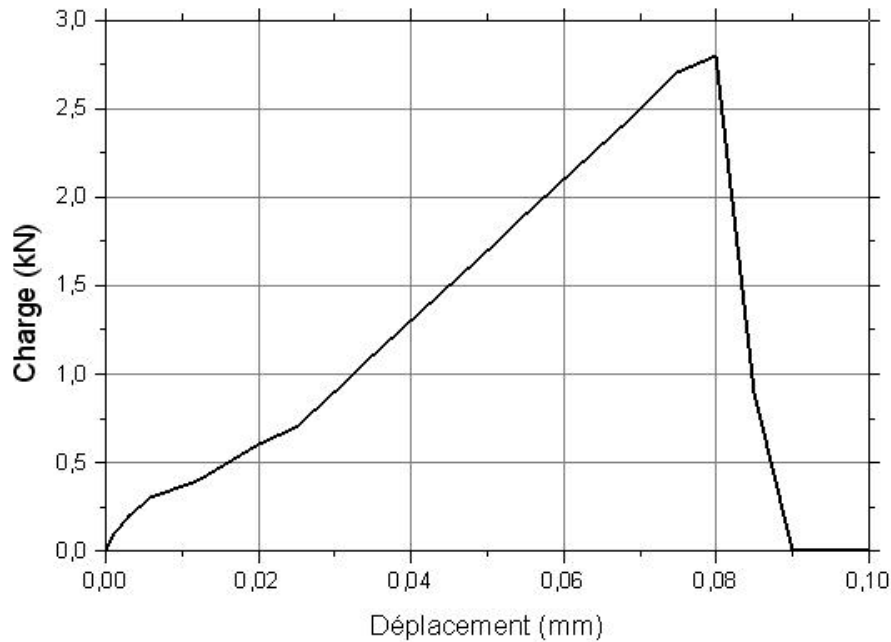


Figure 5-8 : Enregistrement lors d'un essai de cisaillement (Échantillon 12 E)

3.2 Comportements observés

Dans le cas présenté ci-dessous, on constate que le maximum est facilement déterminable et, par ailleurs, le revêtement est totalement détaché du substrat. Néanmoins, ce cas, idéal, reste marginal dans notre étude.

On a en effet pu observer les comportements suivants :

- un détachement complet du revêtement avec une courbe semblable à celle présentée précédemment (Figure 5-8). Ce cas est rencontré pour les revêtements NiCr de forte épaisseur ;
- une rupture cohésive du revêtement. Dans ce cas, le revêtement est cisailé en deux parties et la courbe charge – déplacement dessine un palier qui définit la limite de rupture cohésive du revêtement ;
- dans le cas des revêtements WC-Co-Cr, extrêmement durs, la limite de l'essai a été atteinte par la rupture, non pas du revêtement mais, de l'outil.

3.3 Présentation des résultats

3.3.1 Cas des revêtements NiCr et WC-Co-Cr

Pour ces revêtements, le cisaillement a été réalisé à une distance fixe de l'interface (environ 50 μm) afin d'obtenir une moyenne de cinq à dix mesures. Il s'agit du premier protocole établi pendant la définition de la norme EN 15340. Les résultats sont présentés dans le Tableau 5-4. Dans la colonne de droite, on indique par un (a) une rupture à l'interface et par un (c) une rupture dans l'épaisseur du revêtement ou une rupture de l'outil.

	Revêtement	Épaisseur du revêtement (μm)	Rugosité du substrat ($R_a \mu\text{m}$)	Nomenclature	Contrainte de rupture en cisaillement (MPa)		
1	NiCr	110 \pm 20	2,3 \pm 0,2	Ni-150-2	18	\pm 1	c
2	NiCr	180 \pm 20	2,3 \pm 0,2	Ni-300-2	40	\pm 2	c
3	NiCr	480 \pm 20	2,3 \pm 0,2	Ni-600-2	41	\pm 4	a
4	NiCr	110 \pm 20	4,5 \pm 0,5	Ni-150-4	17	\pm 1	c
5	NiCr	180 \pm 20	4,5 \pm 0,5	Ni-300-4	43	\pm 2	c
6	NiCr	480 \pm 20	4,5 \pm 0,5	Ni-600-4	68	\pm 5	a
7	NiCr	110 \pm 20	4,5 \pm 0,5	X Ni-150-4	21	\pm 5	c
8	NiCr	180 \pm 20	4,5 \pm 0,5	X Ni-300-4	51	\pm 2	c
9	NiCr	480 \pm 20	4,5 \pm 0,5	X Ni-600-4	64	\pm 2	a
10	NiCr	110 \pm 20	6,0 \pm 0,3	Ni-150-6	23	\pm 3	c
11	NiCr	180 \pm 20	6,0 \pm 0,3	Ni-300-6	45	\pm 3	a
12	NiCr	480 \pm 20	6,0 \pm 0,3	Ni-600-6	54	\pm 3	a
13	WC-Co-Cr	145 \pm 20	2,3 \pm 0,2	W-150-2	17	\pm 6	c
14	WC-Co-Cr	260 \pm 20	2,3 \pm 0,2	W-300-2	41	\pm 2	c
15	WC-Co-Cr	540 \pm 20	2,3 \pm 0,2	W-600-2	68	\pm 2	c
16	WC-Co-Cr	145 \pm 20	4,5 \pm 0,5	W-150-4	13	\pm 2	c
17	WC-Co-Cr	260 \pm 20	4,5 \pm 0,5	W-300-4	39	\pm 2	c
18	WC-Co-Cr	540 \pm 20	4,5 \pm 0,5	W-600-4	57	\pm 12	c
19	WC-Co-Cr	145 \pm 20	4,5 \pm 0,5	X W-150-4	5	\pm 1	c
20	WC-Co-Cr	260 \pm 20	4,5 \pm 0,5	X W-300-4	21	\pm 1	c
21	WC-Co-Cr	540 \pm 20	4,5 \pm 0,5	X W-600-4	43	\pm 8	c
22	WC-Co-Cr	145 \pm 20	6,0 \pm 0,3	W-150-6	16	\pm 6	c
23	WC-Co-Cr	260 \pm 20	6,0 \pm 0,3	W-300-6	39	\pm 2	c
24	WC-Co-Cr	540 \pm 20	6,0 \pm 0,3	W-600-6	67	\pm 2	c

Tableau 5-4 : Résultats des essais de cisaillements pour les échantillons NiCr et WC-Co-Cr

3.3.2 Cas des revêtements Al_2O_3 - TiO_2

Pour ces revêtements céramiques, les essais de cisaillement ont été réalisés à des distances de plus en plus éloignées de l'interface jusqu'à la surface de l'échantillon. Cette méthode permet de mettre en évidence l'influence de la distance de cisaillement sur les résultats. Les résultats sont présentés dans le Tableau 5-5 et la Figure 5-9.

	Épaisseur du revêtement	Distance de cisaillement à partir de l'interface	Force de cisaillement	Type de rupture
25. C Al-150-4				
25 E	90 µm	30 µm	0,371 kN	Cohésive
25 F	90 µm	40 µm	0,246 kN	Cohésive
25 G	90 µm	50 µm	0,228 kN	Cohésive
25 H	90 µm	60 µm	0,154 kN	Cohésive
25 I	90 µm	70 µm	0,133 kN	Cohésive
26. C Al-250-4				
26 E	240 µm	30 µm	1,080 kN	Adhésive
26 F	240 µm	70 µm	0,765 kN	Cohésive
26 G	240 µm	120 µm	0,465 kN	Cohésive
26 H	240 µm	170 µm	0,330 kN	Cohésive
26 I	240 µm	220 µm	0,142 kN	Cohésive
27. C Al-400-4				
27 E	400 µm	30 µm	1,653 kN	Cohésive
27 F	400 µm	110 µm	1,495 kN	Cohésive
27 G	400 µm	200 µm	0,729 kN	Cohésive
27 H	400 µm	290 µm	0,697 kN	Cohésive
27 I	400 µm	380 µm	0,164 kN	Cohésive
28. Al-150-4				
28 E	90 µm	30 µm	0,376 kN	Cohésive
28 F	90 µm	40 µm	0,275 kN	Cohésive
28 G	90 µm	50 µm	0,212 kN	Cohésive
28 H	90 µm	60 µm	0,193 kN	Cohésive
28 I	90 µm	70 µm	0,152 kN	Cohésive
29. Al-250-4				
29 E	230 µm	30 µm	0,800 kN	Cohésive
29 F	230 µm	60 µm	0,900 kN	Cohésive
29 G	230 µm	110 µm	0,600 kN	Cohésive
29 H	230 µm	160 µm	0,330 kN	Cohésive
29 I	230 µm	210 µm	0,137 kN	Cohésive
30. Al-400-4				
30 E	400 µm	30 µm	1,520 kN	Cohésive
30 F	400 µm	110 µm	0,810 kN	Cohésive
30 G	400 µm	200 µm	1,380 kN	Cohésive
30 H	400 µm	290 µm	0,527 kN	Cohésive
30 I	400 µm	380 µm	0,157 kN	Cohésive

Tableau 5-5 : Résultats des essais de cisaillements pour les revêtements céramiques

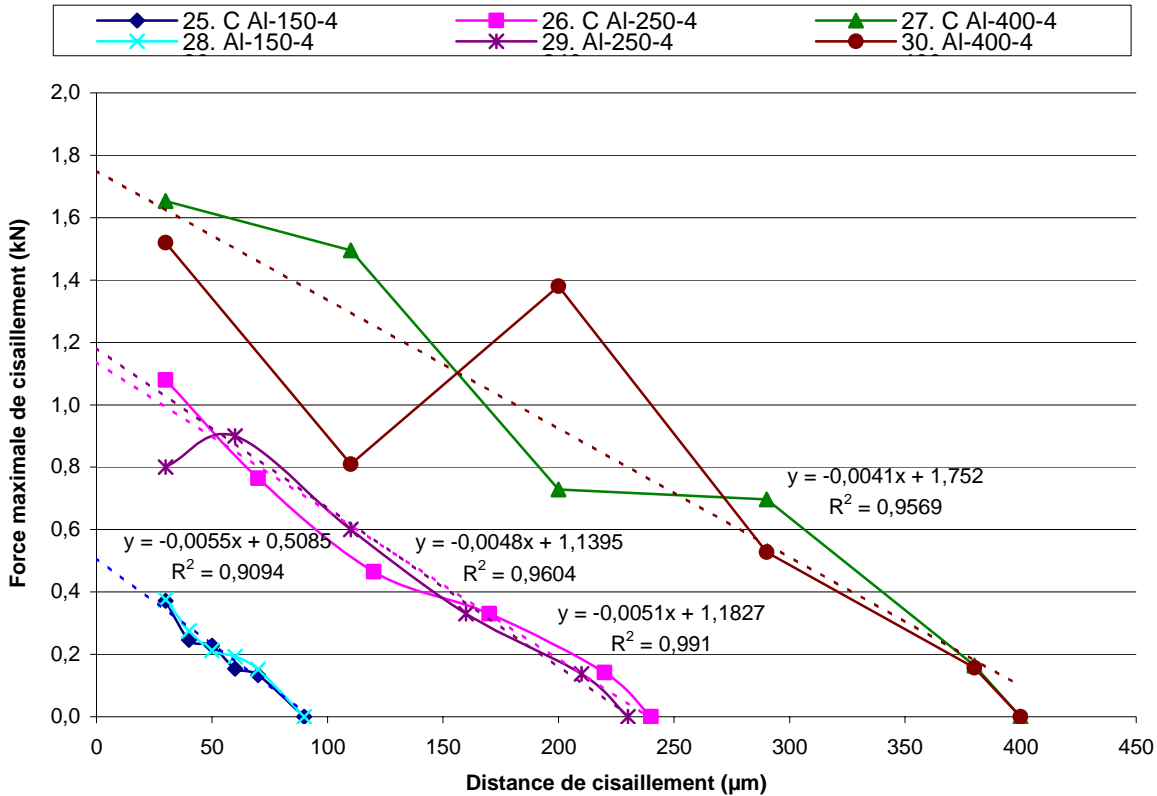


Figure 5-9 : Évolution de la force maximale en fonction de la distance de cisaillement

On observe sur le graphique de la Figure 5-9 que l'évolution de la force maximale de cisaillement (représentée en ordonnée) est linéaire en fonction de la distance de cisaillement (représentée en abscisse). Cette évolution, constatée à de nombreuses reprises au laboratoire de l'EMPA sur divers matériaux, permet de déterminer par extrapolation la force théorique de cisaillement au niveau de l'interface, c'est-à-dire pour une distance de cisaillement nulle (Tableau 5-6).

Épaisseur du revêtement	Force maximale de cisaillement
90 μm	0,51 kN
230 μm	1,18 kN
240 μm	1,14 kN
400 μm	1,72 kN

Tableau 5-6 : Résultats des essais de cisaillement pour les échantillons $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiO}_2$

Il est à noter ici que ces résultats sont plutôt des résultats qui concernent le cisaillement du revêtement et non de l'interface car la défaillance se produit largement à l'intérieur du revêtement (fissure cohésive).

4 DISCUSSION

Nous analyserons dans cette section des résultats essai par essai puis nous comparerons les essais du point de vue de leur mise en œuvres et des résultats.

4.1 L'essai d'indentation interfaciale

Concernant les revêtements métalliques NiCr, des tendances générales se dégagent des mesures réalisées (voir Figure 5-2). La ténacité d'interface augmente lorsque le revêtement est plus épais. Ceci est généralement rencontré dans la littérature aussi bien pour l'essai d'indentation [23] que pour les autres essais d'adhérence. On observe aussi un effet plus marqué de la rugosité du substrat sur la ténacité d'interface pour les épaisseurs plus grandes. Nous reviendrons sur ce point particulier dans le paragraphe concernant la rugosité (§ 4.6).

Pour les revêtements cermets et céramiques (WC-Co-Cr et $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiO}_2$), de dureté élevée, l'essai d'indentation interfaciale n'a pas permis d'amorcer et de propager des fissures dans une gamme de charges suffisamment large pour être exploitée. La seule conclusion possible dans ce cas est que les revêtements sont moins résistants que leur interface avec le substrat. Du point de vue technique, ce résultat présente, au moins, un aspect pratique.

4.2 L'essai de traction EN 582

Les résultats (§ 2.4) sont pour l'essentiel assez peu concluants ; en effet, on observe de nombreuses ruptures dans la colle ou à l'interface entre la colle et le revêtement. Là encore, il y a là, au moins, un intérêt ; celui de savoir que la résistance à la traction du revêtement est supérieure à celle de la colle (environ 100 MPa). Cependant, compte tenu du coût de l'essai en termes de temps passé pour la préparation et l'expérience, pour l'ensemble des matériaux et revêtements essayés, les informations obtenues sont trop limitées. Seuls les revêtements les plus épais de NiCr ont pu donner lieu à exploitation, c'est-à-dire que l'on a pu associer une évaluation de l'adhérence du revêtement à la résistance à la traction observée.

4.3 L'essai de cisaillement EN 15340

De même que pour l'essai précédent, seuls les résultats obtenus pour les grandes épaisseurs des revêtements NiCr ont pu être exploités.

4.4 Comparaison des trois essais de détermination de l'adhérence

4.4.1 Les propriétés mesurées

L'essai normalisé de traction est présenté dans la norme EN 582 [11] comme une « mesure de l'adhérence ». En réalité, lors de l'essai, on mesure la force nécessaire pour séparer l'éprouvette revêtue de la contre-éprouvette. Nous avons vu que les modes de rupture peuvent être très différents et ne pas représenter l'adhérence au substrat.

L'essai de cisaillement EN 15340 [15] est présenté comme un essai permettant de déterminer « la résistance au cisaillement des revêtements obtenus par projection thermique », ce qui est effectivement le cas lors de l'essai mais ne permet toujours pas de représenter l'adhérence du revêtement. Il convient de noter néanmoins que cet essai représente mieux la réalité des sollicitations imposées généralement aux revêtements. En effet les revêtements sont souvent soumis à des efforts de cisaillement au cours de leur durée de vie du fait d'efforts présentant une forte composante tangentielle.

L'essai d'indentation interfaciale permet de déterminer une ténacité d'interface, c'est-à-dire, un terme représentant sa capacité à résister à la création et à la propagation d'une fissure à l'interface. Le problème majeur rencontré dans la mise en œuvre de cet essai est l'utilisation de niveau de chargements trop espacés dans la gamme des charges supérieures à 5 kgf.

4.4.2 La réalisation des essais

Le Tableau 5-7 résume différentes caractéristiques à prendre en compte pour la réalisation des essais. On notera que l'éprouvette de l'essai normalisé de traction est de réalisation difficile tant pour sa fabrication que pour l'essai lui-même (alignement de l'ensemble expérimental).

L'essai normalisé de cisaillement a l'avantage d'être rapide à réaliser car il nécessite très peu de préparation et la réalisation du cisaillement est aussi très rapide et les éprouvettes normalisées sont de petites dimensions. Toutefois l'essai nécessite une machine spéciale pour être réalisé.

L'essai d'indentation interfaciale, quant à lui, peut s'avérer fastidieux à mettre en œuvre lorsque la mesure des longueurs de fissures est difficile ou si l'on multiplie le nombre de charges d'indentation.

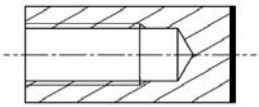
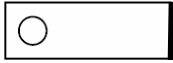
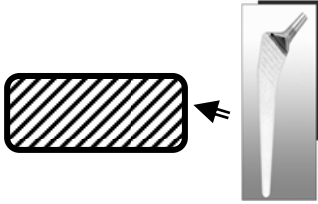
	Essai de traction	Essai de cisaillement	Essai d'indentation interfaciale
Norme	EN 582	EN 15340	
Forme de l'échantillon			
Fabrication de l'échantillon	Usinage, perçage, taraudage (M 16). × 5	Usinage, perçage. × 5	Une pièce revêtue
Préparation	Collage, polymérisation	Aucune	Tronçonnage, polissage
Essai et équipement	Essai de traction sur machine universelle	Essai de cisaillement sur machine spéciale	Essai d'indentation sur machine de dureté
Coût	Élevé	Modéré	Faible
Temps	Très long	Rapide	Assez long

Tableau 5-7 : Comparaison technique des essais

4.5 Comparaison des résultats obtenus par les trois essais

Les essais réalisés ont donné des résultats exploitables et pouvant être comparables entre eux seulement pour les grandes épaisseurs de revêtement NiCr et différentes rugosités. Le Tableau 5-8 résume les résultats correspondants.

