



الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية
République Algérienne Démocratique et populaire
وزارة التعليم العالي والبحث العلمي
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la
Recherche Scientifique
جامعة عمار ثلجي - الأغواط
Université Ammar Thelidji – Laghouat
كلية العلوم التقنية
Faculté de Technologie
قسم الهندسة الميكانيكية
Département de génie mécanique



MEMOIRE
Présente en vue d'obtenir le diplôme de
MAGISTER en Génie Mécanique
Option : science des matériaux

Présenté et soutenu par :

DAKMOUSSI Maamar

THEME

*Etude comparative sur les modèles utilisés pour la
détermination de la ténacité des couches des borures par
indentation Vickers*

Soutenu le : 18 / 01 / 2016 Devant le jury :

Président	SEBAA Mohammed	Professeur	Université de Laghouat
Examineur	RAHMANI Mohammed	Professeur	Université de Laghouat
Examineur	YOUSFI Ahmed	MC (A)	Université de Laghouat
Encadreur	ALLAOUI Omar	Professeur	Université de Laghouat

Dédicaces

Je dédie ce modeste Travail :

A mes très chers parents qui m'ont guidé durant les moments les plus pénibles de ce long chemin, ma mère qui a été à mes côtés et ma soutenu durant toute ma vie, et mon père qui a sacrifié toute sa vie afin de me voir devenir ce que je suis, merci mes parents.

A mes très chers frères et sœurs

A toute ma famille

A mes amis

A tous ceux qui ont contribué à accomplir ce modeste travail.

Maamar

Remerciements

Je tiens tout d'abord à remercier en premier lieu **ALLAH " الله "**, le tout puissant, qui m'a donné la patience, le courage et la volonté pour mener à bien ce mémoire de magister.

Je remercie en second ceux qui sont très importants pour moi, qui ont sacrifiés leur vie pour notre bien, qui m'ont toujours soutenu, qui représentent le support de ma vie et sans lesquels l'aboutissement de ce travail n'aurait pas été possible : mes parents.

Je remercie vivement mon encadreur Monsieur **ALLAOUI Omar**, professeur au département de Mécanique et Directeur du Laboratoire Génie des procédés Université de Laghouat, qui a accepté de diriger mon travail, malgré son emploi du temps chargé, je le remercie pour la confiance qu'il m'a accordée, pour la formation scientifique qu'il m'a permis d'acquérir, et pour ses encouragements, sa patience et sa sincérité.

Je remercie sincèrement Monsieur **SEBAA Mohamed**, professeur à l'Université Amar Telidji de Laghouat de m'avoir fait l'honneur en acceptant de présider le jury de soutenance.

Que Monsieur **RAHMANI Mohammed**, professeur à l'Université Amar Telidji de Laghouat, trouve ici l'expression de ma sincère reconnaissance pour avoir consacré de son temps à juger ce mémoire en tant qu'examinateur.

Je remercie également Monsieur le docteur **YOUSFI Ahmed**, Maître de Conférences à l'Université Amar Telidji de Laghouat pour l'honneur qu'il me fait en acceptant de juger ce travail en tant qu'examinateur.

Je n'oublie pas de remercier tous les enseignants de l'université de Laghouat pour leurs conseils et leurs remarques tout le long de notre préparation de ce modeste travail.

Je tiens à remercier particulièrement tous le membre du service inspection – corrosion de la région de sonatrach Rhourde Nouss à leur tête Monsieur **BELLANI Abdelkrim** et Monsieur **SARI NACER Tarek**.

Enfin, mes remerciements vont aussi à tous mes collègues de ma promotion.

J'espère n'avoir oublié personne, sinon que ceux-là m'en excusent. Une fois de plus un grand merci à tous.

Sommaire

Remerciements

Dédicaces

Résumé

Sommaire	I
Liste des figures	IV
Liste des tableaux	VII
Introduction générale	1

CHAPITRE I

ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE SUR L'IDENTATION DES MATERIAUX

I-1. Définition	5
I-2. Principe de l'essai d'indentation	6
I-3. Les indenteurs et le nombre de dureté correspondant	7
I-3.1. Indenteur bille (Brinell et Rockwell B)	7
I-3.1.1. Indenteur Brinell.....	7
I-3.1.2. Rockwell B.....	8
I-3.2. Indenteur cône (Rockwell C ou A)	9
I-3.3. Indenteurs Pyramides.....	10
I-3.3.1. Indenteur Vickers.....	10
I-3.3.2. Indenteur Knoop.....	12
I-3.3.3. Indenteur Berkovitch.....	13
I-3.4. Synthèse.....	14
I-4. Déformations au voisinage d'une empreinte	15
I-5. Relation charge / taille d'empreinte	17
I-5.1. Domaines de dureté.	17
I-5.2. Modèles décrivant l'effet de taille d'empreinte.....	19
Références bibliographiques du chapitre I	24

CHAPITRE II

L'INDENTATION POUR DETERMINER LA DURETE DES FILMS MINCES

II-1. Introduction.	26
II -2. Présentation du problème.	26
II -3. Les modèles analytiques de dureté composite.	27
II -3.1. Modèles prédictifs.	27
II -3.2. Modèles descriptifs.....	36
II -4. Discussion.	39
Références bibliographiques du chapitre II	40

CHAPITRE III

L'INDENTATION POUR DETERMINER LA TENACITE

III-1. Introduction.	43
III-2. Formes des fissures.	43
III-3. Détermination de la ténacité à partir de la longueur des fissures.	46
III-3.1. Calcul de la ténacité à partir de fissures de type « half penny ».....	47
III-3.2. Calcul de la ténacité à partir de fissures de type Palmquist.....	52
III-3.3. Comparaison des différents modèles analytiques et conclusions.....	54
Références bibliographiques du chapitre III	58

CHAPITRE IV

L'INDENTATION POUR DETERMINER LA TENACITE INTERFACIALE

IV-1. Introduction.	61
IV-2. Principe de l'essai d'indentation interfaciale.	61
IV-2.1. Définition de la charge critique.	61
IV-2.2 Définition de la ténacité apparente d'interface.....	65
IV-3. Méthodologie	67
IV-4. Quelques résultats expérimentaux.	68
Références bibliographiques du chapitre IV	69
IV-4. Quelques résultats expérimentaux.	69

CHAPITRE V

ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE SUR LA BORURATION

V-1. Généralités	71
-------------------------------	----

V-2. Système binaire Fe-B.	71
V-3. Techniques de boruration	73
V-3.1. Boruration en milieu solide	74
V-3.1.1. Boruration avec des pâte.....	74
V-3.1.2. Boruration avec des poudres.....	74
V-3.2. Boruration en milieu liquide.....	75
V-3.3. Boruration en milieu gazeux	75
V-3.4. Les matériaux appliqués	76
V-3.4.1. Les métaux ferreux.	76
V-3.4.2. Les métaux non ferreux.	76
V-3.4.3. Les cermets.	77
V-4. Applications industrielles de la boruration	77
Références bibliographiques du chapitre V	79

CHAPITRE VI

VERIFICATION DES K_{IC} DES COUCHES DE BORURES ELABOREES

VI-1. Introduction	81
VI-2. Présentation de l'ancien travail	81
VI-2-1. Acier utilisé.....	81
VI-2-2. Traitement de boruration	81
A. Boruration des échantillons	81
B. Recuit des échantillons borurés.....	83
VI-2-3. Essais de microdureté	83
VI-2-4. Ténacité des couches borurées.....	85
VI-2-5. Formule utilisée.....	86
VI-2-6. Résultats	86
VI-3. Application de différentes formules	89
VI-4. Discussion	91
Références bibliographiques du chapitre VI	92
Conclusion générale	93

Liste des figures

<i>Figure</i>	<i>Chapitre</i>	<i>Titre de la figure</i>	<i>Page</i>
I.1	I	Courbes charge-déplacement obtenues par Gong sur des nitrures de Silicium.	7
I.2	I	Schéma de l'indentation Brinell. (a) Etape de chargement, (b) Empreinte résiduelle.	8
I.3	I	Schéma de l'indentation Rockwell B.	9
I.4	I	Schéma de l'indentation Rockwell C.	9
I.5	I	Schema de l'indenteur Vickers.	10
I.6	I	Schéma de l'indenteur Knoop.	12
I.7	I	Empreintes Berkovitch pyramidales à base triangulaire.	14
I.8	I	Exemples de déformation d'une empreinte d'indentation Vickers.	15
I.9	I	Exemples de fissures et de déformation d'arêtes au voisinage d'une empreinte d'indentation Vickers.	15
I.10	I	Déformation sous une empreinte d'indentation Vickers	16
I.11	I	Variation du nombre de dureté en fonction de la charge appliquée.	18
I.12	I	Exemple de représentation de Meyer obtenu sur des composites Al ₂ O ₃ -TiC.	20
I.13	I	Représentation de Li et Bradt appliquée à des céramiques ZrO ₂ et Al ₂ O ₃ .	21
I.14	I	Résultats de Gong et al sur différents types de céramiques Si ₃ N ₄ .	22
I.15	I	Représentation du modèle de gradient de plasticité	23
II.1	II	Répartition des poids dans les couches supposées atteintes par la déformation.	28
II.2	II	Evolution du coefficient d'influence a en fonction du rapport δ/t	29
II.3	II	Modification de la répartition des poids dans les couches supposée s'atteintes par la déformation.	29
II.4	II	Evolution du coefficient a modifié en fonction du rapport δ/e	30
II.5	II	(a) Section d'une empreinte Vickers sur matériau revêtu, (b) définition de l'aire AF (en grisé).	31

II.6	II	Représentation géométrique du modèle de Jönsson et Hogmark : (a) cas ductile : déformation plastique du film qui épouse la forme de l'empreinte (constante $C1=2\sin^2 22^\circ$) et (b) cas fragile : rupture du film (constante $C2=2\sin^2 11^\circ$).	32
II.7	II	Schéma du modèle de Chicot et Lesage	33
II.8	II	Représentation schématique des principaux mécanismes de déformation au cours de l'indentation d'un matériau revêtu d'un film au comportement fragile.	37
II.9	II	Variables géométriques utilisées dans le modèle de Puchi-Cabrera.	39
III.1	III	Fissures obtenues par indentation Vickers sur différents matériaux.	43
III.2	III	Fissures sous indentation (a) de type médian ou half-penny crack (type M) et (b) de type Palmquist (Type P).	44
III.3	III	Fissures observées par Lube en utilisant la méthode de décoration.	45
III.4	III	Vues schématiques d'une empreinte Vickers et de la fissure associée montrant une zone neutre située juste sous l'empreinte.	46
III.5	III	Influence de la longueur des fissures sur le mode de fissuration.	50
IV.1	IV	(a) Principe de l'essai d'indentation interfaciale et (b) caractéristiques géométriques déduites de l'essai.	62
IV.2	IV	Exemple de fissures générées par l'essai d'indentation interfaciale : (a) fissure localisée à l'interface, (b) bifurcation de la fissure dans le revêtement et (c) apparition d'une fissure secondaire à l'extrémité de l'empreinte dans le revêtement.	62
IV.3	IV	Représentation schématique $\ln a - \ln P$ en fonction du régime de fissuration.	63
IV.4	IV	Représentation schématique d'une droite de fissuration et de la droite de dureté apparente associée.	64
IV.5	IV	Schématisme géométrique d'une empreinte d'indentation à l'interface.	66
V.1	V	Courbes Diagramme d'équilibre du système binaire Fe-B.	72
VI.1	VI.	Microstructures des couches borurées obtenues après un traitement de 4 heures à 900°C dans les trois bains : Couches biphasées pour les bains Borax-B ₄ C (a) et Borax-Al (b), et couche monophasée pour le bain de Borax-SiC (c).	82

VI.2	VI	Filiation de microdureté pour les différentes zones, sur un échantillon en XC38 boruré dans le bain Borax-B4C pour une durée de 04 heures à 900 °C.	84
VI.3	VI.	Microindentations Vickers des couches borurées sur l'acier XC 38.	85
VI.4	VI.	Directions d'application des indentations Vickers.	87

Liste des tableaux

<i>Tableau</i>	<i>Chapitre</i>	<i>Titre de tableau</i>	<i>Page</i>
I.1	I	Principes et nombres de dureté des principaux essais de dureté par pénétration.	14
III.1	III	Les expressions de la ténacité de type Médian (Half-penny) et de type Palmquist.	57
V.1	V	Composition Solubilité du bore dans le fer à différentes températures.	73
V.2	V	Quelques exemples d'utilisation industrielle des pièces borurées.	78
VI.1	VI	Composition chimique de l'acier (XC38) (en pourcentage massique).	81
VI.2	VI	Microdureté des échantillons borurés (Conditions de boruration : 900°C ou 950°C pendant 4 heures).	83
VI.3	VI	Constantes élastiques des borures de fer.	87
VI.4	VI	Facteur d'intensité des contraintes critiques K_{IC} des couches Fe_2B dans la direction perpendiculaire à la surface des échantillons.	88
VI.5	VI	Facteur d'intensité des contraintes critiques K_{IC} des couches Fe_2B et FeB mesurés dans une direction parallèle à la surface des échantillons	88
VI.6	VI	Facteur intensité des contraintes critiques K_{IC} des couches Fe_2B mesurés par différents modèles dans la direction perpendiculaire à la surface des échantillons.	89
VI.7	VI	Facteur intensité des contraintes critiques K_{IC} des couches FeB et Fe_2B mesurés par différents modèles dans la direction parallèle à la surface des échantillons.	90

Introduction générale

Introduction générale :

La technique d'indentation des matériaux est largement répandue dans la caractérisation des matériaux (dureté Vickers et Rockwell, module d'élasticité, ténacité et résistance à la fissuration,...).

Une bonne partie des essais de dureté reposent sur l'application d'un pénétrateur à la surface du matériau à tester. Le pénétrateur, ou l'indenteur, peut présenter différentes formes géométriques simples (sphère, cône ou pyramide). Lorsque l'indenteur est soumis à une charge donnée, il pénètre dans le matériau, d'autant plus facilement que celui-ci est mou. Lors du retrait de l'indenteur, il laisse sur la surface de ce dernier une empreinte résiduelle de forme similaire à celle de l'indenteur entourée d'une zone déformée plastiquement. Le nombre qui donne le rapport entre la charge appliquée et une aire représentative de l'empreinte est considéré dans certains cas, comme valeur de la dureté à l'endroit testé. Ce nombre, appelé nombre de dureté, est équivalent à une contrainte. Dans ce cas, nous pouvons dire que la dureté caractérise la résistance à l'enfoncement du pénétrateur supposé indéformable.

La dureté calculée sur la base de la surface de l'empreinte ne peut être considérée comme une propriété intrinsèque du matériau, car le nombre de dureté obtenu par indentation dépend de la nature du pénétrateur (bille, cône ou pyramide par exemple), et l'amplitude de la charge appliquée. En effet, suivant la charge appliquée, on observe une évolution appelée effet de taille d'empreinte. La dépendance de la valeur de la dureté avec la charge appliquée a été largement étudiée par Meyer (1908), Bückle (1973), Hays-Kendall (1973), Bull (1989), Li et Bradt (1993) et plus récemment dans une revue bibliographique par Gong (2001).

Toutes ces études cherchent à décrire mathématiquement l'évolution de la charge avec un paramètre géométrique représentatif de la taille de l'empreinte pour donner une signification physique aux coefficients de ces lois qui ne sont pas évidentes. C'est pourquoi, Nix et Gao (1998) ont proposé une approche basée sur la théorie de Taylor (1935) qui explique la déformation plastique à l'aide de la théorie des dislocations. Nix et Gao y associent la théorie du gradient de plasticité qui tient compte des dislocations géométriquement nécessaires pour assurer la continuité de la déformation à l'échelle locale.

Les phénomènes rencontrés pendant l'indentation des matériaux amènent de plus en plus de chercheurs à discuter du sens physique qu'ils attribuent à leurs résultats.

Pour la détermination de la dureté d'un revêtement, deux aspects sont à prendre en compte :

- ❖ Si le revêtement est suffisamment épais, seule la dépendance de la valeur de la dureté fonction de la charge intervient.
- ❖ Lorsque le revêtement est d'épaisseur faible, la valeur de la dureté mesurée peut être le résultat des contributions du revêtement et du substrat.

Pour séparer ces deux contributions, des formulations mathématiques sont proposées dans la littérature. Elles sont basées sur une loi linéaire additive dont les coefficients relatifs aux duretés du substrat et du revêtement sont empiriques (Bückle, 1973) ou mettent en jeu un rapport d'aires (Jönsson et Hogmark, 1984) ou de volumes déformés plastiquement dans le revêtement et dans le substrat sous l'indentateur (Burnett et Rickerby, 1987).

On peut distinguer deux types de modèle :

- ❖ Les modèles descriptifs, dont le paramètre d'ajustement n'a pas de signification physique, et
- ❖ Les modèles prédictifs qui cherchent plutôt à déterminer du mieux la dureté du film.

Lorsque l'indentation est effectuée sur des matériaux fragiles avec des indenteurs pyramidaux, des fissures peuvent apparaître aux extrémités des empreintes dans le prolongement des diagonales. Il est admis depuis de nombreuses années que les fissures peuvent se développer de manière différente. Par exemple, lorsque les fissures sont générées aussi sous l'empreinte, elles sont appelées de type médian et lorsqu'elles sont développées aux extrémités de l'empreinte, elles ont une forme de demi ellipse appelées de type Palmqvist (1957). A partir de la Mécanique Linéaire de la Rupture, de nombreux auteurs ont proposé d'écrire la ténacité en reliant la charge appliquée à une longueur caractéristique représentative de la longueur des fissures. Ponton et Rawlings (1989) ont effectué une revue bibliographique très large sur le sujet. Ces dernières années, des études plus fines sur la forme des fissures ont montré l'existence d'une zone « neutre » située sous l'empreinte dans laquelle aucune fissure ne peut se développer, empêchant ainsi à la fissure de prendre une forme de demi-disque. De

plus, pour un même matériau, on rencontre les deux types de fissures en fonction du niveau de charge appliquée.

L'essai d'indentation interfaciale a été développé pour caractériser l'adhérence entre les revêtements épais et les substrats. Le principe de cet essai est d'appliquer l'indenteur à l'interface substrat/revêtement dans le plan de l'interface. Sous l'action d'une charge donnée, une fissure se développe dans le plan de l'interface. En s'appuyant sur la comparaison des matériaux massifs fragiles, Chicot et Lesage (1996) ont écrit une ténacité apparente d'interface qui prend en compte l'effet des contraintes résiduelles. L'utilisation de l'indenteur Vickers, de par sa forme géométrique symétrique limite les possibilités d'essai en fonction de l'épaisseur du revêtement et de la valeur de la ténacité d'interface.

Selon la littérature, il n'est pas facile de calculer directement la ténacité des matériaux fragiles par l'indentation, en particulier par indentation Vickers, surtout lorsqu'il s'agit d'un revêtement (comme dans le cas des borures FeB et Fe₂B réalisés sur les aciers où l'épaisseur est de l'ordre de quelques microns jusqu'à quelques dizaines de microns) vu l'effet du substrat qui doit être pris en considération.

Plusieurs auteurs ont proposé différentes formules mathématiques dans ce domaine à partir du régime de fissuration qui prend naissance aux sommets de l'empreinte Vickers.

Dans ce travail, nous allons présenter une grande partie des formules mathématiques proposées par les différents auteurs en fonction des conditions de réalisation des essais pour les commenter et discuter (montrer les points forts et les points faibles pour chaque formule) et donner vers la fin un plan de critères qui permet de choisir la formule convenable à chaque situation.

En plus de l'introduction générale et la conclusion, nous avons présenté notre travail dans six différents chapitres :

Chapitre I : consacré à l'étude bibliographique sur l'indentation des matériaux comme moyen de caractérisation mécanique (dureté). Bien sur, les différents paramètres qui affectent ce moyen de caractérisation ont été évoqués.

Chapitre II : réservé à l'utilisation de l'indentation pour déterminer la dureté des films minces réalisés sur différents substrats. Les modèles et les conditions à prendre en considération pour caractériser les revêtements sans l'influence des substrats ont été présentés.

Chapitre III : dans ce chapitre nous allons présenter l'indentation comme technique pour déterminer la ténacité des matériaux fragiles. Bien sur les revêtements réalisés sur les différents substrats font partie de ce chapitre. Vu que la majorité des revêtements réalisés au Laboratoire de Génie des Procédés (LGP) sont des borures de fer, un bon paragraphe sera réservé à ces derniers.

Dans le **Chapitre IV :** nous allons présenter l'application de l'indentation au niveau de l'interface entre les revêtements réalisés et les substrats afin de déterminer la ténacité interfaciale, qui peut être considérée comme une caractéristique d'adhérence entre le revêtement et le substrat.

Chapitre V : puisque le travail expérimental de ce travail concerne des couches de borures réalisées sur un acier au carbone, cette partie sera réservée à l'étude bibliographique sur le traitement de boruration.

Chapitre VI : dans cette partie, nous allons récapituler les principaux résultats des travaux réalisés sur la détermination du facteur d'intensité de contraintes (K_{IC}) des borures de fer FeB et Fe₂B par les différentes formules mathématiques. La comparaison entre les différents résultats, nous permet de critiquer les formules mathématiques en fonction des conditions opératoires.

La conclusion donne une méthodologie à suivre pour choisir la formule mathématique adéquate à appliquer pour déterminer le facteur d'intensité de contraintes (K_{IC}) des borures de fer FeB et Fe₂B en fonction de l'épaisseur de la couche de borure formée et le type de fissures provoquées par l'indentation.

Chapitre I

Etude bibliographique sur l'indentation des matériaux

I-1. Définition :

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

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

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

a) La dureté par rayure : C'est la résistance qu'oppose un matériau à être rayé. Ce type d'essai a donné lieu à la première échelle de dureté proposée par Mohs [3] en 1820.

Dans ce groupe, on peut mentionner :

- Dureté Mohs (minéralogie).
- Dureté à la lime.
- Dureté Martens.
- Dureté Turner.

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

b) Dureté par rebondissement ou Shore : Cette mesure est caractérisée par la capacité du matériau à restituer l'énergie reçue au cours du choc avec une bille tombante. Ces essais sont essentiellement utilisés pour les matériaux polymères.

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

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

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

I-2. Principe de l'essai d'indentation :

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

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

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

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

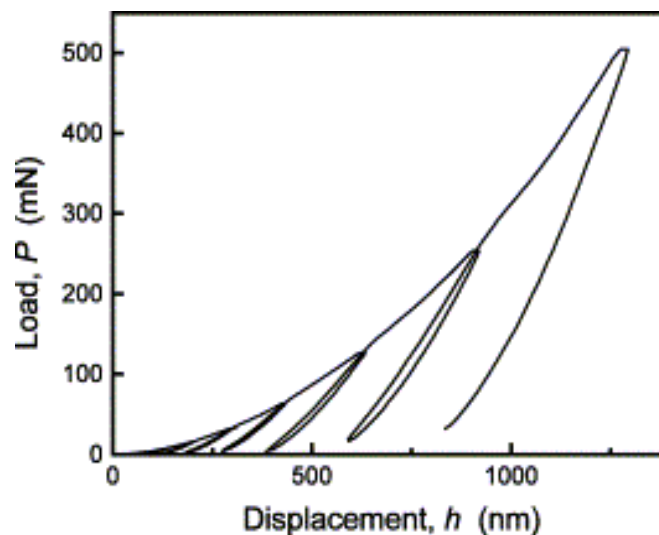


Figure I.1 : Courbes charge-déplacement obtenues par Gong sur des nitrures de Silicium [6].

I-3. Les indenteurs et le nombre de dureté correspondant :

I-3.1. Indenteur bille : (Brinell et Rockwell B) :

I-3.1.1. Indenteur Brinell :

Dans le cas de l'essai Brinell, le pénétrateur est une bille, en acier trempé en carbure de tungstène ou en acier de roulement (100Cr6), de diamètre D . L'essai consiste à imprimer la bille sous l'action d'une charge P à la surface d'un matériau (**Figure I.2**).

La charge est appliquée pendant une durée normalisée de quelques secondes. Après le retrait de l'indenteur, on mesure le diamètre d de l'empreinte à l'aide d'un microscope.

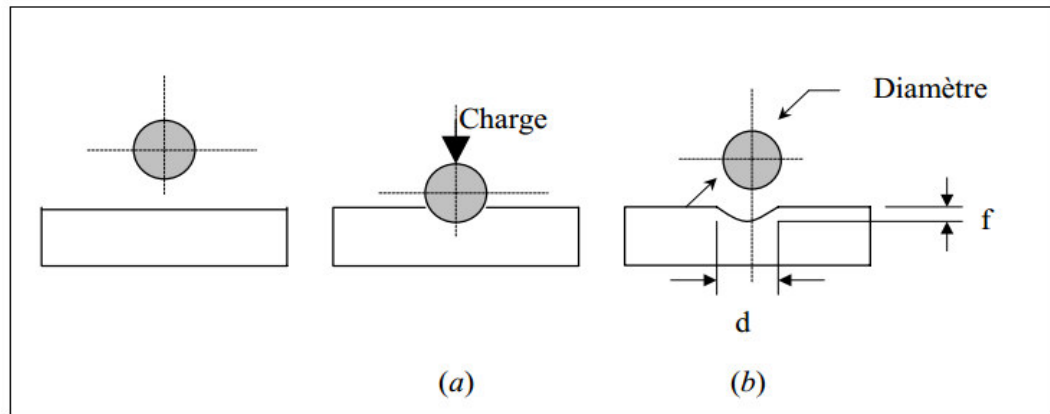


Figure I.2 : Schéma de l'indentation Brinell [7].

