

**THESE**

**Présentée devant**

**L'ECOLE CENTRALE DE LYON**

**Pour obtenir**

**Le grade de DOCTEUR**

**Spécialité : GENIE DES MATERIAUX**

**Par**

**Florent LEDRAPPIER**

---

**MÉTHODOLOGIE D'ÉTUDE POUR OPTIMISER  
LA TENUE EN FATIGUE SUPERFICIELLE DE DÉPÔTS  
MINCES**

---

**Soutenue le 23 septembre 2005 devant la Commission d'Examen**

**JURY :**

**Mr A. B. VANNES (Président)**

**Mme G. INGLEBERT (Rapporteur)**

**Mr J. VON STEBUT (Rapporteur)**

**Mr A. PASGRIMAUD**

**Mme C. LANGLADE**

**Mr Y. GACHON**

**THESE**  
**Présentée devant**  
**L'ECOLE CENTRALE DE LYON**  
**Pour obtenir**  
**Le grade de DOCTEUR**  
**Spécialité : GENIE DES MATERIAUX**

**Par**  
**Florent LEDRAPPIER**

---

**MÉTHODOLOGIE D'ÉTUDE POUR OPTIMISER**  
**LA TENUE EN FATIGUE SUPERFICIELLE DE DÉPÔTS**  
**MINCES**

---

**Soutenu le 23 septembre 2005 devant la Commission d'Examen**

**JURY :**

**Mr A. B. VANNES (Président)**  
**Mme G. INGLEBERT (Rapporteur)**  
**Mr J. VON STEBUT (Rapporteur)**  
**Mr A. PASGRIMAUD**  
**Mme C. LANGLADE**  
**Mr Y. GACHON**

## ECOLE CENTRALE DE LYON

### *Liste des personnes habilitées à diriger des recherches*

<i>A</i>	ALLARD Bruno	<i>maître de conférence</i>	CEGELY	INSA	
	AIT-EL-HADJ Smail	<i>enseignant</i>	GRESTI	ECL	
	AURIOL Philippe	<i>professeur</i>	CEGELY	ECL	
<i>B</i>	BAILLY Christophe	<i>professeur</i>	LMFA	ECL	
	BATAILLE Jean	<i>professeur</i>	LMFA	UCBL	
	BAYADA Guy	<i>professeur</i>	MAPLY	INSA	
	BENHADID Hamda	<i>professeur</i>	LMFA	UCBL	
	BERGHEAU Jean-Michel	<i>professeur</i>	LTDS	ENISE	
	BEROUAL Abderrahmane	<i>professeur</i>	CEGELY	ECL	
	BERTOGLIO Jean-Pierre	<i>directeur de recherche</i>	LMFA	CNRS	
	BLANC-BENON Philippe	<i>directeur de recherche</i>	LMFA	CNRS	
	BUFFAT Marc	<i>professeur</i>	LMFA	UCBL	
	BURAIIS Noël	<i>maître de conférence</i>	CEGELY	ECL	
	BUREAU Jean-Claude	<i>professeur</i>	CEGELY	INSA	
	<i>C</i>	CAMBON Claude	<i>directeur de recherche</i>	LMFA	CNRS
CAMBOU Bernard		<i>professeur</i>	LTDS	ECL	
CARRIERE Philippe		<i>chargé de recherche</i>	LMFA	CNRS	
CHAMBAT Michèle		<i>professeur</i>	MAPLY	UCBL	
CHAMPAGNE Jean-Yves		<i>maître de conférence</i>	LMFA	INSA	
CHAMPOUSSIN J-Claude		<i>professeur</i>	LMFA	ECL	
CHANTE Jean-Pierre		<i>professeur</i>	CEGELY	INSA	
CHEN Liming		<i>professeur</i>	ICTT	ECL	
CLERC Guy		<i>professeur</i>	CEGELY	UCBL	
CLOAREC Jean-Pierre					
COQUILLET Bernard		<i>maître de conférence</i>	LTDS	ECL	
CREPEL Pierre		<i>chargé de recherche</i>	MAPLY	CNRS	
<i>D</i>		DAVID Bertrand	<i>professeur</i>	ICTT	ECL
<i>E</i>		ESCODIE Dany	<i>directeur de recherche</i>	LMFA	CNRS
<i>F</i>	FERRAND Pascal	<i>directeur de recherche</i>	LMFA	CNRS	
	FOUVRY Siegfried	<i>chargé de recherche</i>	LTDS	CNRS	
<i>G</i>	GAFFIOT Frédéric	<i>professeur</i>	LEOM	ECL	
	GAGNAIRE Alain	<i>maître de conférence</i>	LEOM	ECL	
	GALLAND Marie-Annick	<i>maître de conférence</i>	LMFA	ECL	
	GARRIGUES Michel	<i>directeur de recherche</i>	LEOM	CNRS	
	GAY Bernard	<i>professeur</i>	LMFA	UCBL	
	GENCE Jean-Noël	<i>professeur</i>	LMFA	UCBL	