Rugosité (μm)	Essai d'indentation ($\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$)	Essai de traction (MPa)	Essai de cisaillement (MPa)
$2,3 \pm 0,2$	5,95	21 ± 5	41 ± 4
$4,5 \pm 0,5$	7,51	46 ± 2	68 ± 5
$6,0 \pm 0,3$	5,45	39 ± 4	54 ± 3

Tableau 5-8 : Comparaison des résultats des trois essais d'adhérence

Le graphique de la Figure 5-10 représente les trois informations tirées des essais : ténacité d'interface, contrainte de cisaillement et résistance à la traction pour les trois rugosités étudiées. Il est remarquable de constater que les évolutions sont similaires bien que les modes de sollicitations soient très différents.

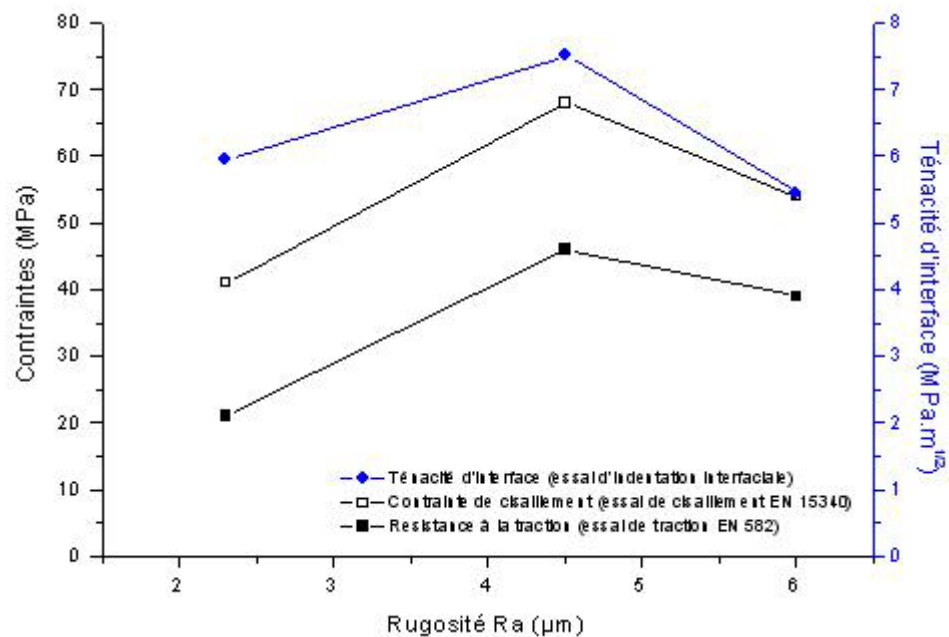


Figure 5-10 : Résultats des trois essais pour les échantillons d'acier S 235 revêtu de NiCr (VPS).

4.6 Effet de la rugosité du substrat

Les courbes du graphique de la Figure 5-10 présentent toutes trois un maximum pour la rugosité Ra intermédiaire de $4,5 \mu\text{m}$.

Ceci montre qu'il est possible de rechercher des conditions de préparation optimales pour l'adhérence du revêtement pour des conditions de projection et pour un couple substrat – revêtement donnés. Il est clair cependant que la seule information donnée par Ra n'est pas suffisante pour caractériser de

manière adéquate la topographie complexe du substrat [60]. Celle-ci ne peut être appréciée valablement qu'à l'aide d'examen de surface sophistiqués, par exemple, par profilométrie interférentielle, laser ou en lumière blanche en trois dimensions [61] éventuellement associé à l'analyse fractale [62].

4.7 L'effet de l'épaisseur du revêtement

En règle générale, l'adhérence est plus élevée lorsque l'épaisseur du revêtement augmente [63]. Ceci est rencontré à de nombreuses reprises dans l'étude que nous avons menée. Ce phénomène n'est constatable que sur les essais d'indentation interfaciale qui sont les seuls à être exploitables pour les revêtements NiCr. On l'explique en partie, Figure 5-11, par la poussée P de l'indenteur qui est plus dégradante pour un revêtement mince, la flexion de ce dernier étant plus aisée par rapport à un revêtement plus épais, toutes choses égales par ailleurs. De même les contraintes résiduelles jouent aussi un rôle important comme nous le discuterons dans le chapitre suivant (§ 3.3).

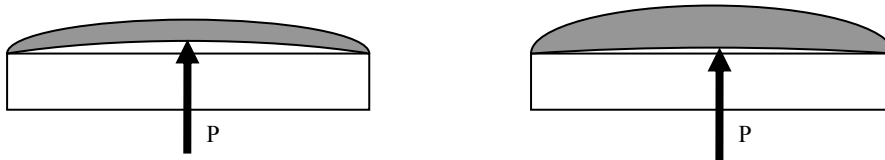


Figure 5-11 : Effet de l'épaisseur sur l'adhérence

5 CONCLUSION

Trois méthodes d'essai ont été employées pour déterminer la résistance à l'arrachement ou la ténacité d'interface de revêtements. Les méthodes et les résultats obtenus ont été comparés et il apparaît que la méthode d'indentation interfaciale présente de nombreux avantages aussi bien technologiques que scientifiques. La méthode peut être appliquée à des échantillons de forme et de matériaux variés. Les résultats obtenus ont l'avantage de représenter une grandeur (ténacité d'interface) qui représente au mieux la notion attendue d'un essai d'adhérence. Toutefois, il est nécessaire d'estimer les contraintes résiduelles dans les revêtements pour comprendre plus profondément le mécanisme de l'adhérence des revêtements.

Chapitre 6 ESTIMATION DES CONTRAINTES RÉSIDUELLES

La mesure des contraintes résiduelles dans les revêtements permet de donner des indications quant au comportement du matériau et ainsi permet d'expliquer des phénomènes rencontrés.

1 MÉTHODE UTILISANT LES RÉSULTATS D'INDENTATION INTERFACIALE

Une estimation des contraintes résiduelles présentes dans le revêtement a été réalisée en utilisant les résultats d'indentation interfaciale déterminée précédemment.

1.1 Modèle analytique

Lesage et Chicot [63] ont montré que l'épaisseur du revêtement avait une grande influence sur les résultats de ténacité d'interface. L'effet des contraintes résiduelles sur la ténacité d'interface est représenté par un paramètre f . Ce paramètre est fonction de l'intensité des contraintes résiduelles et des longueurs de fissure à l'interface. Cette influence est modélisée par l'équation (6-1) :

$$K_{ca} = K_{ca0} + \frac{f[\sigma(t), a(t)]}{t^2} \quad (6-1)$$

où K_{ca} est la ténacité d'interface, K_{ca0} est la ténacité extrapolée pour une épaisseur infinie, t est l'épaisseur du revêtement, $f[\sigma(t), a(t)]$ est un paramètre dépendant des contraintes et de la longueur des fissures à l'interface. On considère que K_{ca0} est la ténacité extrapolée pour une épaisseur infinie où les contraintes résiduelles sont négligeables. A partir des travaux de Lascar [64,65], Lesage et Chicot proposent la relation (6-2) en faisant l'hypothèse que le comportement d'ensemble de la zone d'interface est similaire à celui d'un matériau massif fragile.

$$K_{ca} = K_{ca0} + \frac{2}{\sqrt{\pi}} \sigma \sqrt{a_{c0}} \quad (6-2)$$

où σ est l'intensité des contraintes résiduelles, $2/\pi^{1/2}$ est un coefficient associé à la forme de l'indenteur Vickers, et a_{c0} est déterminé par la résolution du système suivant :

$$\begin{cases} K_{ca0} = 0,015 \frac{P_{c0}}{a_{c0}^{3/2}} \sqrt{\left(\frac{E}{H}\right)_i} & \text{(valeur extrapolée)} \\ \log a_{c0} = \alpha + \frac{1}{2} \log P_{c0} & \text{(droite de dureté apparente)} \end{cases} \quad (6-3)$$

1.2 Résultats

Les résultats de ténacité d'interface sont représentés en fonction de l'inverse de l'épaisseur au carré dans la Figure 6-1.

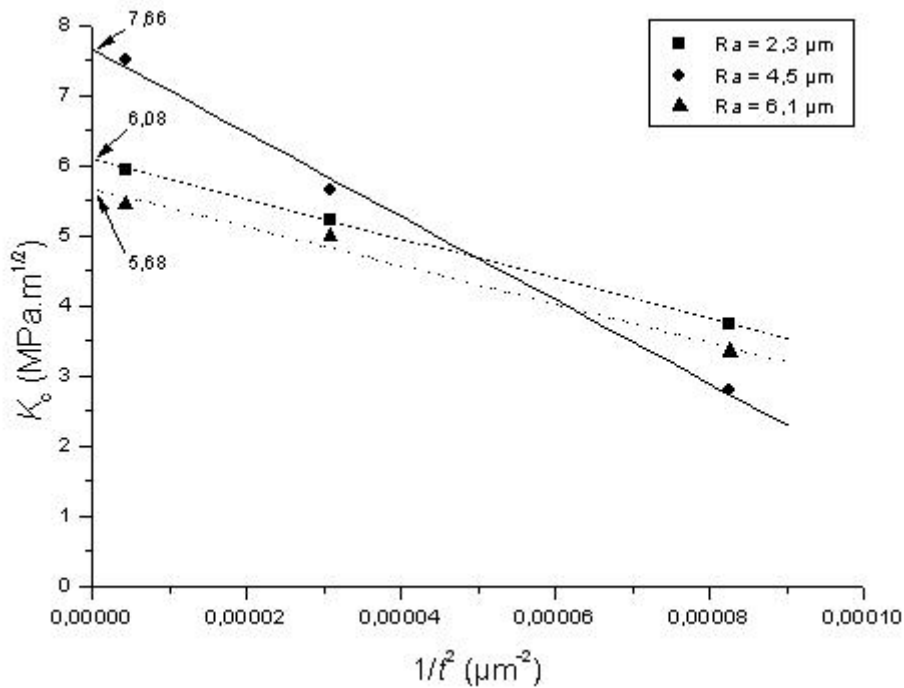


Figure 6-1 : Représentation des ténacités d'interface en fonction de l'épaisseur

Le graphique permet d'extrapoler la ténacité d'interface pour une épaisseur infinie ($1/t^2 = 0$) pour chaque série d'échantillons (valeur indiquée pour chaque série Figure 6-1). Enfin l'application de l'équation (6-2) et du système (6-3) pour chaque échantillon permet d'estimer les contraintes résiduelles. Les résultats sont rassemblés dans le tableau ci-dessous.

	Série 1	Série 2	Série 3
Rugosité (Ra)	2,3 μm	4,5 μm	6,1 μm
110 μm	- 157 MPa	- 428 MPa	- 153 MPa
180 μm	- 76 MPa	- 118 MPa	- 73 MPa
480 μm	- 12 MPa	- 11 MPa	- 22 MPa

Tableau 6-1 : Résultat de l'estimation des contraintes résiduelles par indentation interfaciale

1.3 Interprétation des résultats

Les résultats donnés dans le Tableau 6-1 sont mis sous forme graphique dans la Figure 6-2. On observe que l'intensité des contraintes résiduelles de compression diminue quand l'épaisseur du revêtement augmente.

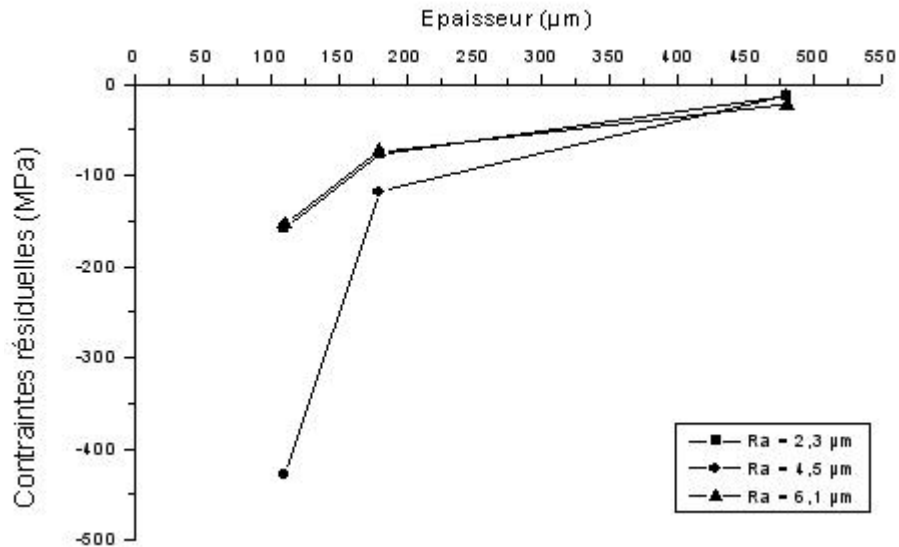


Figure 6-2 : Évolution des contraintes résiduelles déterminées à partir des résultats d'indentation interfaciale en fonction de l'épaisseur

2 MÉTHODE DU RAYON DE COURBURE

La valeur moyenne des contraintes résiduelles présentent dans le revêtement a été mesurée la méthode du rayon de courbure à l'Empa.

2.1 Principe

Avant de projeter le revêtement sur le substrat, ce dernier est d'abord mis en forme puis sablé pour obtenir une rugosité favorable à l'accrochage mécanique. Pour réaliser notre expérience, nous utilisons des échantillons parallélépipédiques rectangles ($80 \times 25 \times 4,75 \text{ mm}^3$) rectifiés (échantillon avant sablage) puis le sablage est effectué. Au cours du sablage, qui agit ici comme un grenailage, l'échantillon fléchit légèrement (échantillon avant projection). Enfin, après la projection, sous l'effet des contraintes résiduelles, l'échantillon présente une courbure (échantillon après projection) qu'il est possible de mesurer. On définit donc un paramètre de courbure κ qui est l'inverse du rayon de courbure r de l'échantillon (Figure 6-3).

2.2 Modélisations

Il existe deux modèles qui permettent de déterminer la valeur moyenne des contraintes résiduelles dans le revêtement. Chacun des deux modèles est une équation simple qui prend en compte le paramètre de courbure ainsi que les propriétés mécaniques des échantillons.

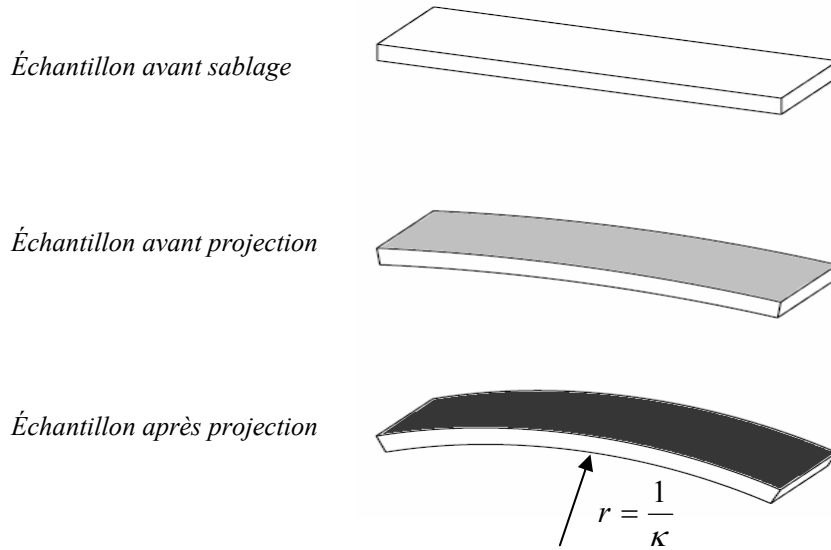


Figure 6-3 : Définition du paramètre de courbure

2.2.1 Équation de Stoney

La valeur globale des contraintes résiduelles dans le revêtement σ_R est donnée par l'équation de Stoney, valable pour les revêtements minces [66] :

$$\sigma_R = \frac{\kappa \cdot E \cdot H^2}{6 \cdot h \cdot (1 - \nu)} \quad (6-4)$$

où κ est le paramètre de courbure, E et ν sont le module d'Young et le coefficient de Poisson du substrat, H et h sont les épaisseurs du substrat et du revêtement, respectivement.

2.2.2 Équation de Clyne

Clyne [45] propose l'équation suivante pour déterminer la valeur moyenne des contraintes résiduelles σ_R du revêtement :

$$\kappa = \frac{6 E_r E_s (h + H) h H \Delta \varepsilon}{E_r^2 h^4 + 4 E_r E_s h^3 H + 6 E_r E_s h^2 H^2 + 4 E_r E_s H^3 h + E_s^2 H^4} \quad (6-5)$$

or

$$\sigma_R = \frac{E_r}{1 - \nu} \times \Delta \varepsilon \quad (6-6)$$

donc

$$\sigma_R = \kappa \frac{E_r^2 h^4 + 4 E_r E_s h^3 H + 6 E_r E_s h^2 H^2 + 4 E_r E_s H^3 h + E_s^2 H^4}{6 h (1 - \nu) E_s H (h + H)} \quad (6-7)$$

où κ est le paramètre de courbure après projection, E_s et E_r sont les modules d'élasticité de Young du substrat et du revêtement, respectivement, H et h sont les épaisseurs du substrat et du revêtement, respectivement, ν est le coefficient de Poisson du revêtement.

2.3 Procédure expérimentale

2.3.1 Protocole

Les profils des échantillons ont été mesurés après chaque étape de leur fabrication afin de contrôler l'évolution du phénomène de flexion. Ces étapes sont :

- Après l'usinage et la rectification de l'échantillon, avant sablage ;
- Après le sablage, avant la projection ;
- Après la projection.

2.3.2 Appareil utilisé

Les profils ont été mesurés par profilométrie UBM. La mesure est réalisée grâce à un palpeur mécanique sur la surface supérieure de l'échantillon.

2.3.3 Nature et présentation des résultats de mesures

Les résultats obtenus consistent en un tableau de valeur représentant les coordonnées relatives des points du profil. Ces points servent de base à l'élaboration de graphiques représentant les profils des échantillons.

2.4 Traitement des résultats

2.4.1 Réalisation des profils

Sur chaque série de point, une courbe de tendance polynomiale de degré 2 a été déterminée. L'équation de la courbe de tendance est donc de la forme :

$$y = ax^2 + bx + c \quad (6-8)$$

où y est l'altitude, x est l'abscisse et $b \approx 0$. Une fois que tous les profils ont été établis, le profil de l'échantillon avant sablage (théoriquement parfaitement plat) est soustrait à tous les autres.

2.4.2 Détermination des rayons et paramètres de courbure

Le profil de l'échantillon est caractérisé par le polynôme de degré 2 exprimé par la relation (6-8). Le rayon de courbure instantané est donc :

$$R = \frac{1}{\kappa} = \frac{(1 + y'^2(x))^{3/2}}{y''(x)} \quad (6-9)$$

où R est le rayon de courbure, κ est le paramètre de courbure, y est la fonction polynomiale de paramètre x exprimée en (6-8).