- a)- Etape de chargement,
- b)- Empreinte résiduelle.

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

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

$$S = \frac{\pi D}{2} (D - \sqrt{D^2 - d^2}) \quad (I. 2)$$

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

$$B = \frac{P}{S} = \frac{2P}{\pi D(D - \sqrt{D^2 - d^2})} \quad (I. 3)$$

I-3.1.2. Rockwell B :

Dans le cas de l'essai Rockwell B, le pénétrateur est une bille, en acier trempé ayant un diamètre de 1/16 de pouce. La profondeur de l'empreinte résultante est déterminée comme étant la différence entre les positions atteintes en précharge et à pleine charge. (**Figure I.3**). La charge est appliquée pendant une durée normalisée de quelques secondes. Après le retrait de l'indenteur, on mesure le diamètre d de l'empreinte à l'aide

d'un microscope.

Essai Rockwell B

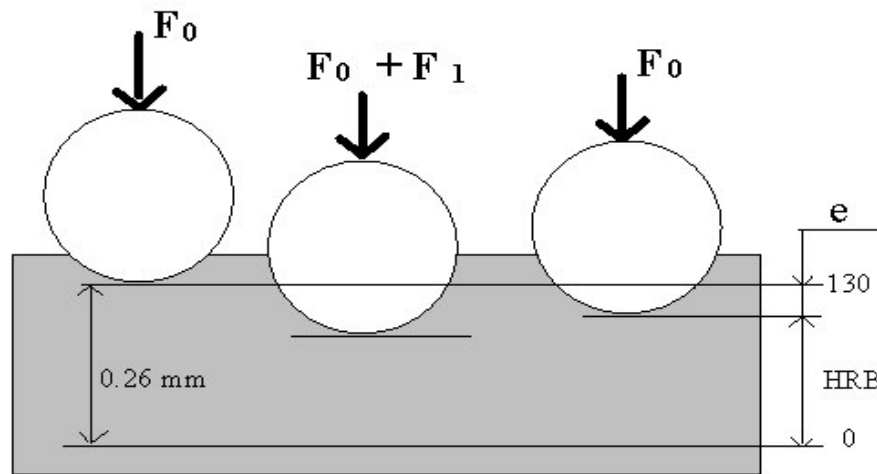


Figure I.3 : Schéma de l'indentation Rockwell B [8].

I-3.2. Indenteur cône : (Essai Rockwell C ou A) :

Le pénétrateur est ici un cône en diamant d'angle 120° au sommet. La profondeur de l'empreinte résultante est déterminée comme étant la différence entre les positions atteintes en précharge et à pleine charge. La **Figure I.4** schématise le principe de cet essai.

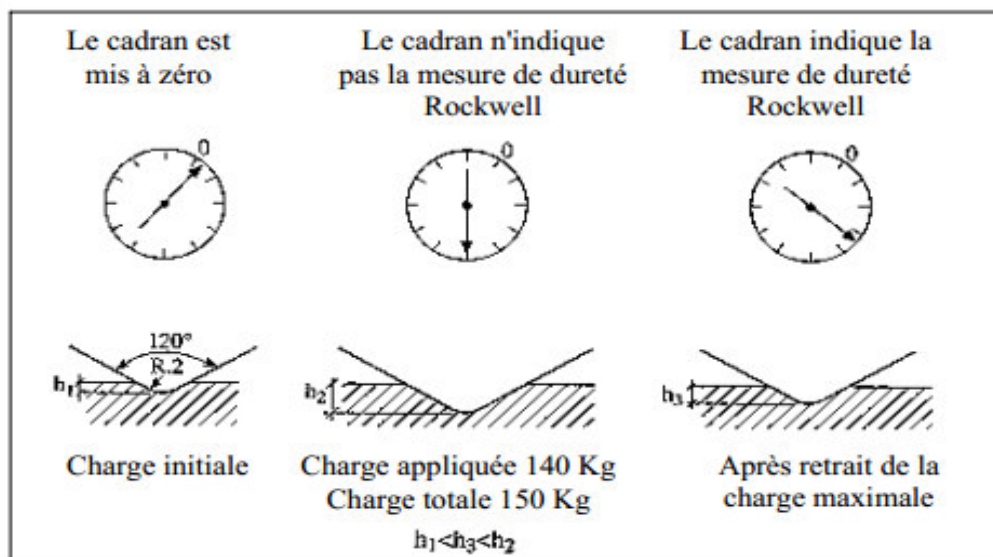


Figure I.4 : Schéma de l'indentation Rockwell C [8].

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

$$HRC = (100 - (h_3 - h_1)) * 500 \quad (I.4)$$

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

I-3.3. Indenteurs Pyramides :

I-3.3.1. Indenteur Vickers :

Dans l'essai Vickers, le pénétrateur est une pyramide en diamant à base carrée. L'angle entre les deux faces triangulaires opposées est de 136° et entre les deux arêtes opposées de 148° (**Figure I.5**).

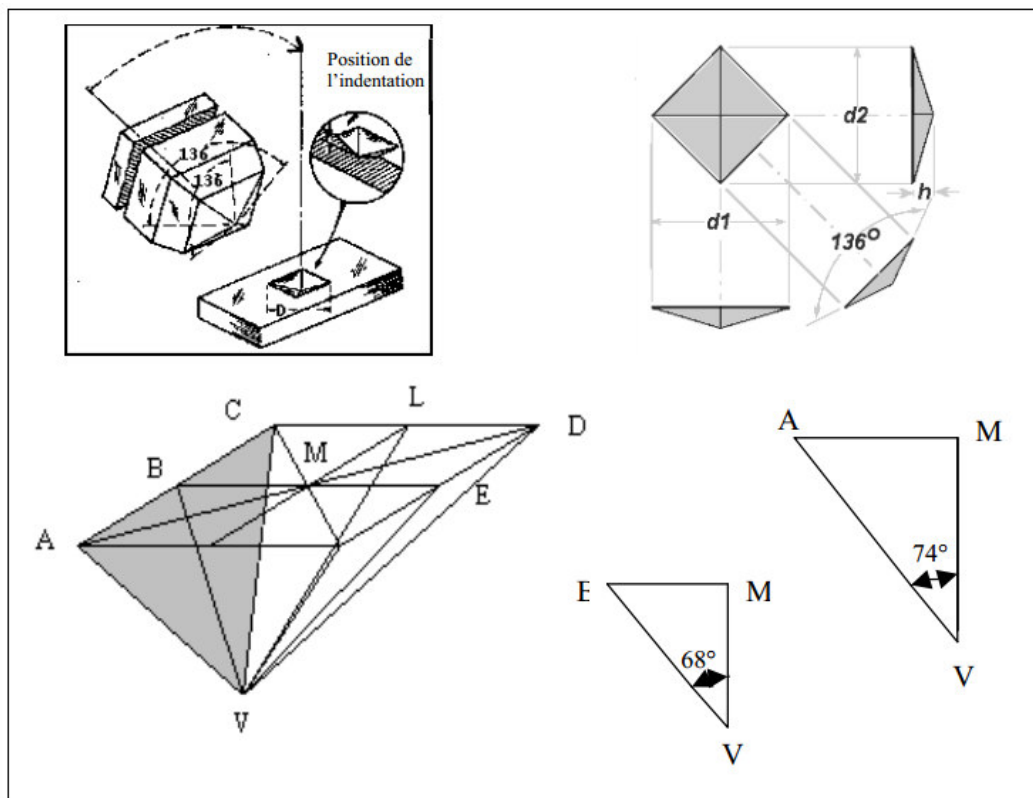


Figure I.5. Schéma de l'indenteur Vickers [7].

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

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

Après la pénétration de l'indenteur à la surface d'un matériau, l'empreinte résiduelle est de forme carrée (**Figure I.5**). Le nombre de dureté est calculé par le rapport de la charge à la surface réelle de contact.

L'aire réelle du contact de la pyramide avec le matériau (S) représente quatre fois l'aire du triangle représenté en grisé sur la **Figure I.5**. Ainsi, S est égal à :

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

$$\begin{cases} \frac{L}{2} = \overline{VB} \cdot \sin 68^\circ \Rightarrow \overline{VB} = \frac{L}{2 \cdot \sin 68^\circ} \\ a^2 + a^2 = d^2 \Rightarrow 2 \cdot a^2 = d^2 \Rightarrow a = \frac{\sqrt{2}}{2} d \end{cases} \Rightarrow \overline{VB} = \frac{\sqrt{2} \cdot d}{4 \cdot \sin 68^\circ} \quad (I.6)$$

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

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

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

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

Où HV est exprimée en kgf/mm^2 si la charge P est donnée en gf et la diagonale de l'empreinte d en μm .

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

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

Un paramètre important que l'on voit souvent dans l'étude de l'indentation Vickers est le rapport entre la diagonale et la profondeur de l'empreinte ou de pénétration h (distance MV sur la **Figure I.5**). D'un point de vue théorique, cette valeur s'obtient de la manière suivante :

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

I-3.3.2. Indenteur Knoop :

L'indenteur Knoop est une pyramide en diamant à base losange. Le plus petit angle entre les deux arêtes opposées est égal à 130° et le plus grand angle entre les deux arêtes opposées est de $172^\circ-30'$ (**Figure I.6**).

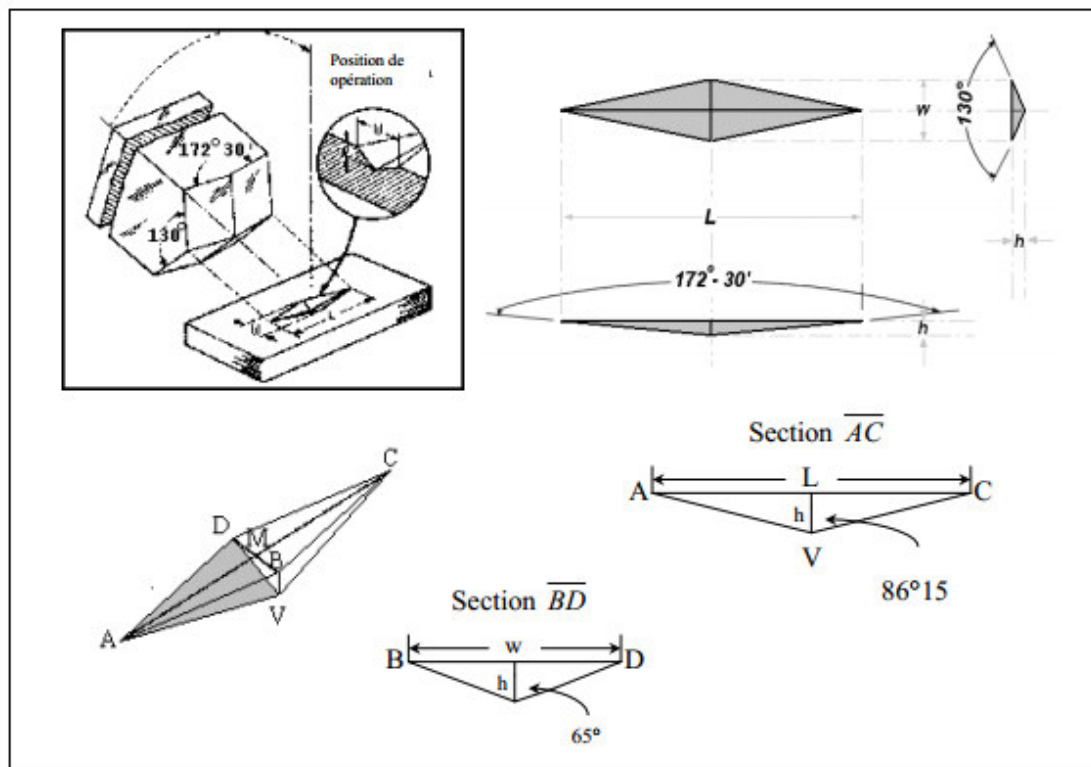


Figure I.6. Schéma de l'indenteur Knoop [9].

L'empreinte laissée après la pénétration est de forme losange allongée (**Figure I.6**). Le nombre de dureté est calculé par le rapport de la charge à la surface projetée du contact.

L'aire projetée du contact de la pyramide avec le matériau (S_P) représente quatre fois l'aire du triangle représenté sur la **Figure I.6**. Ainsi, S_P est égal à :

$$S_P = 4 \cdot \frac{1}{2} \cdot \overline{AM} \cdot \overline{BM} = 2 \cdot \frac{L}{2} \cdot \frac{W}{2} = \frac{L \cdot W}{2} \quad (\text{I. 10})$$

$$\text{Avec } \begin{cases} \frac{L}{2} = h \cdot \tan(86^\circ 15') \Rightarrow h = \frac{L}{2 \cdot \tan(86^\circ 15')} \\ \frac{W}{2} = h \cdot \tan(65^\circ) \Rightarrow h = \frac{L}{2 \cdot \tan(65^\circ)} \end{cases} \Rightarrow W = \frac{\tan(65^\circ)}{\tan(86^\circ 15')} \cdot L \Rightarrow$$

$$[L = 7,11 \cdot w]$$

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

$$[L = 7,11 \cdot w] \quad (\text{I. 11})$$

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

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

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

I-3.3.3. Indenteur Berkovitch :

L'indenteur Berkovitch est une pyramide en diamant à base triangulaire. A titre d'exemple, la **Figure I.7** montre une empreinte Berkovitch et des déformations rémanentes après l'essai.

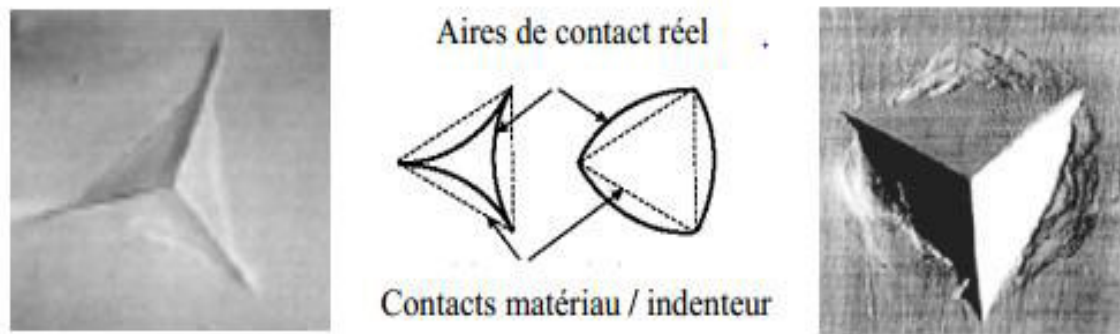


Figure I.7. Empreintes Berkovitch pyramidales à base triangulaire [10].

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

$$H = \frac{P}{(4,95 \cdot d)^2} \tag{I. 13}$$

I-3.4. Synthèse :

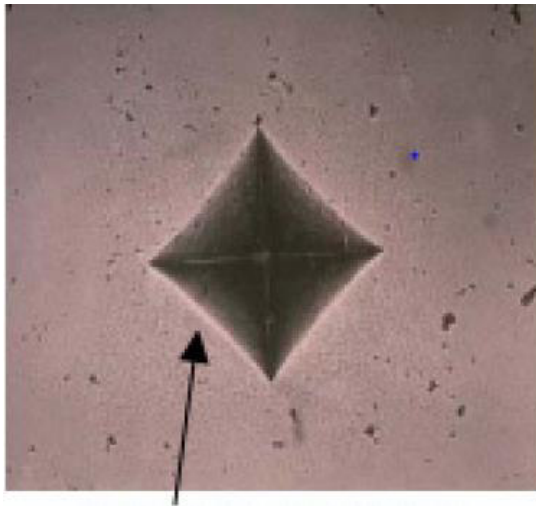
Le **Tableau I.1** regroupe les définitions et les nombres de duretés des principaux essais de dureté par pénétration.

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

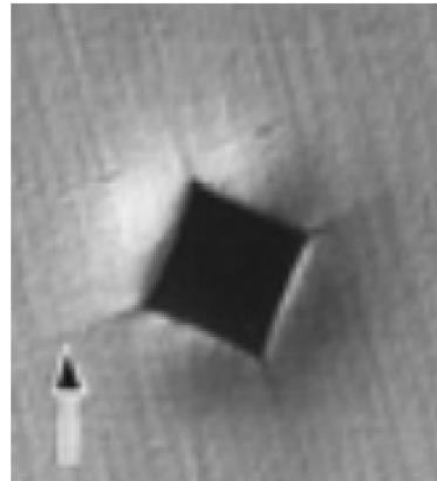
Type d'indenteur	Vickers	Brinell	Knoop	Berkovitch	Rockwell C
Matériau	Diamant	Tungstène	Diamant	Diamant	Diamant
Géométrie de l'indenteur	Pyramide à base carrée d'angle entre faces de 136°	Bille de diamètre D	Pyramide à base losange d'angle 172,30 et 130	Pyramide à base triangulaire d'angle entre faces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

I-4. Déformations au voisinage d'une empreinte :

Lorsque l'indenteur est en contact avec le matériau, celui-ci épouse la forme de l'indenteur. Lors du retrait du pénétrateur, on constate souvent une déformation de l'empreinte due au retour élastique du matériau. Cette déformation peut prendre deux formes, une déflexion des faces de l'empreinte résiduelle (**Figure I.8a**) ou l'émergence d'un bourrelet de déformation dans le plan de l'essai d'indentation (**Figure I.8b**)



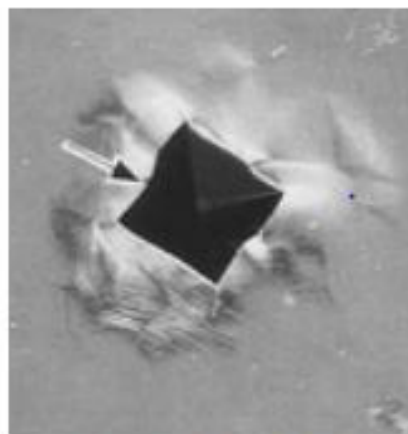
(a) - Déflexion des faces



(b) - Fissures et bourrelets

Figure I.8. Exemples de déformation d'une empreinte d'indentation Vickers [11].

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



Déformation des arêtes

Figure I.9. Exemples de fissures et de déformation d'arêtes au voisinage d'une empreinte d'indentation Vickers [11].

Sous l’empreinte d’indentation et pendant la pénétration de l’indenteur, il se crée des déformations d’abord élastiques pour les faibles charges, puis élasto-plastiques pour les charges plus élevées. Ces zones sont liées à une accumulation de dislocations. Fischer-Cripps [12] a observé ces zones sous une empreinte résiduelle Berkovitch (**Figure I.10a**). Il propose une schématisation de l’arrangement des dislocations sous cette empreinte (**Figure I.10b**)

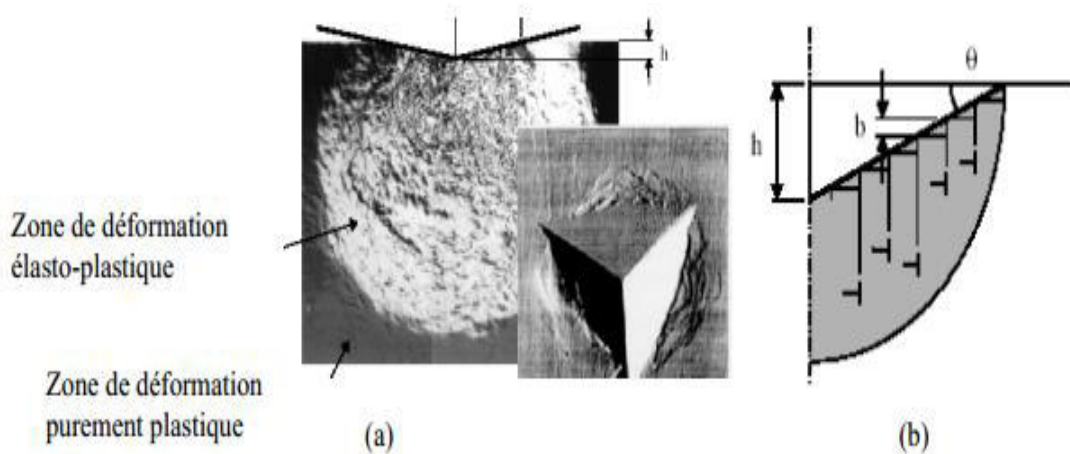


Figure I.10. Déformation sous une empreinte d’indentation Berkovitch. [12].

De nombreux auteurs ont cherché à décrire la forme de la zone déformée plastiquement développée sous l’indenteur. La taille de cette zone plastique peut être estimée par analogie à celle créée par une cavité sphérique de rayon r_o et soumise à une pression p_o . Hill [13] a montré que le rayon de la zone plastique b dépend de la dureté (H), du module d’Young (E) et du coefficient de Poisson (ν) :

$$\frac{H}{E} = \frac{[1 + \ln(\Omega)^3]}{\left[(1 - \nu)(\Omega)^3 - \frac{2}{3}(1 - 2\nu)\right]} \quad \text{Avec } \Omega = \frac{b}{r_o} \quad (\text{I. 14})$$

Lawn et al. [14] montrent que la représentation du rapport (b/r_o) de la taille de la zone Plastique est fonction de (H/E). Cette relation est linéaire en échelle bi-logarithmique

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

I-5. Relation charge / taille d'empreinte :

I-5.1. Domaines de dureté :

En pratique, nous pouvons constater que la dureté mesurée varie en fonction de la charge appliquée. On distingue généralement quatre domaines de mesure de dureté: nanodureté, microdureté, dureté sous charge réduite et macrodureté. Les limites de ces domaines sont déterminées suivant l'allure de la courbe de dureté en fonction de la charge d'indentation. Elles ne sont pas définies de manière très précise. Cependant, on peut en donner un ordre de grandeur, comme on peut le voir sur la **Figure I.11**, qui représente la variation de la dureté en fonction de la gamme de chargement.

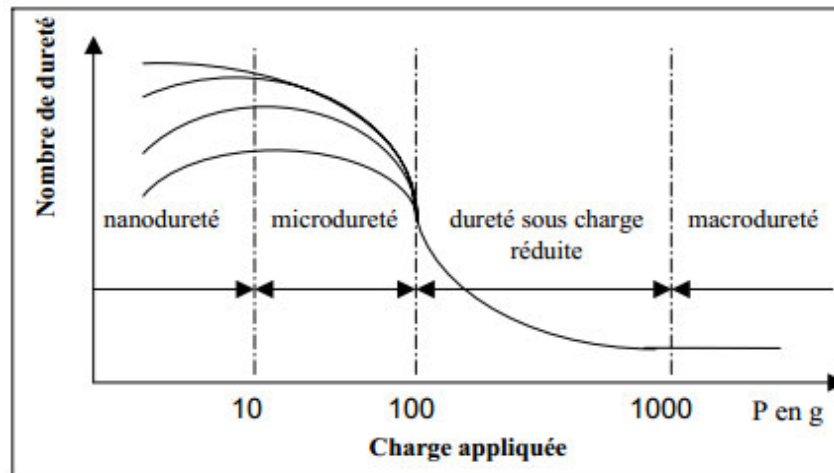


Figure I.11. Variation du nombre de dureté en fonction de la charge appliquée [15].

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

- ❖ La macrodureté pour laquelle le nombre de dureté ne varie pas avec la charge
- ❖ La microdureté sous charge réduite où le nombre de dureté augmente généralement quand la charge diminue.

La nanodureté, correspondant aux plus petites charges d'indentation, est une région où le nombre de dureté peut croître ou décroître selon les cas.

La variation de la dureté, qui correspond le plus souvent à une augmentation de la valeur pour les faibles charges, est un phénomène largement décrit dans la littérature. Ce phénomène est appelé en anglais *Indentation Size Effect (ISE)* ou Effet de Taille d'Empreinte. Du fait de son existence, le seul nombre de dureté ne suffit pas pour caractériser un matériau. Le problème se pose surtout lorsqu'on veut comparer des valeurs de dureté entre elles. Il est recommandé alors d'indiquer la charge avec laquelle la dureté est mesurée ou mieux, d'exprimer la variation de la dureté avec la charge appliquée.

La variation de la taille d'empreinte est très difficile à prévoir ou à prendre en compte pour des faibles charges. Différents mécanismes ont été avancés pour l'expliquer. Ceux-ci comprennent le durcissement par écrouissage [16], la récupération élastique après l'indentation [17], la charge requise pour amorcer la déformation plastique [18], l'énergie nécessaire pour déplacer une dislocation [19], les erreurs statistiques de la

mesure [20], le frottement entre le matériau et les faces de l'indenteur[21], et la théorie du gradient de plasticité [22]. Une grande partie des hypothèses concernant la variation de la dureté en fonction de la charge peut être trouvée dans les articles récents de Gong et al. [23-25].