## ECOLE CENTRALE DE LYON

### Liste des personnes habilitées à diriger des recherches

	GRENET Geneviève	directeur de recherche	LEOM	CNRS
	GUIRALDENQ Pierre	professeur émérite	IFOS	ECL
<i>H</i>	HAMADICHE Mahmoud	maître de conférence	LMFA	UCBL
	HEIBIG Arnaud	professeur	MAPLY	INSA
	HELLOUIN Yves	maître de conférence	-	ECL
	HENRY Daniel	chargé de recherche	LMFA	CNRS
	HERTZ Dominique	past	LTDS	ECL
	HOLLINGER Guy	directeur de recherche	LEOM	CNRS
<i>I</i>	ICHCHOU Mohamed	maître de conférence	LTDS	ECL
<i>J</i>	JAFFREZIC-RENAULT Nicole	directeur de recherche	CEGELY	CNRS
	JEANDEL Denis	professeur	LMFA	ECL
	JEZEQUEL Louis	professeur	LTDS	ECL
	JOSEPH Jacques	professeur	LEOM	ECL
	JUVE Daniel	professeur	LMFA	ECL
	JUVE Denyse	ingénieur de recherche	LMFA	ECL
<i>K</i>	KAPSA Philippe	directeur de recherche	LTDS	CNRS
	KRÄHENBÜHL Laurent	directeur de recherche	CEGELY	CNRS
	KRAWCZYK Stanislas	directeur de recherche	LEOM	CNRS
<i>L</i>	LACHAL Aimé	PRAG	MAPLY	INSA
	LANCE Michel	professeur	LMFA	UCBL
	LANGLADE-BOMBA Cécile	maître de conférence	LTDS	ECL
	LE BOT Alain	chargé de recherche	LTDS	CNRS
	LE HELLEY Michel	professeur	-	ECL
	LE RIBAUT Catherine	chargée de recherche	LMFA	CNRS
	LEBOEUF Francis	professeur	LMFA	ECL
	LOHEAC Jean-Pierre	maître de conférence	MAPLY	ECL
	LOUBET Jean-Luc	directeur de recherche	LTDS	CNRS
	LYONNET Patrick	professeur	LTDS	ENISE
<i>M</i>	MAITRE Jean-François	professeur émérite	MAPLY	ECL
	MARION Martine	professeur	MAPLY	ECL
	MARTELET Claude	professeur	CEGELY	ECL
	MARTIN Jean-Michel	professeur	LTDS	ECL
	MARTIN Jean-René	professeur émérite	LEOM	ECL
	MASSON Jean-Pierre	professeur	CEGELY	UCBL
	MATHIA Thomas	directeur de recherche	LTDS	CNRS