En reportant (6-8) dans (6-9), on obtient, pour une abscisse nulle ($x = 0$) :

$$R = \frac{1}{\kappa} = \frac{1}{2a} \quad (6-10)$$

2.5 Résultats

	<i>Er</i>	<i>Es</i>	<i>h</i>	<i>Ra</i>	<i>H</i>	<i>v</i>	<i>r</i>	Contraintes
	GPa	GPa	mm	μm	mm		mm	MPa
1 M	218	200	0,11	2,3	4,75	0,31	35 974	- 297
2 M	218	200	0,18	2,3	4,75	0,31	16 845	- 407
3 M	218	200	0,48	2,3	4,75	0,31	8 226	- 482
4 M	218	200	0,11	4,5	4,75	0,31	30 990	- 345
5 M	218	200	0,18	4,5	4,75	0,31	36 114	- 190
6 M	218	200	0,48	4,5	4,75	0,31	21 694	- 144
7 M	218	200	0,11	4,5	4,75	0,31	26 104	- 410
8 M	218	200	0,18	4,5	4,75	0,31	26 294	- 261
9 M	218	200	0,48	4,5	4,75	0,31	377 644	- 8
10 M	218	200	0,11	6,0	4,75	0,31	14 983	- 714
11 M	218	200	0,18	6,0	4,75	0,31	38 706	- 177
12 M	218	200	0,48	6,0	4,75	0,31	12 086	- 258
13 M	386	200	0,15	2,3	4,75	0,23	14 491	- 547
14 M	386	200	0,29	2,3	4,75	0,23	9 961	- 483
15 M	386	200	0,59	2,3	4,75	0,23	7 808	- 406
16 M	386	200	0,15	4,5	4,75	0,23	12 677	- 625
17 M	386	200	0,29	4,5	4,75	0,23	10 114	- 476
18 M	386	200	0,59	4,5	4,75	0,23	6 676	- 475
19 M	386	200	0,15	4,5	4,75	0,23	13 930	- 569
20 M	386	200	0,29	4,5	4,75	0,23	10 369	- 464
21 M	386	200	0,59	4,5	4,75	0,23	7 338	- 432
22 M	386	200	0,15	6,0	4,75	0,23	9 727	- 815
23 M	386	200	0,29	6,0	4,75	0,23	9 418	- 511
24 M	386	200	0,59	6,0	4,75	0,23	5 588	- 567
25 M	154	200	0,09	4,0	5,54	0,22	17 016	- 886
26 M	154	200	0,24	4,0	5,54	0,22	15 718	- 381
27 M	154	200	0,40	4,0	5,54	0,22	11 625	- 328
28 M	154	200	0,09	4,0	5,54	0,22	18 658	- 808
29 M	154	200	0,23	4,0	5,54	0,22	21 431	- 290
30 M	154	200	0,40	4,0	5,54	0,22	45 781	- 83

Tableau 6-2 : Résultat des essais de courbure

Le Tableau 6-2 présente les résultats des essais réalisés ainsi que les calculs effectués. On estime que l'incertitude des résultats est de l'ordre de 20 MPa. Les figures suivantes précisent l'évolution des résultats.

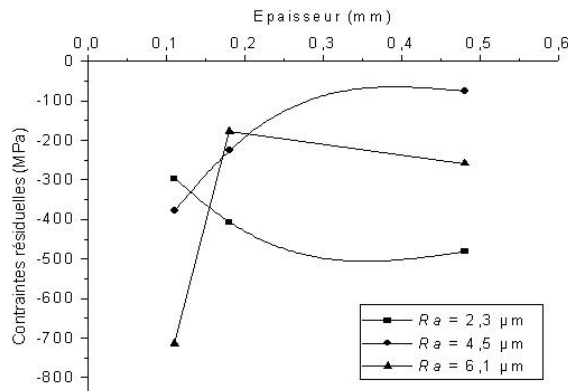


Figure 6-4 : Évolution des contraintes pour les échantillons NiCr

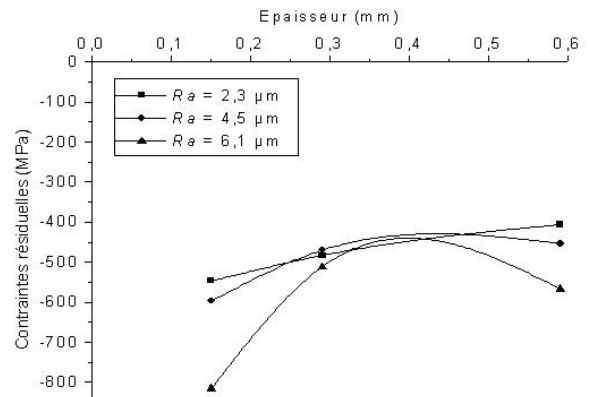


Figure 6-5 : Évolution des contraintes pour les échantillons WC-Co-Cr

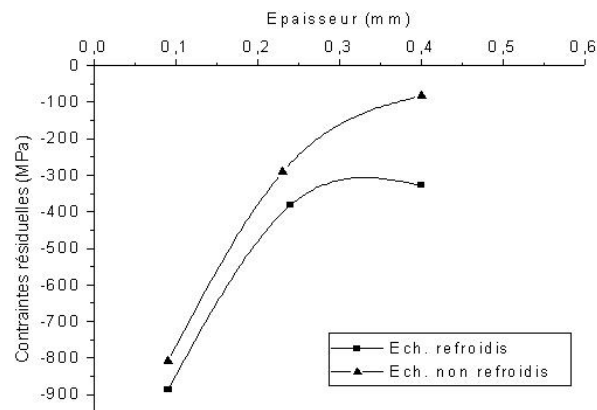


Figure 6-6 : Évolution des contraintes pour les échantillons Al₂O₃-TiO₂

3 INTERPRÉTATION DES RÉSULTATS

On constate que les contraintes résiduelles calculées sont toutes de compression et qu'elles diminuent quand l'épaisseur du revêtement augmente. Cette observation confirme l'hypothèse défendue au laboratoire, et basée sur l'équilibre des contraintes dans l'ensemble de l'échantillon, que les contraintes résiduelles doivent tendre vers zéro lorsque l'épaisseur du revêtement est augmentée [63].

3.1 Effet de la température du substrat lors de la projection

Les contraintes résiduelles évaluées par la méthode de la courbure permettent de constater que leur intensité est plus élevée pour les revêtements refroidis au cours de la projection que pour les revêtements sans refroidissement. Ceci s'explique par deux phénomènes. Tout d'abord, l'effet local du refroidissement de la particule se solidifiant au contact du substrat est plus prononcé pour un substrat refroidi puisque l'écart de température entre la particule et le substrat est plus important. D'autre part,

la différence entre la température du substrat pendant la projection et la température ambiante conditionne l'intensité des contraintes résiduelles dans le revêtement après refroidissement complet.

3.2 Critique des essais

3.2.1 L'essai d'indentation interfaciale

L'évaluation des contraintes résiduelles à partir des résultats de ténacité d'interface est une méthode qui ne peut s'appliquer valablement que si l'on dispose de plusieurs épaisseurs de revêtements. Les contraintes résiduelles déterminées par cette méthode sont celles présentes dans la zone d'interface [63] et peuvent donc différer sensiblement de la contrainte moyenne estimée, par exemple, par la méthode de la courbure.

3.2.2 L'essai de courbure

Le refroidissement des deux matériaux, revêtements et substrat, qui possèdent généralement des coefficients de dilatations thermiques différents, induit des contractions différentes que substrat et revêtement doivent accommoder. Cet accommodement se traduit par l'apparition de contraintes résiduelles et, par voie de conséquence, par la courbure de l'échantillon. La mesure de la courbure, jointe à un modèle analytique permet d'obtenir une indication sur la valeur moyenne des contraintes dans le revêtement. L'essai proprement dit est basé sur la détermination du rayon de courbure avant et après le dépôt du revêtement. L'enregistrement du profil de l'échantillon est effectué à l'aide d'un palpeur mécanique permettant d'obtenir un profil précis avec environ 20 points de mesure par millimètre. On comprend que la mesure est d'autant plus précise que la courbure de l'échantillon est plus prononcée. Cela est rendu possible par le choix d'une épaisseur relativement faible pour le substrat mais qui induit un biais sur le calcul des contraintes et dont il faut tenir compte pour la transposition à une pièce mécanique réelle. Le calcul de la contrainte moyenne est réalisé à partir d'équations détaillées ci-dessus (§ 2).

3.2.3 Signification des résultats obtenus

Les deux méthodes d'évaluation des contraintes résiduelles sont toutes deux des méthodes indirectes construites à partir de fondements théoriques différents. Il est satisfaisant de constater que les évolutions globales sont similaires. Mais il n'est pas surprenant que les amplitudes soient différentes car elles correspondent à deux systèmes différents. La contrainte moyenne σ_{moy} d'une part correspond à l'ensemble de l'échantillon alors que la contrainte à l'interface d'autre part correspond à un volume beaucoup plus faible, circonscrit à la zone de l'interface. Cette dernière est notée $\Delta\sigma_{\text{ind}}$ (voir Figure 6-7) qui représente la différence des contraintes résiduelles dans le revêtement et le substrat.

Godoy [67] ainsi que Lesage *et al.* [63,49] s'accordent à dire que c'est cette différence de contraintes résiduelles à l'interface entre le revêtement et le substrat qui influe de manière prépondérante sur l'adhérence du revêtement et donc sur la ténacité interfaciale.

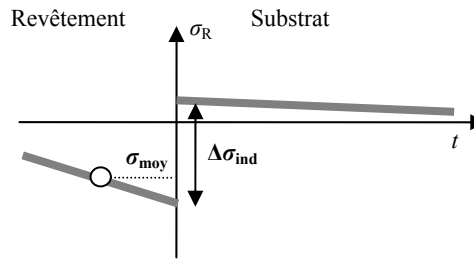


Figure 6-7 : Représentation schématique de l'évolution des contraintes dans un échantillon revêtu

3.3 Exploitation des résultats expérimentaux

Nous ne traiterons dans cette partie que les résultats obtenus pour les revêtements NiCr, seuls pour lesquels un ensemble suffisant de résultats a été obtenu.

La Figure 6-8 présente l'évolution des contraintes déterminées par les deux méthodes discutées ci-dessus. Les trois courbes correspondent aux trois rugosités essayées. On constate qu'en règle générale, l'intensité des contraintes résiduelles de compression diminue quand l'épaisseur du revêtement augmente. Les évolutions sont plus dispersées pour la méthode du rayon de courbure. Il faut mentionner que pour les contraintes obtenues par l'indentation sont calculées à partir de plusieurs mesures alors que pour la méthode de courbure, le calcul est réalisé à partir d'une seule mesure ce qui peut expliquer l'origine de cette dispersion.

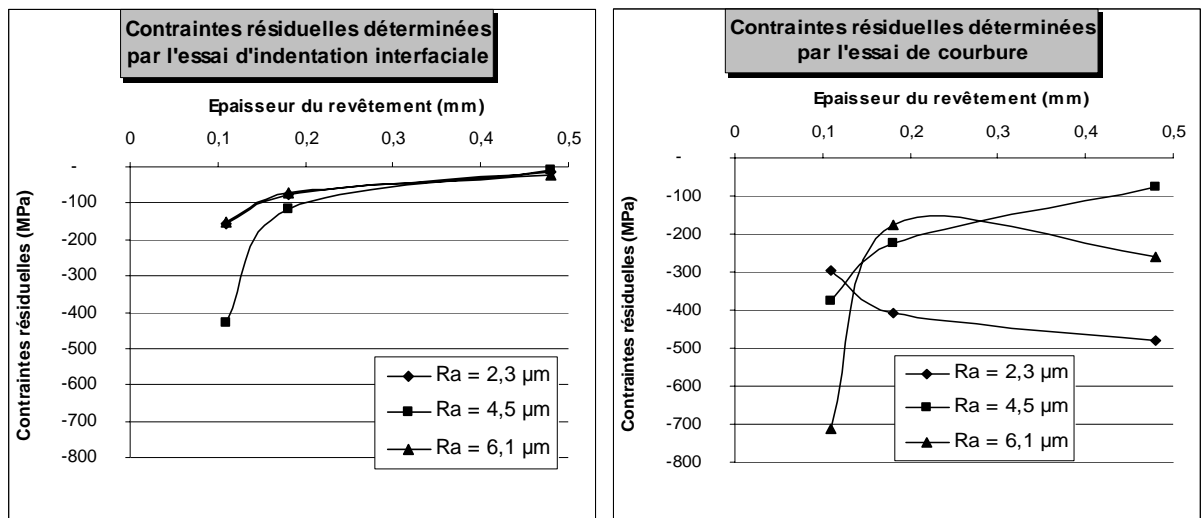


Figure 6-8 : Évolution des contraintes résiduelles en fonction de l'épaisseur du revêtement

Nous venons de voir que les évolutions en fonction de l'épaisseur sont similaires pour les deux méthodes employées. La concordance des valeurs obtenues par la méthode de la courbure et d'autres techniques comme la méthode du trou incrémental et la méthode des rayons X a déjà été mise en évidence par Stokes et Looney [68] et milite pour la validation de l'approche consistant à comparer les contraintes résiduelles obtenues par la méthode de la courbure et celles calculées par la méthode d'indentation.

L'évolution des contraintes est aussi proche lorsqu'on examine l'influence des contraintes résiduelles d'interface (Figure 6-9 a) ou moyenne (Figure 6-9 b) sur la ténacité d'interface.

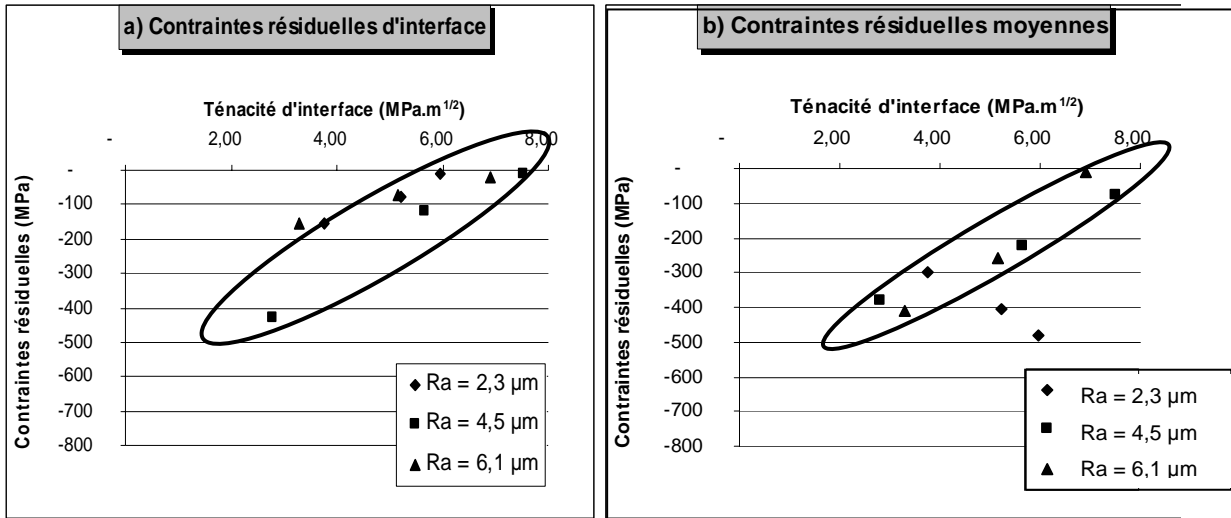


Figure 6-9 : Évolution des contraintes résiduelles en fonction de la ténacité d'interface

Sans chercher à définir une loi particulière entre la ténacité d'interface et les contraintes, on constate néanmoins une tendance bien affirmée montrant que la ténacité d'interface augmente lorsque l'intensité des contraintes résiduelles tend vers zéro.

La prise en compte des contraintes résiduelles dans la modélisation numérique sera traitée dans le chapitre suivant.

4 CONCLUSION

Les contraintes résiduelles présentes dans les revêtements ont été estimées par deux méthodes expérimentales indirectes. Les résultats présentent des tendances similaires. Ces contraintes résiduelles permettent de mieux comprendre les mécanismes d'adhérence du revêtement.

Dans le chapitre suivant, nous réaliserons un modèle numérique de l'essai d'indentation interfaciale prenant en compte ces contraintes résiduelles. Nous pourrions ainsi approfondir les analyses précédentes.

TROISIÈME PARTIE

**MODÉLISATION NUMÉRIQUE DE L'ESSAI
D'INDENTATION INTERFACIALE**

Dans cette troisième partie, nous développerons les avancées réalisées dans la modélisation numérique de l'essai d'indentation interfaciale. L'objectif est de mieux comprendre les mécanismes de fissuration interfaciale et l'effet des contraintes résiduelles sur ceux-ci.

Après avoir rappelé les principes mécaniques de la rupture, la modélisation numérique réalisée avec Abaqus sera présentée. Les simulations réalisées avec la modélisation permettent de tracer le graphique d'indentation interfaciale et d'étudier les effets de contraintes résiduelles sur les longueurs de fissure.

Chapitre 7 MODÉLISATION NUMÉRIQUE

1 NOTION DE MÉCANIQUE DE LA RUPTURE

La création de la fissure au cours de l'essai d'indentation interfaciale répond à des modes de fissuration complexe.

1.1 Analyse élastique [69]

1.1.1 Les modes de sollicitations

Si on considère une fissure dans un milieu plan, on recense trois types de déplacements des lèvres de la fissure qui dépendent de la direction de la sollicitation par rapport à celle de la fissure :

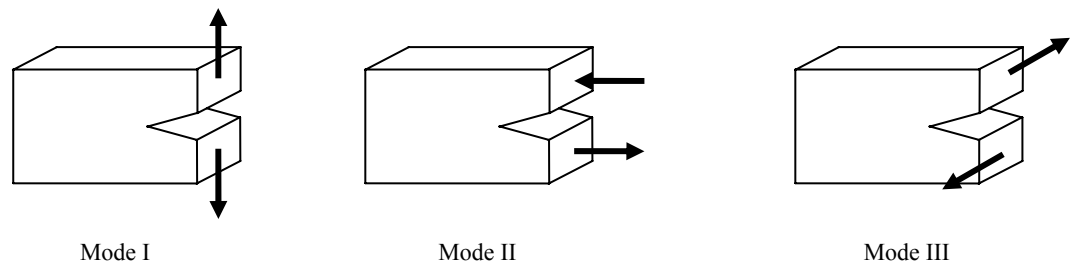


Figure 7-1 : Modes de sollicitation d'une fissure

- Mode I : mode d'ouverture,
- Mode II : mode de cisaillement plan,
- Mode III : mode de cisaillement anti-plan.