I-5.2. Modèles décrivant l'effet de taille d'empreinte (variation de dureté avec la charge) :

Différents modèles existent pour représenter la variation de la dureté avec la charge. Ces modèles consistent à exprimer la charge P en fonction d'un paramètre de taille lié à l'empreinte de manière à obtenir une expression de la dureté uniquement en fonction de ce paramètre. Dans la suite, les modèles sont appliqués dans le cas de la dureté Vickers, mais le phénomène existe avec les autres types d'indenteur. Généralement, la variation de la charge P avec la diagonale d de l'empreinte Vickers est représentée soit par une loi puissance, soit par un développement polynomial de d comme l'a proposé Bückle [26].

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

Avec :

- ❖ P = charge appliquée en Kg.
- ❖ d = diagonale de l'empreinte en mm.
- ❖ A_i = des coefficients de lissage

Augmenter le nombre de paramètres, permet bien sûr d'obtenir de meilleures corrélations, mais la signification physique des paramètres est bien souvent inversement proportionnelle à leur nombre. C'est pourquoi, Mitshe [27], Frölich[28] et Vingsbo [29] se sont limités à un polynôme de degré 3 :

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

Meyer [30], a proposé, dès le début du siècle, d'exprimer la variation du diamètre de l'empreinte (pour l'essai Brinell) en fonction de la charge à l'aide d'une relation empirique, appelée généralement *loi de Meyer*, dans laquelle :

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

Avec : n , une constante liée au matériau, n , relié à l'écroutissage, est appelé indice de Meyer. A est une constante.

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

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

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

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

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

La **Figure I.12** montre un exemple d'application de la loi de Meyer sur des composites $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiC}$.

Dans la loi polynomiale, Hays et Kerdall [18] introduisent une constante W qui représente le minimum de résistance du matériau à la pénétration :

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

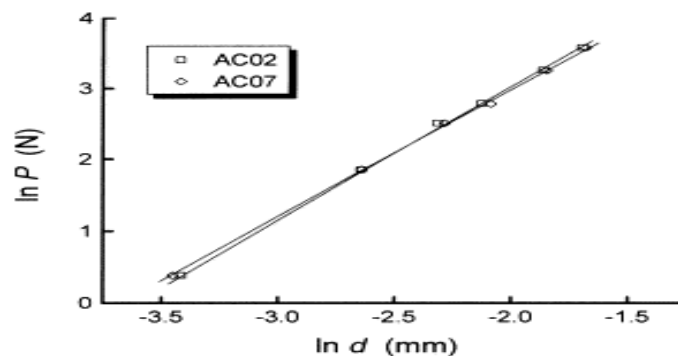


Figure I.12. Exemple de représentation de Meyer obtenu sur des composites $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiC}$ [30].

Récemment, Li et Bradt [31], en analysant leurs données expérimentales ont trouvé que la valeur de W résultante est trop élevée pour avoir une signification physique réaliste.

Ils ont alors suggéré que W ne soit pas constant, mais que ce paramètre devait être directement proportionnel à la taille de l'indentation. Ils proposent ainsi la relation.

$$P = A_1 d + A_2 d^2 \quad (I. 25)$$

La **Figure I.13** montre que la relation (I.25) s'applique parfaitement dans le cas de céramiques Si_3N_4 [23].

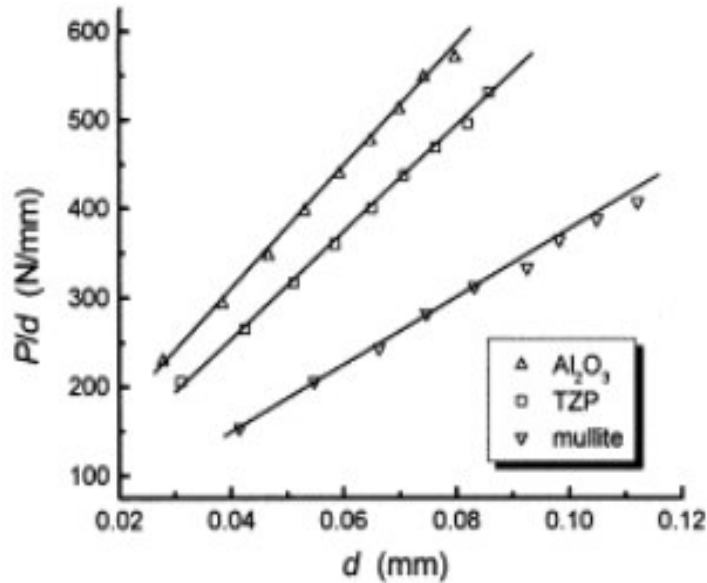


Figure I.13. Représentation de Li et Bradt appliquée à des céramiques ZrO_2 et Al_2O_3 [23]

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

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

Où H_0 est appelée dureté absolue. Sa valeur correspond à la dureté que l'on obtiendrait pour une charge appliquée infinie. La pente B représente la variation de la dureté avec la charge appliquée. Cette représentation a aussi été proposée par Thomas [32].

Gong et Guan [25] en appliquant le modèle proposé par Li et Bradt [31] sur plusieurs céramiques ont observé une déviation par rapport à la linéarité (**Figure I.14**).

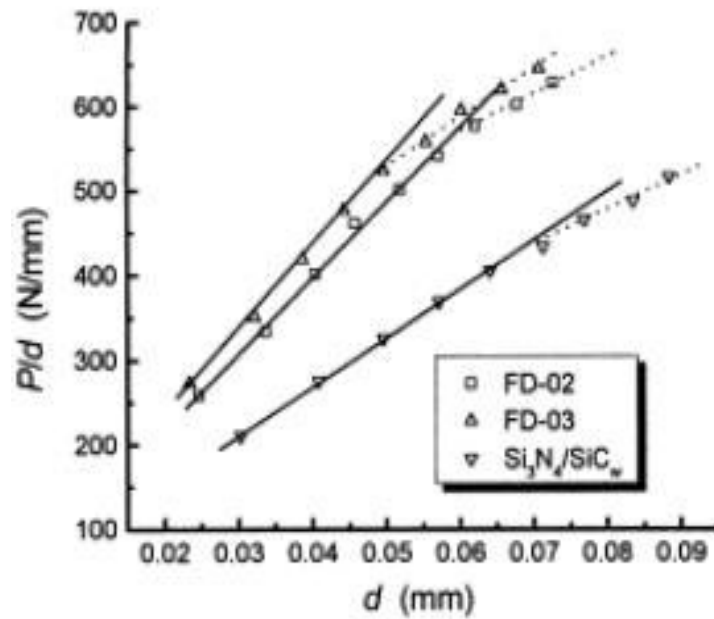


Figure I.14. Résultats de Gong et al sur différents types de céramiques Si₃N₄ [25].

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

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

A_0 est équivalent à une charge « critique » dont le sens physique n'est pas clairement précisé. Mais il pourrait s'agir de la charge pour laquelle la diagonale de l'empreinte serait nulle, le retour élastique du matériau conduisant à la disparition de l'empreinte après le retrait de l'indenteur appliqué avec la charge A_0 .

Récemment, Gao et al. [33] ont proposé une nouvelle théorie à partir des travaux de Taylor en 1935 qui a proposé le concept de dislocations pour expliquer la déformation plastique. Sur cette base, Gao introduit un concept de dislocations géométriquement nécessaires pour assurer la compatibilité locale des déformations. Cette théorie, appelée « Gradient de plasticité » conduit les auteurs à proposer une relation de la forme :

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

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

Un exemple d'application (**Figure I.15**) est proposé par Qiu [34] sur la base des travaux expérimentaux de Mc Elhaney [35].

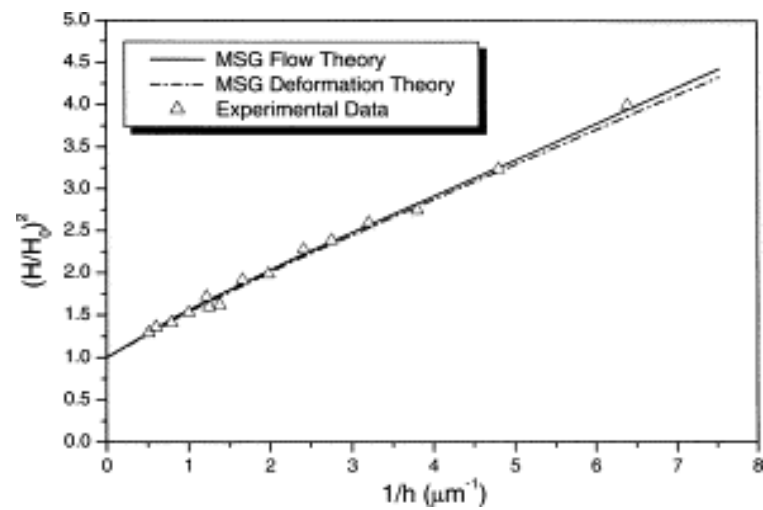


Figure I.15. Représentation du modèle de gradient de plasticité [34].

Références bibliographiques du chapitre I :

- [1] F. Petik, "Problems of hardness measurement", *Measurement*, 1, Issue 1 (1983) 24.
- [2] J. Malzbender, "Comment on hardness definitions", *Journal of the European Ceramic Society*, 23, Issue 9 (2003) 1355.
- [3] F. Mosh, English translation by Haidinger, W., 1825, *Treatise on Mineralogie*, 1824.
- [4] M. T. Laugier, "An energy approach to the adhesion of coating using the scratch test", *Thin Solid Films*, 117 (1984) 243.
- [5] A. J. Perry, "Scratch adhesion testing of hard coating", *Thin Solid Films*, 107 (1983) 167.
- [6] J. Gong, H. Miao, Z. Peng and L. Qi, "Effect of peak load on the determination of hardness and Young's modulus of hot-pressed Si₃N₄ by nanoindentation", *Materials Science and Engineering A*, 354, Issues 1-2 (2003) 140.
- [7] *Handbook, Mechanical Testing and Evolution*, Volume 8, 2000.
- [8] S. R. Low, "Rockwell Hardness Measurement of Metallic Materials", *Natl. Inst. Stand. Technol. Washington* (2001).
- [9] F. Knoop, C. Peters, W. Emerson, *J. Res. Nat. Bur. Stand.* 23 (1939) 39.
- [10] M. R. VanLandingham, *J. Res. Natl. Inst. Stand. Technol.*, 108 (2003) 249.
- [11] Oliver W.C, Pharr G. M, *Journal of materials research* 7 (6) : 1564-1583 Jun 1992.
- [12] A. C. Fischer-Cripps, "Introduction to Contact Mechanics", Springer Verlag, Berlin, 2000, 243. ISBN 0-387-98914-5.
- [13] R. Hill R. "The mathematical theory of plasticity", O. Clarendon Press, 1950.
- [14] B.R. Lawn, A. G. Evans, D.B. Marshall, "Elastic/plastic indentation damage in ceramics : t hemedian/radial crack system " *Journal of American Ceracimc Society* 63, Issues 9-10 (1994) 574.
- [15] H. Bückle *la machine outil française*, 206, 125-147, 1965.
- [16] D.R. Tate, "A comparison of micro-hardness indentation test". *Transactions of ASM* 35 (1945) 374.
- [17] H. O'Neill H., "The hardness metal and its measurement", Sherwood, Cleveland, OH, 1934.

-
- [18] C. Hays, E. G. Kendall, *Metallurgy* 6 (1973) 275.
- [19] Gane N., Cox J. M., "The micro-hardness of metals at very low loads". *Philosophical Magazine* 22 (1970) 881.
- [20] Yost F. G., "On the definition of hardness". *Metallurgical Transactions A*, Vol. 14A (1983) 947.
- [21] Li H., Ghosh A., Han Y. H., Bradt R. C., "The frictional component of the indentation size effect in low load micro-hardness testing". *Journal of Materials Research* 8 (1993) 1028.
- [22] W. D. Nix, H. Gao, "Indentation size effect in crystalline materials: a law for strain gradient plasticity". *Journal of the Materials and Physics of Solids*, 46 (1998) 411.
- [23] J. Gong, J. Wang, Z. Guan, "A comparison between Knoop and Vickers hardness of silicon nitride ceramics", *Materials Letters* 56 (2002) 941.
- [24] J. Gong, "Comment on 'Measurement of hardness on traditional ceramics'", *Journal of the European Ceramic Society*, 23, Issue 10 (2003) 1769.
- [25] J. Gong, Z. Guan, "Load dependence of low-load Knoop hardness in ceramics : a modified PSR model", *Materials Letters*, 47, Issue 3 (2001) 140.
- [26] H. Bückle, *Mikrohärteprüfung*. , Berliner Union Verlag, Stuttgart (1965).
- [27] R. Mitshe, E. M. Onitsh, *Micro. Acta*, 36-37 (1971) 841.
- [28] F. Fröhlich, P. Grau, W. Grellmann, "Performance and analysis of recording microhardness test". *Phys. Stat Solid. A* 42 (1977).
- [29] O. Vingsbo, S. Hogmark, B. Jönsson, "Indentation hardness of surface-coated materials". *ASTM Spec. Pub.* (1986) 889.
- [30] E. Meyer, *Z. ver. deut. Ing.*, Vol. 52 (1908) 645.
- [31] H. Li, R. C. Bradt, "The microhardness indentation load/size effect in rutile and cassiterite single crystals", *Journal of Material Science* 28 (1993) 917.
- [32] A. Thomas, "Micro-hardness measurement as a quality control technique for thin hardness coating". *Surface Engineering*, 3 (1987) 117.
- [33] H. Gao, Y. Huang, W. D. Nix, J. W. Hutchinson, "Mechanism-based strain gradient plasticity—I. Theory", *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 47, Issue 6

(1999) 1239.

- [34] X. Qiu, Y. Huang, Y. Wei, H. Gao, K. C. Hwang, “The flow theory of mechanism-based strain gradient plasticity”, *Mechanics of Materials*, 35, Issues 3-6 (2003) 245.
- [35] K.W. McElhaney, J. J. Vlassak, W. D. Nix, “Determination of indenter tip geometry and indentation contact area for depth-sensing indentation experiments”. *Journal of Material Research* 13 (1998) 1300.

Chapitre II

L'indentation pour déterminer la dureté des films minces

II-1. Introduction :

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

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

II -2. Présentation du problème :

Dans le cas des films minces, l'épaisseur est généralement de l'ordre du micron jusqu'à une dizaine de microns. La détermination de la dureté de ces films par microdureté n'est généralement pas possible directement. En effet, dans cette gamme de charges d'indentation,

Le substrat subit une partie de la déformation plastique engendrée par l'indentation [1-6]. Par conséquent, la valeur de la dureté H_C qui est calculée à partir de l'empreinte mesurée, est le résultat des contributions conjointes du substrat et du film. Pour séparer ces contributions, les modèles mathématiques disponibles dans la bibliographie supposent une loi linéaire additive (ou loi des mélanges) pour exprimer la dureté

mesurée (ou composite) H_C , en fonction des duretés du film H_F et du substrat H_S , Cette loi est de la forme :

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

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

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

Où a est appelé le coefficient d'influence.

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

II -3. Les modèles analytiques de dureté composite :

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

II -3.1. Modèles prédictifs :

Les modèles prédictifs cherchent plutôt à comprendre et caractériser le mode de déformation des matériaux sous l'indenteur. Ces modèles sont basés sur l'idée que la dureté composite est déterminée par la moyenne du chargement du film et du substrat par rapport aux déformations relatives considérées soient en surface, soient en volume.

A- Le modèle de Bückle [7-9] cherche à rendre compte, de manière semi-empirique, des contributions respectives du substrat et du film à la dureté mesurée. Pendant l'essai d'indentation, une zone déformée plastiquement est générée sous l'empreinte.

Pour Bückle, cette zone peut être divisée arbitrairement en douze couches parallèles à la surface et d'égale épaisseur à la profondeur de pénétration de l'indenteur. Ainsi, la valeur mesurée de la dureté résulte de l'addition des contributions relatives de chacune des couches, suivant le produit de leur dureté propre H_i et d'un coefficient de pondération P_i fonction de leur distance à la surface :

$$H = \frac{\sum_{i=1}^n H_i \cdot P_i}{\sum_{i=1}^n P_i} \text{ avec } \sum_{i=1}^{12} P_i = 100 \quad (\text{II. 3})$$

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

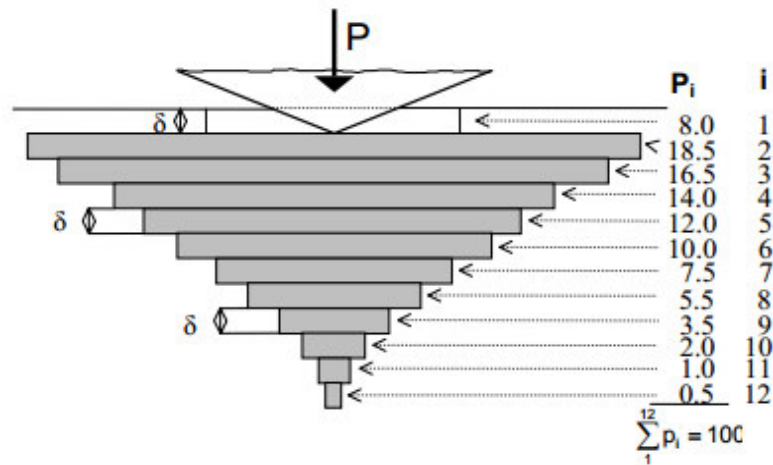


Figure II.1 Répartition des poids dans les couches supposées atteintes par la déformation [7]

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

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

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

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

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

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

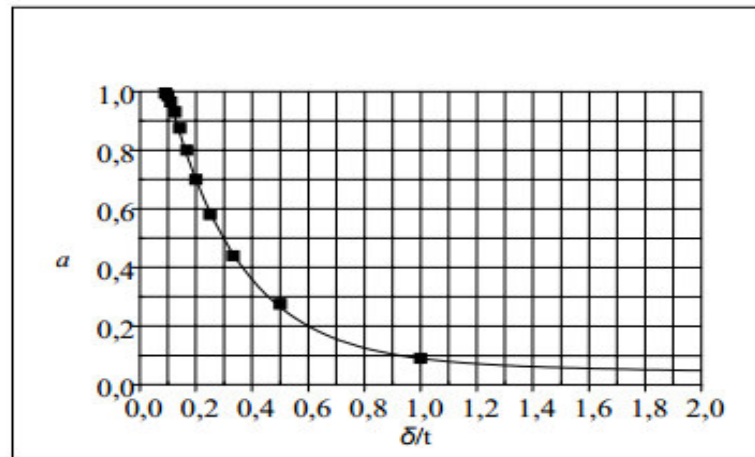


Figure II.2. Evolution du coefficient d'influence a en fonction du rapport δ/t [7]

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

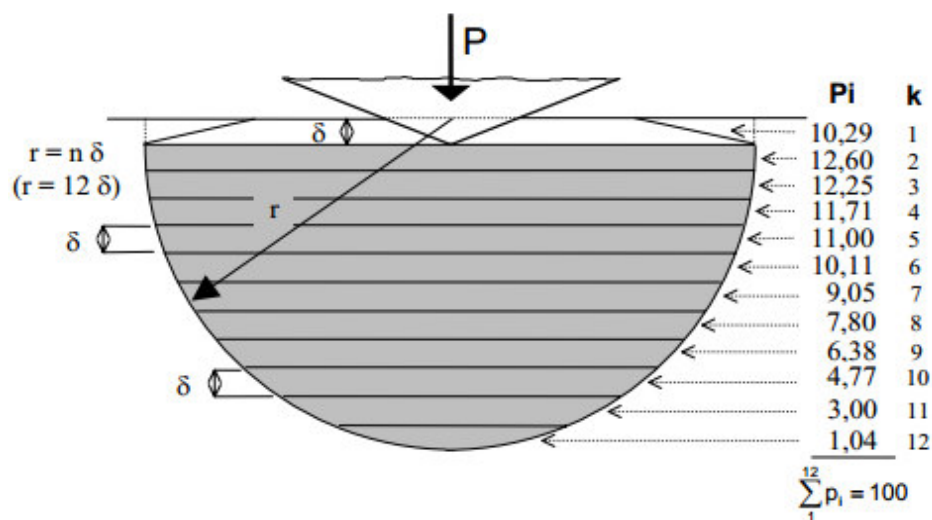


Figure II.3. Modification de la répartition des poids dans les couches supposées atteintes par la déformation [27]

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

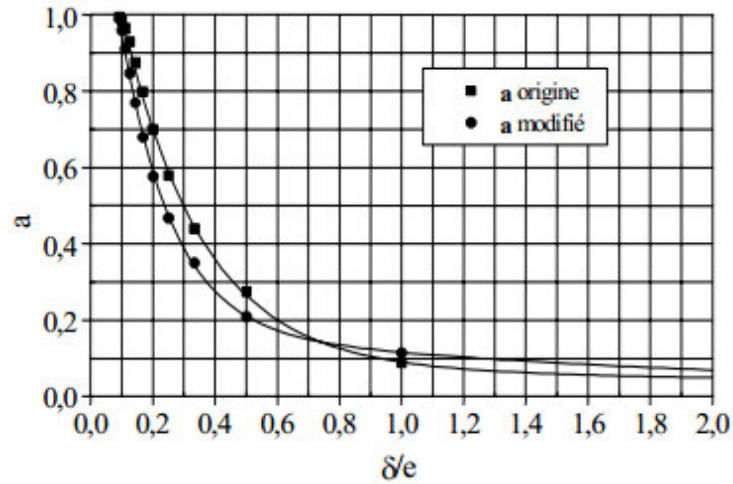


Figure II.4. Evolution du coefficient a modifié en fonction du rapport δ/e [27]

B- Le modèle de Jönsson et Hogmark [10, 11] est basé sur une loi des mélanges des aires supposées affectées par l'indentation dans le film et le substrat. Pour ces auteurs, le coefficient d'influence a est représenté par le rapport des aires déduites de l'empreinte d'indentation. On obtient alors la relation :

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

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

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

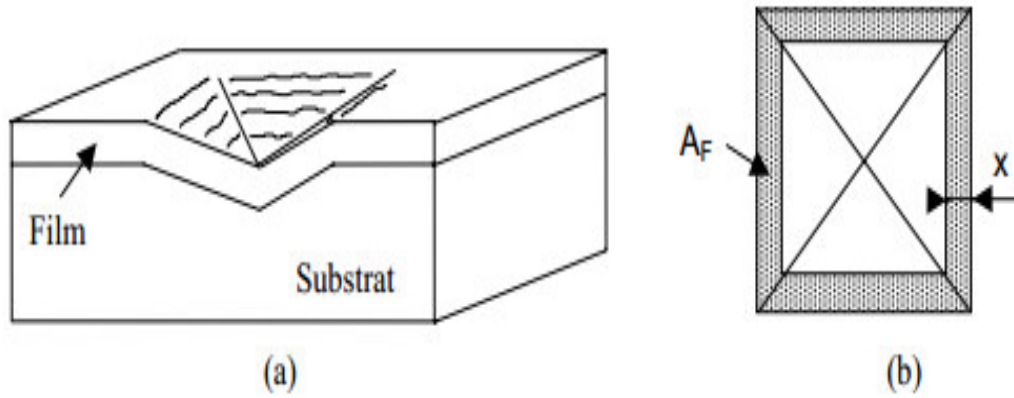


Figure II.5. (a) Section d'une empreinte Vickers sur matériau revêtu, (b) définition de l'aire A_F (en grisé).

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

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

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

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

Dans ces conditions, le paramètre x s'écrit :

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

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

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

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

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

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

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

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

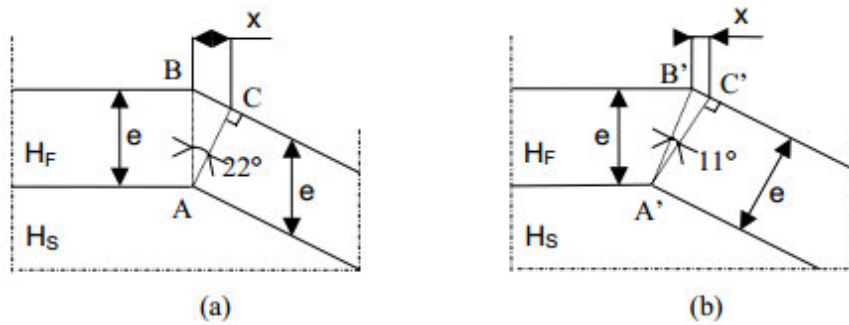


Figure II.6. Représentation géométrique du modèle de Jönsson et Hogmark : (a) cas ductile : déformation plastique du film qui épouse la forme de l'empreinte (constante $C_1=2\sin^2 22^\circ$) et (b) cas fragile : rupture du film (constante $C_2=2\sin^2 11^\circ$). [10, 11]

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

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

Il est souvent supposé que la région déformée est de forme hémisphérique avec un rayon r_i .

Selon la taille et la géométrie de l'indentation et les propriétés du matériau. La relation a été proposée par Lawn [28] :

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

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

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

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

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

Où E_S et E_F sont les modules d'Young respectivement du substrat et du film, H'_S et H'_F sont les duretés, respectivement du substrat et du film, calculées pour une diagonale d'indentation de 10 μm , n est un coefficient généralement voisin de 1.