## ECOLE CENTRALE DE LYON

### Liste des personnes habilitées à diriger des recherches

	MOREL Robert	professeur	LMFA	INSA
	MOUSSAOUI Mohand	professeur	MAPLY	ECL
	MUSY François	maître de conférence	MAPLY	ECL
<i>N</i>	NICOLAS Alain	professeur	CEGELY	ECL
	NICOLAS Laurent	directeur de recherche	CEGELY	CNRS
<i>P</i>	PERKINS Richard	professeur	LMFA	ECL
	PERRET-LIAUDET Joël	maître de conférence	LTDS	ECL
	PHANER-GOUTORBE Magali	maître de conférence	LEOM	ECL
	POUSIN Jérôme	professeur	MAPLY	INSA
	PONSONNET Laurence	maître de conférence	CEGELY	ECL
	PREVOT Patrick	professeur	ICTT	INSA
<i>R</i>	REBOUX Jean-Luc	professeur	LTDS	ENISE
	RETIF Jean-Marie	maître de conférence	CEGELY	INSA
	ROBACH Yves	professeur	LEOM	ECL
	ROGER Michel	professeur	LMFA	ECL
	ROJAT Gérard	professeur	CEGELY	UCBL
	ROUSSEAU Jacques	professeur émérite	LTDS	ENISE
	ROUY Elisabeth	professeur	MAPLY	ECL
<i>S</i>	SALVIA Michelle	maître de conférence	LTDS	ECL
	SANDRI Dominique	maître de conférence	MAPLY	UCBL
	SCHATZMAN Michelle	directeur de recherche	MAPLY	CNRS
	SCOTT Julian	professeur	LMFA	ECL
	SIDOROFF François	professeur	LTDS	ECL
	SIMDENS Serge	chargé de recherche	LMFA	CNRS
	SOUTEYRAND Eliane	directeur de recherche	LEOM	CNRS
	STREMSDOERFER Guy	professeur	LTDS	ECL
	SUNYACH Michel	professeur	LMFA	UCBL
<i>T</i>	TARDY Jacques	directeur de recherche	LEOM	CNRS
	THOMAS Gérard	professeur	AGEP UCBL	ECL
	THOUVEREZ Fabrice	maître de conférences	LTDS	ECL
	TREBINJAC Isabelle	maître de conférences	LMFA	ECL
	TREHEUX Daniel	professeur	LTDS	ECL
<i>V</i>	VANNES André-Bernard	professeur émérite	LTDS	ECL
	VIKTOROVITCH Pierre	directeur de recherche	LEOM	CNRS
	VINCENT Léo	professeur	LTDS	ECL
	VOLPERT Vitaly	directeur de recherche	MAPLY	CNRS

## REMERCIEMENTS

Le travail présenté dans ce manuscrit a été réalisé dans le cadre d'une thèse Cifre au laboratoire d'Ingénierie et de Fonctionnalisation des Surfaces dirigé par le professeur Daniel TREHEUX. Ce laboratoire a fusionné au cours de cette thèse avec le Laboratoire de Tribologie et de Dynamique des Systèmes de l'Ecole Centrale de Lyon dirigé par le professeur Philippe KAPSA. Ces travaux ont été encadrés par la société Hydromécanique Et Frottement R&D dirigée par monsieur Jean-Paul TERRAT et monsieur Philippe MAURIN-PERRIER.

Je tiens tout d'abord à remercier le professeur A. Bernard VANNES pour son accueil au sein du LTDS, pour m'avoir fait l'honneur de présider le jury de cette thèse ainsi que pour sa disponibilité au cours de ces travaux. Je remercie également le professeur Cécile LANGLADE pour son suivi au cours de ces trois années, Bernard COUILLET pour sa disponibilité et ses conseils, Alain LE BOT et Joël PERRET-LIAUDET pour leurs observations et conseils en mécanique.

Je dois à Monsieur Yves GACHON, de la société HEF R&D, l'opportunité d'entreprendre ces travaux de recherche. Je lui adresse mes sincères remerciements ainsi qu'à Monsieur Laurent HOUZÉ et Monsieur Christophe HÉAU pour m'avoir accueilli au sein d'HEF et fait bénéficier de leurs précieuses expériences.

Monsieur Jürgen VON STEBUT et Madame Geneviève INGLEBERT m'ont fait l'honneur d'être les rapporteurs de ce manuscrit. Qu'ils trouvent ici l'expression d'une sincère reconnaissance.