1.1.2 Solution asymptotique de Westergaard

1.1.2.1 Mode I

On suppose une fissure de longueur a sollicitée en mode I (Figure 7-2). On pose le problème d'élasticité plane :

Contraintes :

$$[\sigma] = \begin{bmatrix} \sigma_{xx} & \tau_{xy} \\ \tau_{yx} & \sigma_{yy} \end{bmatrix} \quad (7-1)$$

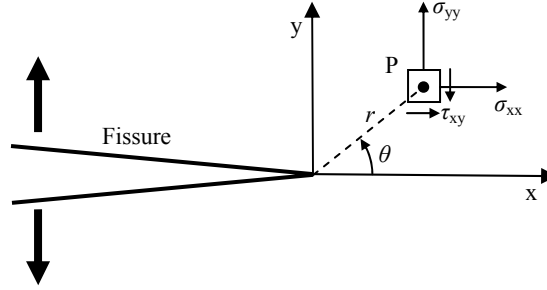


Figure 7-2 : Axes et coordonnées au voisinage de l'extrémité d'une fissure sollicitée en mode I

Déformations :

$$[\varepsilon] = \begin{bmatrix} \frac{\partial u_x}{\partial x} & \frac{1}{2} \left(\frac{\partial u_x}{\partial y} + \frac{\partial u_y}{\partial x} \right) & \varepsilon_{xz} \\ \frac{1}{2} \left(\frac{\partial u_x}{\partial y} + \frac{\partial u_y}{\partial x} \right) & \frac{\partial u_y}{\partial y} & \varepsilon_{yz} \\ \varepsilon_{xz} & \varepsilon_{yz} & \varepsilon_{zz} \end{bmatrix} \quad (7-2)$$

La loi de comportement élastique est :

$$[\varepsilon] = \frac{1}{E} \begin{bmatrix} \sigma_{xx} - \nu \sigma_{yy} & (1+\nu) \tau_{xy} & 0 \\ (1+\nu) \tau_{xy} & \sigma_{yy} - \nu \sigma_{xx} & 0 \\ 0 & 0 & -\nu(\sigma_{xx} - \sigma_{yy}) \end{bmatrix} \quad (7-3)$$

Grâce à la fonction d'Airy de variable complexe $z = x + iy$ décrite par l'équation (7-4) on solutionne le problème au voisinage du fond de fissure.

$$\chi = \operatorname{Re}(\bar{Z}) + y \operatorname{Im}(\bar{Z}) \quad (7-4)$$

avec

$$\frac{d\bar{Z}}{dz} = \bar{Z}, \quad \frac{d\bar{Z}}{dz} = Z, \quad \frac{dZ}{dz} = Z' \quad \text{et} \quad Z = \frac{K_I}{\sqrt{\frac{\pi}{a}(z^2 - a^2)}}$$

où K_I est un paramètre indépendant du point et qui ne varie qu'avec la sollicitation et la longueur de la fissure.

Les équations d'équilibre sont satisfaites et les conditions de Cauchy-Riemann permettent d'effectuer le calcul des contraintes :

$$\begin{aligned} \sigma_{xx} &= \frac{\partial^2 \chi}{\partial y^2} = \operatorname{Re} Z - y \operatorname{Im} Z' \\ \sigma_{yy} &= \frac{\partial^2 \chi}{\partial x^2} = \operatorname{Re} Z + y \operatorname{Im} Z' \\ \tau_{xy} &= -\frac{\partial^2 \chi}{\partial x \partial y} = -y \operatorname{Re} Z' \end{aligned} \quad (7-5)$$

Avec le changement de variable suivant :

$$z - a = r \exp(i\theta) \quad (7-6)$$

et en considérant l'approximation $r/a \ll 1$, on obtient l'expression de la fonction Z , valable lorsque r tend vers 0 (et pour le mode I).

$$Z = \frac{K_I}{\sqrt{2\pi r}} \left(\cos \frac{\theta}{2} - i \sin \frac{\theta}{2} \right) \quad (7-7)$$

Les contraintes au voisinage du fond de fissure sont donc :

$$[\sigma] = \frac{K_I}{\sqrt{2\pi r}} \times \begin{bmatrix} \cos \frac{\theta}{2} \left(1 - \sin \frac{\theta}{2} \sin \frac{3\theta}{2} \right) & \sin \frac{\theta}{2} \cos \frac{\theta}{2} \cos \frac{3\theta}{2} \\ \sin \frac{\theta}{2} \cos \frac{\theta}{2} \cos \frac{3\theta}{2} & \cos \frac{\theta}{2} \left(1 + \sin \frac{\theta}{2} \sin \frac{3\theta}{2} \right) \end{bmatrix} \quad (7-8)$$

1.1.2.2 Mode II

En appliquant une démarche identique, on définit pour le mode II :

$$[\sigma] = \frac{K_{II}}{\sqrt{2\pi r}} \times \begin{bmatrix} -\sin \frac{\theta}{2} \left(2 + \cos \frac{\theta}{2} \cos \frac{3\theta}{2} \right) & \cos \frac{\theta}{2} \left(1 - \sin \frac{\theta}{2} \sin \frac{3\theta}{2} \right) \\ \cos \frac{\theta}{2} \left(1 - \sin \frac{\theta}{2} \sin \frac{3\theta}{2} \right) & \sin \frac{\theta}{2} \cos \frac{\theta}{2} \cos \frac{3\theta}{2} \end{bmatrix} \quad (7-9)$$

1.1.2.3 Mode III

En appliquant une démarche identique, on définit pour le mode III :

$$[\sigma] = \frac{K_{III}}{\sqrt{2\pi r}} \times \begin{bmatrix} 0 & 0 & -\sin \frac{\theta}{2} \\ 0 & 0 & \cos \frac{\theta}{2} \\ -\sin \frac{\theta}{2} & \cos \frac{\theta}{2} & 0 \end{bmatrix} \quad (7-10)$$

1.1.3 Facteurs d'intensité des contraintes

Les paramètres K_I , K_{II} , et K_{III} , introduits dans la fonction d'Airy de Westergaard, sont les facteurs d'intensité des contraintes respectivement en mode I, mode II et mode III. Ils caractérisent l'intensité de la singularité du champ des contraintes au fond de la fissure et sont proportionnels à la discontinuité du déplacement des lèvres de la fissure.

1.1.4 Taux de restitution d'énergie

En étudiant le bilan des énergies mises en jeu dans le processus d'accroissement de la fissure, on peut définir les taux de restitution d'énergie G en contraintes planes :

$$G = \frac{1}{E} (K_I^2 + K_{II}^2) + \frac{1+\nu}{E} K_{III}^2 \quad (7-11)$$

et en déformation planes :

$$G = \frac{1-\nu^2}{E} (K_I^2 + K_{II}^2) + \frac{1+\nu}{E} K_{III}^2 \quad (7-12)$$

où E est le module d'élasticité de Young, ν est le coefficient de Poisson et K_I , K_{II} , et K_{III} , sont les facteurs d'intensités des contraintes en mode I, II et III, respectivement.

1.2 Mécanique de la rupture interfaciale

Fett *et al.* [70] ont montré que la fissure apparaissait à la surface libre de la section pendant le déchargement. Elle se propage en fonction de la taille de la zone plastique grisée sur la Figure 7-3.

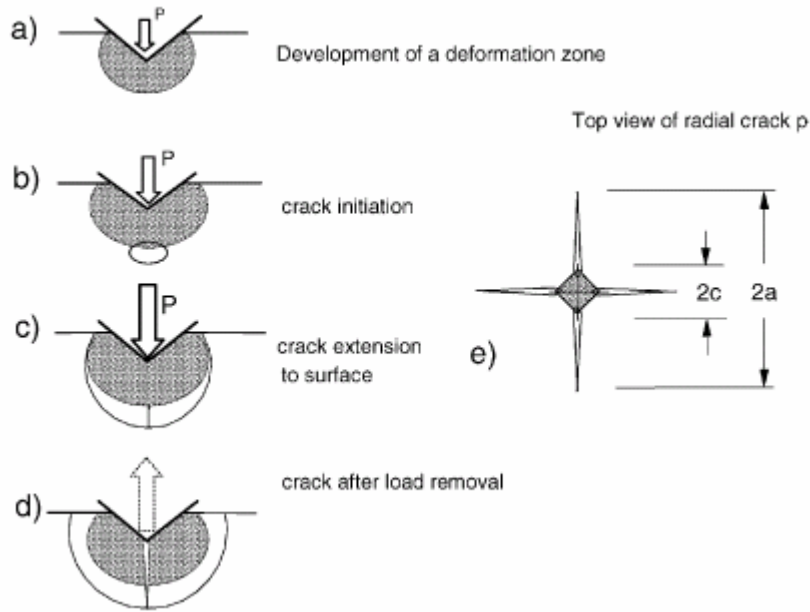


Figure 7-3 : Formation d'une fissure de type semi-circulaire [70]

Dans la suite de cette section, nous présentons les lois qui régissent la propagation d'une fissure à l'interface entre deux matériaux. La Figure 7-4 représente les différents paramètres.

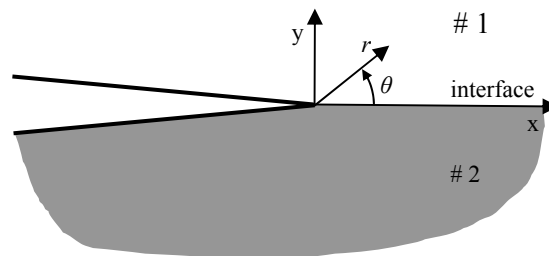


Figure 7-4 : Fissure interfaciale entre deux matériaux [29]

Soient deux matériaux 1 et 2 collés le long de la partie des abscisses positives ($x > 0$), on note E_i , ν_i , et μ_i , les propriétés mécaniques des matériaux où les indices i représentent les deux matériaux (1 ou 2).

Le champ de contraintes au voisinage de la pointe de la fissure est une combinaison linéaire de deux champs :

- un champ oscillant couplé, où les variations des contraintes dans les directions x et y sont de type sinusoïdal et interdépendantes, défini par un facteur d'intensité de contrainte complexe $\mathbf{K} = K_1 + i K_2$;
- un champ non oscillant mesuré par un facteur d'intensité de contrainte K_{III} du mode III.

Dans la suite de cette section, les facteurs d'intensité de contraintes présentant en indice des chiffres arabes correspondent à la fissuration interfaciale alors que les chiffres romains correspondent à la mécanique de la rupture classique.

Le champ de contrainte au voisinage de la pointe de fissure est de la forme [71,72] :

$$\sigma_{\alpha\beta} = \frac{1}{\sqrt{2\pi r}} \left[\operatorname{Re}(\mathbf{K} r^{i\varepsilon}) \sum_{\alpha\beta}^I(\theta, \varepsilon) + \operatorname{Im}(\mathbf{K} r^{i\varepsilon}) \sum_{\alpha\beta}^{II}(\theta, \varepsilon) + K_{III} \sum_{\alpha\beta}^{III}(\theta) \right] \quad (7-13)$$

où $i = \sqrt{-1}$, r et θ sont les coordonnées polaires du point considéré (cf Figure 7-4) par rapport au fond de la fissure. Les indices α et β représentent les coordonnées x, y et z. $\sum_{\alpha\beta}^{I,II,III}(\theta)$ sont des fonctions angulaires qui correspondent respectivement aux efforts de traction, cisaillement plan et cisaillement anti-plan. Le paramètre ε est l'index oscillant défini par :

$$\varepsilon = \frac{1}{2\pi} \ln \left(\frac{1-\beta}{1+\beta} \right) \quad (7-14)$$

où β est le paramètre de Dundurs défini par :

$$\beta = \frac{\mu_1(k_2 - 1) - \mu_2(k_1 - 1)}{\mu_1(k_2 - 1) + \mu_2(k_1 - 1)} \quad (7-15)$$

où $k_i = 3 - 4\nu_i$ en déformations planes et $k_i = \frac{3 - \nu_i}{1 + \nu_i}$ en contraintes planes.

Les contraintes le long de l'axe x au voisinage de la pointe de la fissure interfaciale sont donc :

$$\begin{cases} (\sigma_{yy} + i \sigma_{xx})_{\theta=0} = \frac{\mathbf{K} r^{i\varepsilon}}{\sqrt{2\pi r}} = \frac{K_1 + i K_2}{\sqrt{2\pi r}} r^{i\varepsilon} \\ (\sigma_{yz})_{\theta=0} = \frac{K_{III}}{\sqrt{2\pi r}} \end{cases} \quad (7-16)$$

Le facteur d'intensité de contrainte complexe \mathbf{K} est composé d'une partie réelle (K_I) et d'une partie imaginaire (K_{II}) qui correspondent aux facteurs d'intensité de contrainte du mode I (K_I) et II (K_{II}). Toutefois, le facteur K_{III} représente le facteur d'intensité de contrainte du mode III comme dans le cas de la fissuration des matériaux solides homogènes.

Le taux de restitution d'énergie G lié à \mathbf{K} et K_{III} est ainsi :

$$G = \frac{1 - \beta^2}{E^*} |\mathbf{K}|^2 + \frac{K_{III}^2}{2\mu^*} \quad (7-17)$$

avec $\frac{1}{E^*} = \frac{1}{2} \left(\frac{1}{E'_1} + \frac{1}{E'_2} \right)$, $E' = \frac{E}{1 - \nu}$ en déformations planes et $E' = E$ en contraintes planes.

2 MOTIVATIONS DE LA MODÉLISATION NUMÉRIQUE

La suite de ce chapitre présente la modélisation numérique de l'essai d'indentation interfaciale réalisée à l'aide du logiciel Abaqus.

Le but de cette modélisation est de représenter le phénomène de fissuration à l'interface et de mettre en évidence l'influence des contraintes résiduelles. Il s'agit de comprendre d'une part comment la fissure s'amorce à l'interface et d'autre part comment elle se propage : sous quelle forme, quelle localisation et avec quelle cinétique. Quant au rôle des contraintes résiduelles, il est étudié à l'aide d'un champ de contraintes simplifié dans le substrat et dans le revêtement.

3 EXPÉRIENCES PRÉLIMINAIRES

Pour réaliser une modélisation qui soit la plus fidèle à la réalité expérimentale, il convient de connaître au mieux les propriétés élasto-plastiques des matériaux utilisés. Pour le substrat, en acier courant, la loi de comportement est souvent connue et il est donc possible d'introduire point par point dans le logiciel les éléments constitutifs de cette loi.

Pour le revêtement, la méthode n'est pas envisageable car la loi de comportement du matériau n'est pas connue, et ne peut pas l'être, puisqu'il n'est pas possible de réaliser une éprouvette de traction dans le matériau du revêtement et présentant les mêmes caractéristiques élasto-plastiques que le revêtement lui-même. Une estimation de la loi de comportement du revêtement peut toutefois être réalisée en identifiant ses caractéristiques par la méthode inverse appliquée aux mesures de la profondeur d'indentation obtenue par indentation instrumentée à l'aide d'un pénétrateur sphérique.

3.1 Théorie

3.1.1 Détermination de la contrainte

La contrainte vraie σ est exprimée en fonction de la pression moyenne P_m selon la relation de Tabor :

$$\sigma = \frac{1}{\psi} P_m = \frac{1}{\psi} \cdot \frac{P}{\pi a_c^2} \quad (7-18)$$

où ψ est un facteur de contrainte plastique, P est la charge et a_c est le rayon de l'aire de contact avec

$$a_c = \sqrt{h_c (2R - h_c)} \quad (7-19)$$

où R est le rayon de la sphère de l'indenteur et h_c est la profondeur d'enfoncement de l'indenteur.

Les auteurs de la méthode proposent d'employer une valeur de 3,0 pour le facteur de contrainte plastique ψ . Cette valeur a été vérifiée par une analyse par éléments finis sur différents matériaux [73].

3.1.2 Détermination de la déformation

Ahn et Kwon [74] proposent de déterminer la déformation vraie ε en employant la formule :

$$\varepsilon = \frac{\alpha}{\sqrt{1 - \left(\frac{a_c}{R}\right)^2}} \cdot \left(\frac{a_c}{R}\right) \quad (7-20)$$

où α est un facteur indépendant des matériaux déterminé par analyse par éléments finis et dont la valeur est 0,14 [75].

3.2 Application

L'échantillon d'acier revêtu de NiCr (réf. 12 dans la nomenclature) a été légèrement poli sur ses deux faces afin d'éliminer les aspérités de surface. Les cycles d'indentation ont été réalisés avec un micro-duromètre instrumenté CSM muni d'un indenteur sphérique en carbure de tungstène ayant un rayon de bille de 0,1 mm. Les paramètres d'indentation sont précisés dans le Tableau 7-1 ci-dessous.

Paramètres	Revêtement	Substrat
Fn contact	30 mN	30 mN
Vitesse d'approche	10 %/min	10 %/min
Nombre de cycle	10	10
Incrémentation	Quadratique	Quadratique
Charge minimale	0,3 N	1 N
Décharge	50 %	50 %
Charge maximale	4 N	10 N
Temps de chargement	30 s	30 s
Temps de déchargement	30 s	30 s
Pause	15 s	15 s
Pause en cycle	15 s	15 s

Tableau 7-1 : Paramètres d'indentation

3.3 Résultats

3.3.1 Le revêtement

Le système d'indentation permet d'extraire pour chaque cycle la charge appliquée ainsi que l'enfoncement de l'indenteur. Les moyennes de la charge P et de l'enfoncement h_c sont calculées à partir de quatre essais identiques. Les résultats des calculs de déformations et contraintes sont présentés dans le Tableau 7-2. La loi de comportement associée est présentée Figure 7-5. On constate que la limite élastique se situe autour de 580 MPa.

	P (N)	h_c (nm)	a_c (nm)	ε	σ (MPa)
Cycle 1	0,30	212	6 506	0,00913	755
Cycle 2	0,35	241	6 943	0,00974	763
Cycle 3	0,48	320	7 995	0,01123	805
Cycle 4	0,71	473	9 711	0,01366	803
Cycle 5	1,04	668	11 538	0,01626	825
Cycle 6	1,45	906	13 429	0,01897	852
Cycle 7	1,95	1 186	15 356	0,02176	878
Cycle 8	2,55	1 545	17 512	0,02490	882
Cycle 9	3,23	1 952	19 661	0,02807	888
Cycle 10	4,02	2 487	22 163	0,03182	868

Tableau 7-2 : Propriétés plastiques du revêtement

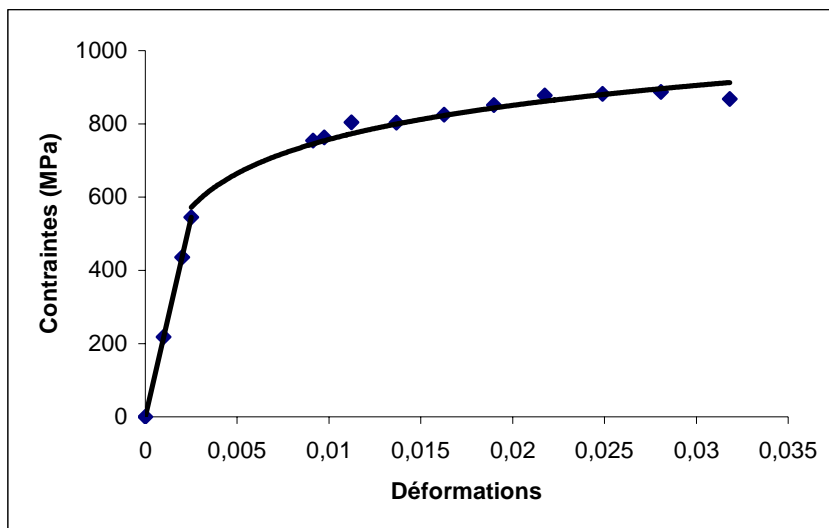


Figure 7-5 : Loi de comportement calculée du revêtement

3.3.2 Le substrat

Obtenus avec la même manière méthodologie que pour le revêtement, les résultats des calculs de déformations et contraintes pour le substrat sont présentés dans le Tableau 7-3. La courbe de traction associée est présentée Figure 7-6.