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

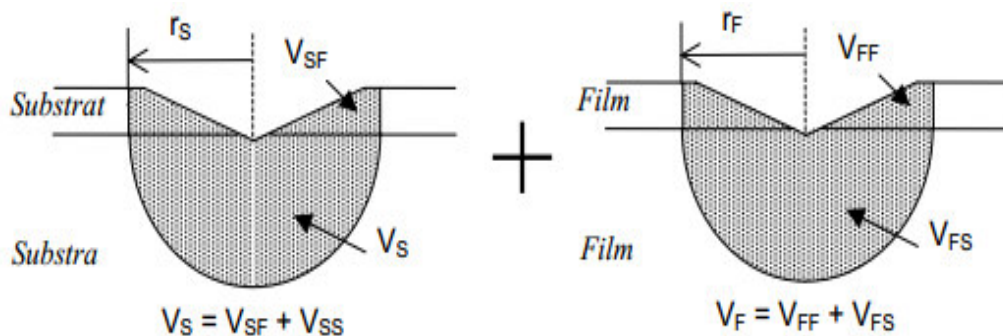


Figure II.7. Schéma du modèle de Chicot et Lesage [19]

Dans ces conditions, la dureté composite a pour expression :

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

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

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

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

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

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

Le coefficient d'influence a s'écrit alors :

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

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

Le paramètre a de la dureté composite devient alors :

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

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

$$a = \frac{1}{2} \cdot \left(3 \cdot (\tan \xi)^{1/3} \cdot \frac{t}{d} \left[\left(\frac{H_F}{E_F} \right)^{1/2} + \left(\frac{H_S}{E_S} \right)^{1/2} \right] - 2 \cdot (\tan \xi) \cdot \left(\frac{t}{d} \right)^3 \cdot \left[\left(\frac{H_F}{E_F} \right)^{3/2} + \left(\frac{H_S}{E_S} \right)^{3/2} \right] \right) \quad (\text{II. 19})$$

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

$$a3 = \left(\frac{t}{d} \right) \left(\frac{H_F}{E_F} \right)^{1/2} \tan^{1/3} \xi \quad (\text{II. 20})$$

Qui prend alors une forme très proche de celle proposée par Chicot [19] dans la relation IV.18.

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

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

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

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

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

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

En fait, λ et β sont des paramètres d'ajustement. L'expression complète pour le coefficient d'influence a devient :

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

Ce modèle, de part la présence des paramètres d'ajustement, est plutôt descriptif et devrait être classé dans le groupe suivant. Nous l'avons présenté ici car il est basé sur les volumes déformés plastiquement comme les modèles précédés avant. Comme nous l'avons déjà précisé, différentes géométries de volumes déformés plastiquement sous l'indenteur ont été utilisées dans le développement des différents modèles. La plupart de ces volumes font intervenir le module d'élasticité qui n'est pas toujours disponible dans la bibliographie ni même accessible expérimentalement. C'est pourquoi, certains auteurs se tournent vers les modèles descriptifs en donnant aux paramètres d'ajustement soit un sens physique soit une valeur caractéristique du couple substrat/film étudié.

II -3.2. Modèles descriptifs :

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

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

L'énergie totale nécessaire pour produire une indentation de profondeur δ est donnée par :

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

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

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

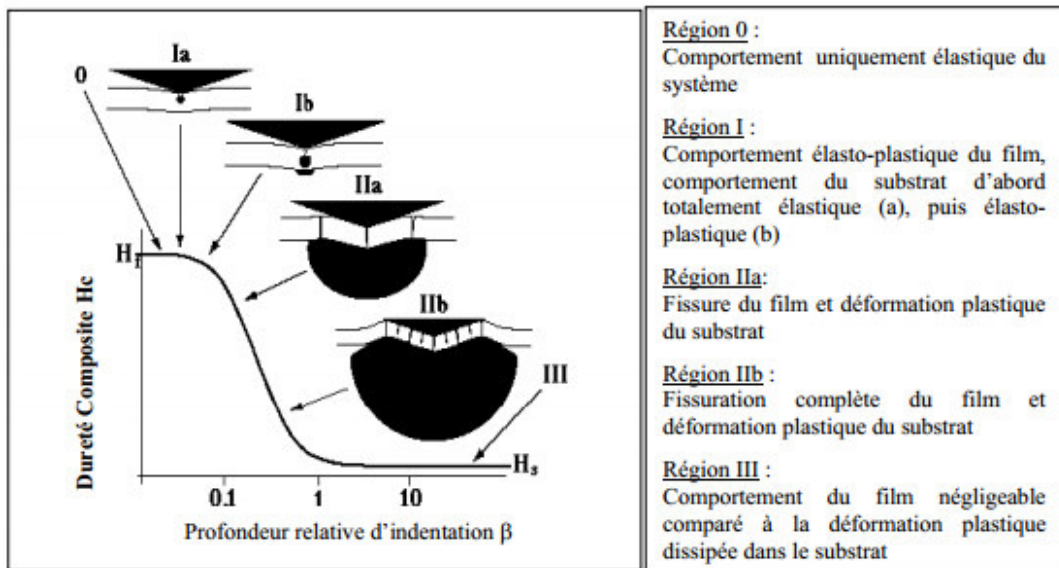


Figure II.8. Représentation schématique des principaux mécanismes de déformation au cours de l'indentation d'un matériau revêtu d'un film au comportement fragile [21]

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

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

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

$$W_F = \lambda_1 G_C t \delta \quad (II. 27)$$

Où G_C est un paramètre de ténacité du film, λ_1 est un paramètre de fissuration et t l'épaisseur du film.

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

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

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

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

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

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

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

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

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

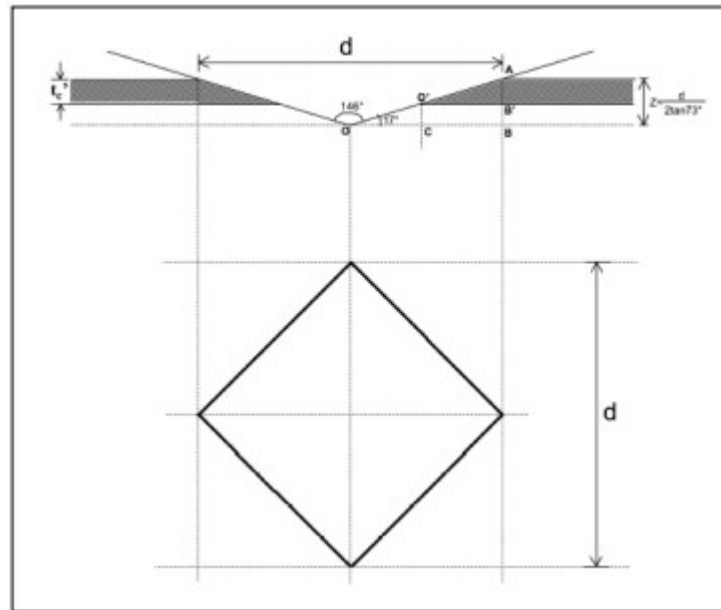


Figure II.9. Variables géométriques utilisées dans le modèle de Puchi-Cabrera [22]

II -4. Discussion :

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

Références bibliographiques du chapitre II :

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

-
- [14] P. J. Burnett, D. S. Rickerby, *Surface Engineering* 3 (1987) 69.
- [15] S. J. Bull, D.S. Rickerby, "New developments in the modeling of the hardness and scratch adhesion of thin films", *Surface Coating and Technology* 42 (1990) 149.
- [16] P. J. Burnett, T.F. Page, *Journal of Material Science* 19 (1984) 845.
- [17] D. S. Rickerby, P. J. Burnett, "Correlation of process and system parameters with structure and properties of physically vapour- deposited hard coatings", *Thin Solid Films*, 157, Issue 2, (1988) 195.
- [18] P.M. Sargent, Ph D Thesis, University of Cambridge, 1979.
- [19] D. Chicot, J. Lesage, "Absolute hardness of films and coating", *Thin Solid Films*, 254 (1995) 123.
- [20] H. Ichimura, F. M.Rodriguez, A. Rodrigo, "The composite and film hardness of TiN coating prepared by cathodic arc evaporation", *Surface Coating and Technology* 127 (2000) 138.
- [21] A. M. Korsunsky, M.R. McGurk, S.J. Bull, T.F. Page, "On the hardness of coated systems". *Surface coating Technology*, 99 (1998) 171.
- [22] E. S. Puchi-Cabrera, "A new model for the computation of the composite hardness of coated systems", *Surface coating Technology*, 160 (2002) 177.
- [23] J.V. Fernandes, A.C. Trindade, L. F. Menezes, A. Calvaleiro, "A model for coated surface hardness", *Surface Coating and Technology* 131 (2000) 457.
- [24] I. J. Ford, "A cavity model of the indentation hardness of a coated substrate", *Thin Solid Films*, 245 (1994) 122.
- [25] D. Lebouvier, P. Gilormini, E. Felder, "A kinematic solution for plane-strain indentation of a bi-layer". *Journal of Physic D Applied Physic*, 18 (1985) 119.
- [26] D. Lebouvier, P. Gilormini, E. Felder, "Akinematic model for plastic indentation of a bilayer", *Thin Solid Films* 172, Issue 2, (1989) 227.
- [27] J. Lesage, D. Chicot, Y. Benarioua, P. Araujo, P. Démarécaux, "Vers une optimisation des modèles de dureté de films minces". *Revue de Métallurgie CIT, Science et Génie des Matériaux*, 9 (1999) 1121.
- [28] B. R. Lawn, A. G. Evans, D. B. Marshall, *Journal of American Ceramic Society*, 63 (1980) 198.

-
- [29] B. D. Fabes, W.C. Oliver, R. A. McKee, F. J. Walker, "The determination of film hardness from the composite response of film and substrate to nanometer scale indentations". *Journal of Material Research*, 7, issue 11, (1992) 3056.
- [30] N. G. Chechenin, J. Botigger, J.P. Krog, "Nanoindentation of amorphous aluminum oxide films I. The influence of the substrate on the plastic properties", *Thin Solid Films*, 304 (1997) 219.

Chapitre III

L'indentation pour déterminer la ténacité

III-1. Introduction :

Pour déterminer la résistance à la fissuration des matériaux fragiles, l'indentation Vickers est une des méthodes les plus utilisées si on se rapporte au nombre de travaux qui portent sur cette technique. Comparée aux techniques plus conventionnelles comme la flexion de poutre indentée (ISB) [1], la poutre entaillée en chevron (CNB) [2,3], la poutre double cantilever (DCB) [4] et la poutre entaillée d'un seul côté (SENB) [5, 6], la technique d'indentation présente plusieurs avantages. En effet, la méthode par indentation Vickers nécessite seulement une surface plane polie et un équipement d'indentation. Le principe de cette méthode est d'appliquer l'indenteur sous une charge donnée et de mesurer la longueur de fissures correspondantes générées aux extrémités de l'empreinte. Le calcul de la ténacité prenant en compte les deux paramètres, charge et longueur de fissure, va dépendre de la forme de la fissure.

III-2. Formes des fissures :

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

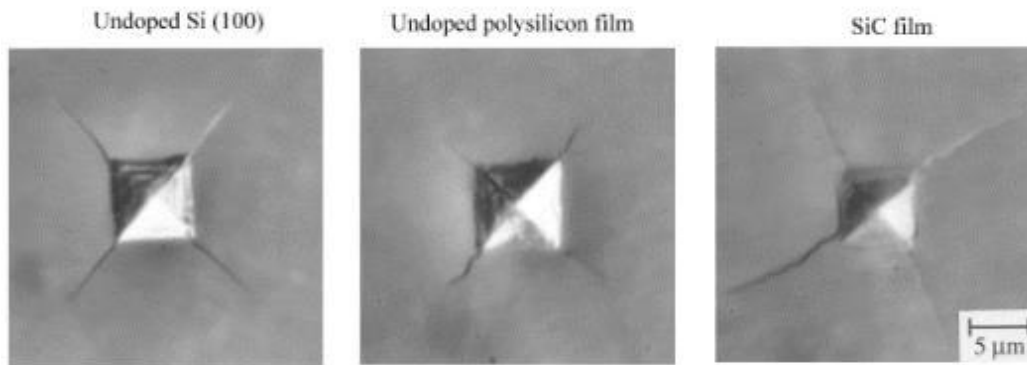


Figure III.1. Fissures obtenues par indentation Vickers sur différents matériaux [7].

Cependant, sous la surface, la fissure peut prendre différentes formes. Lorsque la fissure est seulement développée aux extrémités de l'empreinte, elle est appelée de type Palmquist [8]. Dans la suite, on emploiera souvent le terme « type P » pour désigner cette forme de fissure. Lorsque l'indentation génère une fissure en demi-disque sous l'empreinte, on lui donne le nom de « Half Penny Crack » (fissure en demi-penny). On dit aussi qu'elle est de type médian que l'on désignera par « type M » dans la suite. La

Figure III.2 schématise très bien les deux formes des fissures rencontrées.

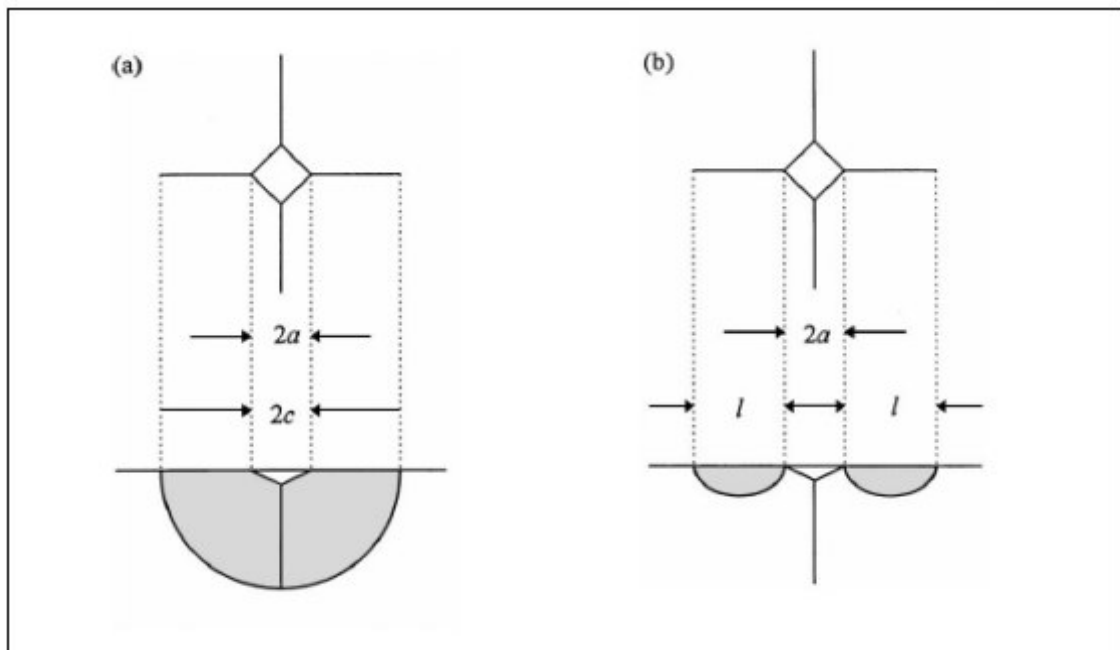


Figure III.2. Fissures sous indentation (a) de type médian ou half-penny crack (type M) et (b) de type Palmquist (Type P).

Pour déterminer le type de fissure, la première idée est d'effectuer un polissage de la surface indentée. Si les fissures restent en contact avec les extrémités des empreintes, alors la fissure est de type M. Dans le cas contraire, les fissures n'apparaissent donc pas en dessous de l'empreinte, la fissure est de type P. Long temps, on a suivi expérimentalement cette démarche mais des études récentes ont montré que le chemin de la fissure pouvait suivre d'autres voies. En effet, Lube [9] a étudié les profils des fissures par indentation en utilisant une méthode basée sur la décoration à l'acétate de plomb de la fissure obtenue par indentation Vickers de nitrures de silicium (**Figure III.3**). La **Figure III.3** correspond à trois indentations effectuées sous des charges différentes. Même la révélation par décoration peut être partielle, Lube [9] conclut qu'une partie des fissures observées répond à la définition donnée par Cook et Pharr [10] en accord aussi avec la fissuration de type Palmquist.

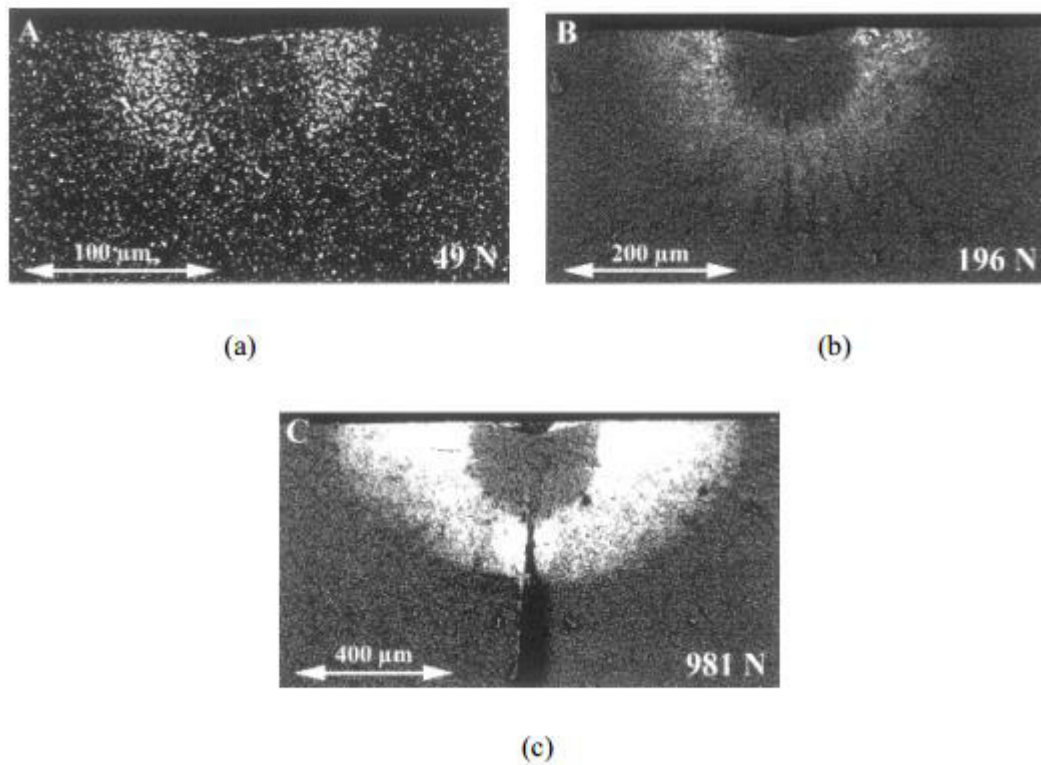


Figure III.3. Fissures observées par Lube en utilisant la méthode de décoration [9].

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

Ainsi, Lube suggère que le même matériau peut suivre les deux types de fissuration sous indentation. Ce comportement étant dépendant du niveau de charge appliquée. Ce résultat est en accord avec de nombreuses observations expérimentales. Par exemple, Matsumoto [11] a observé une fissuration de type P à des faibles valeurs de charge alors que les fissures de type M apparaissent pour les charges plus élevées. Il a aussi indiqué une valeur limite de charge comprise entre 500 et 600N. D’un autre côté, Glandus et al. [12] ont trouvé une valeur limite de 625N pour la charge lors que la ténacité du matériau est de l’ordre de $8 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$. Des études systématiques réalisées par Cook et al. [13] et

Kaliszewski [14], ont confirmé que des fissures de Palmqvist sont formées aux faibles charges d'indentation et que leur morphologie se change en fissure de type M au-delà d'une valeur limite qui dépend du matériau. Ainsi, pour expliciter cette transition, Lube [9] propose l'existence d'une zone centrale qu'il schématise sur la **Figure III.4**.

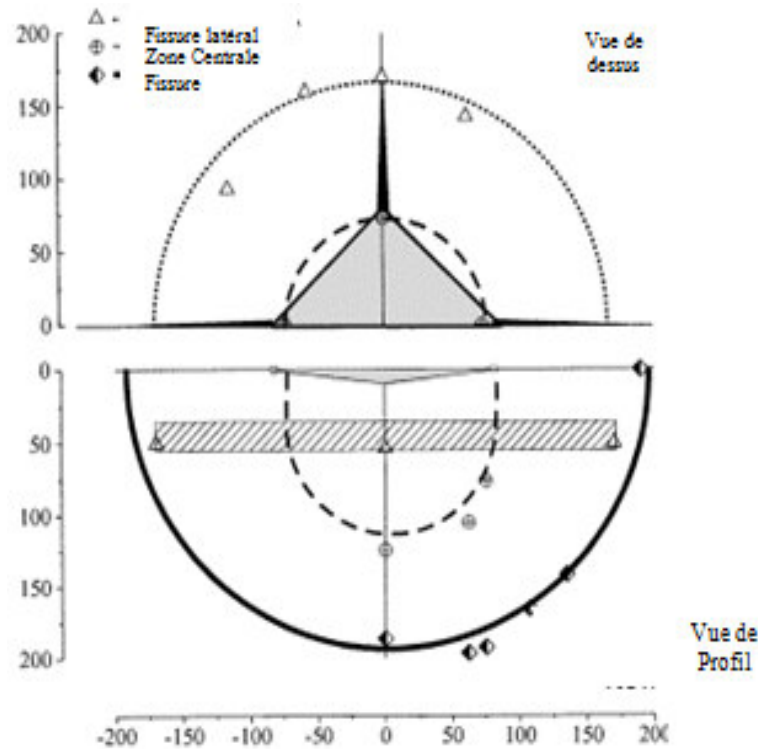


Figure III.4. Vues schématiques d'une empreinte Vickers et de la fissure associée montrant une zone neutre située juste sous l'empreinte [9].

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

III-3. Détermination de la ténacité à partir de la longueur des fissures :

Plusieurs auteurs ont proposé différentes relations pour exprimer la ténacité (K_{IC}) en fonction du type de fissure. Lorsque la fissure est de type Palmqvist (type P), les expressions de la ténacité relient la charge appliquée (P) à la demi-diagonale de l'empreinte (a) et la longueur de la fissure mesurée à partir de l'extrémité de l'empreinte (l). Quand la fissure est de type Median (type M), les relations montrent une dépendance de la charge appliquée (P) avec une longueur de fissure mesurée à partir du centre de l'empreinte (c). Certaines de ces relations font aussi intervenir les propriétés élasto-plastiques du matériau, c'est à dire le module d'élasticité (E) et la dureté (H)

III-3.1. Calcul de la ténacité à partir de fissures de type « half penny » :

Lawn et Swain [20] proposent une première équation applicable à un indenteur de type Vickers à partir de la théorie de la mécanique linéaire de la rupture dans un matériau isotrope :

$$K_c = \left(\frac{1-2\nu}{2\pi^2} \right) \left(\frac{H.P}{D} \right)^{\frac{1}{2}} \quad (\text{III. 1})$$

Où P est la charge appliquée par l'indenteur, D est la profondeur maximale des fissures, ν le coefficient de Poisson du matériau, et H est la pression d'indentation exercée par l'indenteur Vickers ; à noter que H est donnée par $P/2a^2$ (a diagonale d'une empreinte Vickers en μm) et que D est directement mesurable dans des matériaux transparents (verres). Plus tard, les travaux de Lawn et Fuller [17] sur des verres de silice concluent que la profondeur des fissures est identique à la longueur en surface des fissures, c ; et Marion [21] remarque également que substituer à D la valeur de c dans l'équation précédente est acceptable pour les matériaux opaques. Les auteurs comparent l'angle de l'indenteur avec l'angle calculé à partir de la ténacité des verres et de la profondeur de la fissure, ou de sa longueur, et l'approximation $D \approx c$ est correcte. En utilisant la définition de la dureté Vickers et $\nu = 0,3$, la ténacité devient alors :

$$K_c = 0.0156 \frac{P}{D\sqrt{c}} \quad (\text{III. 2})$$

Lawn et Fuller [17] remarquent que les fissures médianes se transforment en des fissures de type « Half-Penny » semi circulaires lors du déchargement ; ceci est dû principalement aux contraintes résiduelles générées par des différences de déformation importantes entre la zone d'indentation déformée plastiquement et la matrice élastique qui l'entoure. La formulation de la ténacité est alors modifiée pour un indenteur de type conique et devient :

$$K_c = \left(\frac{1}{\pi^{\frac{3}{2}} \tan\theta} \right) \left(\frac{P}{D^2} \right) \quad (\text{III. 3})$$

Où $\Phi = \theta \pm \arctan(\mu)$ avec θ le demi angle au sommet du cône indenteur et μ le coefficient de frottement entre ce même indenteur et le matériau étudié. Ils généralisent néanmoins la formule dans le cas où on considère un indenteur Vickers :

$$K_c = 0.0515 \frac{P}{D^{\frac{3}{2}}} \quad (\text{III. 4})$$

En considérant que $\mu = 0$ et l'angle θ a une valeur de 74° , même si l'indenteur Vickers n'est pas un indenteur conique. A nouveau, pour les matériaux opaques [21], on peut remplacer D par c dans l'expression de la ténacité.