Outre HEF R&D, deux industriels ont soutenu ce travail. Je voudrais citer Monsieur Marcel THEROND et Monsieur Patrick CHESSARI de TECHNIFOR et Monsieur Alain PASGRIMAUD de Renault, ce dernier prenant également part au jury.

Je tiens également à citer Monsieur Richard KOUITAT du LSGS, Monsieur Geoffrey LAPAILLE et Monsieur Frédéric PENET de TECHNIFOR pour leur participation à cette étude.

Il me reste encore quelques remerciements, et non des moindres, à adresser à tous mes collègues, et souvent amis, qui m'ont aidé et soutenu au cours de ces trois ans, tant à HEF – Alexandra, Henri, Yvon, Jean-Paul, Shamba, Julien, Marie-Hélène, Nadège et tous les autres – qu'au LTDS – Dominique, Jean-Michel, Michelle, Denise, Anne-Laure, Eugénio, Nitin, Frida, Florent... – ainsi que ceux qui n'ont pas forcément intervenu directement dans mon travail mais qui ont contribué à son bon déroulement.

Un grand merci également à Aurore, pour son soutien au cours de ces trois années ainsi que pour ses corrections du manuscrit.

# SOMMAIRE

<b>1</b>	<b>PRÉSENTATION DU CONTEXTE DE L'ÉTUDE .....</b>	<b>14</b>
1.1	FROTTEMENT, USURE ET LUBRIFICATION DANS L'AUTOMOBILE .....	14
1.2	LES DÉPÔTS PVD, CVD ET PACVD : PROCÉDÉS ET APPLICATIONS .....	17
1.2.1	<i>Procédé de dépôt physique en phase Vapeur</i> .....	17
1.2.2	<i>Réalisation des dépôts de DLC par PACVD</i> .....	18
1.3	CARACTÉRISATION ET PROPRIÉTÉS DES DÉPÔTS PVD .....	20
1.3.1	<i>Mesure de l'épaisseur par Calotest™</i> .....	20
1.3.2	<i>Mesure de la dureté et du module de Young par microdureté instrumentée</i> .....	21
1.3.3	<i>Mesure de l'adhérence des dépôts minces</i> .....	23
1.3.3.1	Etude de l'adhérence par indentations .....	23
1.3.3.2	Essai de rayure à charge croissante traditionnel .....	24
1.3.3.3	Essais de rayure monotone multipasses et nanoscratch .....	26
1.3.4	<i>Mesure de la mouillabilité, du coefficient de frottement et de l'usure</i> .....	27
1.3.4.1	Mesure de l'énergie de surface par le test de la goutte .....	27
1.3.4.2	Mesure du coefficient de frottement au tribomètre rotatif .....	27
1.3.5	<i>Contraintes résiduelles dans les dépôts PVD</i> .....	28
1.3.5.1	Contraintes résiduelles d'origine thermique .....	29
1.3.5.2	Contraintes résiduelles intrinsèques.....	29
1.3.5.3	Mesure des contraintes résiduelles par la méthode de la flèche.....	30
1.3.5.4	Mesure des contraintes résiduelles par diffraction des rayons X .....	31
1.4	CONTEXTE DE LA PRÉSENTE ÉTUDE : .....	32
<b>2</b>	<b>BIBLIOGRAPHIE : FONDEMENTS THÉORIQUES ET ÉTAT DE L'ART SUR LA FATIGUE SUPERFICIELLE.....</b>	<b>34</b>
2.1	MÉCANIQUE DU CONTACT ET DE L'IMPACT.....	34
2.1.1	<i>Le contact élastique selon la théorie de Hertz</i> .....	34
2.1.2	<i>Le choc élastique</i> .....	36
2.1.3	<i>Les contacts élasto-plastiques et plastiques</i> .....	37
2.1.4	<i>Chocs inélastiques et influence de la vitesse de déformation</i> .....	40
2.1.5	<i>Etude multi-impacts et formation de la « transformation tribologique de surface »</i> .....	42
2.1.6	<i>Influence d'un dépôt et de l'inhomogénéité des échantillons sur le contact</i> .....	44
2.1.6.1	Cas des dépôts minces .....	44
2.1.6.2	Cas des dépôts épais .....	44
2.1.7	<i>Influence de l'état de surface sur la sévérité du contact</i> .....	47
2.2	RUPTURE DES MATÉRIAUX PAR FATIGUE .....	49
2.2.1	<i>Généralités sur la fatigue, mécanismes, représentations</i> .....	49
2.2.2	<i>Aspect statistique de la rupture par fatigue</i> .....	52
2.3	ESSAIS DE FATIGUE SUR LES DÉPÔTS PVD.....	54
2.3.1	<i>Etude de l'endurance des couches dures par des essais de fatigue traditionnels</i> .....	54
2.3.2	<i>Caractérisation de l'endurance des couches dures en roulement</i> .....	54
2.3.3	<i>Etude de la tenue de dépôts minces en fretting-fatigue</i> .....	55
2.3.3.1	Présentation des essais de fretting .....	55
2.3.3.2	Propriétés de dépôts PVD en fretting.....	59
2.4	ESSAIS DE CHocs RÉPÉTÉS SUR DES DÉPÔTS DURS .....	60
2.4.1	<i>Essais de chocs répétés sévères</i> .....	60
2.4.2	<i>Influence de la lubrification et de la température sur la tenue des matériaux au chocs répétés</i> .....	63
2.4.3	<i>Utilisation du calcul numérique pour interpréter les essais de chocs élasto-plastiques répétés</i> .....	64
2.4.4	<i>Essais de chocs répétés sur des multicouches</i> .....	65
<b>3</b>	<b>PRÉSENTATION DU MICRO-PERCUTEUR ET DE SON INSTRUMENTATION .....</b>	<b>68</b>
3.1	PRÉSENTATION DU BANC DE MICRO PERCUSSION : .....	68
3.2	OPTIMISATION DES ESSAIS RÉALISÉS SUR LA CN312CM : .....	70
3.2.1	<i>Augmentation de la cadence des impacts</i> .....	70
3.2.2	<i>Instrumentation du micro-percuteur : Capteurs de déplacement et de force</i> .....	75
3.2.2.1	Utilisation du capteur de déplacement .....	75
3.2.2.2	Mesure de la vitesse d'impact.....	79
3.2.2.3	Mesure de la force d'impact .....	81
3.2.2.4	Réponse impulsionnelle et déconvolution du signal de force .....	86
3.2.2.5	Observation de l'enfoncement de l'indenteur pendant l'impact .....	94
3.3	MISE AU POINT DU SYSTÈME DE SUIVI OPTIQUE .....	96