	P (N)	h_c (nm)	a_c (nm)	ε	σ (MPa)
Cycle 1	1,01	1 089	14719	0,02083	494
Cycle 2	1,12	1 231	15639	0,02217	486
Cycle 3	1,45	1 541	17487	0,02487	505
Cycle 4	2,01	2 172	20729	0,02966	497
Cycle 5	2,79	2 960	24150	0,03484	508
Cycle 6	3,80	3 955	27847	0,04059	519
Cycle 7	5,02	5 179	31764	0,04690	528
Cycle 8	6,48	6 709	36012	0,05404	530
Cycle 9	8,15	8 368	40046	0,06118	539
Cycle 10	10,05	10 674	44955	0,07046	528

Tableau 7-3 : Propriétés plastiques du substrat

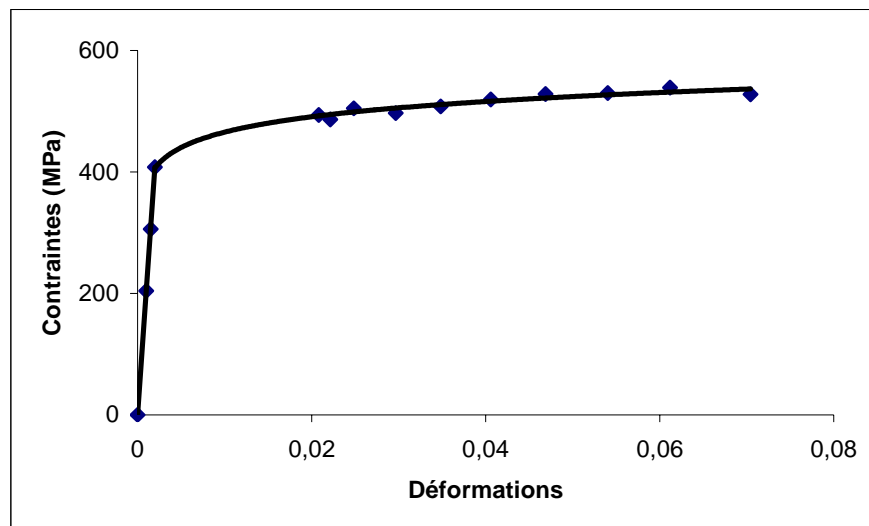


Figure 7-6 : Loi de comportement calculée du substrat

Le coefficient d'écrouissage n , calculé par régression linéaire, est de 0,11 et la limite élastique se situe autour de 400 MPa, ce qui est acceptable pour ce type d'acier.

4 MODÉLISATION

4.1 Échantillon

L'échantillon utilisé pour la modélisation est l'échantillon Ni-600-6 dont les caractéristiques sont rappelées dans la nomenclature (Tableau 4-2, page 49). Dans le logiciel Abaqus, l'échantillon est dimensionné avec une épaisseur correspondant à la réalité physique mais avec une largeur et une hauteur à la fois assez petites pour limiter le maillage et assez grandes pour limiter les effets de bord.

Le substrat et le revêtement sont réalisés en deux parties indépendantes dont l'assemblage est précisé ci-dessous (§4.3). Le Tableau 7-4 présente les différentes propriétés géométriques et mécaniques ainsi que le maillage réalisé pour l'échantillon avec des éléments tétraédriques de type C3D4.

Propriétés	Notation	Substrat	Revêtement
Matériau		Acier S 235	NiCr (80-20)
Épaisseur		4,75 ± 0,05 mm	480 ± 20 µm
Module de Young	E	204 GPa	218 GPa
Dureté	H	161 HV	199 HV
Masse volumique	ρ	7 800 kg/m ³	8 558 kg/m ³
Coefficient de Poisson	ν	0,3	0,31
<i>Maillage</i>			
Type d'éléments		C3D4	C3D4
Quantité d'éléments		26255	17670

Tableau 7-4 : Propriétés géométriques et mécaniques et maillage de l'échantillon

4.2 Indenteur

L'indenteur Vickers, de forme pyramidale à base carrée avec un angle au sommet de 136°, est modélisé avec un rayon de pointe de 1 µm. Le maillage est réalisé à l'aide de 12 éléments tétraédriques R3D4 indéformables.

Un coefficient de frottement de 0,1 est défini entre l'indenteur et l'échantillon. Cette valeur est généralement admise dans la littérature pour un contact entre diamant et matériaux métalliques [76].

4.3 Interface et assemblage

L'assemblage du substrat et du revêtement est réalisé par une interaction de surface de type « contact dur ». Cette interaction lie les deux surfaces en contact. Elle impose la cohésion des deux surfaces tant que les déplacements entre les nœuds sont compatibles avec des limites imposées par les paramètres du contact.

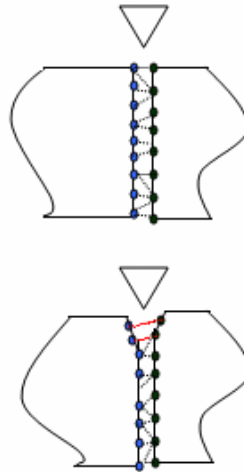


Figure 7-7 : Interaction de surface "contact dur"

On ajuste les paramètres du contact de façon à obtenir une longueur de fissure interfaciale simulée très proche de la longueur de fissure déterminée expérimentalement (336 μm).

Afin de limiter la taille de l'échantillon numérique, et en raison de la symétrie existante, une seule moitié de l'échantillon est modélisée.

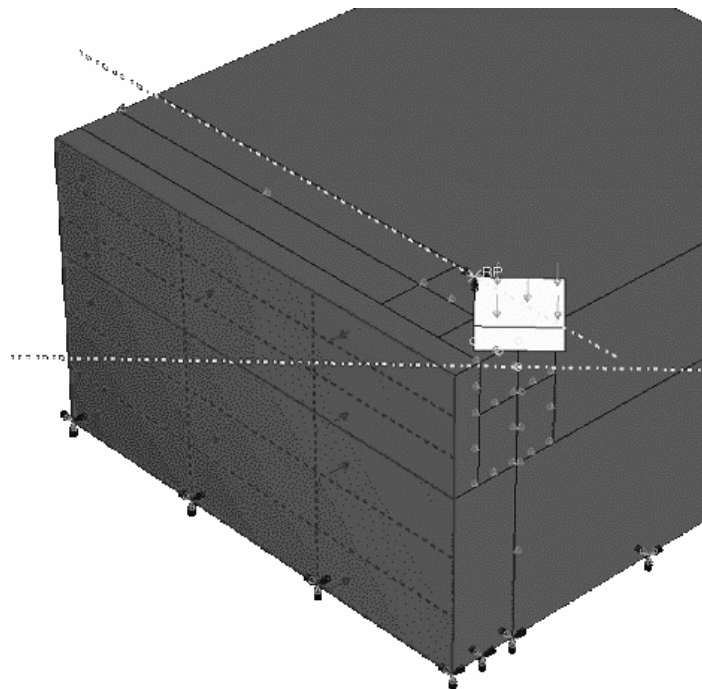


Figure 7-8 : Échantillon numérique

4.4 Conditions aux limites

Pour le calcul, les conditions aux limites suivantes sont imposées à l'échantillon (voir Figure 7-9) :

- la base de l'échantillon (face du dessous) est encastée, c'est-à-dire que tous les déplacements et toutes les rotations sont impossibles ;

- les déplacements selon l'axe z et les rotations selon les axes x et y sont bloqués pour les points appartenant à la surface contenue dans le plan de symétrie (face grisée sur la Figure 7-9).

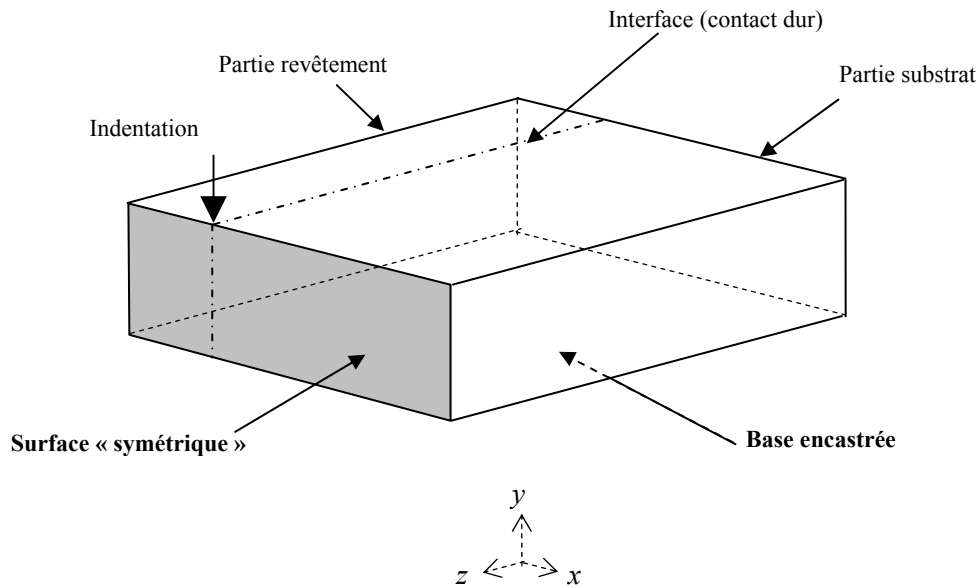


Figure 7-9 : Conditions aux limites

5 CALCUL DES FACTEURS D'INTENSITÉ DE CONTRAINTES

Les facteurs d'intensité de contraintes sont déterminés à partir des déplacements des nœuds à proximité du front de fissure exprimé dans le repère local tel que la direction iii soit tangente au front de fissure et que la direction ii soit dans le plan d'interface.

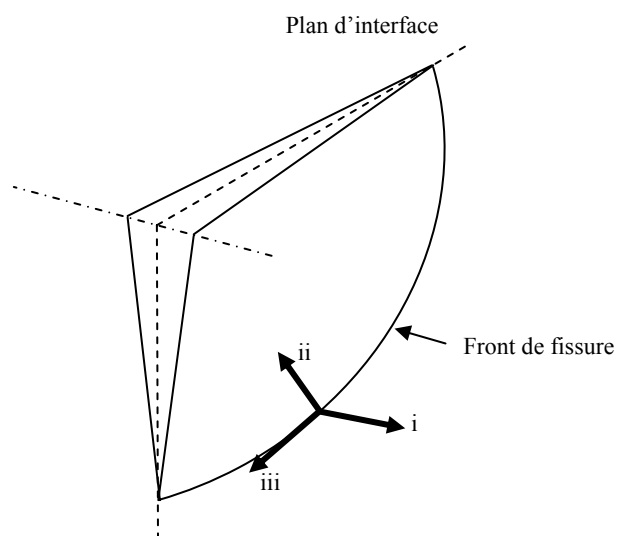


Figure 7-10 : Orientation du repère local sur le front de fissure

Les facteurs d'intensité de contrainte sont calculés à partir des expressions suivantes :

$$K_I = \frac{E(V_b - V_a)}{4(1-\nu^2)} \sqrt{\frac{2\pi}{r_{a-b}}} \quad (7-21)$$

$$K_{II} = \frac{E(U_b - U_a)}{4(1-\nu^2)} \sqrt{\frac{2\pi}{r_{a-b}}} \quad (7-22)$$

$$K_{III} = \frac{E}{2(1+\nu)} (W_b - W_a) \sqrt{\frac{\pi}{2 r_{a-b}}} \quad (7-23)$$

où U , V et W représentent les déplacements selon les directions i, ii et iii respectivement et r_{a-b} est la distance entre le point « a » situé sur le front de fissure et un point « b » à proximité du front de fissure comme il est indiqué sur la Figure 7-11.

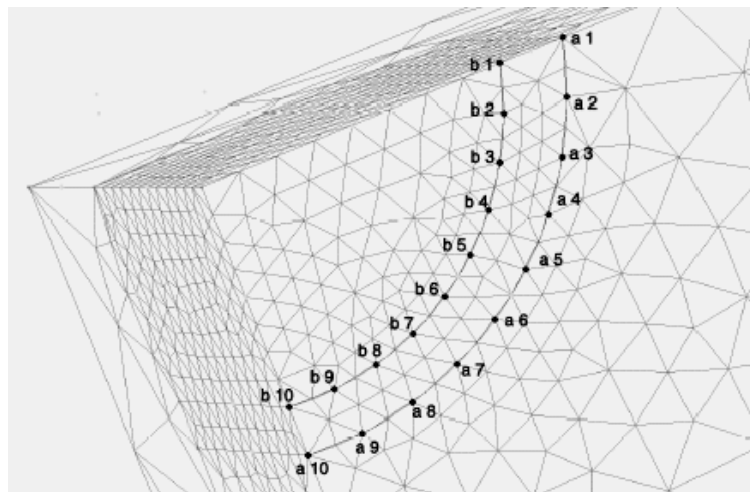


Figure 7-11 : Repérage des noeuds le long du front de fissure

6 SIMULATIONS EFFECTUÉES

6.1 Simulation avec une seule charge

Il s'agit ici de la première étape de calage. Nous prenons une charge de 10 kg pour laquelle nous disposons de toutes les données expérimentales.

6.1.1 Premiers résultats

A l'issue de la simulation nous déterminons la profondeur d'enfoncement de l'indenteur ainsi que la longueur de la fissure ainsi créée. Les valeurs obtenues sont reportées dans le Tableau 7-5.

		Modélisation	Expérimentation
Enfoncement de l'indenteur	h	58 μm	45 μm
Longueur de fissure	a	377 μm	336 μm

Tableau 7-5 : Résultats de la simulation pour charge de 10 kg

On note que la détermination de la profondeur d'enfoncement de l'indenteur issue de l'expérimentation est effectuée grâce à l'expression suivante :

$$d = 2\sqrt{2} h \tan(\alpha) \quad (7-24)$$

où d est la diagonale de l'empreinte Vickers, h est la profondeur d'enfoncement et α est de demi angle au sommet de l'indenteur Vickers ($\alpha = 68^\circ$).

Ces résultats montrent que la simulation numérique donne des résultats proches de ceux de l'expérience. C'est pourquoi dans la suite, les simulations seront réalisées avec les mêmes paramètres d'interface.

6.1.2 Facteurs d'intensités de contraintes

Pour chacun des couples de points ($a_i; b_i$), i prenant les valeurs de 1 à 9, les facteurs d'intensités de contraintes sont déterminés selon les trois modes d'après les expressions données précédemment (7-21, 7-22, 7-23). Les valeurs sont rassemblées dans le Tableau 7-6.

Position	1	2	3	4	5	6	7	8	9
K_I (MPa.m ^{1/2})	1,574	1,355	1,680	2,015	3,400	5,088	5,743	5,814	5,825
K_{II} (MPa.m ^{1/2})	-0,305	0,054	0,383	0,665	1,391	1,690	1,645	1,479	1,274
K_{III} (MPa.m ^{1/2})	-0,009	-0,002	0,024	0,040	0,064	0,091	0,105	0,189	0,203

Tableau 7-6 : Facteurs d'intensité de contraintes pour la première simulation

Graphiquement, les résultats précédents peuvent être mis en forme de la façon suivante :

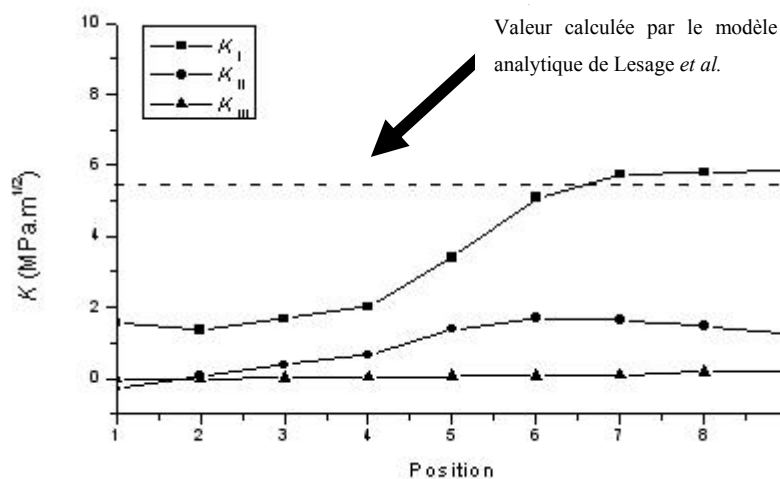


Figure 7-12 : Évolution des facteurs d'intensité de contraintes le long du front de fissure

Sur ce graphique, on constate ainsi que le mode I est prépondérant sur les deux autres modes de fissurations, surtout sous l'indenteur. Cette observation confirme l'hypothèse forte de Lesage *et al.*

[23,26,77] dans la définition du modèle analytique de la ténacité d'interface sous la forme d'un K_I seul.

On constate aussi que, sous l'indenteur, les valeurs des facteurs d'intensité de contraintes sont très proches de la valeur de la ténacité d'interface calculée par le modèle analytique de Lesage *et al.* En effet, pour cet échantillon la ténacité d'interface déterminée expérimentalement est de $5,45 \text{ MPa.m}^{1/2}$ (valeur représentée en pointillés sur la Figure 7-12).

6.2 Simulations avec variation de la charge

Le modèle ayant montré sa validité, l'objectif est de vérifier que les hypothèses, les conditions aux limites et les paramètres de modélisation choisis permettent de reconstruire l'ensemble de la courbe de fissuration obtenue à l'aide de charges différentes. Pour comparer aux mesures expérimentales, les simulations ont été réalisées avec des charges de 2 kgf, 5 kgf, 10 kgf et 15,625 kgf.