Evans et Wilshaw [22] qui utilisent le champ des contraintes induites par l'indenteur pour déterminer la ténacité du matériau montrent que la longueur en surface des fissures c peut être reliée à la longueur a (valeur de la moitié de la diagonale de l'empreinte indentée) par :

$$\frac{K_c}{\sigma_y a^{\frac{1}{2}}} = F_1 \left(\frac{c}{a} \right) F_2 \left(\frac{r_p}{a} \right) F_3(\vartheta) F_4(\mu) \quad (\text{III. 5})$$

Avec σ_y le champ de contraintes uni axial, r_p le rayon de la zone plastique indentée, et F_1, F_2, F_3, F_4 des fonctions déterminées de façon empirique. Evans et Wilshaw ont ainsi obtenu une équation valide pour $0,6 \leq c/a < 4,5$ qui s'écrit :

$$K_c = 0.1704 \left(\text{HV} \cdot a^{\frac{1}{2}} \right) \log \left(4.5 \frac{a}{c} \right) = 0.079 \left(\frac{P}{a^{\frac{3}{2}}} \right) \log \left(4.5 \frac{a}{c} \right) \quad (\text{III. 6})$$

La validité des relations trouvées par Evans et Wilshaw a été vérifiée par Evans et Charles [23] qui vont même plus loin en proposant une analyse par la mécanique de la rupture dimensionnelle qui conduit au résultat suivant :

$$K_c = 0.1777 \text{ HV} \frac{a^2}{c^2} = 0.0824 \frac{P}{c^2} \quad (\text{III. 7})$$

Evans [24] par une approche du champ des contraintes élasto-plastique a montré que l'on pouvait aussi bien suivre une analyse globale des contraintes corrélée à la mécanique linéaire de la rupture ou une procédure d'analyse dimensionnelle pour obtenir l'équation de la ténacité suivante :

$$K_c = HV \cdot a^{\frac{1}{2}} \left(\frac{E}{HV} \right)^{\frac{2}{5}} \cdot 10^F = 0.6305 E^{0.4} P^{0.6} \cdot 10^F a^{-0.7} \quad (\text{III. 8})$$

$$\text{Ou } F = -1.59 - 0.34B - 2.02B^2 + 11.23B^3 + 24.97B^4 + 16.35B^5 \quad \text{Avec } B = \log\left(\frac{c}{a}\right)$$

Blendell [25] effectue la même démarche en s'alignant sur les valeurs d'Evans et Charles [23] pour obtenir :

$$K_c = 0.0303 \left(HV \cdot a^{\frac{1}{2}} \right) \left(\frac{E}{HV} \right)^{\frac{2}{5}} \log\left(8.4 \frac{a}{c} \right) \quad (\text{III. 9})$$

Lawn, Evans and Marshall [26] reprennent le calcul des contraintes engendrées par un indenteur Vickers, définissant ensuite la ténacité sous le forme :

$$K_c = 0.0139 \left(\frac{E}{HV} \right)^{\frac{1}{2}} \left(\frac{P}{\frac{3}{c^2}} \right) \quad (\text{III. 10})$$

Antsis, Chantijul, Lawn et Marshall [27] reprennent cette équation sous la forme :

$$K_c = \Omega_r \left(\frac{E}{HV} \right)^{\frac{1}{2}} \left(\frac{P}{\frac{3}{c^2}} \right) \quad (\text{III. 11})$$

Où Ω_r est une constante indépendante du matériau.

Sur de nombreux matériaux étudiés et en reprenant des valeurs de la littérature, ces auteurs ont tracé la courbe donnant $P/c^{3/2}$ en fonction de P et ont remarqué que $P/c^{3/2}$ était indépendant de la charge P pour tous les matériaux étudiés. En substituant K_{Ic} à K_c et en reportant les valeurs de HV , E et $P/c^{3/2}$ de chaque matériau dans l'équation suivante :

$$\Omega_r = \frac{K_c}{\left(\frac{E}{HV} \right)^{\frac{1}{2}} \left(\frac{P}{\frac{3}{c^2}} \right)} \quad (\text{III. 12})$$

Une valeur constante $\Omega_r = 0,016 \pm 0,004$ a été obtenue.

Ainsi la ténacité selon Antsis et al. [27] s'écrit :

$$K_c = 0.016 \left(\frac{E}{HV} \right)^{\frac{1}{2}} \left(\frac{P}{c^{\frac{3}{2}}} \right) \quad \text{(III. 13)}$$

Niihara, Morena et Hasselman [28] constatent que la relation $P/c^{3/2} = \text{constante}$ (basée sur l'hypothèse d'une fissure de type half penny parfaite) n'est pas valable quel que soit le rapport c/a du fait de la transition entre des fissures de type « Palmquist » (pour des rapports $c/a \approx 3$) et des fissures de type « Half penny » (pour des rapports $c/a \gg 3$) avec la variation de la charge.

Les auteurs ont ainsi repris les travaux d'Evans et Wilshaw [22], Evans et Charles [23] et Dawhil et Altemeyer [19] et représentent les points expérimentaux sur un graphe $\log \{ [K_c \Phi / (HV a^{1/2})] (HV/E\Phi)^{2/5} \}$ en fonction de $\log(c/a)$ ou $\log(l/a)$ car $l/a = c/a - 1$ en considérant $\Phi = 2,7$; deux parties linéaires apparaissent selon le mode de fissuration. Ainsi dans le cas de fissures circulaires, pour un rapport $c/a \approx 2,5$; la ténacité devient :

$$K_c = 0.0711 \left(HV \cdot a^{\frac{1}{2}} \right) \left(\frac{E}{HV} \right)^{\frac{2}{5}} \left(\frac{c}{a} \right)^{\frac{-3}{2}} \quad \text{(III. 14)}$$

Le cas des fissures de type Palmquist, pour des rapports $c/a \leq 2,5$, est abordé dans la partie suivante :

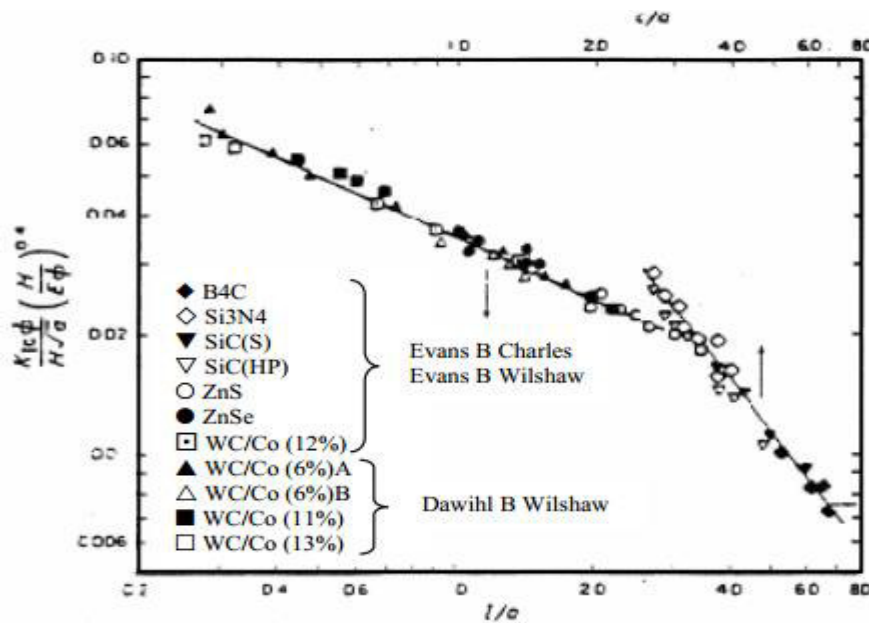


Figure III.5. Influence de la longueur des fissures sur le mode de fissuration [28]

Lankford [30] reprend les données de Niihara et al. [28] ainsi que les données pour quatre autres matériaux qui forment des fissures de type Palmquist pour de faibles charges et des fissures de type médian pour des charges plus importantes. Il utilise à nouveau la représentation des points sur un graphe $\log \{ [K_c \Phi / (HV a^{1/2})] (HV/E\Phi)^{2/5} \}$ en fonction de $\log(c/a)$ ou $\log(l/a)$ et modifie l'équation de la ténacité de manière à améliorer sa précision en écrivant :

$$K_c = 0.0782 \left(HV \cdot a^{\frac{1}{2}} \right) \left(\frac{E}{HV} \right)^{\frac{2}{5}} \left(\frac{c}{a} \right)^{-1.56} \quad (\text{III. 15})$$

Miranzo et Moya [31] ont obtenu une expression analytique en se servant du modèle de Chiang et al. [15] basé sur la solution de Hill [33] au problème d'une cavité interne sphérique pressurisée dans un solide élasto-plastique isotrope infini en prenant également en compte les contraintes de surface induites par l'indentation. Malgré la complexité analytique de l'expression qui la rendait difficile d'exploitation, ils ont remarqué que les données d'Evans et Charles se corrélaient parfaitement avec l'expression pour des rapports $c/a > 1,3$ et ont ainsi pu décomposer leur expression initiale selon les équations suivantes :

$$K_c = 0.05 \left[f \left(\frac{E}{H} \right) \right] HV \frac{a}{c^{0.5}} \text{ pour des rapports } \frac{c}{a} \leq \approx 2.8 \quad (\text{III. 16})$$

$$\text{Et } K_c = 0.09 \left[f \left(\frac{E}{H} \right) \right] HV \frac{a^{1.58}}{c^{1.08}} \quad (\text{III. 17})$$

$$\text{Avec } f \left(\frac{E}{H} \right) = \frac{\left(\frac{\beta_{EXP}^2}{\delta} \right) - 15}{1 - \nu} \quad (\text{III. 18})$$

$$\text{ou } \delta = \frac{2(1+3 \ln \beta_{EXP})}{3} \quad (\text{III. 19})$$

Et β_{EXP} est la taille de la zone plastique mesurée expérimentalement. Les auteurs utilisent la relation donnée par Chiang [15], soit :

$$\beta_{EXP} = 0.792 \left(\frac{E}{H} \right)^{0.48} \quad (\text{III. 20})$$

Laugier [32] a donné une expression modifiée des équations de Lawn et al. [26] et Antsis et al. [27] en utilisant $\beta = (E/H)^{1/3}$ où β est le rayon de la zone plastique calculé par Hill [33] à partir de :

$$\frac{E}{H} = \frac{9 \left[(1 - \nu)\beta^3 - \frac{2(1 - 2\nu)}{3} \right]}{2(1 + \ln \beta^3)} \quad (\text{III. 21})$$

Ce qui l'a conduit à l'expression :

$$K_c = 0.010 \left(\frac{E}{H} \right)^{\frac{2}{3}} \left(\frac{P}{c^{\frac{3}{2}}} \right) \quad (\text{III. 22})$$

En appliquant la même démarche pour la relation d'Evans et Charles il obtient :

$$K_c = 0.022 \left(\frac{E}{HV} \right)^{\frac{2}{5}} \left(\frac{P}{c^{\frac{3}{2}}} \right) \quad (\text{III. 23})$$

Enfin Tanaka [34] propose un nouveau modèle de fissuration élasto-plastique en considérant que la zone affectée par la pression de l'indenteur est un noyau hémisphérique compressible au lieu de considérer celle-ci comme une cavité sphérique expansible. Il obtient l'expression suivante :

$$K_c = 0.035 \left(\frac{E}{HV} \right)^{\frac{1}{4}} \left(\frac{P}{c^{\frac{3}{2}}} \right) \quad (\text{III. 24})$$

III-3.2. Calcul de la ténacité à partir de fissures de type Palmquist :

Niihara et al. [28] ou encore Chicot et al. [29], comme avancé précédemment ont mis en évidence l'évolution de la forme des fissures selon la charge. Lube [38] propose même dans un récent travail un modèle phénoménologique qui explique la transition entre les deux modes de fissuration en se basant sur le fait qu'aucune fissure ne peut se former dans la « core-zone » (Voir figure III.4).

De cette évolution du mode de fissuration Niihara et al. [28] en ont déduit, comme nous l'avons présenté dans la partie précédente, une formulation de la ténacité pour des

fissures de type « médian » (c'est-à-dire des rapports $c/a > \approx 3$) et dans le cas d'une géométrie Palmquist ($c/a < \approx 3$), la ténacité devient :

$$K_c = 0.0193(\text{HV. a}) \left(\frac{E}{\text{HV}} \right)^{\frac{2}{5}} \left(1 - \frac{-1}{2} \right) \quad (\text{III. 25})$$

Où l est la longueur de la fissure à partir du sommet de l'empreinte.

Niihara [35] reprend les calculs précédents mais en émettant l'hypothèse que les fissures sont semi elliptiques avec, en particulier, une profondeur maximale de fissures de l'ordre de grandeur de la profondeur d'indentation. La ténacité s'exprime alors sous la forme :

$$K_c = 0.0264(\text{HV. a}) \left(\frac{E}{\text{HV}} \right)^{\frac{2}{5}} \left(1 - \frac{-1}{2} \right) \quad (\text{III. 26})$$

Shetty et al. [36] reprennent l'équation du travail nécessaire à la propagation des fissures établie par Exner [37] :

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

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

L'équation de la ténacité devient alors :

$$K_c = 0.0319 \frac{P}{a \cdot l^{\frac{1}{2}}} \quad (\text{III. 28})$$

Laugier [32] transforme de nouveau les hypothèses de calcul suite aux observations de la forme des fissures. La fissure est modélisée par un demi cercle de diamètre l , la ténacité est exprimée par :

$$K_c = 0.015 \left(\frac{l}{a}\right)^{-\frac{1}{2}} \left(\frac{E}{HV}\right)^{\frac{2}{3}} \left(\frac{P}{c^{\frac{3}{2}}}\right) \quad (\text{III. 29})$$

Ainsi, Ponton et Rawlings [16] référencent quatre modèles qui proposent ces mêmes formulations associées à la fissuration de Palmquist mais sous des formes différentes selon que l'on utilise le rapport c/a ou l/a :

$$K_c = 0.0089 \left(\frac{E}{HV}\right)^{\frac{2}{5}} \frac{P}{a \cdot l^{\frac{1}{2}}} \quad (\text{III. 30})$$

pour des rapports allant de $\frac{l}{a} \approx 0.25$ à ≈ 2.5

$$K_c = 0.0122 \left(\frac{E}{HV}\right)^{\frac{2}{5}} \frac{P}{a \cdot l^{\frac{1}{2}}} \quad (\text{III. 31})$$

$$K_c = 0.0319 \frac{P}{a \cdot l^{\frac{1}{2}}} \quad (\text{III. 32})$$

$$K_c = 0.0143 \left(\frac{E}{HV}\right)^{\frac{2}{5}} \left(a \cdot l^{\frac{1}{2}}\right)^{\frac{3}{c^2}} \quad (\text{III. 33})$$

Remarquons que parmi ces modèles, trois d'entre eux font apparaître le rapport module d'Young/dureté. Un seul modèle sur les quatre présente donc l'avantage de ne faire intervenir que des paramètres directement déduits de l'expérience.

III-3.3. Comparaison des différents modèles analytiques et conclusions :

Ponton et Rawling [18] ont réalisé une étude comparative des différents modèles existants à partir de mesures réalisées sur une alumine, sept verres de silice, quatre zircons, deux carbures cémentés. Leurs conclusions sont résumées en neuf points :

1- La surface de l'échantillon testée doit être libre de toutes contraintes résiduelles avant l'indentation. De plus, la surface doit être polie afin de supprimer tous les défauts de surface.

Si le matériau risque de présenter des contraintes résiduelles de compression après le polissage, un recuit peut être nécessaire.

2- Dans le cas d'une mesure optique des fissures, ils conseillent une charge d'indentation minimum de 50N.

3- Afin d'avoir la plus petite erreur de mesure possible, il est conseillé d'utiliser la charge maximale qui ne causera pas de fissurations latérales.

De plus, c/a doit être assez grand pour éviter les effets de l'interaction avec la zone élastoplastique près de l'angle d'indentation, ce qui affecterait la propagation, et invaliderait l'affirmation suivant laquelle $c \gg a$, en pratique $c/a \approx 2$.

4- L'épaisseur de l'échantillon doit être de $20c$ et l'échantillon doit être le moins poreux possible. Les différents essais doivent être espacés d'au moins $4c$, et disposés à une distance de $4c$ du bord.

5- Les mesures doivent être effectuées le plus rapidement possible pour minimiser les effets de la propagation de post indentation. On peut ralentir ces effets avec un dépôt d'or.

6- Pour la plupart des essais, on obtient les mêmes résultats ou des résultats très proches avec une équation de type half-penny ou Palmquist.

7- Pour des charges comprises entre 50 et 150N, on doit vérifier l'existence d'une proportionnalité entre K_C et $c^{1/2}$.

8- Si le matériau ou l'échantillon ne sont pas favorables aux tests conventionnels de ténacité, et que l'on souhaite utiliser l'indentation Vickers, les auteurs conseillent, dans le cas où le matériau ne serait pas assimilable à une des classes testées, d'utiliser les équations d'Evans et Davis (ED) ou de Lankford (JL).

9- Toutes les équations, sauf celle de Lawn et Swain (LS), peuvent être utilisées qualitativement pour tous les matériaux même s'ils ne font pas parti de l'une des classes décrites. Sont exceptées certaines céramiques dont les comportements observés peuvent être anormaux à cause de leur microstructure.

En conclusion, pour ces auteurs, la majorité des 19 équations (Tableau III.1) doit être capable de donner une corrélation entre K_C et K_{IC} de 0,8 à 1 pour des expérimentations correctes.

Donc, le test d'indentation Vickers peut présenter de nombreux avantages, en particulier dans le cas de matériaux fragiles, pour la mesure ou l'approximation de la ténacité, dans le cas où les méthodes de mesures conventionnelles seraient inapplicables.

Ponton et Rawling généralisent les modèles sous les formes suivantes :

$$K_{ICM} = \alpha \left(\frac{E}{HV} \right)^q \cdot \frac{P}{c^{3/2}} \quad \text{et } c = a + 1 \quad (\text{III. 34})$$

pour les fissures de type M

$$K_{ICP} = \beta \left(\frac{E}{HV} \right)^r \cdot \frac{P}{al^{1/2}} \quad (\text{III. 35})$$

pour les fissures de type P

Où α et β sont des coefficients et q et r des exposants qui prennent des valeurs différentes selon les auteurs.

Tableau III.1: Les expressions de la ténacité de type Médian (Half-penny) et de type Palmquist.

Type de fissuration	Modèle	Abréviation	Références	Equation	Conditions	Hypothèses mécanique	Indenteur	Hypothèse de fissuration	Méthode de détermination de l'équation
Half-penny ou Radiale	Lawn et Swain	LS	B.R. LAWN and M.V. SWAIN : J. Mater.Sci., 1975, 10, 113-122.	$Kc=0.0101 * P / (a * c^{1/2})$		Elastoplastic dans un espace semi infini	Vickers	Half-penny idéale	Etude standard bidimensionnelle de la rupture linéaire élastique
	Lawn et Fuller	LF	B.R. LAWN and E.R. FULLER : J. Mater.Sci., 1975, 10, 2016-2024.	$Kc=0.0515 * P / c^{3/2}$		Elastoplastic	Conique	Half-penny idéale	Etude de la rupture linéaire élastique
	Evans et Wilshaw	EW	A.G. EVANS and T.R. WILSHAW : Acta Metall., 1976, 24, 939-956.	$Kc=0.079 * (P/a^{3/2}) * \log(4.5 * a/c)$	pour $0,6 < a/c < 4,5$	Elastoplastic	Vickers	Half-penny idéale	Analyse dimensionnelle
	Evans et Charles	EC	A.G. EVANS and E.A. CHARLES : J. Am. Ceram. Soc., 1976, 59,(7-8), 371-372.	$Kc=0.0824 * P / c^{3/2}$		Elastoplastic	Vickers	Half-penny idéale	Analyse dimensionnelle
	Evans et Davis	ED	A.G. EVANS: in "fracture mechanics applied to brittle materials", STP678, ed. (S.W. Freiman), 11-135; 1979, Philadelphia, PA, ASTM.	$Kc=0.4636 * (P/a^{3/2}) * (E/Hv)^{2/5} * 10^F$	F*	Elastoplastic, la zone plastique ayant peu d'influence sur l'extension de la fissure	Vickers	Half-penny idéale	Etude globale des contraintes et analyse dimensionnelle ou étude de la rupture linéaire élastique
	Blendell	B	J.E. BLENDELL : PhD thesis, Massachusetts Institute of Technology, 1979.	$Kc=0.0141 * (P/a^{3/2}) * (E/Hv)^{2/5} * \log(8.4 * a/c)$		Elastoplastic	Vickers	Half-penny idéale	Adaptation graphique des résultats précédents

	Lawn, Evans et Marshall	LEM	B.R. LAWN, A.G. EVANS and D.B. MARSHALL : J. Am. Ceram. Soc., 1980, 63, (9 10), 574-581.	$Kc=0.0134 * (E/Hv)^{1/2} * (P/c^{3/2})$		Elastoplastic	Vickers	Half-penny idéale	La contrainte d'indentation est divisée en deux composantes: une partie élastique réversible de faible contribution et une partie irréversible.
	Antis, Chantikul, Lawn et Marshall	ACLM	G.R. ANSTIS, P. CHANTIKUL, B.R. LAWN, and D.B. MARSHALL : J. Am. Ceram. Soc., 1981, 64, (9), 533-538.	$Kc=0.0154 * (E/Hv)^{1/2} * (P/c^{3/2})$		Elastoplastic	Vickers	Half-penny idéale	Evaluation critique basée sur l'équation de Lawn, Evans et Marshall
	Nihara, Morena et Hasselman	NMH1	K. NIHARA, R. MORENA, and D.P.H. HASSELMAN : J. Mater. Sci. Lett., 1982, 1, 13-16.	$Kc=0.0330 * (E/Hv)^{2/5} * (P/c^{3/2})$	pour $c/a \geq 2,5$	Elastoplastic	Vickers	Half-penny idéale	Recherche de la transition entre fissuration Half-penny et Palmqvist
	Lankford	JL	J. LANKFORD : J. Mater. Sci. Lett., 1982, 1, 493-495.	$Kc=0.0363 * (E/Hv)^{2/5} * (P/a^{1/5}) * (a/c)^{1,57}$	pour $c/a \geq 2,8$	Elastoplastic	Vickers	Half-penny idéale	Etude à fortes pressions
	Miranzo et Moya	MM1	P. MIRANZO and J.S. MOYA : Ceram. Int., 1984, 10, (4), 147-151	$Kc=0.0232 * [(E/Hv)] * (P/a * c^{1/2})$	pour $c/a \geq 2,8$	Elastoplastic	Vickers	Half-penny idéale	Basé sur les résultats de Hills d'un solide infini
	Miranzo et Moya	MM2	P. MIRANZO and J.S. MOYA : Ceram. Int., 1984, 10, (4), 147-152	$Kc=0.0417 * [(E/Hv)] * P / (a^{0,42} * c^{1,08})$	F*	Elastoplastic	Vickers	Half-penny idéale	Basé sur les résultats de Hills d'un solide infini
	Laugier	L1	M.T. LAUGIER : J. Mater. Sci. Lett., 1985, 4, 1539-1541.	$Kc=0.0095 * (E/Hv)^{2/5} * (P/c^{3/2})$	F*	Elastoplastic	Vickers	Half-penny idéale	Basé sur les résultats de Hills d'un solide infini
	Laugier	L2	M.T. LAUGIER : J. Mater. Sci. Lett., 1985, 4, 1539-1541.	$Kc=0.022 * (E/Hv)^{2/5} * (P/c^{3/2})$		Elastoplastic	Vickers	Half-penny idéale	Basé sur les résultats de Hills d'un solide infini
	Tanaka	T	K. TANAKA : J. Mater. Sci., 1987, 22, 1501-1508.	$Kc=0.035 * (E/Hv)^{1/4} * (P/c^{3/2})$		Elastoplastic	Vickers	Half-penny idéale	Inclusion core model "modele des noyaux d'inclusion"

Palmqvist									
	Nihara, Morena et Hasselman	NMH2	K. NIHARA, R. MORENA, and D.P.H. HASSELMAN : J. Mater. Sci. Lett., 1982, 1, 13-16.	$Kc=0.0089 * (E/Hv)^{2/5} * (P/a^{1/2})$	pour $l/a \geq 0,25$ à $2,5$	Elastoplastic	Vickers		Analyse de données
	Nihara	N	K. NIHARA : J. Mater. Sci., 1983, 2, 221-223.	$Kc=0.0122 * (E/Hv)^{2/5} * (P/a^{1/2})$	pour $1 \leq l/a \leq 2,5$	Elastoplastic	Vickers	fissure Palmqvist considéré comme une surface 1/2 elliptique	
	Shety, Wright, Mincer et Clauer	SWMC	D.K. SHETY, I.G. WRIGHT, P.N. MINCER, and A.H. CLAUSER : J. Mater. Sci., 1985, 20, 1873-1882.	$Kc=0.0319 * P / (a^{1/2})$		Elastoplastic	Vickers		Definition d'Exner de la résistance à la fissure
	Laugier	L3	M.T. LAUGIER : J. Mater. Sci. Lett., 1987, 6, 355-356.	$Kc=0.0143 * (E/Hv)^{2/3} * (a/l)^{1/2} * (P/c^{3/2})$		Elastoplastic	Vickers	fissure de forme 1/2 circulaire	
$f(E/Hv) = (\beta_{exp}^{-2} \delta - 1,5) / 0,75$ avec $\delta = 2 * [1 + 3 * \ln(\beta_{exp})] / 3$ et $\beta_{exp} = 0,768 * (E/Hv)^{0,408}$									
$F = -1,59 - 0,34B - 2,02B^2 + 11,23B^3 - 24,97B^4 + 16,32B^5$ et $B = \log(c/a)$									

Références bibliographiques du chapitre III :

- [1] M.V. Swain, N. Claussen, "Dependence of toughness of alumina on grain size and test technique". *Journal of American Ceramic Society*, 66 (1983) c-27.
- [2] K. Tsukuma, "Mechanical properties and thermal stability of CeO₂ containing tetragonal zirconia polycrystals". *Journal of American Ceramic Society*, 65 (1986) 1386.
- [3] K. Tsukuma and M. Shimada, "Strength, fracture toughness and Vickers hardness of CeO₂-stabilized tetragonal ZrO₂ polycrystals (Ce-TZP)". *Journal of Materials Science*, V. 20 (1985) 1178.
- [4] K. E. Amin, in : S. J. Schneider Jr., J. R. Davis, G. M. Davidson, S.R. Lampman, M. S. Woods, T.B. Zorc (Eds.), *Engineered Materials Handbook, Ceramics and Glasses*, Vol. 4, ASM International, Metals Park, OH, 1991, p. 599.
- [5] J. Wang, X.H. Zheng, R. Stevens, *Journal of Materials Science*, 27 (1992) 5348.
- [6] J. Wang, M. Rainforth, I. Wadsworth, R. Stevens, "The Effects of Notch Width on the SENB Toughness for Oxide Ceramics". *Journal of European Ceramic Society*, 10 (1992) 21.
- [7] X. Li, B. Bhushan, K. Takashima, C.W. Baek, Y. K. Kim, "Mechanical characterization of micro/nano-scale structures for MEMS / NEMS applications using nano-indentation techniques". *Ultramicroscopy* 97, Issues 1-4 (2003) 481.
- [8] S. Palmqvist, "Method of determining the toughness of brittle materials, particularly sintered carbides". Translation N° BISI 1865, *Of Jernkontorets Annaler* 141 (5) (1957) 300.
- [9] T. Lube, "Indentation crack profiles in silicon nitride". *Journal of European Ceramic Society*, 21 (2001) 211.
- [10] R. F. Cook, G. M. Pharr, "Direct observation and analysis of indentation cracking in glasses and ceramics". *Journal of American Ceramic Society*, 73 (1990) 787.
- [11] R. L. K. Matsumoto, *Journal of American Ceramic Society*, 70 (1987) 366.
- [12] J. C. Glandus, T. Rouxel, Q. Tai, "Study of the Y-TZP toughness by an indentation method". *Ceramic International*, 17 (1991) 129.
- [13] R. F. Cook, L.M. Braun, W.R. Cannon "Trapped Cracks at Indentations: I,

-
- Experiment on Ytria-Tetragonal Zirconia Polycrystals". *Journal of Material Science*, 29 (1994) 2133.
- [14] M. S. Kaliszewski, G. Behrens, A. H. Heuer, "Indentation Studies on Y₂O₃-Stabilized ZrO₂: I. Development of Indentation-Induced Cracks". *Journal of American Ceramic Society*, 77 [5] (1994) 1185.
- [15] S. S. CHIANG, D.B. MARSHALL, A.G. EVANS, The response of solids to elastic/plastic indentation. I. Stresses and residual stresses, *Journal of the Applied Physics*, volume 53, Issue 1, (1982), pp.298-311.
- [16] C. B. PONTON, R.D. RAWLINGS, Vickers indentation fracture toughness test. Part 1: Review of literature and formulation of standardised indentation toughness equations, *Materials Science Technology*, volume 5, (1989), pp.865-872.
- [17] B. R. LAWN, R. WILSHAW, Review : indentation fracture : principles and applications, *Journal of Materials Science*, volume 10, (1975), pp.1049-1081.
- [18] C. B. PONTON, R.D. RAWLINGS, Vickers indentation fracture toughness test. Part 2 : Application and critical evaluation of standardised indentation toughness equations, *Materials Science Technology*, volume 5, (1989), pp.961-976.
- [19] W. DAWILH, G. ALTEMEYER, *Zeitschrift fur Metallkunde*, volume 55, Issue 5, (1964), pp.231-237.
- [20] B. R. LAWN, M.V. SWAIN, Microfracture beneath point indentations in brittle solids, *Journal of Materials Science*, volume 10, (1975), pp.113-122.
- [21] R.H. MARION : in "Fracture mechanics applied to brittle materials", ASTM STP 678 Edited by S.W. FREIMAN Philadelphia, PA, (1979), pp.103-111.
- [22] A. G. EVANS, T.R. WILSHAW, Quasi-static solid particle damage in brittle solids, I : Observations, analysis and implications, *Acta Metallurgica*, volume 24, (1976), pp.939-956.
- [23] A. G. EVANS, E. A. CHARLES, Fracture toughness determination by indentation, *Journal of American Ceramic Society*, volume 59, Issues 7-8, (1976), pp.371-372.
- [24] A. G. EVANS, Fracture toughness: the role of indentation techniques in Fracture mechanics applied to brittle materials, ASTM STP 678 Edited by S.W.FREIMANN Philadelphia, (1979), pp.112-135.

-
- [25] J. E. BLENDELL, Sintering of Ceramics, Thèse de doctorat, Massachusetts Institute of Technology, (1979).
- [26] B. R. LAWN, A.G. EVANS, D.B. MARSHALL, Elastic/plastic indentation damage in ceramics: the median/radial crack system, *Journal of American Ceramic Society*, volume 63, Issues 9-10, (1980), pp.574-581.
- [27] G. R. ANTSIS, P. CHANTIKUL, B.R. LAWN, D.B. MARSHALL, A critical evaluation of indentation techniques for measuring fracture toughness. I : Direct crack measurements, *Journal of American Ceramic Society*, volume 64, Issue 9, (1981), pp.533-538.
- [28] K. NIIHARA, R. MORENA, D. P. H. HASSELMAN, Evaluation of KIC of brittle solids by indentation method with low crack-to-indentations, *Journal of Materials Science Letters*, volume 1, (1982), pp.13-16.
- [29] D. CHICOT, A. PERTUZ, F. ROUDET, M.H. STAIA, J. LESAGE, New developments for fracture toughness determination by Vickers indentation, *Materials Science and Technology*, volume 20, (2004), pp.877-884.
- [30] J. LANKFORD, Indentation micro fracture in the Palmquist crack regime: implications for fracture toughness evaluation by the indentation method, *Journal of Materials Science Letters*, volume 1, (1982), pp.493-495.
- [31] P. MIRANZO, J.S. MOYA, Elastic/plastic indentation in ceramics : a fracture toughness determination method, *Ceramics International*, volume 10, Issue 4, (1984), pp.147-152.
- [32] M. T. LAUGIER, Toughness determination of some ceramic tool materials using the method of Hertzian indentation fracture, *Journal of Materials Science Letters*, volume 4, (1985), pp.1539-1541.
- [33] R. HILL, *The mathematical theory of Plasticity*, Oxford Clarendon Press, (1950).
- [34] K. TANAKA, Elastic/plastic indentation hardness and indentation fracture toughness: the inclusion core model, *Journal of Materials Science*, volume 22, (1987), pp.1501-1508.
- [35] K. NIIHARA, A fracture mechanics analysis of indentation-induced Palmquist crack in ceramics, *Journal of Materials Science Letters*, volume 2, (1983), pp.221-223.

-
- [36] D.K. SHETTY, I.G. WRIGHT, P.N. MINCER, A.H. CLAUER, Indentation fracture of WC-CO cermets, *Journal of Materials Science*, volume 20, (1985), pp.1873-1882.
- [37] H.E. EXNER, The influence of sample preparation on Palmquist's method for toughness testing of cemented carbides, *Trans. AIME.*, volume 245, (1969), pp.677-683.
- [38] TANJA LUBE, Indentation crack profiles in silicon nitride, *Journal of the European Ceramic Society*, volume 21, Issue 2, (2001), pp. 211-218.

Chapitre IV

***L'indentation pour
déterminer la ténacité
interfaciale***

IV-1. Introduction :

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

IV-2. Principe de l'essai d'indentation interfaciale :**IV-2.1. Définition de la charge critique :**

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

Du point de vue expérimental, pour chaque charge d'indentation et pour chaque épaisseur du revêtement, on effectue une série d'indentations pour conduire à une valeur moyenne des Paramètres géométriques où d est la diagonale d'empreinte pour laquelle les indices représentent soit le substrat (S), soit le revêtement (R) ou encore l'interface (i), l est la longueur de la fissure mesurée dans le plan de l'interface à partir de l'extrémité de l'empreinte et a , celle mesurée à partir du centre.

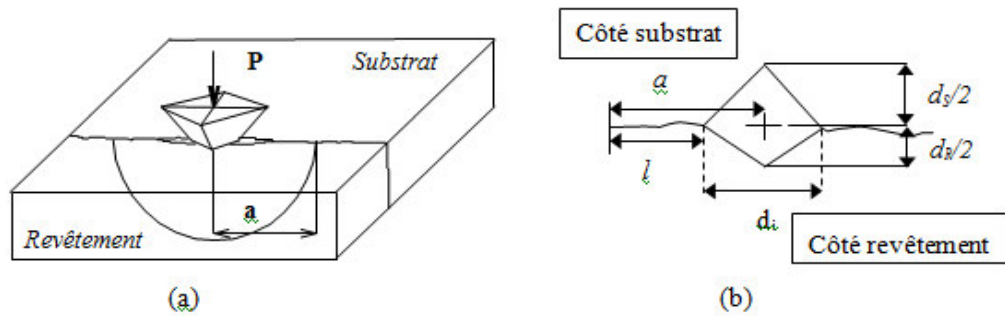


Figure IV.1. : (a) Principe de l'essai d'indentation interfaciale et (b) caractéristiques géométriques déduites de l'essai [5,6].

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

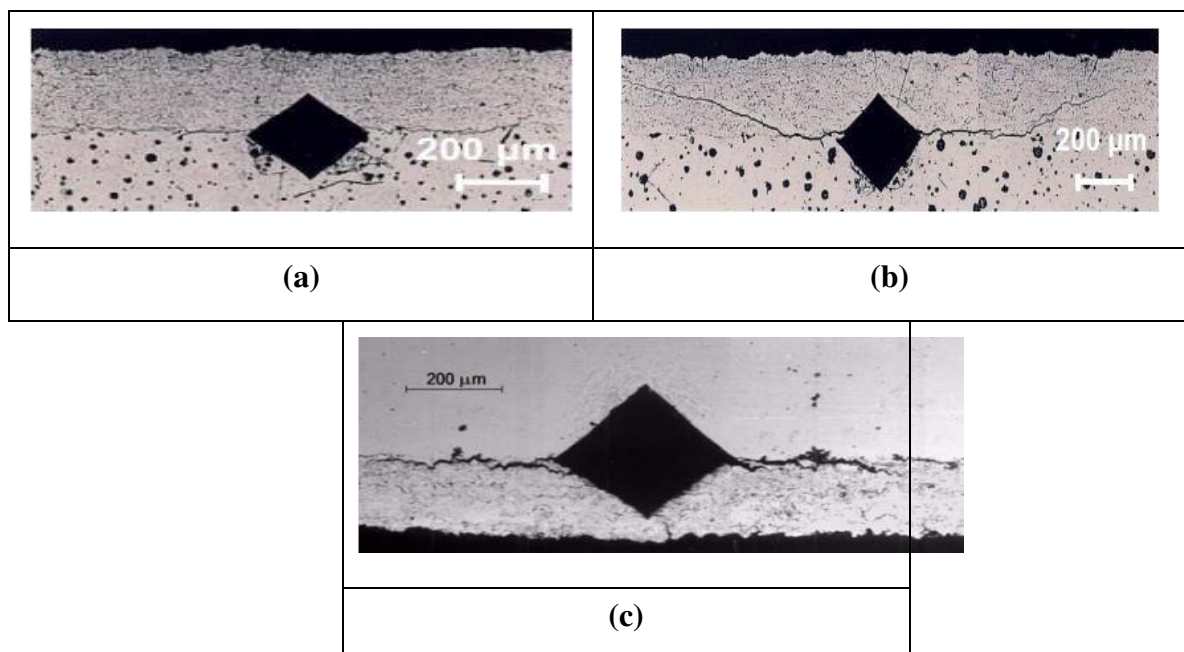


Figure IV.2. : Exemple de fissures générées par l'essai d'indentation interfaciale : (a) fissure localisée à l'interface, (b) bifurcation de la fissure dans le revêtement et (c) apparition d'une fissure secondaire à l'extrémité de l'empreinte dans le revêtement [9].

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

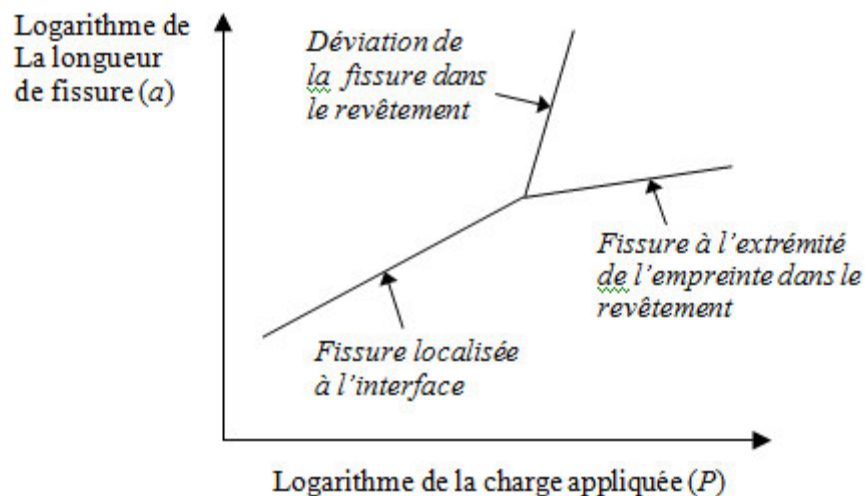


Figure IV.3. : Représentation schématique $\ln a - \ln P$ en fonction du régime de fissuration [9].

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

Nous nous intéressons ici uniquement au cas où la fissure reste localisée à l'interface et nous cherchons à déterminer la charge pour laquelle la fissure va apparaître. La longueur de fissure (a), mesurée à partir du centre de l'empreinte, est égale à la longueur de la fissure mesurée à partir de l'extrémité de l'empreinte (l) à laquelle on ajoute la valeur de la demi-diagonale de l'empreinte mesurée à l'interface ($d_i/2$). Dans ces conditions, la charge critique d'amorçage est celle pour laquelle la longueur de

fissure se réduit à la demi-diagonale de l'empreinte au point d'intersection des droites. Il est donc judicieux de représenter sur le même graphe de fissuration, cette demi-diagonale en fonction de la charge appliquée. Cette relation est linéaire en coordonnées bi-logarithmiques. Elle est appelée « droite de dureté apparente » car elle correspond à la relation entre P et a comme le prévoit la relation de dureté de Meyer [10]. La **Figure IV.4** montre schématiquement une droite de fissuration à laquelle est associée sa droite de dureté apparente.

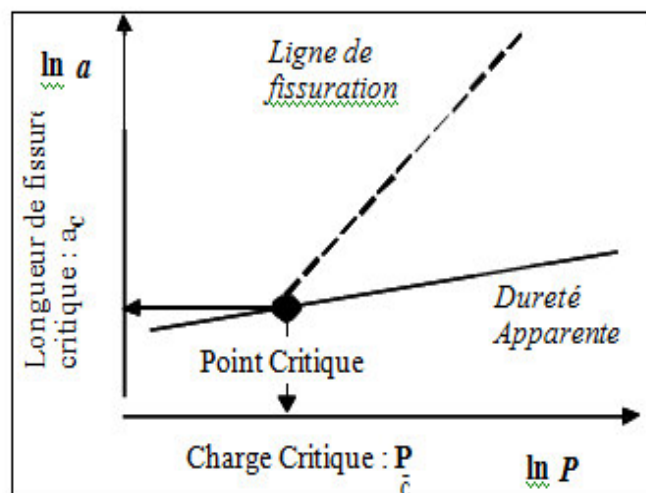


Figure IV.4. : Représentation schématique d'une droite de fissuration et de la droite de dureté apparente associée [10].

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

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

IV-2.2 Définition de la ténacité apparente d'interface :

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

$$K_{ca} = 0.015 \cdot \frac{P_c}{a_c^{3/2}} \cdot \left(\frac{E}{H} \right)_i^{1/2} \quad (IV. 1)$$

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

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

$$H_i = 1.8544 \cdot \frac{P}{(2a_c)^2} \rightarrow P_c = \frac{(2a_c)^2 \cdot H_i}{1.8544} \quad (IV. 2)$$

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

$$K_{ca} = 0.0183 (EH)(EH)_i^{1/2} \cdot \sqrt{\pi a_c} \quad (IV. 3)$$

Qui présente la forme bien connue :

$$K_{ca} = \alpha \sigma \cdot \sqrt{\pi a} \quad (IV. 4)$$

Pour les essais d'indentation interfaciale cependant, une transposition directe de ces relations ne peut être réalisée même au point critique parce que l'indentation s'effectue

sur deux matériaux différents. Il s'agit donc d'introduire les contributions du substrat et du revêtement dans l'expression du rapport du module d'élasticité sur la dureté (E/H).

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

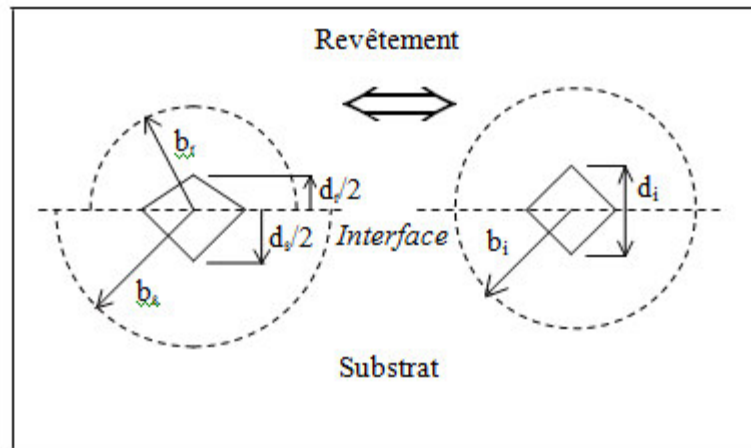


Figure IV.5. : Schématisation géométrique d'une empreinte d'indentation à l'interface [14].

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

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

Et b de la relation de Lawn [11]

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

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

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

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

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

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

Qui permet d'appliquer la relation IV.1 de la ténacité apparente d'interface.

IV-3. Méthodologie :

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

1. Effectuer un polissage d'une section transversale de l'échantillon revêtu pour réaliser les essais d'indentation Vickers sous différentes charges appliquées, l'axe de l'empreinte devant coïncider avec l'interface revêtement / substrat.

2. Pour chaque essai d'indentation, il faut mesurer la valeur de la demi-diagonale de l'empreinte ($d/2$) et la longueur de la fissure (a) de chaque côté de l'empreinte dans la plan de l'interface. La longueur de fissure (a) correspond à la longueur de fissure mesurée à partir du centre de l'empreinte (l) à laquelle il faut ajouter la valeur de la demi-diagonale de l'empreinte mesurée à l'interface ($d/2$).

3. Il faut en suite représenter dans une échelle bi logarithmique la demi-diagonale de l'empreinte ($d/2$) et la longueur de fissure (a) en fonction de la charge appliquée.

La relation entre $d/2$ et P est linéaire, elle est appelée "Droite de dureté apparente".

4. Enfin, il faut déterminer les coordonnées du "point critique" (PC , a_C). Les coordonnées de ce point seront ensuite utilisées pour calculer la ténacité apparente d'interface du couple revêtement-substrat.

IV-4. Quelques résultats expérimentaux :

Lesage et Chicot [14] appliquent l'essai d'indentation interfaciale pour la détermination de l'adhérence de revêtement sur différents substrats métalliques. L'essai est tout d'abord pratiqué sur les matériaux bruts de déposition. De toute évidence, la technique d'indentation interfaciale peut valablement s'appliquer pour la détermination d'une charge critique d'amorçage d'une fissure. Les auteurs proposent de calculer une ténacité apparente d'interface à partir des coordonnées du point critique. Ils trouvent que les valeurs obtenues évoluent avec l'épaisseur du revêtement.

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

Le résultat montre qu'en l'absence de contraintes résiduelles, le point critique d'amorçage de la fissure est indépendant de l'épaisseur du revêtement.

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

$$K_{ca} = K_{ca_0} + \frac{2}{\sqrt{\pi}} \sigma_R a^{\frac{1}{2}} C_0 \quad (\text{IV. 9})$$

Où σ_R : La contrainte résiduelle, a : Demi diagonale de l'empreinte et C_0 : Demi Longueur de la fissure.

La taille de l'empreinte d'indentation Vickers est importante devant l'épaisseur du revêtement. Ce phénomène a plusieurs explications possibles. Le couple substrat / revêtement présente une bonne adhérence ou une ténacité élevée. Dans ces conditions, la charge à appliquer pour provoquer la rupture est élevée et, par conséquent, la taille de l'empreinte devient très grande. Une autre origine est, plus simplement, que le revêtement a une trop faible épaisseur pour appliquer valablement cet essai.

Références bibliographiques du chapitre IV :

- [1] J. Lesage, P. Démarécaux, O. Bartier, G. Mesmacque, " Détermination de l'adhérence de revêtements par le test d'indentation interfaciale ". La Revue de Métallurgie, CIT / Science et Génie des Matériaux, Déc., 1993, pp 1655-1663.
- [2] P. Araujo, "Etude par indentation interfaciale de l'adhérence du revêtement Ni-Cr projeté thermiquement : Influence de l'hydrogène et effets thermiques ", Thèse de doctorat, Université des Sciences et Technologies de Lille, Septembre 2000.
- [3] J. B. Davis, H.C. Cao, G. Bao, A. G. Evans, "The fracture energy of interfaces: an elastic indentation technique". Acta Metallurgica Materiala 39, n° 5 (1991) 1019.
- [4] J. Colombon, B. Capelle, " Optimisation des procédés de dépôt plasma vis-à-vis de l'adhérence". Contraintes résiduelles et Nouvelles technologies, Recueil de conférences, Edition du CETIM (1990) 99.
- [5] C. Richard, J. Lu, J.F. Flavenot, G. Béranger, "Revêtements NiCrAlY projetés par plasma. Effet des contraintes résiduelles sur la ténacité à l'interface". CETIM Informations, n° 120 (1991) 67.
- [6] D. Choulier, "Contribution à l'étude de l'adhérence de revêtements projetés à la torche plasma. Modélisation et utilisation d'un test d'indentation à l'interface". Thèse de doctorat, Université de Compiègne (décembre 1989).
- [7] P. Ostojsic, R. McPherson, "Indentation toughness testing of plasma sprayed coatings". Mat. Forum, 10, n° 4 (1987) 247.
- [8] P. Démarécaux, "Adhérence et propriétés tribologiques de revêtement obtenus par projection thermique hypersonique ". Thèse de doctorat, Université des Sciences et Technologies de Lille, Janvier 1995.
- [9] D. Chicot, P. Démarécaux, J. Lesage, "Mesure de la ténacité apparente d'interface par l'essai d'indentation interfaciale", La revue de Métallurgie-CIT/Science et Génie des Matériaux, Février, 1996, 245.
- [10] E. Meyer, Phys., 2.9 (1908) 66.
- [11] S. Palmqvist, Jernkontorets Annaler, British Iron and Steel Industry Translation n° BISI 1865 (jan. 1961), 141, 5 (1957) 300.

-
- [12] B.R. Lawn, A .G. Evans, D.B. Marshall, "Elastic/plastic indentation damage in ceramic : the median/redial crack system". *Journal of American Ceramic Society* 64, 9-10 (1980) 574.
- [13] G.R. Anstis, P. Chantikul, B.R. Lawn, D.B. Marshall, "A Critical Evaluation of Indentation Techniques for Measuring Fracture Toughness: I. Direct Crack Measurements". *Journal of American Ceramic Society* 64, 9 (1981) 533.
- [14] J. Lesage, D. Chicot, "Role of residual stresses on interface toughness of thermally sprayed coating". *Thin Solid Films* 415 (2002) 143.

Chapitre V

Etude bibliographique sur la boruration

V-1. Généralités :

La boruration est un traitement thermochimique de diffusion de surface qui peut être appliqué à une large gamme de matériaux (Métaux Ferreux; les aciers, Métaux Non Ferreux et Cermets) qui consiste à introduire des atomes de bore à la surface du substrat. Le bore introduit réagit avec le matériau de base pour former des borures ayant une dureté qui peut atteindre 2000 HV sur les aciers et 3000 HV sur les alliages de titane. Les couches borurées obtenues par ce traitement sont connues par leur bonne résistance à l'usure et à la corrosion dans plusieurs milieux agressifs et particulièrement dans les acides et les métaux fondus [1].