Charge (kgf)	Charge (N)	Résultats de la simulation		Mesures expérimentales	
		$d_i/2$ (μm)	a (μm)	$d_i/2$ (μm)	a (μm)
2	19,6	86	-	75	-
5	49,1	141	201	120	176
10	98,1	205	377	157	336
15,625	153,3	262	593	198	624

Tableau 7-7 : Résultats de la simulation avec variation de la charge

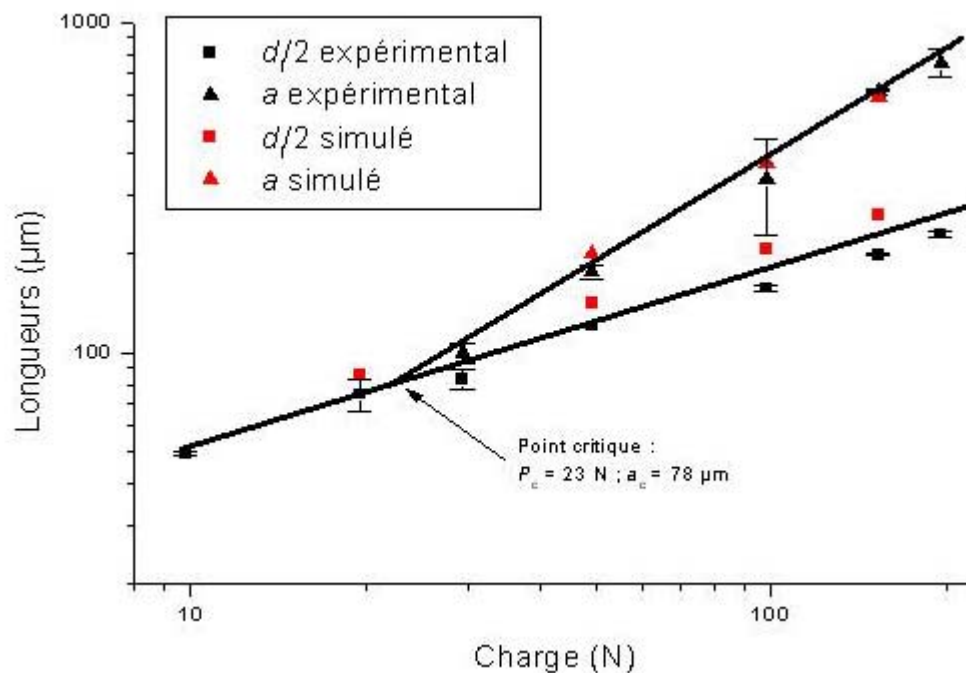


Figure 7-13 : Résultats graphiques de la simulation avec variation de la charge

On constate globalement un assez bon accord entre les valeurs simulées et expérimentales. Ceci est une avancée importante dans la compréhension du mécanisme de propagation de la fissure. Il est clair cependant que l'hypothèse de rigidité infinie de l'indenteur, qui entraîne une surestimation de l'enfoncement du pénétrateur, est en partie à l'origine de la différence constatée entre les demi-diagonales expérimentales et mesurées. La flèche du revêtement, qui n'est pas prise en compte ici, est aussi un aspect non négligeable dans le processus global d'indentation.

6.3 Simulations avec variation des contraintes résiduelles

La modélisation des contraintes résiduelles est réalisée de manière simple en appliquant une pression uniforme sur la surface libre (extrémité de l'échantillon) comme indiqué sur la Figure 7-14. Par expérience, les contraintes résiduelles sont de compression dans le revêtement et de traction dans le substrat pour le type de revêtement étudié ici. Un chargement de compression d'intensité moyenne σ_{rev} est appliqué dans le revêtement et de traction d'intensité moyenne σ_{sub} dans le substrat.

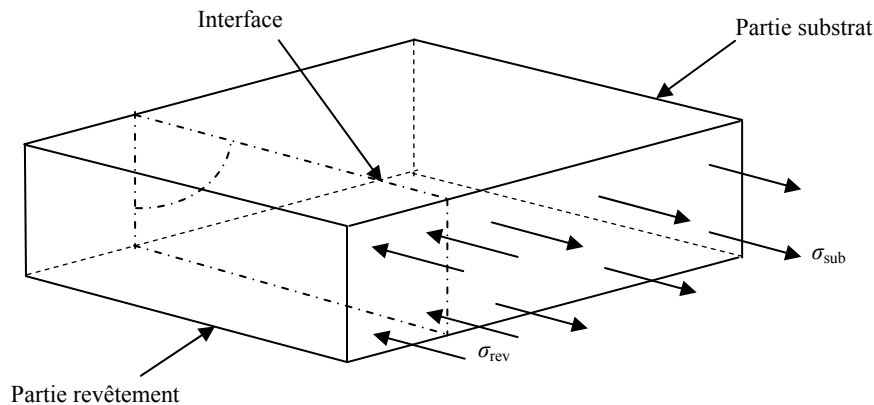


Figure 7-14 : Modélisation des contraintes résiduelles

Dans le Tableau 7-8, nous présentons pour quatre niveaux de contraintes différents la longueur de fissure a et l'enfoncement de l'indenteur h pour une charge de 10 kgf.

	σ_{rev} (MPa)	σ_{sub} (MPa)	h (μm)	a (μm)
1	-150	50	58,68	377
2	-75	25	58,65	388
3	-35	15	58,65	408
4	0	0	58,74	439

Tableau 7-8 : Résultats de la simulation avec variation des contraintes résiduelles

On observe que les contraintes résiduelles n'influencent pas l'enfoncement à l'interface sous une charge donnée et donc la dureté apparente d'interface de l'échantillon.

De plus on constate que les contraintes résiduelles de compression dans le revêtement ont un rôle bénéfique pour limiter l'extension de la fissure à l'interface. Ainsi, la ténacité d'interface est

augmentée en présence de contraintes résiduelles de compression comme l'ont remarqué Lesage et Chicot [63].

7 DISCUSSION

7.1 Facteurs d'intensité de contraintes

Nous avons vu Figure 7-12 que les facteurs d'intensité des contraintes K_{II} et K_{III} sont négligeables par rapport à K_I comme l'avait déjà constaté Liu avec une approche différente basée sur le suivi d'une fissure expérimentale à l'interface [28,29].

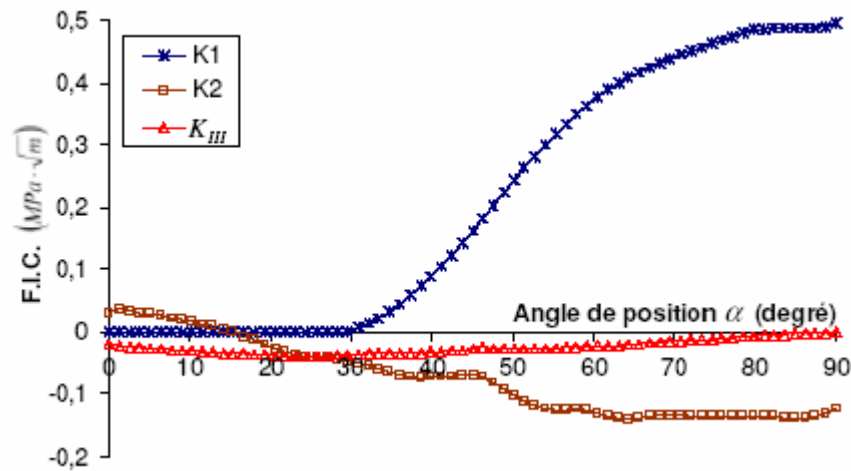


Figure 7-15 : Distribution des facteurs d'intensité des contraintes sur le front de fissure à l'interface de deux matériaux différents [29]

La modélisation analytique proposée par Démarécaux, Chicot et Lesage [23,26] est basée sur l'hypothèse que seul le mode I est responsable de la fissuration. Les résultats de la modélisation numérique confirment la pertinence de cette hypothèse d'autant plus que les valeurs de ténacité d'interface, calculées par les modèles analytique et numérique, sont très proches les unes des autres.

7.2 Influence des contraintes résiduelles sur les résultats numériques

Le modèle réalisé permet de faire varier les contraintes dans le revêtement et le substrat pour une épaisseur de revêtement donnée. La discussion qui suit est basée sur une contrainte constante dans le revêtement du fait de la simplification retenue pour la modélisation.

On constate dans le Tableau 7-8 que l'amplitude de la contrainte dans le revêtement n'influence pas sensiblement la pénétration de l'indenteur pour une charge donnée. Ceci confirme les résultats obtenus par Lesage et Chicot [63] sur la constance de la droite de dureté apparente indépendamment des contraintes résiduelles.

Pour la fissuration interfaciale, on constate que l'accroissement de la contrainte résiduelle de compression se traduit par une diminution de la longueur de la fissure interfaciale et par conséquent par l'augmentation de la ténacité d'interface.

Si on schématise l'action des contraintes résiduelles par deux actions mécaniques opposées dans le revêtement, il est clair que des contraintes de compression auront tendance à fermer la fissure interfaciale alors que des contraintes de traction auront l'effet inverse (voir Figure 7-16).

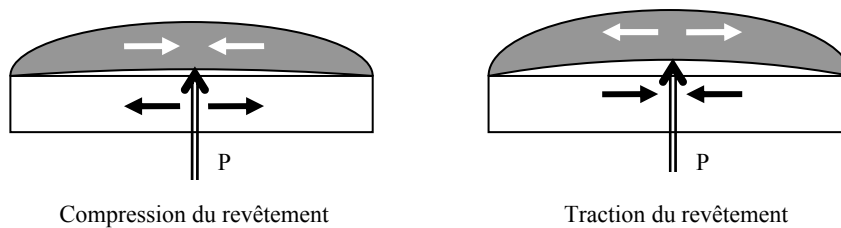


Figure 7-16 : Effet des contraintes résiduelles sur le processus de fissuration

Dans ces conditions, plus les contraintes de compression sont élevées et plus l'effet de fermeture est intense et l'extension de la fissure limitée. A épaisseur donnée, plus un revêtement est contraint en compression, plus la ténacité d'interface mesurée est grande. Dans la pratique, il est impossible de faire varier indépendamment contraintes résiduelles et épaisseur ; c'est pourquoi les interprétations proposées Chapitre 6 et dans la littérature en général peuvent sembler contradictoires avec cette conclusion.

7.3 Pente des droites de fissuration

Les pentes des droites de fissuration représentent la manière dont la fissure se propage à l'interface en fonction de la charge d'indentation appliquée. Les paramètres essentiels qui gouvernent la croissance de la fissure sont les suivants :

- flèche élastique du revêtement sous la poussée de l'indenteur ;
- frottement entre l'indenteur et le matériau ;
- lois de comportement élasto-plastiques des deux matériaux ;
- propriétés adhésives intrinsèques du couple de matériaux ;
- contraintes résiduelles dans la zone interfaciale.

Du fait de la complexité de la modélisation de la flèche due à la poussée sur le revêtement, nous étudions ici une seule épaisseur de revêtement. Dans la modélisation numérique, le frottement et les lois de comportement élasto-plastiques des deux matériaux sont pris en compte. Cela permet de calculer une énergie de fissuration puis une ténacité d'interface représentant valablement l'ensemble du processus d'indentation – fissuration.

Grâce à la modélisation numérique présentée § 6.2, on détermine une valeur 0,95 pour la pente de la droite de fissuration. Pour les essais expérimentaux, on observe des pentes de droite de fissuration comprises entre 0,90 et 1,95 (voir aussi CD des résultats). L'interprétation de ces résultats présente quelques difficultés. Pour un matériau massif, en absence de contraintes résiduelles, la pente doit être égale à $2/3$ [21,25,78].

Des tentatives d'explications quant à la variation de cette pente de la droite de fissuration ont été récemment menées, en particulier par Hivart et Crampon [78]. Ils proposent que la pente de la droite de fissuration soit directement liée à l'intensité des contraintes résiduelles par la formule :

$$\frac{d \ln P}{d \ln a} = \frac{3}{2} - \beta \pi^{-1/2} \sigma_R \frac{a^2}{P} \quad (7-25)$$

où P est la charge d'indentation, a est la demie longueur de la fissure interfaciale, β est un paramètre tel que $\beta = \frac{1}{0,015 \left(\frac{E}{H} \right)^{1/2}}$, E est le module de Young, H est la dureté, σ_R est l'intensité des contraintes

résiduelles.

Pour aboutir à la formulation (7-25), Hivart et Crampon considèrent que l'intensité des contraintes résiduelles est unique pour un échantillon donné.

Le Tableau 7-9 présente la détermination des contraintes résiduelles pour quelques échantillons de l'étude citée. Pour chaque point, la dérivée de $\ln P$ par rapport à $\ln a$ est calculée à partir des points présentés Figure 7-17. On considère une évolution polynomiale d'ordre 2. Les contraintes résiduelles σ_R sont calculées à partir de l'équation (7-25).

Ft 25			FGS 700-2			
P	a	$\frac{d \ln P}{d \ln a}$	σ_R	a	$\frac{d \ln P}{d \ln a}$	σ_R
(kg)	(μm)	P en N a en μm	(MPa)	(μm)	P en N a en μm	(MPa)
20	631,5	0,416	84			
15,625	455	0,650	99	1065,5	0,252	27
10	264	1,039	102	443	0,663	66
5	144,5	1,470	11	177	1,093	100
3	102	1,719	-97	128,5	1,243	72
2	89	1,816	-123	90	1,410	34

Tableau 7-9 : Calcul des contraintes d'après l'équation (7-25)

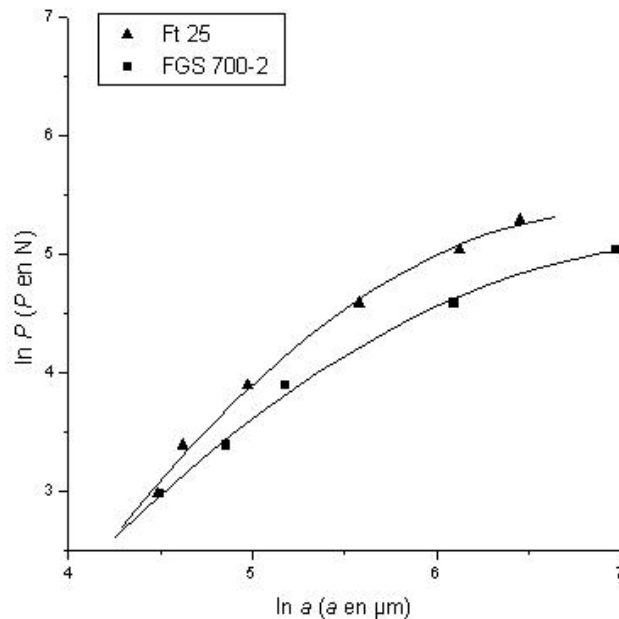


Figure 7-17 : Longueurs des fissures interfaciale pour les échantillons de fonte Ft 25 et FGS 700-2 revêtus de $\text{Cr}_3\text{C}_2\text{-NiCr}$ (d'après [78] à partir des mesures de [8])

Ainsi, en appliquant la formulation proposée par Hivart, on constate que les contraintes varient en fonction de la charge d'indentation en contradiction avec l'hypothèse initiale nécessaire à l'établissement de la formule (6-11).

De plus, dans le travail de Démarécaux [8], si l'on considère l'ensemble des résultats proposés, il est clair que la relation $\ln a - \ln P$ est linéaire. Cependant, des ruptures de pente correspondant à la bifurcation de la fissure dans le revêtement ont été mises en évidence pour certains échantillons comme pour l'échantillon à substrat en fonte FGS 700-2. Celles-ci ne doivent pas être confondues dans l'analyse avec les fissures confinées à l'interface.

8 CONCLUSION

A l'aide d'une modélisation originale, à partir du choix d'un contact dur à l'interface avec un coefficient de frottement non nul entre l'indenteur et l'échantillon, nous avons cherché à représenter le comportement du couple substrat / revêtement pendant une indentation interfaciale. Les essais de modélisation de Liu [29] proposés récemment avaient permis d'ouvrir la voie à ce type de modélisation en démontrant la prépondérance du mode I d'ouverture dans la propagation de la fissure à l'interface. Les résultats obtenus ici confirment ce point et la validité du modèle analytique. Bien que les hypothèses choisies pour la présente modélisation soient substantiellement plus restrictives, elles permettent d'aboutir à des conclusions nouvelles très importantes :

- le frottement (estimé à 0,1) entre l'indenteur et l'échantillon est essentiel à prendre en compte dans le processus d'indentation ;
- la modélisation permet de reproduire l'ensemble de la courbe de fissuration ;
- et donc permet de prédire la courbe de fissuration.

CONCLUSION

Déterminer l'adhérence de revêtements est un problème complexe à traiter. De nombreuses équipes de part le monde travaillent sur le sujet et de nouveaux essais voient le jour régulièrement. Au Laboratoire de Mécanique de Lille, l'essai d'indentation interfaciale est proposé depuis plusieurs années comme une alternative aux essais les plus pratiqués dans les laboratoires. La formulation analytique mise au point au laboratoire commence à se diffuser largement dans les laboratoires internationaux et les résultats ou traitements relatifs à l'essai d'indentation interfaciale pouvant se prêter à une analyse critique commencent à devenir disponibles. Dans le travail présenté ici plusieurs aspects ont été traités dans l'objectif de mieux comprendre les influences de la rugosité, de l'épaisseur de revêtement et des contraintes résiduelles. Outre la mise au point d'un protocole d'essai et d'analyse rigoureux, le travail a consisté à pousser la modélisation par éléments finis amorcée dans une thèse précédente du laboratoire. Dans la pratique, il n'est pas possible de faire évoluer indépendamment contraintes résiduelles et épaisseur alors que la modélisation le permet. Ainsi nous montrons ici que, à épaisseur donnée, l'augmentation des contraintes résiduelles de compression dans le revêtement joue un rôle bénéfique pour limiter l'extension de la fissure à l'interface. En dehors de ce résultat important, la prise en compte du frottement indenteur matériaux à l'interface permet de reconstruire de manière satisfaisante la courbe de fissuration. Le calcul de la ténacité interfaciale qui s'y rapporte est en excellent accord avec le calcul analytique mis au point au laboratoire et, par voie de conséquence, en justifie les hypothèses a posteriori. Le degré de confiance à apporter aux contraintes résiduelles calculées à partir de cette méthode se trouve encore renforcé par les tendances tout à fait similaires obtenues par le calcul de la contrainte moyenne réalisé parallèlement à partir de la flèche des échantillons après projection.

Nous avons vu néanmoins que certains aspects seront à prendre en compte dans un travail futur. Quel critère plus représentatif que l'indice de rugosité R_a pourrait être introduit dans la modélisation ? Ou encore, comment introduire un gradient de contraintes résiduelles pertinent dans la modélisation et comment prendre en compte la flèche du revêtement sous la poussée transversale de l'indenteur ?

RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- 1 A. PRONER, *Revêtements par projection thermique*, Techniques de l'Ingénieur M 1645, 1999.
- 2 www.gordonengland.co.uk
- 3 J. CIZEK, K.A. KHOR, Z. PROCHAZKA, *Influence of spraying conditions on thermal and velocity properties of plasma sprayed hydroxyapatite*, Materials Science and Engineering C 27 (2007) 340–344.
- 4 www.stellba.ch
- 5 L. PAWLOWSKI, *The science and engineering of thermal spray coatings*, Ed. Wiley, Chichester, UK, 1995.
- 6 ASTM D 907, Standard Terminology of Adhesives.
- 7 D.S. RICKERBY, *A review of the methods for the measurements of coating-substrate adhesion*, Surface and Coatings Technology 36 (1988) 541-557.
- 8 PH. DÉMARÉCAUX, *Adhérence et propriétés tribologiques de revêtements obtenus par projection thermique hypersonique : Applicabilité des revêtements de carbures de chrome aux disques de freins*, Thèse de doctorat, Université des sciences et technologies de Lille, 1995.
- 9 Y.A. KHARLAMOV, *Methods of measurement of the adhesion strength of coatings (Review)*, traduit en anglais de Zavodskaya Laboratoriya 53 [5] (1987) 63-69.
- 10 L.L. SHAW, R. REN, D. GOBERMAN, *Measurement of the fracture energy of the coating/substrate interfacial region through radial-notched cylindrical specimens*, Surface and Coatings Technology 130 (2000) 74-79.
- 11 EN 582, Projection thermique - Mesure de l'adhérence par essais de traction.
- 12 S. YILMAZ, M. IPEK, G.F. CELEBI, C. BINDAL, *The effect of bond coat on mechanical properties of plasma-sprayed Al₂O₃ and Al₂O₃-13 wt% TiO₂ coatings on AISI 316L stainless steel*, Vacuum 77 (2005) 315-321.
- 13 X. SUN, Z. JIANG, S. XIN, Z. YAO, *Composition and mechanical properties of hard ceramic coating containing α - Al₂O₃ produced by microarc oxidation on Ti-6Al-4V alloy*, Thin Solid Films, 471 (2005) 194-199.
- 14 ASTM F 1044, Standard Test Method for Shear Testing of Calcium Phosphate Coatings and Metallic Coatings.
- 15 EN 15340, Projection thermique - Détermination de la résistance au cisaillement des revêtements obtenus par projection thermique.
- 16 ST. SIEGMANN, M. DVORAK, H. GRÜTZNER, K. NASSENSTEIN, A. WALTER, *Shear Testing for Characterizing the Adhesive and Cohesive Coating Strength without the Need of Adhesives*, Proceedings of ITSC 2005, Thermal Spray connects: Explore its surfacing potential!, Basel, Switzerland, DVS-Verlag GmbH, (2005).

- 17 Y.C. ZHOU, T. TONOMORI, A. YOSHIDA, L. LIU, G. BIGNALL, T. HASHIDA, *Fracture characteristics of thermal barrier coatings after tensile and bending tests*, Surface and Coatings Technology 157 (2002) 118-127.
- 18 www.calce.umd.edu
- 19 Z. MOHAMMADI, A.A. ZIAEI-MOAYYAD, A. SHEIKH-MEDHI MESGAR, *Adhesive and cohesive properties by indentation method of plasma-sprayed hydroxyapatite coatings*, Applied Surface Science 253 (2007) 4960-4965.
- 20 S.S. KIM, Y.H. CHAE, S.Y. CHOI, *Characteristics evaluation of plasma sprayed ceramic coatings by nano/micro-indentation test*, Tribology Letters 17 (2004) 663-668.
- 21 D. CHOULIER, *Contribution à l'étude de l'adhérence de revêtements projetés à la torche à plasma : Modélisation et utilisation d'un test d'indentation à l'interface*, Thèse de doctorat, Université de Technologie de Compiègne, 1989.
- 22 P. OSTOJIC, R. MC PHERSON, *Indentation Toughness testing of plasma sprayed coatings*, Materials Forum, 10 [4] (1987) 247.
- 23 D. CHICOT, P. DÉMARÉCAUX, J. LESAGE, *Apparent interface toughness of substrate and coating couples from indentation tests*, Thin Solid Films 283 (1996) 151-157.
- 24 D. CHOULIER, P. FLUZIN, C. CODDET, G. THAUVIN, *Characterization of the Substrate-Coating Interface Toughness by the Interfacial Indentation Test – Influence of Different Parameters on the Bond Strength*, Proceedings of 1st Plasma-Technik-Symposium, Lucerne, Switzerland, Plasmatechnik AG, Wohlen, Switzerland, vol. 2, (1988) 293-305.
- 25 C. RICHARD, J. LU, J.F. FLAVENOT, G. BÉRANGER, *Étude des contraintes résiduelles dans des revêtements NiCrAlY projetés par plasma et caractérisation de la ténacité à l'interface*, Mémoires et Études Scientifiques Revue de Métallurgie 5 (1991) 295-306.
- 26 P. DÉMARÉCAUX, D. CHICOT, J. LESAGE, *Interface indentation test for the determination of adhesive properties of thermal sprayed coatings*, Journal of Materials Science Letters 15 (1996) 1377-1380.
- 27 B.R. LAWN, A.G. EVANS, D.B. MARSHALL, *Journal of American Ceramic Society*, 64 (9-10) (1980) 574.
- 28 G. LIU, A. MOUFTIEZ, C. ROBIN, S. PANIER, J. LESAGE, *Evaluation of interfacial adhesive toughness by simulation of crack propagation in interfacial indentation test*, Proceedings of ITSC 2005, Thermal Spray connects: Explore its surfacing potential!, Ed. E. Lugscheider, Basel, Switzerland, DVS-Verlag GmbH, 2005.
- 29 G. LIU, *Modélisation de l'essai d'indentation interfaciale en vue de caractériser l'adhérence de revêtements projetés thermiquement*, Thèse de doctorat, Université des Sciences et Technologies de Lille, 2005.
- 30 A. VASINONTA, J.L. BEUTH, *Measurement of interfacial toughness in thermal barrier coating systems by indentation*, Engineering Fracture Mechanics 68 (2001) 843-860.
- 31 W. LI, T. SIEGMUND, *An analysis of the indentation test to determine the interface toughness in a weakly bonded thin film coating – substrate system*, Acta Materialia 52 (2004) 2989-2999.
- 32 H. ZHANG, D.Y. LI, *Application of a novel lateral force-sensing microindentation method for evaluation of the bond strength of thermal sprayed coatings*, Surface and Coatings Technology 197 (2005) 137-141.

- 33 M. MENNINGEN, H. WEISS, *Application of fracture mechanics to the adhesion of metal coatings on CFRP*, Surface and Coating Technology 76-77 (1995) 835-840.
- 34 C.S. RICHARD, G. BÉRANGER, J. LU, J.F. FLAVENOT, T. GRÉGOIRE, *Four-point bending tests of thermally produced WC-Co coatings*, Surface and Coatings Technology 78 (1996) 284-294.
- 35 G. THURN, G.A. SCHEIDER, H.A. BAHR, F. ALDINGER, *Toughness anisotropy and damage behaviour of plasma sprayed ZrO₂ thermal barrier coatings*, Surface and Coatings Technology 123 (2000) 147-158.
- 36 M. YE, J.L. DELPLANCKE, G. BERTON, L. SEGERS, R. WINAND, *Characterization and adhesion strength study of Zn coatings electrodeposited on steel substrates*, Surface and Coatings Technology 105 (1998) 184-188.
- 37 Y.C. TSUI, C. DOYLE, T.W. CLYNE, *Plasma sprayed hydroxyapatite coatings on titanium substrates. Part 1: Mechanical properties and residual stress levels*, Biomaterials 19 (1998) 2015-2029.
- 38 C. BOLIS, *Étude numérique et expérimentale de la séparation par chocs brefs d'interface de revêtements multi-couches. Application au test d'adhérence par chocs laser*, Thèse de doctorat, Université de Poitiers, 2004.
- 39 M. DUCOS, B. BOSSUAT, B. CANAL, *Non Destructive testing of the coating substrate interface of thermally sprayed industrial parts*, Proceedings of ITSC 2005, Thermal Spray connects: Explore its surfacing potential!, Ed. E. Lugscheider, Basel, Switzerland, DVS-Verlag GmbH, 2005.
- 40 T.W. CLYNE, *Residual Stresses in Coated and Layered Systems*, in K.H.J. BUSCHOW, R.W. CAHN, M.C. FLEMINGS, B. ILSCHNER, E.J. KRAMER, S. MAHAJAN, The Encyclopaedia of Materials: Science and Technology, Elsevier, 2001, 8126 - 8134.
- 41 ASTM E 837-99, Standard Test Method for Determining Residual Stress by the Hole-Drilling Strain-Gage Method.
- 42 I.C. NOYAN, T.C. HUANG, B.R. YORK, *Residual stress/strain analysis in thin films by X-Ray diffraction*, Critical Reviews in Solid State and Materials Sciences, vol. 20(2) (1995) 125-177.
- 43 A.M. KORSUNSKY, K.E. WELLS, P.J. WITHERS, *Mapping two-dimensional state of strain using synchrotron X-ray diffraction*, Scripta Materialia 39 (1998) 1705-1712.
- 44 A. ALLEN, M.T. HUTCHINGS, C.G. WINDSOR, *Neutron diffraction methods for the study of residual stress fields*, Adv. Phys 34 (1985) 445-473.
- 45 T.W. CLYNE, S.C. GILL, *Residual stresses in Thermal Spray Coatings and Their Effect on Interfacial Adhesion: A Review of Recent Work*, Journal of Thermal Spray Technology 5[4] (1996) 401-418.
- 46 D.E. BRAY, N. PATHAK, M.N. SRINIVASAN, *Residual stress distributions in the rim of a steam turbine disk using the L(CR) ultrasonic technique*, Mat. Sci. Forum 210 (1997) 317-324.
- 47 F.A. KANDIL, J.D. LORD, A.T. FLY, P.V. GRANT, *A review of Residual Stress Measurement Methods – A Guide to Technique Selection*, NPL report MATC(A)04, Teddington, February 2001.
- 48 E. BEMPORAD, M. SEBASTIANI, F. CASADEI, F. CARASSITI, *Modelling, production and characterisation of duplex coatings (HVOF and PVD) on Ti-6Al-4V substrate for*

- specific mechanical applications*, Surface & Coatings Technology 201 (2007) 7652–7662.
- 49 P. ARAUJO, D. CHICOT, M. STAIA, J. LESAGE, *Residual stresses and adhesion of thermal spray coatings*, Surface Engineering 21 (2005) 35-40.
- 50 S. SAMPATH, X.Y. JIANG, J. MATEJICEK, L. PRCHLIK, A. KULKARNI, A. VAIDYA, *Role of thermal sprayed processing method on the microstructure, residual stress and properties of coatings: an integrated study for Ni-5 wt.%Al bond coats*, Materials Science and Engineering A 364 (2004) 216-231.
- 51 J. MATEJICEK, S. SAMPATH, D. GILMORE, R. NEISER, *In situ measurement of residual stresses and elastic moduli in thermal sprayed coatings. Part 2: processing effects on properties of Mo coatings*, Acta Materialia 51 (2003) 873–885.
- 52 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 coating*, Thin Solid Films 377-378 (2000) 681-686.
- 53 P.B. KADOLKAR, T.R. WATKINS, J.TH.M. DE HOSSON, B.J. KOOL, N.B. DAHOTRE, *State of residual stress in laser-deposited ceramic composite coatings on aluminium alloys*, Acta Materialia 55 (2007) 1203-1214.
- 54 T.C. TOTEMEIER, J.K. WRIGHT, *Residual stress determination in thermally sprayed coatings - a comparison of curvature models and X-ray techniques*, Surface & Coatings Technology 200 (2006) 3955 – 3962.
- 55 W.C. OLIVER ET G.M. PHARR ; *An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments*, J. Mat. Res.7[6] (1992) 1564-1583.
- 56 A.C. FISCHER-CRIPPS, *Critical review of analysis and interpretation of nanoindentation test data*, Surface and Coatings Technology 200 (2006) 4153-4165.
- 57 CSM INSTRUMENTS, Indentation software. User's Guide, version R0.0.5 (2006).
- 58 www.webelements.com
- 59 M. DUPEUX, Science des Matériaux, Aide-mémoire, Ed. Dunod, Paris, F, 2004.
- 60 S. SIEGMANN, C.A. BROWN, *Scale-Sensitive Fractal Analysis for Understanding the Influence of Substrate Roughness in Thermal spraying*, 1st United Thermal Spray Conference – Thermal Spray: A United forum for Scientific and Technological Advances, Indianapolis, Indiana, 1997, 665-670.
- 61 R. LEACH, *Some issues of traceability in the field of surface topography measurement*, Wear 257 (2004) 1246-1249.
- 62 M. BIGERELLE, A. GAUTIER, A. IOST, *Roughness characteristic length scales of micro-machined surfaces: A multi-scale modelling*, Sensors and Actuators B: Chemical 126 (2007) 126-137.
- 63 J. LESAGE, D. CHICOT, *Role of residual stresses on interfacial toughness of thermally sprayed coatings*, Thin Solid Films 415 (2002) 143-150.
- 64 G. LASCAR, J. Phys IV 8 (1998) 115.
- 65 G. LASCAR, J. Phys IV 8 (1998) 267.
- 66 G.G. STONEY, *The Tension of Metallic Films Deposited by Electrolysis*, Proc. Roy. Soc. A82 (1909) 172-175.

- 67 C. GODOY, E.A. SOUZA, M.M. LIMA, J.C.A. BATISTA, *Correlation between residual stresses and adhesion of plasma sprayed coatings: effects of a post annealing treatment*, Thin Solid Films, 420-421 (2002) 438-445.
- 68 J. STOKES, L. LOONEY, *Residual stress in HVOF thermally sprayed thick deposits*, Surface and Coatings Technology 177–178 (2004) 18–23.
- 69 J. LEMAÎTRE, J.-L. CHABOCHE, *Mécanique des Matériaux solides*, Dunod, Paris, F, 2001.
- 70 T. FETT, A.B. KOUNGA NJIWA, J. RÖDEL, *Crack opening displacements of Vickers indentation cracks*, Engineering Fracture Mechanics 72 (2005) 647–659.
- 71 J.W. HUTCHINSON, Z. SUO, *Mixed mode cracking in layered materials*, Advances in Applied Mechanics 29 (1991) 63.
- 72 J.M. VELJKOVIC, R. NIKOLIC, *Measurement of mixed-mode fracture parameters near crack between a thin layer and a substrate*, Facta universitatis, series: Mechanics, Automatic control and robotics 3 (2003) 573.
- 73 E.C. JEON, M.K. BAIK, S.H. KIM, B.W. LEE, D. KWON, *Determining Representative Stress and Representative Strain in Deriving Indentation Flow Curves Based on Finite Element Analysis*, Key Engineering Materials 297–300 (2005) 2152-2157.
- 74 J.-H. AHN, D. KWON, *Derivation of plastic stress-strain relationship from ball indentations: Examination of strain definition and pileup effect*, Journal of Materials Research 16 (2001) 3170—3178.
- 75 J.-Y. KIM, K.-W. LEE, J.-S. LEE, D. KWON, *Determination of tensile properties by instrumented indentation technique: Representative stress approach*, Surface and Coatings Technology 201 (2006) 4278-4283.
- 76 M.F. ASHBY, D.R.H. JONES, *Matériaux, tome 1 : Propriétés et applications*, Ed. Dunod, Paris, F, 1998.
- 77 J. LESAGE, D. CHICOT, *Models for hardness and adhesion of coatings*, Surface Engineering 15 (1999) 447-453.
- 78 P. HIVART, J. CRAMPON, *Interfacial indentation test and adhesive fracture characteristics of plasma sprayed cermet Cr₃C₂/Ni–Cr coatings*, Mechanics of Materials 39 (2007) 998–1005.

CURRICULUM VITAE

MAROT

Guillaume, Michel, Daniel

Français

Né le 25 juin 1981 à Compiègne (Oise)

SITUATION ACTUELLE

ENSEIGNANT-CHERCHEUR

École des Hautes Études d'Ingénieur ; Département conception mécanique.

FORMATION

2004 – 2007 : Doctorant - intervenant (TP/TD) à l'École des Hautes Études d'Ingénieur.

2003 – 2007 : Université de Lille 1, École doctorale Science pour l'ingénieur.

2004 : *Diplôme d'Études Approfondies de Mécanique, mention bien.*

2007 : *Grade de Docteur de l'université de Lille 1, discipline : mécanique, mention très honorable.*

2001 – 2004 : École des Hautes Études Industrielles, Lille.

2004 : *Ingénieur diplômé de l'École des Hautes Études Industrielles*

1999 – 2001 : Classes préparatoires PSI Saint-Pierre intégrées à HEI, Lille.

1996 – 1999 : Lycée Mirelle-Grenet, Compiègne.

1999 : *Baccalauréat, série S.*

PUBLICATIONS RÉALISÉES AU COURS DE LA THÈSE

Publications dans des journaux internationaux avec comité de lecture :

1. M. HADAD, G. MAROT, PH. DÉMARÉCAUX, D. CHICOT, J. LESAGE, L. ROHR, S. SIEGMANN, *Adhesion tests for thermal spray coatings: correlation of bond strength and interfacial toughness* Surface Engineering 23 [4] (2007) 279-283.
2. D. CHICOT, G. MAROT, P. ARAUJO, N. HORNY, A. TRICOTEAUX, M.H. STAIA, J. LESAGE, *Effect of some Thermal Treatments on the interface adhesion toughness of various thermal spray coatings*, Surface Engineering 22[5] (2006) 390-398.
3. G. MAROT, J. LESAGE, PH. DÉMARÉCAUX, M. HADAD, ST. SIEGMANN, M.H. STAIA, *Shear and Interfacial indentation tests to determine the adhesion of thermal spray coatings*, Surface and Coatings Technology 201 (2006) 2080-2085.