V-2. Système binaire Fe-B :

Les métaux ayant une électronégativité plus faible que celle du bore peuvent se combiner à celui-ci en formant des borures interstitiels ou intermétalliques. La nature de la liaison métal-bore est du même type que celle de la liaison métal-métal des réseaux métalliques.

Les borures obtenus avec les métaux ont en général des propriétés physiques et mécaniques très intéressantes (en particulier, une dureté élevée et une bonne résistance à l'attaque par plusieurs milieux agressifs).

Pour avoir une idée sur les composés qui peuvent être formés au cours des traitements de boruration, nous étudier le diagramme d'équilibres Fer-Bore. La figure V.1 [2,3] présente le diagramme d'équilibre du système binaire Fe-B.

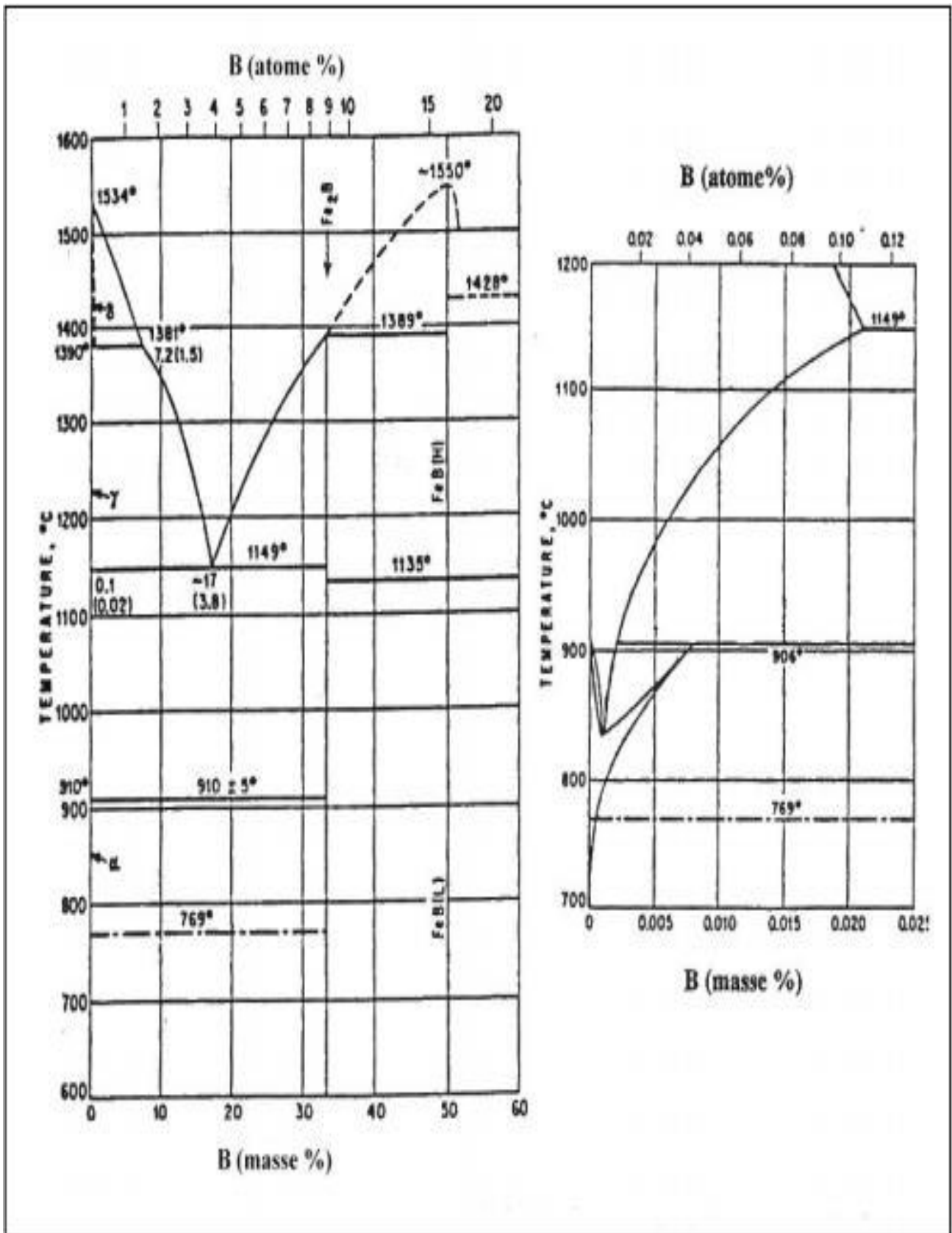


Figure V.1 : Courbes Diagramme d'équilibre du système binaire Fe-B [2,3]

La solubilité du bore dans le fer est très faible, elle est de l'ordre de 2 ppm dans la ferrite à 720 °C comme valeur minimale, et de 210 ppm comme valeur maximale dans l'austénite à 1149 °C [4].

Le tableau V.1 regroupe les valeurs de la solubilité du bore dans le fer en fonction de la phase et de la température.

Tableau V-1 : Composition Solubilité du bore dans le fer à différentes températures [5]

Température (°C)	Bore en solution (ppm par masse)
710(α)	2
906(α)	82
906(γ)	21
1149(γ)	210

Au delà des limites de solubilité du bore dans le fer, le bore et le fer forment ensemble les borures Fe_2B et FeB .

- ❖ **Le borure Fe_2B** : C'est un composé chimique formé entre le fer et le bore pour une concentration atomique en bore de 33,33 %. Ce même borure Fe_2B forme avec le fer un eutectique à 1149 °C (Figure V.1).
- ❖ **Le borure FeB** : Ce composé chimique correspond à une concentration atomique en bore de 50 %. Ce deuxième borure FeB n'est stable que sur une gamme de composition chimique extrêmement étroite (Figure V.1).

V-3. Techniques de boruration :

Tous les traitements de boruration s'effectuent par l'apport d'atomes de bore à la surface des pièces traitées suite à une réaction chimique ou électrochimique entre un

milieu contenant du bore et le matériau. Le milieu porteur des atomes de bore peut être gazeux, liquide ou solide (poudre ou pâte).

Ces différentes voies de boruration ont fait l'objet de plusieurs recherches, et chacune de ces voies présente des avantages et des inconvénients.

Le choix d'un procédé donné pour la réalisation du traitement de boruration dépend de plusieurs paramètres :

- ❖ Nature de matériau à borurer.
- ❖ Dimensions des pièces,
- ❖ Température,...

V-3.1. Boruration en milieu solide :

La boruration en milieu solide s'effectue par deux techniques:

V-3.1.1. Boruration avec des pâtes :

La technique des pâtes est surtout utilisée dans le cas de la boruration partielle ou dans le cas des pièces de grandes dimensions qui sont difficiles à traiter par les autres techniques.

Dans ce procédé, les pièces ou les parties de pièces à borurée sont couvertes par la pâte de boruration puis chauffées par induction, par effet Joule ou pincées dans des fours conventionnels [5].

Le chauffage par induction H F est souvent préféré dans ce procédé à cause des avantages qu'il présente. Parmi ces avantages on peut citer :

- ❖ Un chauffage superficiel qui n'affecte que peu le cœur de la pièce, ce qui permet d'éviter les traitements ultérieurs.
- ❖ Un temps de traitement très réduit à cause de la température élevée obtenue par l'induction.

V-3.1.2. Boruration avec des poudres :

Kunst et Schaaber sont les premiers qui ont étudié en détail la boruration en milieu solide dans des poudres [6]. Avant eux, Minkevic a jugé que cette méthode est décevante et qu'elle ne conduirait qu'à des couches borurées poreuses et de faible

épaisseur [6], et c'est probablement la raison pour laquelle les chercheurs avaient négligé la recherche dans ce domaine pendant plusieurs années.

La technique des poudres consiste à emballer les pièces à traiter dans des caisses en acier remplies de poudre de boruration, puis à chauffer ces caisses dans des fours à moufles pendant une durée suffisante de telle sorte que la température soit homogène à travers tout le volume de la poudre.

Après les travaux de Kunst et Schaaber et ceux d'autres chercheurs, cette technique a connu beaucoup de développement et devenue la méthode la plus utilisée à l'échelle industrielle. La préférence industrielle de cette technique est justifiée par les avantages suivant:

- ❖ La simplicité des équipements utilisés, la propreté des pièces produites ainsi que le prix de revient acceptable des traitements.
- ❖ La facilité de manipulation des opérateurs et la possibilité de changement de composition chimique des poudres utilisées.

V-3.2. Boruration en milieu liquide :

La boruration en milieu liquide s'effectue par :

- voie électrochimique sous une tension appliquée.
- par voie chimique en ajoutant un agent réducteur aux bains de boruration.

Les sels utilisés dans les traitements de boruration avec ou sans électrolyse sont généralement à base de borax ($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$) Généralement, la boruration électrolytique a conduit à des couches borurées biphasées, plusieurs métaux et substances chimiques peuvent jouer le rôle de l'agent réducteur qui permet d'obtenir le bore atomique nécessaire dans tous les traitements de boruration. Les agents réducteurs les plus utilisés dans le traitement de boruration dans des sels fondus sans électrolyse.

V-3.3. Boruration en milieu gazeux :

La boruration en milieu gazeux s'effectue par la décomposition ou la dissociation thermique des composés volatils de bore. Les produits gazeux susceptibles d'apporter du bore à b surfaces des matériaux traités sont:

- a)-Les halogénures de bore (BF_3 , BCl_3 , BBr_3 ,...)

b) - Le diborane (B_2H_6):

c) -Les produits organiques du bore [triméthyl ($(CH_3)_3B$), triéthyl ($(C_2H_5)_3B$)]

Contrairement aux traitements conventionnels tels que, la cémentation, la nitruration, la carbonitruration et la chromisation où le milieu gazeux est très souhaité à cause des avantages qu'il représente, la boruration en phase gazeuse n'a pas connu un grand succès à l'échelle industrielle pour les raisons suscitées et qui sont liées à la difficulté de réalisation de ce traitement ainsi qu'à la qualité des couches borurées obtenues.

V-3.4. Les matériaux appliqués :

La boruration peut être appliqué sur large gamme des matériaux peut être borurée avec succès, parmi ces matériaux on peut citer les métaux ferreux, et les métaux non ferreux et les cermets...

V-3.4.1. Les métaux ferreux :

Quel que soit leur mode d'obtention (aciers laminés, aciers de coulée, aciers frittés,.....), les aciers au carbone, les aciers alliés et les fontes grises ont fait l'objet de boruration dans plusieurs travaux. Toutefois, les aciers rapides aussi, ne sont pas recommandés à la boruration à cause des problèmes causés par les traitements de durcissement qui vont suivre la boruration. En effet, ces traitements s'effectuent à des températures au dessus de la température de fusion des couches borures.

D'une manière générale, plus la teneur en élément d'alliages des alliages des aciers destinés a la boruration est importante, plus l'épaisseur de la couche borurées formée est moins important a cause de l'existence des atomes étrangers aux couches borurées qui gênent la croissance de ces couches.

En résumé, Les aciers les plus couramment employés sont:

- ❖ Aciers au carbone : C10, XC22, C35.
- ❖ Aciers faiblement alliés : 18 à 42 CrMo4.
- ❖ Aciers fortement alliés : X35 à 40 CrMoV5.

V-3.4.2.Les métaux non ferreux :

Les techniques et les produits mis au point pour la boruration des métaux ferreux ne sont malheureusement pas application pour la plupart des métaux non ferreux et en particulier le titane.

Des procédés sous protection d'argon et du bore amorphe très pur ont permis d'obtenir des couches borurées sans défauts sur le titane et ses alliages.

Les travaux de Chatterjee-Fischer et Schaaber [7] sur la boruration de plusieurs métaux non ferreux (Titane et ses alliages, Tanale et le Nickel et ses alliages) ont montré que les couches borurées obtenues sur ces matériaux se caractérisent par leurs propriétés mécaniques exceptionnelles (à titre d'exemple, la dureté obtenue sur les alliages de titane ou de tanale est de l'ordre de 3000HV).

V-3.4.3. Les cermets:

En plus des métaux ferreux et non ferreux, les cermets à matrice en cobalt ou cobalt-nickel ont fait l'objet de traitement de boruration pour l'amélioration des propriétés d'usure et de coupe de ces outils.

Les travaux de Goeuriot et al. [8] ont montré que la boruration peut être bénéfique aux cermets à condition que la teneur en liant de cobalt ne dépasse pas 6 % car au-delà de cette limite le processus de boruration devient très difficile.

V-4. Applications industrielles de la boruration :

Généralement, la boruration est utilisée chaque fois que l'on doit faire face à des problèmes sévères d'usure, particulièrement d'usure abrasive, ou à des problèmes de corrosion dans des milieux acides ou basiques ou dans des métaux fondus.

Des travaux de recherches effectués par Subrahmanyam et Gopinath [9] d'un côté et Eyre et Morri [10] d'un autre côté ont montré que la boruration des aciers au carbone et des fontes grises augmente considérablement la résistance à l'usure adhésive et abrasive. Habig [11] a montré que la boruration confère aux aciers traités la meilleure résistance à l'usure adhésive pour longue durée comparativement aux autres traitements de surface (Nitruration, Vanadisation, Carburation,...).

Fichtl [12], après une longue série d'essais d'usure sur les couches borurées a jugé que la boruration est devenue un traitement de surface conventionnel comme la nitruration et la carburation et qu'elle est appliquée actuellement dans plusieurs branches de l'industrie (industrie de textile : guide-fils ; industrie pétrolière et chimique : tuyaux brûleurs, becs d'injection,...).

Malgré que les traitements de boruration ont connu leurs applications aux métaux depuis plusieurs années, les études sur la résistance des couches borurées aux milieux

agressifs restent très limitées. Bazille [3] a indiqué que la boruration confère aux aciers une bonne résistance à la plupart des acides y compris l'acide chlorhydrique. Tsipa et al. [13] ont montré que les aciers borurés résistent bien à l'acide naphthénique à haute température (650°C) sous des conditions oxydantes aussi bien en phase liquide qu'en phase vapeur. Enfin Biddulph [14.15], a trouvé que la boruration réduit d'une façon très remarquable l'attaque des aciers par le zinc fondu ; ainsi, en Grande Bretagne, des bacs de galvanisation fabriqués en titane ont été remplacés avec succès par des aciers mi-durs borurés.

Lyakhovich et Bragilevskaya [16] ont trouvé que les pistons de moulage en coquille fabriqués en aciers alliés réfractaires sont remplaçables par des aciers mi-carbone borurés. Ainsi, pour les aciers remplacés, un prolongement de la durée de vie des pièces est obtenu en plus du prix de revient qui est de loin meilleur.

Tableau V-2 : Quelques exemples d'utilisation industrielle des pièces borurées

Branche de l'industrie	Applications
Construction mécanique	Mandrins, tambours, disques de freins, lamelles d'embrayage Buses à vapeur surchauffée Glissières, douilles de guidage, plaques-filières, plaques d'appui Pignons coniques, bagues de paliers Pistons de pompe Poulies conductrices Poinçons d'emboutissage, outils d'estampage, canons de perçage Moules Rouleaux marqueurs, rouleaux transporteurs Herses, socs de charrue
Industrie automobile	Engrenages, culbuteurs, soupapes
Industrie du bâtiment	Eléments de transport et d'utilisation du béton
Industrie chimique	Corps, moteurs et chemises de pompes Bacs destinés à contenir de la cryolite, du zinc ou de l'aluminium fondus
Industries textile et plastique	Buses, plaques de buses, guide-fils, tubes Molettes de coupe, vis de boudineuses, cylindres

Références bibliographiques du chapitre V :

- [1] O. Allaoui, Boruration sans électrolyse des aciers dans des sels fondus et caractérisation des couches borurées obtenues 76-84.
- [2] Mc Bride C.C., Spretnak J. W., Rudolph., A “study of the Fe-Fe₂B system, transactions of the ASM”, 1987,46, 499-524
- [3] Bazille P., “la boruration ”, Revue de Mécanique, Matériaux et Electricité, Vol. 336, 1977, 26-32.
- [4] Goeuriot P., Thévenot F., Bouaoudja N., Fantozzi G, « Boruration des cermets WC-CO et WC-CO-N », traitement thermique, Vol. 205, 1986, pp 13-18.
- [5] Tsipas D. N., Rus J., “Boronizing of alloy steels”, Journal of Materials Science letters, Vol. 6, 1987, pp 118-120.
- [6] Kunst H., Schaaber O., “Observations on surface boronization of steel”, Harterei-Technische Mittellungen, Vol. 22, 1967, pp 275-292.
- [7] Chatterjee-Fischer R. and Schaaber O., “Boriding of steel and non –ferrous metals”, on Heat treatment of metals, 1976, ISBN: 0904357058,the Metals Society, London.
- [8] Goeuriot P., Thévenot F., Bouaoudja N., Fantozzi G, “ Boruration des cermets WC-CO et WC-CO-N ”, traitement thermique, Vol. 205, 1986, pp 13-18.
- [9] Subrahmanyam J., Gopinath K., 1984, Wear Studies on boronized mils steel, Wear, 95, 287-292.
- [10] Eyre., Morri., 1978, The mettallurgy and wear charccteristics of boride coating, Heat Treatment of Metals, 4, 103-105.
- [11] Habig K. H., “Wear protection of steels by boriding, vanadizing, nitriding, carburising, and hardening”, Materials in Engineering, Vol. 2, 1980 (December), pp 83-92.
- [12] Fichtl W, 1980 Boronizing and its practical applications, Rev. Int. Hautes Tempér, Réfract., 17, 33-34
- [13] Tsipas D. N., Rus J., “Boronizing of alloy steels”, Journal of Materials Science letters, Vol. 6, 1987, pp 118-120.
- [14] Biddulph R. H., “Boronizing for erosion resistance”, Thin Solid Films, Vol. 45, 1977, pp 341-347.

-
- [15] Biddulph R. H., "Boronizing of metals wear and corrosion resistance", Surface treatment for Protection, 1978, pp 104-106.
- [16] Laykovich L.S., 1981, Traitement thermochimique des métaux et alliage, Aide mémoire, Ed. Metallurgia, 80-110 (en russe).

Chapitre VI

Vérification des K_{IC} des couches de borures élaborées

VI-1. Introduction :

Pour que notre étude soit complète, nous avons décidé de reprendre un ancien travail sur la détermination de la ténacité des couches borurées par indentation Vickers, en utilisant des modèles mathématiques récents.

Pour plus de détails, nous allons présenter en premier lieu l'ancien travail, ses conditions expérimentales et la formule mathématique utilisée, ainsi que les résultats obtenus.

Vers la fin de cette partie, nous allons comparer les résultats obtenus dans les deux cas, et faire les commentaires et les discussions nécessaires en fonction des résultats obtenus dans la littérature.

VI-2. Présentation de l'ancien travail :**VI-2-1. Acier utilisé :**

L'acier utilisé pour le traitement de boruration est un acier au carbone mi-dur, non allié contenant environ 0,4 % de carbone (XC38). Cet acier a été sélectionné parmi les nuances les plus employées dans la fabrication des pièces mécaniques. Sa composition chimique déterminée par analyse spectrométrique est donnée dans le tableau VI-1.

L'acier a été boruré à partir de son état recuit (comme reçu).

Tableau VI-1 : Composition chimique de l'acier (XC38) (en pourcentage massique)

Elément	C	Mn	Si	P	S	Cu	Cr	Ni	Fe
XC38	0.39	0.68	0.34	0.026	0.025	0.18	0.19	0.26	Balance

VI-2-2. Traitement de boruration :**A. Boruration des échantillons :**

Les traitements de boruration ont été effectués dans un four électrique à moufles dans des sels fondus constitués de borax (tétraborate de sodium $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$) additionné d'un des trois agents réducteurs suivant : le carbure de bore (B_4C), l'aluminium (Al) et le carbure de silicium (SiC).

Les températures minimales de boruration praticables avec chaque bain sont : 800 °C pour le B₄C, 850 °C pour l'Al et 900 °C pour le SiC. Au-dessous de ces températures, la viscosité initiale du bain correspondant est telle que ce dernier n'est plus maniable.

La température de boruration utilisée a été limitée à un maximum de 1050°C afin de demeurer bien en dessous de la température eutectique Fe-Fe₂B à 1149°C.

Après boruration, les échantillons sont soit refroidis à l'air calme.

Les résultats obtenus ont montré que les bains Borax-B₄C et Borax-Al conduisent à des couches borurées biphasées constituées des deux borures FeB+Fe₂B, alors que le bain Borax-SiC conduit à des couches monophasées constituées de l'unique borure Fe₂B. La Figure VI-1 représente des images au Microscope Electronique à Balayage des couches de borures obtenues à partir des trois bains [1].

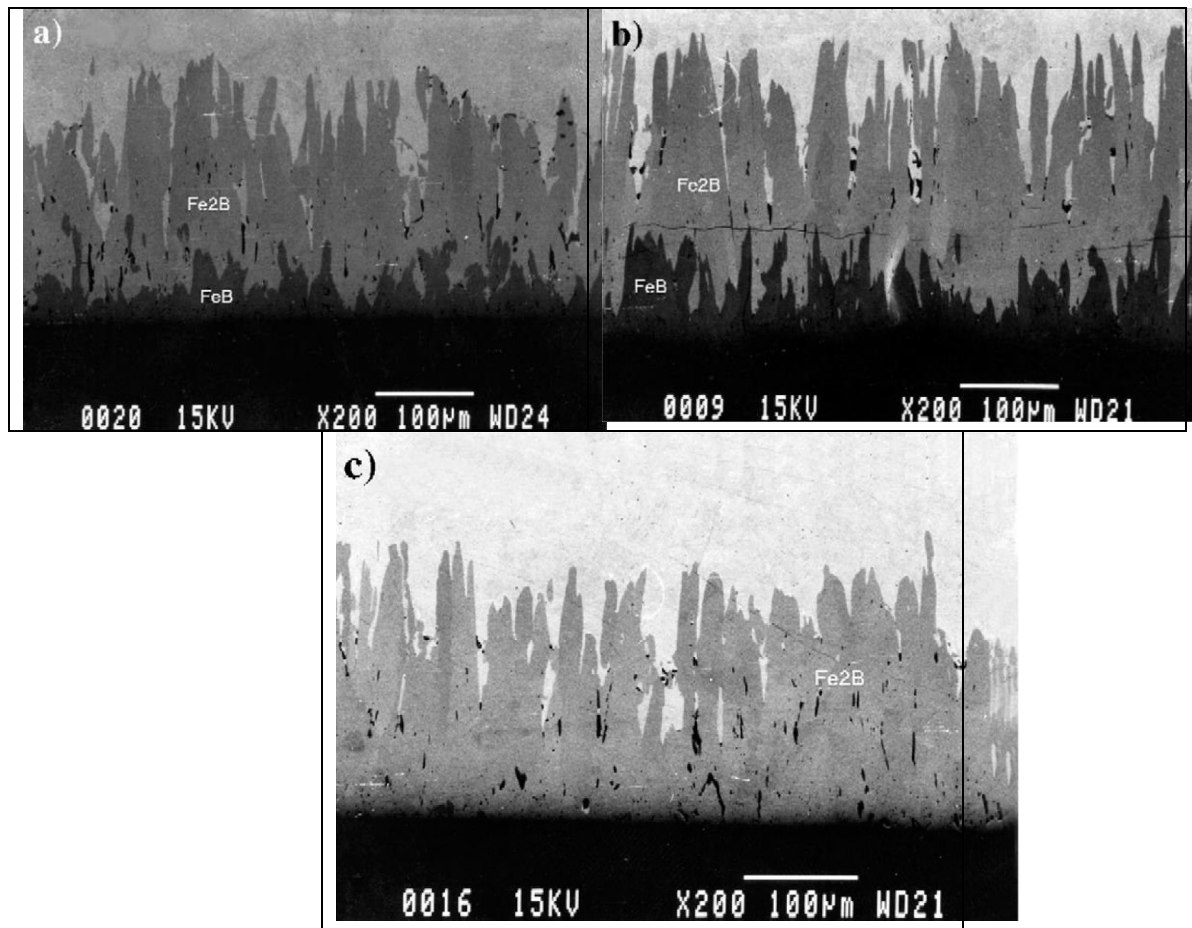


Figure VI.1 : Microstructures des couches borurées obtenues après un traitement de 4 heures à 900°C dans les trois bains : Couches biphasées pour les bains Borax-B₄C (a) et Borax-Al (b), et couche monophasée pour le bain de Borax-SiC (c).

B. Recuit des échantillons borurés :

Pour étudier l'influence d'un recuit subcritique, sur les couches borurées et leurs propriétés, des échantillons borurés à 900°C pendant 4 heures dans le bain Borax-B₄C, puis refroidis à l'air calme ont été soumis à un recuit d'une durée de deux heures et demie à 720°C dans un four à moufle sans l'atmosphère protégée. Le refroidissement après recuit s'est fait à l'air calme.

VI-2-3. Essais de microdureté :

La fragilité des borures a imposé l'emploi de faibles charges dans la mesure des microduretés des couches borurées. Les microduretés Vickers ont été mesurées en utilisant des charges de 25 et 50g pour les couches borurées et les zones qui leur sont sous-jacentes et une charge de 1 kg pour le substrat.

Les microduretés mesurées dans les différentes zones des échantillons borurés sont présentées dans le tableau VI-2.

Tableau VI-2 : Microdureté des échantillons borurés (Conditions de boruration : 900°C ou 950°C pendant 4 heures).

Echantillon	Microdureté HV0.05				Microdureté HV1
	FeB	Fe ₂ B	Zone sous-jacente à Fe ₂ B	Zone de Transition*	Substrat
XC38 (Borax-B ₄ C)	2130	1820	680	287	218
XC38 (Borax-B ₄ C) Recuit	--	1780	620	222	212
XC38 (Borax-Al)	2140	1830	689	292	220
XC38 (Borax-SiC)	--	1830	685	297	220

* La dureté de la zone de transition est mesurée à environ 0.8 mm en dessous de la surface de l'échantillon.

Une filiation de microdureté, dans les différentes zones, sur un échantillon en XC38 boruré dans le bain Borax-B₄C pour une durée de 04 heures à 900 °C est présentée dans la Figure VI-2.

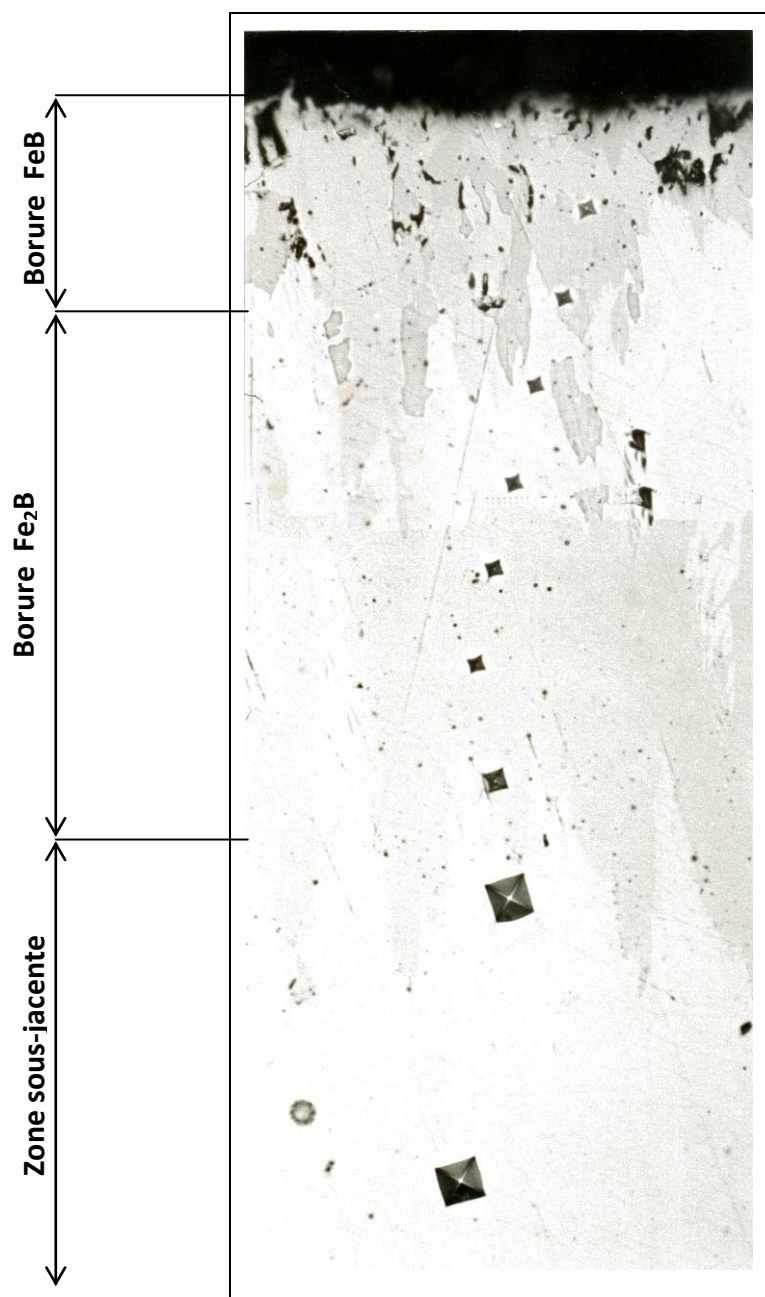


Figure VI.2 : Filiation de microdureté pour les différentes zones, sur un échantillon en XC38 boruré dans le bain Borax-B₄C pour une durée de 04 heures à 900 °C.

Les résultats obtenus montrent que les microduretés des borures FeB et Fe₂B sont très comparables quelque soit le bain utilisé pour le traitement de boruration ou le traitement de recuit effectué après boruration [1].

VI-2-4. Ténacité des couches borurées :

Des indentations réalisées sous des charges discrètement croissantes de 1 à 20 N ont été imprimées sur les borures dans le but de caractériser leur ténacité. Cette ténacité est calculée à partir de la longueur des fissures radiales produites sous une charge donnée.

Les indentations produites sous des charges de 1, 2, 3, 5, et 10 N ont été réalisées à la surface de l'échantillon à l'aide de l'appareil de microdureté. Par contre, les indentations produites sous des charges supérieures à 10 N ont été réalisées à l'aide d'un appareil « REVETEST » équipé d'un capteur d'émission acoustique (E.A) et d'un microscope optique.

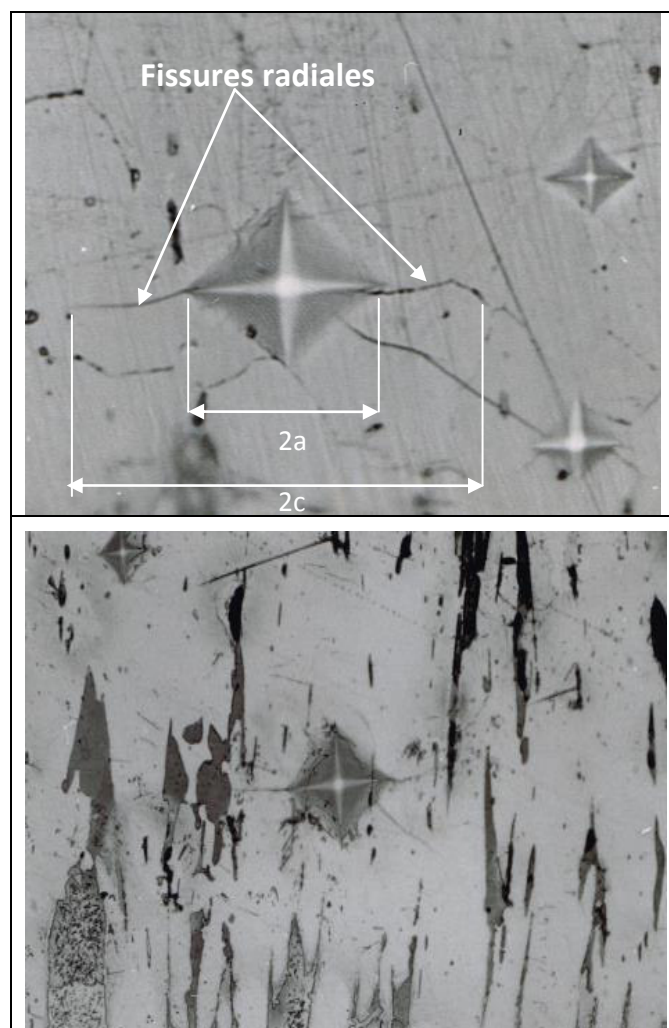


Figure VI.3 : Microindentations Vickers des couches borurées sur l'acier XC 38.

VI-2-5. Formule utilisée :

Parmi les formules existantes au cours de la réalisation de ce travail, la formule proposée par Liang et al. (1990) [2] a été utilisée pour calculer le facteur d'intensité des contraintes critique K_{IC} .

Cette formule a été validée par les travaux accomplis par plusieurs équipes de recherche sur le carbone de silicium et les céramiques alumine-zircone. Elle traite aussi bien les fissures du type médian que celles du type palmqvist.

La formule générale proposée par Laing et al. est présentée dans l'équation VI-1.

$$K_{IC} = \frac{1}{\alpha} \cdot \left(\frac{H a^{\frac{1}{2}}}{\phi} \right) \cdot \left(\frac{E \phi}{H} \right)^{0.4} \cdot \left(\frac{c}{a} \right)^{\frac{c}{18a} - 1.51} \quad (\text{VI. 1})$$

$$\text{Où} \quad \alpha = 14 \cdot \left[1 - 8 \left(\frac{4\nu - 0.5}{1 + \nu} \right)^{0.4} \right] \quad (\text{VI. 2})$$

ϕ : Constante sans dimension égale à 3 pour les indenteurs Vickers

$2a$: Diagonale de l'empreinte

$2c$: Longueur de la fissure

H : Dureté du matériau testé

E : Module d'élasticité du matériau testé

ν : Coefficient de poisson du matériau testé

VI-2-6. Résultats :

Les valeurs des constantes élastiques utilisées dans les calculs (Module d'élasticité et Coefficient de poisson) sont présentées dans le tableau VI-3.

Il convient de noter que le facteur α varie peu pour les valeurs de ν inférieures à 0.24.

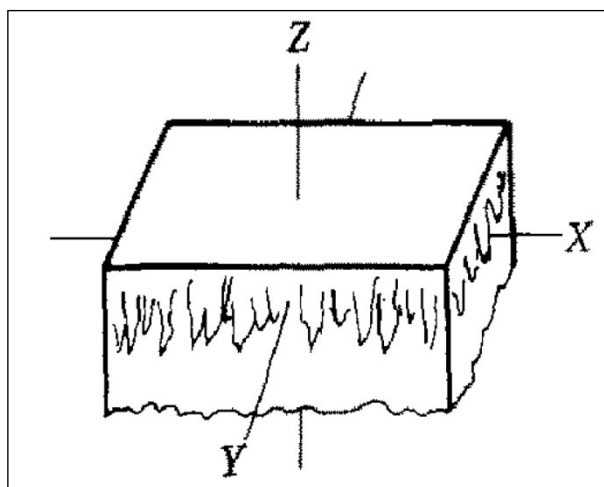
Tableau VI-3 : Constantes élastiques des borures de fer

	FeB	Fe ₂ B	Référence
E (GPa)	590	290	[3]
ν	0.15	0.18	[4]

Les empreintes produites dans les couches borurées Fe₂B sous une charge de 50 N ont des profondeurs inférieures au huitième de l'épaisseur de la couche. Par conséquent, les valeurs de K_{IC} qui en sont tirées considérées comme des mesures de la ténacité intrinsèque de la couche Fe₂B [5]. Le même ne peut être dit des couches FeB qui, en raison de leurs faibles épaisseurs (20 à 30 μ m), n'ont pu être testées dans des conditions excluant toute influence du substrat.

Vu que les couches borurées formées sur la surface de l'acier XC38 ont une forme aciculaire orientée perpendiculairement à la surface des échantillons causée par la croissance préférentielle dans une direction cristallographique précise, la détermination de la ténacité des couches borurées a été réalisée dans deux différentes directions pour évaluer l'anisotropie de ces couches. Les deux directions considérées dans cette étude sont :

- ❖ La direction perpendiculaire à la surface des échantillons (Figure VI-4);
- ❖ La direction parallèle à la surface des échantillons (Figure VI-4).



X et Y : parallèle à la surface

Z : perpendiculaire à la surface

Figure VI.4 : Directions d'application des indentations Vickers.

Les ténacités des couches Fe₂B mesurées perpendiculairement à la surface des échantillons sont présentées dans le tableau VI-4.

Tableau VI-4 : Facteur d'intensité des contraintes critiques K_{IC} des couches Fe₂B dans la direction perpendiculaire à la surface des échantillons.

Echantillon	2 a	2 c	K _{IC}
XC38 (Borax-B4C) Recuit	90	140	7.2
XC38 (Borax-SiC)	90	140	7.1

Des essais d'indentation ont aussi été effectués sur les couches FeB et Fe₂B dans une direction parallèle à la surface des échantillons. Les résultats obtenus sont présentés dans le tableau VI-5.

Tableau VI-5 : Facteur d'intensité des contraintes critiques K_{IC} des couches Fe₂B et FeB mesurés dans une direction parallèle à la surface des échantillons.

Echantillon	Borure	Charge	2 a	2 c	K _{IC}
XC38 (Borax-Al)	FeB	1	5.8	11.6	2.7
XC38 (Borax-SiC)	Fe ₂ B	5	12.7	22.7	3.3
XC38 (Borax-B4C) Recuit	Fe ₂ B	10	20.0	40.6	3.3

VI-3. Application de différentes formules :

Pour des raisons de comparaison, une reprise des essais d'indentation qui ont été effectués sur les couches FeB et Fe₂B dans les directions perpendiculaire et parallèle à la surface des échantillons a été faite. Bien sûr, ces essais ont été effectués dans les mêmes conditions d'application de la formule de Liang [2], mais cette fois en utilisant des formules. Les résultats obtenus suite à la reprise des essais d'indentation sont présentés dans les deux tableaux VI-6 et VI-7 :

Tableau VI-6 : Facteur intensité des contraintes critiques K_{IC} des couches Fe₂B mesurés par différents modèles dans la direction perpendiculaire à la surface des échantillons.

Formules	Conditions	2a μm	2c μm	K _{IC} MPa m ^{1/2}	Référence
$K_{IC} = 0.0089 (E/H)^{2/5} \cdot P/a \cdot l^{1/2}$	Type palmqvist l/a ≈ 0,25 à 2,5	90	140	8.48	Nihara
$K_{IC} = 0.0143 (E/H)^{2/3} \cdot (a/l)^{1/2} P/c^{3/2}$	Type palmqvist	90	140	8.56	Nihara
$K_{IC} = 0.0319 (P/a \cdot l^{1/2})$	Type médián	90	140	7.08	Shetty
$K_{IC} = 0.028 (Ha^{1/2})(E/H)(c/a)^{-1/5}$	Type radial-médián	90	140	8.03	Lawn

Tableau VI-7 : Facteur intensité des contraintes critiques K_{IC} des couches FeB et Fe₂B mesurés par différents modèles dans la direction parallèle à la surface des échantillons.

Borure	Formules	Conditions	2a μm	2c μm	K _{IC} MPa m ^{1/2}	Référence
FeB	$K_{IC} = 0.0089 (E/H)^{2/5} \cdot P/a.l^{1/2}$	Type palmqvist l/a ≈ 0,25 à 2,5	5.8	11.6	3.03	Nihara
Fe ₂ B	$K_{IC} = 0.0143 (E/H)^{2/3} \cdot (a/l)^{1/2} P/c^{3/2}$	Type palmqvist	12.7	22.7	3.33	Nihara
Fe ₂ B	$K_{IC} = 0.0319 (P/a.l^{1/2})$	Type médian	20.0	40.6	3.17	Shetty
Fe ₂ B	$K_{IC} = 0.028(Ha^{1/2})(E/H)(c/a)^{-1/5}$	Type radial-médian	20	40.6	3.23	Lawn

VI-4. Discussion :

La reprise des résultats avec d'autres formules nous a permis d'avancer les remarques et les conclusions suivantes :

- ❖ Les mesures par la technique d'indentation de la ténacité des couches borurées par la formule de Liang et al. (1990) [2] ont abouti aux résultats suivants :
 - FeB : $K_{IC} = 2.7 \text{ MPA m}^{1/2}$ parallèlement à la surface du substrat
 - Fe₂B : $K_{IC} = 3.3 \text{ MPA m}^{1/2}$ parallèlement à la surface du substrat
 - Fe₂B : $K_{IC} = 7.1-7.2 \text{ MPA m}^{1/2}$ perpendiculairement à la surface du substrat
- ❖ Les différentes formules appliquées d'après la littérature on conduit à des résultats qui sont relativement très proches des résultats obtenus par la formule de Liang et al., et ce quelque soit le modèle de fissure considéré (type half-penny ou Palmqvist) :
- ❖ Les valeurs obtenues pour les deux borures FeB et Fe₂B sont :
 - FeB : $K_{IC} = 3.03 \text{ MPA m}^{1/2}$ parallèlement à la surface du substrat
 - Fe₂B : $K_{IC} = 3.17 -3.33 \text{ MPA m}^{1/2}$ parallèlement à la surface du substrat
 - Fe₂B : $K_{IC} = 7.08 -8.56 \text{ MPA m}^{1/2}$ perpendiculairement à la surface du substrat
- ❖ La comparaison entre les résultats obtenus dans l'ancien travail et cette étude nous permet d'avancer le suivant :
 - Les valeurs des facteurs d'intensité de contraintes critique (K_{IC}) obtenues pour les borures FeB et Fe₂B, dans la direction parallèle à la surface, avec les nouvelles formules sont comparables avec celles obtenues par la formule de Liang. En effet, la formule de Liang donne des valeurs de 2.7 et 3.3 MPA m^{1/2} respectivement pour les deux borures, alors que les autres formules donnent des valeurs de 3.03 MPA m^{1/2} pour le borure FeB et entre 3.17 et 3.33 MPA m^{1/2} pour le borure Fe₂B.
 - Comme dans l'ancienne étude, le borure Fe₂B a un facteur d'intensité de contraintes critique (K_{IC}) supérieurs à celui de FeB. ce résultat est une confirmation quantitative du fait communément admis que FeB est plus fragile que Fe₂B [6-10].

Références bibliographiques du chapitre VI :

- [1] O. Allaoui, N. Bouaouadja, G. Saindernan, “Characterization of boronized layers on a XC38 steel”, *Surface & Coatings Technology*, 2006.
- [2] Liang K. P. Orange G., Fantozzi G., “Evaluation by indentation of fracture toughness of ceramic materials”, *Journal of Materials Science*, 1990, Vol. 25, 207-214.
- [3] Sinha A. K., “Boriding, Surface harding of steel”, *Metals Handbook*, vol 5, Surface Cleaning, Finishing and coating, 10th edition, 1990, pp. 437-447.
- [4] Laykovich L.S., « Traitement thermochimique des métaux et alliage », Aide mémoire, Ed. Metallurgia, 1981, pp. 80-110 (en russe).
- [5] Rezakhanlou R., « Contribution à l'étude des mécanismes d'endommagement des matériaux revêtus en sollicitations de contact », 1991, Thèse INPL Nancy, France.
- [6] Bazille P., « La Boruration », *Revue de Mécanique, Matériaux et Electricité*, 1977, Vol. 336, pp. 26-32.
- [7] Eyre et Morri The metallurgy and wear characteristics of boride coating, *Heat Treatment of Metals*, 1978, Vol. 4, pp. 103-105.
- [8] Goeuriot Nouveau procédé industriel de boruration des aciers et cermets « BORUDIF », *Traitement Thermique*, 1983, Vol. 176, pp. 47-48.
- [9] Subrahmanyam J., Gopinath K., *Wear Studies on boronized mild steel*, *Wear*, 1984, Vol. 95, pp. 287-292.
- [10] Teneva D., Japrkova M., Structure and residual stresses in the surface layer of boride tool steels, *Journal of the Less-Common Metals*, 1986, Vol. 117, pp. 369-373.

Conclusion générale

Conclusion générale

L'indentation des matériaux par les techniques traditionnelles de micro et de macro indentation est utilisée depuis plus d'un siècle et l'on pourrait croire que tout a été dit sur ce sujet. Il n'en est rien et qu'il reste beaucoup à faire pour mieux comprendre les phénomènes mis en jeu pendant l'indentation des matériaux. Les domaines de caractérisation mécanique concernés par l'indentation sont en effet très nombreux et les méthodes mises en œuvre pas toujours bien maîtrisées. Ici, nous nous sommes attachés à évaluer les limites d'utilisation d'une part et les limites d'interprétation d'autre part pour deux propriétés très importantes des matériaux qui sont la dureté des matériaux massifs ou des films, et la ténacité des matériaux fragiles.

Le test d'indentation Vickers peut présenter de nombreux avantages, en particulier dans le cas de matériaux fragiles, pour la mesure ou l'approximation de la ténacité, dans le cas où les méthodes de mesures conventionnelles seraient inapplicables.

Selon la littérature, il n'est pas facile de calculer directement la ténacité des matériaux fragiles par indentation, en particulier par indentation Vickers, surtout lorsqu'il s'agit d'un revêtement (comme dans le cas des borures FeB et Fe₂B réalisés sur les aciers où l'épaisseur est variable de quelques microns jusqu'à quelques centaines de microns) vu l'effet du substrat qui doit être pris en considération.

Plusieurs auteurs ont proposé différentes formules mathématiques dans ce domaine à partir du régime de fissuration qui prend naissance aux sommets de l'empreinte Vickers.

Dans ce travail, nous effectuons une étude bibliographique riche sur les modèles et les formules existantes, et nous avons repris des travaux qui ont été effectués depuis 1991 en leur appliquant différents modèles et formules. L'interprétation des résultats obtenus et la comparaison des résultats nous a permis d'avancer les remarques et les conclusions suivantes :

La conclusion donne une méthodologie à suivre pour choisir la formule mathématique adéquate à appliquer pour déterminer le facteur d'intensité de contraintes (K_{IC}) des borures de fer FeB et Fe₂B en fonction de l'épaisseur de la couche de borure formée et le type de fissures provoquées par l'indentation.

En effet, à l'aide des techniques métallographiques nous pouvons connaître le type de fissuration en suivant les fissures liées à l'empreinte.

Les mesures par la technique d'indentation de la ténacité des couches borurées par la formule de Liang et al. (1990) ont abouti aux résultats suivant :

- FeB : $K_{IC} = 2.7 \text{ MPA m}^{1/2}$ parallèlement à la surface du substrat
- Fe₂B : $K_{IC} = 3.3 \text{ MPA m}^{1/2}$ parallèlement à la surface du substrat
- Fe₂B : $K_{IC} = 7.1 - 7.2 \text{ MPA m}^{1/2}$ perpendiculairement à la surface du substrat

Les différentes formules appliquées on obtient les mêmes résultats ou des résultats très proches avec une équation de type half-penny ou Palmquist :

- FeB : $K_{IC} = 3.03 \text{ MPA m}^{1/2}$ parallèlement à la surface du substrat
- Fe₂B : $K_{IC} = 3.17 - 3.33 \text{ MPA m}^{1/2}$ parallèlement à la surface du substrat
- Fe₂B : $K_{IC} = 7.08 - 8.56 \text{ MPA m}^{1/2}$ perpendiculairement à la surface du substrat

Vu que les valeurs de K_{IC} sont très proches pour les épaisseurs faibles, le choix de la formule se fait sur la base des données numériques nécessaires pour le calcul de K_{IC} est qui sont à notre portée.

Résumé

Beaucoup de chercheurs ont développé plusieurs modèles pour la détermination de la ténacité des matériaux fragiles par indentation Vickers.

Lorsque les modèles sont appliquées sur les revêtements, beaucoup des considérations sont à prendre en compte pour ne pas introduire l'influence du substrat sur les valeurs du Facteur d'intensité de contraintes K_{IC} . Souvent, lorsqu'on veut calculer le Facteur d'intensité de contraintes (K_{IC}), on a à faire à plusieurs formules mathématiques et on a une grande difficulté à faire le choix de la formule adéquate.

Dans ce travail, nous allons essayer de faire une étude bibliographique sur les modèles et les formules existantes, en présentant les points forts et les points faibles de chacune de ces formules. Bien sur, la critique sera faite sur la base des applications de ces formules et des résultats obtenus à l'aide de ces formules.

Vers la fin de ce travail, on vise à comparer les modèles présentés pour la détermination de la ténacité des couches de borures (FeB + Fe_2B) (par indentation Vickers) réalisées sur un substrat en acier.

Abstract

Many researchers have developed several models for determining the toughness of brittle materials by Vickers indentation.

When models are applied to coatings, many considerations must be taken into account to avoid introducing the influence of the substrate on the values of KIC stress intensity factor. Often, when we want to calculate the stress intensity factor (KIC), one has to do many mathematical formulas and has great difficulty in choosing the appropriate formula.

In this work, we will try to make a bibliographic study of models and existing formulas, presenting the strengths and weaknesses of each of these formulas. Of course, the criticism will be made on the basis of applications of these formulas and the results obtained using these formulas.

Towards the end of this work, we will compare the models presented for the determination of toughness borides layers (FeB + Fe_2B) (Vickers indentation) conducted on a steel substrate.

ملخص

وضع العديد من الباحثين العديد من النماذج لتحديد صلابة المواد الهشة بواسطة بصمة فيكرز.

عندما يتم تطبيق هذه النماذج على مواد الطلاء، يجب أن تؤخذ بعين الاعتبار العديد من الاعتبارات لتجنب إدخال تأثير الركيزة على قيم معامل شدة الإجهاد. في كثير من الأحيان، عندما نريد حساب معامل شدة الإجهاد (K_{IC})، يوجد العديد من الصيغ الرياضية، فنجد صعوبة كبيرة في اختيار الصيغة المناسبة.

في هذا العمل، سوف نحاول أن نقدم دراسة للعديد من النماذج والصيغ الحالية، وعرض نقاط القوة والضعف في كل من هذه الصيغ. بطبيعة الحال، سوف يتم الانتقادات على أساس تطبيق هذه الصيغ والنتائج التي حصل عليها باستخدام هذه الصيغ.

في نهاية هذا العمل، سوف يتم مقارنة النماذج المقدمة لتحديد صلابة طبقات البور (Fe_2B) ، التي أجريت على ركيزة الصلب بواسطة بصمة فيكرز