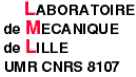

Participation à des congrès internationaux avec actes diffusés :

4. G. MAROT, PH. DÉMARÉCAUX, M. HADAD, ST. SIEGMANN, J. LESAGE, M.H. Staia, *Shear and Interfacial indentation tests to determine the adhesion of thermal spray coatings*, 2^{ème} Rencontre internationale sur la projection thermique, Lille, France, Décembre 2005. (Poster)
5. M. HADAD, G. MAROT, PH. DÉMARÉCAUX, J. LESAGE, J. MICHLER, S. SIEGMANN, *Adhesion tests for thermal spray coatings: Application range of tensile, shear and interfacial indentation methods*, International Thermal Spray Conference, Bâle, Suisse, Mai 2005. (Conférence)
6. G. MAROT, M. HADAD, PH. DÉMARÉCAUX, D. CHICOT, J. LESAGE, J. MICHLER, S. SIEGMANN, *Adhesion tests for thermal spray coatings*, 18th International Conference on Surface Modification Technologies, Dijon, France, Novembre 2004. (Poster)

Participation à des congrès internationaux sans actes:

7. G. MAROT, PH. DÉMARÉCAUX, J. LESAGE, D. CHICOT, M. HADAD, ST. SIEGMANN, *Measurements of adhesion and residual stresses in thermal spray coatings by interfacial indentation and bending tests*, Symposium d'Ingénierie de Surface, Puerto Ortaz, Venezuela, Novembre 2006. (Conférence)
8. G. MAROT, *La projection thermique*, Journée technique de l'Association de traitement thermique et de traitement de surface (A3TS) : « Modification des surfaces et propriétés mécaniques associées », Lille, France, Mars 2006. (Conférence)
9. G. MAROT, M. HADAD, PH. DÉMARÉCAUX, S. SIEGMANN, J. LESAGE, *Comparison of adhesion tests for thermal spray coatings*, Jornadas de Investigacion - Facultad de Ingeniería UCV, Caracas, Venezuela, Novembre 2004. (Poster)
10. G. MAROT, M. HADAD, PH. DÉMARÉCAUX, J. LESAGE, *Comparison of adhesion tests for thermal spray coatings*, 3er Congreso Peruano de Materiales, Arequipa, Pérou, Octobre 2004. (Poster)

ANNEXE

 	Adhérence des revêtements projetés --- Mesure de la ténacité d'interface par la méthode d'indentation interfaciale	Protocole IUT A Version 2005
---	--	---

1 OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

Il s'agit de préciser la méthode d'indentation interfaciale pour mesurer de la ténacité d'interface caractéristique de l'adhérence d'un revêtement sur son substrat. Le présent protocole est valable pour des revêtements d'épaisseur moyenne supérieure à 50 μm ou 80 μm selon la nature des deux matériaux.

2 PRINCIPE

Réalisation d'indentations Vickers discrètes à charges croissantes à l'interface revêtement substrat dans une coupe transversale. Mesure de la dimension de l'empreinte formée et des fissures. Application du modèle de Chicot, Démarécaux et Lesage.

3 SYMBOLES ET DÉSIGNATIONS

Symbole	Unité	Désignation
F	kgf	Charge appliquée en kilogramme-force
P	N (1 N \approx 0,102 kgf)	Charge appliquée en Newtons
d	μm	Longueur de la diagonale d'empreinte le long de l'interface ¹
a	μm	Longueur de la demi-fissure mesurée dans le plan de l'interface
E	GPa	Module d'élasticité longitudinal (de Young)
H	GPa	Dureté absolue
HV	-	Nombre de dureté Vickers $HV = 1,854 \frac{F}{d^2}$
H	GPa	Nombre de dureté absolue : $H = HV \times 9,81 \times 10^{-3}$
K_{Ica}	$\text{MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$	Ténacité apparente d'interface
e	μm	Épaisseur du revêtement (cf. NF EN ISO 1463)
$\#_i$	-	Valeur faisant référence à l'interface
$\#_s$	-	Valeur faisant référence au substrat
$\#_r$	-	Valeur faisant référence au revêtement
$\#_c$	-	Valeur critique faisant référence à l'amorçage des fissures interfaciales

Tableau 1 : Symboles, unités et désignations

¹ Voir aussi Figure 1

4 APPAREILLAGE

4.1 Principe

L'appareil d'essai est muni d'un pénétrateur se déplaçant verticalement, qui s'abaisse lentement jusqu'au contact de la surface où il est maintenu, durant un temps donné, par application d'une force donnée.

4.2 Pénétrateur

Le pénétrateur utilisé est un pénétrateur Vickers, composé d'un diamant pyramidal, à base carrée. L'angle au sommet formé par deux faces opposées doit être de $136^\circ \pm 0,3^\circ$.

5 MESURE

5.1 Positionnement du pénétrateur

Une des diagonales du pénétrateur doit être confondue avec l'interface revêtement - substrat.

5.2 Durée d'application de la charge

La charge doit être maintenue suffisamment longtemps pour pouvoir s'affranchir des effets dynamiques. Il est recommandé de maintenir l'application de la charge pendant une durée de 2 minutes. Pour les essais utilisant la micro-indentation, l'application de la charge pourra durer 15 secondes (durée imposée par l'appareil en général).

5.3 Mesure

La mesure devra être effectuée par une seule et même personne de manière à diminuer la dispersion de mesure introduite par différents opérateurs.

5.3.1 Macro-indentation

La longueur des diagonales d'empreintes et des fissures interfaciales (le cas échéant) doivent être mesurées au microscope optique avec un grossissement suffisant. L'utilisation du filtre vert permet d'effectuer la mesure dans la gamme de sensibilité maximale de l'œil.

5.3.2 Micro-indentation

Les longueurs des diagonales d'empreintes et des fissures interfaciales (le cas échéant) peuvent être déterminées grâce aux instruments de mesures disponibles sur l'appareil d'essai dans la limite de ce dernier. S'il devient difficile de les utiliser ou que la mesure n'est plus possible, il convient d'utiliser la technique préconisée pour les essais de macro-indentation.

5.3.3 Nombre d'indentations à effectuer

Pour pouvoir appliquer le modèle, il convient d'effectuer au minimum 5 indentations par charge et au moins 3 charges successives provoquant des fissures interfaciales.

6 PRÉPARATION

6.1 Obtention d'une section de mesure

L'échantillon devra être découpé transversalement de façon à faire apparaître une section telle que l'interface

revêtement - substrat soit visible. La découpe devra être réalisée de façon à ce que l'effort de découpe ne tende pas à séparer le revêtement du substrat. Le revêtement doit être placé face à l'instrument de découpe

La découpe ne devra pas modifier de façon significative l'état des contraintes présentes dans le système. On évitera en particulier tout échauffement.

6.2 Polissage

Le polissage de la surface d'essai doit être réalisé selon les règles de l'art jusqu'à l'obtention d'une surface sans défaut.

La surface polie doit être perpendiculaire au plan d'interface.

6.3 Mesure de l'épaisseur

La mesure de l'épaisseur du revêtement doit être réalisée selon la norme ISO 1463.

6.4 Attaques chimiques

Il est fortement déconseillé d'attaquer chimiquement la zone de mesures pour révéler les structures ; la mesure des fissures serait alors plus difficilement réalisable.

7 CAS LIMITES

Ce paragraphe traite des différents problèmes pouvant intervenir au cours des mesures. Il définit en parallèle les tolérances applicables pour chacun des cas de figures.

7.1 État de surface

Si la surface d'essai présente des rayures dues à un mauvais polissage, il convient que ces rayures ne soient pas parallèles ou à proximité de l'interface pour ne pas favoriser la propagation des fissures.

7.2 Rugosité interfaciale

Si la rugosité interfaciale de l'échantillon est importante ($R_a > 5-6 \mu\text{m}$), la réalisation d'indentation à faible charge peut s'avérer difficile. Il convient alors d'augmenter la charge d'indentation afin de faciliter l'alignement entre la diagonale de l'empreinte et l'interface.

7.3 Épaisseur irrégulière

Si, dans la section d'essai, l'épaisseur apparente du revêtement n'est pas constante, il est indispensable de le préciser dans le rapport d'essai. Si les différences constatées sont importantes (supérieures à 50 % de l'épaisseur moyenne) le protocole actuel ne peut être utilisé.

7.4 Écart empreinte d'indentation - interface

La distance entre le centre de l'indentation et l'interface doit être inférieure au dixième de la longueur de la diagonale de l'empreinte. En cas d'écart angulaire, la moyenne des distances des coins de la trace d'indentation à l'interface de devra pas excéder le dixième de la longueur de la diagonale de l'empreinte.

7.5 Différentes propagations de fissures

7.5.1 Propagation de la fissure hors de l'interface

Il peut arriver que des fissures se propagent dans le revêtement ou le substrat. Si ce cas de figure se présente, l'indentation doit être annulée et réitérée. Si le cas se renouvelle encore une fois, la charge appliquée est trop importante et il convient de la réduire.

Si la propagation de la fissure hors de l'interface représente moins de 5 % de la longueur de la fissure ($2a$), elle doit être prise en compte dans la mesure.

7.5.2 Propagation asymétrique de la fissure

Il peut arriver que la fissure ne se propage pas de façon symétrique de chaque côté de l'empreinte d'indentation. Si la différence entre la longueur des deux demi-fissures est inférieure à la moitié de la plus grande, la mesure peut être prise en compte. Dans le cas contraire, la mesure ne doit pas être retenue.

7.5.3 Fissures discontinues

Il peut arriver que la propagation des fissures ne soit pas visible de façon continue le long de l'interface. Dans ce cas, on doit considérer que la fissure se propage jusqu'à la limite du dernier segment visible. La longueur mesurée ne tiendra pas compte des éventuelles discontinuités.

7.5.4 Présence de fissurations secondaires

Il peut arriver que des fissures secondaires apparaissent dans le revêtement en plus de la fissure interfaciale. Ce phénomène apparaît souvent pour des charges importantes. Dans ce cas, seule la fissure principale à l'interface est mesurée mais il convient de signaler la présence de telles fissures dans le rapport de mesure et si possible d'indiquer la longueur de ces fissures secondaires.

8 CALCULS

Les résultats sont analysés suivant le modèle de détermination de la ténacité apparente d'interface proposé par Chicot, Démarécaux et Lesage.

8.1 Détermination des paramètres physiques

Les valeurs des duretés et des modules d'élasticité longitudinale du revêtement et du substrat doivent être déterminées par indentation selon les normes en vigueur.

8.2 Premiers calculs et moyennes

Pour chaque charge, les moyennes arithmétiques des cinq mesures de longueur de demi-diagonale et de demi-fissures interfaciales doivent être effectuées. Ces moyennes devront être accompagnées de leurs écarts-types respectifs.

8.3 Détermination du point critique d'amorçage de fissure

Le point critique d'amorçage de la fissure à l'interface est déterminé à partir des moyennes déterminées précédemment.

Ces moyennes sont présentées en fonction de la charge (P) dans un graphique à échelle bilogarithmique. Les points devant être alignés, il est possible de réaliser, dans

la base bilogarithmique, deux régressions linéaires par la méthode des moindres carrés correspondant aux relations $d/2 = f(P)$ et $a = f(P)$. Le point d'intersection des deux droites ainsi définies, noté (P_c, a_c), est appelé point critique d'amorçage de la fissure interfaciale.

8.4 Détermination de la ténacité apparente d'interface

La ténacité apparente d'interface (K_{ca}) est calculée en appliquant la formule :

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

où le rapport E/H se calcule avec la relation :

$$\left(\frac{E}{H}\right)_i^{1/2} = \frac{\left(\frac{E}{H}\right)_S^{1/2}}{1 + \left(\frac{H_S}{H_R}\right)^{1/2}} + \frac{\left(\frac{E}{H}\right)_R^{1/2}}{1 + \left(\frac{H_R}{H_S}\right)^{1/2}} \quad (2)$$

9 RAPPORT D'ESSAI

Le rapport d'essai devra mentionner au minimum les informations suivantes :

- les coordonnées du laboratoire,
- le nom du manipulateur,
- les références de l'échantillon,
- les matériaux constituant l'échantillon ainsi que leurs caractéristiques mécaniques (dureté et module d'élasticité longitudinale),
- les différentes charges utilisées avec les mesures de longueur de diagonale et de fissures en regard,
- les coordonnées du point critique d'amorçage de la fissure,
- la valeur du rapport $(E/H)_i^{1/2}$,
- la valeur de la ténacité apparente d'interface.

Des éléments peuvent être ajoutés à ce rapport tels que le graphique (Figure 3), les coefficients des droites obtenus par régression linéaire, des remarques ou les influences extérieures ayant pu perturber les résultats.

10 ANNEXES

10.1 Définition des paramètres mesures

La Figure 1 présente les différents paramètres à mesurer au cours de l'essai décrit dans ce protocole :

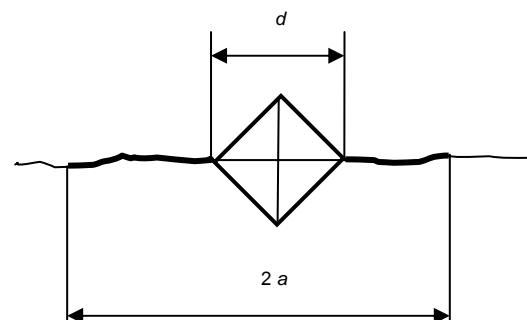


Figure 1 : Dimensions à mesurer

10.2 Espacement entre les indentations

Chaque indentation est discrète et doit être réalisée à un endroit vierge de toute autre indentation. Entre chaque indentation, une distance comprise entre $(3 a)$ et $(4 a)$ doit être respectée (Figure 2).

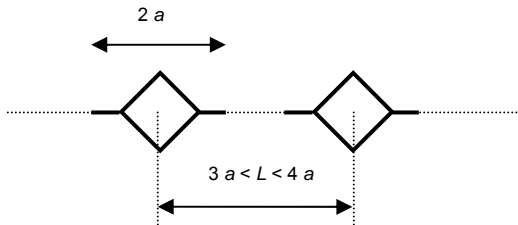


Figure 2 : Espacement entre deux indentations

S'il n'y a pas de fissure à l'interface, $2 a = d$.

10.3 Positionnement de l'empreinte à l'interface

Afin de placer facilement le pénétrateur au niveau de l'interface, il est conseillé de réaliser une indentation dans le substrat à un endroit assez éloigné de l'interface (distance supérieure à $4 d$). En plaçant les règles de mesures sur la diagonale de la trace de l'indentation parallèle à l'interface et en conservant l'emplacement ainsi défini, l'échantillon peut être placé de façon à superposer l'interface à la règle. Le pénétrateur indentera alors l'échantillon au niveau de l'interface.

10.4 Calcul du point critique d'amorçage

Les couples de points $(P ; d/2)$ et $(P ; a)$ sont placés dans un graphique ayant une échelle bilogarithmique (Figure 3). Les coefficients des droites de régression sont calculés

par la méthode des moindres carrés linéaires dans la base logarithmique de façon à obtenir les coefficients m_1 et b_1 des équations suivantes

$$\log\left(\frac{d}{2}\right) = m_1 \times \log(P) + b_1 \quad (3)$$

$$\log(a) = m_2 \times \log(P) + b_2 \quad (4)$$

nécessaires au calculs des coordonnées du point critique :

$$P_c = 10^{\left(\frac{b_2 - b_1}{m_1 - m_2}\right)} \quad (5)$$

et

$$a_c = 10^{\left(m_2 \frac{b_2 - b_1}{m_1 - m_2} + b_2\right)} \quad (6)$$

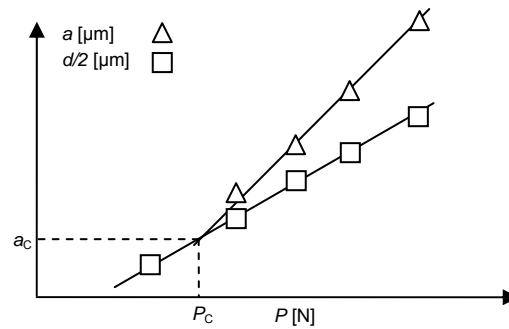


Figure 3 : Graphique des résultats de mesures

**MODÉLISATION DE L'ESSAI D'INDENTATION INTERFACIALE
ET CONFRONTATION AUX ESSAIS NORMALISÉS
POUR LA DÉTERMINATION DE L'ADHÉRENCE DE REVÊTEMENTS
OBTENUS PAR PROJECTION THERMIQUE**

Déterminer l'adhérence de revêtements est un problème complexe à traiter. De nombreuses équipes de part le monde travaillent sur le sujet et de nouveaux essais voient le jour régulièrement. Au Laboratoire de Mécanique de Lille, l'essai d'indentation interfaciale est proposé depuis plusieurs années comme une alternative aux essais les plus pratiqués dans les laboratoires. La formulation analytique mise au point au laboratoire commence à se diffuser largement dans les laboratoires internationaux et les résultats ou traitements relatifs à l'essai d'indentation interfaciale pouvant se prêter à une analyse critique commencent à devenir disponibles. Dans le travail présenté ici plusieurs aspects ont été traités dans l'objectif de mieux comprendre les influences de la rugosité, de l'épaisseur de revêtement et des contraintes résiduelles. Outre la mise au point d'un protocole d'essai et d'analyse rigoureux, le travail a consisté à pousser la modélisation aux éléments finis amorcée dans une thèse précédente du laboratoire. Dans la pratique, il n'est pas possible de faire évoluer indépendamment contraintes résiduelles et épaisseur alors que la modélisation le permet. Ainsi nous montrons ici que, à épaisseur donnée, l'augmentation des contraintes résiduelles de compression dans le revêtement joue un rôle bénéfique pour limiter l'extension de la fissure à l'interface. En dehors de ce résultat important, la prise en compte du frottement indenteur matériaux à l'interface permet de reconstruire de manière satisfaisante la courbe de fissuration. Le calcul de la ténacité interfaciale qui s'y rapporte est en excellent accord avec le calcul analytique mis au point au laboratoire et, par voie de conséquence, en justifie les hypothèses a posteriori. Le degré de confiance à apporter aux contraintes résiduelles calculées à partir de cette méthode se trouve encore renforcé par les tendances tout à fait similaires obtenues par le calcul de la contrainte moyenne réalisé parallèlement à partir de la flèche des échantillons après projection.

Mots clés : Projection thermique, revêtement de surface, adhérence, indentation interfaciale, contraintes résiduelles, méthode des éléments finis, épaisseur, rugosité.

**MODELLING OF THE INTERFACIAL INDENTATION TEST
AND CONFRONTATION TO STANDARDIZED TESTS
TO DETERMINE THE THERMAL SPRAYED COATINGS ADHESION**

To determine the adherence of coatings is a complex problem to treat. Numerous teams in the world are working on the subject and new tests are proposed regularly. At the Laboratory of Mechanics of Lille, the interfacial indentation test has been proposed for several years as an alternative to the tests most in used in the laboratories. The analytical formulation developed in Lille begins to be diffused widely in international laboratories and the results or treatments related to the interfacial indentation test become available for critical analysis. In the work presented here several aspects were treated in the objective to better understand the influences of roughness, thickness of the coating and residual stresses. In addition to the development of a testing protocol and rigorous analysis, work consisted in finite elements modelling was also done. In practice, it is not possible to consider independently residual stress and thickness whereas modelling allows it. Thus we show here that, for a given thickness, the increase in the residual stresses of compression in the coating plays a beneficial role to limit the extension of the crack at the interface. Apart from this important result, accounting a friction coefficient between indenter and the materials at the interface makes possible reconstructing satisfactorily the crack extension curve. The calculation of the interface toughness deduced from the modelling is in excellent agreement with the analytical calculation developed at the laboratory and, consequently, justifies its hypotheses. The degree of confidence in the residual stresses calculated with this method is still reinforced by the similar tendencies obtained by the calculation of the mean stress from the bending of the samples after spraying.

Keywords: Thermal spraying, surface coating, adhesion, interfacial indentation, residual stresses, finite element modelling, thickness, roughness.