3.4	OBSERVATIONS SUR DES IMPACTS RÉALISÉS SUR DES DÉPÔTS PVD .....	99
3.4.1	<i>Identification de différents modes d'endommagement des dépôts</i> .....	99
3.4.2	<i>Etude de la distribution des zones d'amorce des écailles</i> .....	103
3.4.3	<i>Observation de la croissance des écailles</i> .....	105
3.4.4	<i>Identification d'un mécanisme d'écaillage par flambement du dépôt</i> .....	107
3.4.5	<i>Etude de l'adhérence des dépôts et estimation d'une ténacité de l'interface</i> .....	112
3.5	ANALYSE STATISTIQUE DES ESSAIS DE CHOCS RÉPÉTÉS.....	117
<b>4</b>	<b>TRAITEMENT ET CARACTÉRISATION DES DÉPÔTS PVD ET PACVD.....</b>	<b>121</b>
4.1	RÉALISATION DES PIÈCES D'ESSAI .....	121
4.1.1	<i>Etude thermique des poussoirs</i> .....	121
4.1.2	<i>Traitement des poussoirs</i> .....	123
4.2	CARACTÉRISATION DES DÉPÔTS .....	124
4.2.1	<i>Caractérisation traditionnelle des couches minces</i> .....	124
4.2.2	<i>Essais de fretting sur les dépôts étudiés</i> .....	127
4.3	ESSAIS DE CHOCS RÉPÉTÉS SUR LES DÉPÔTS PVD.....	130
4.3.1	<i>Réalisation des essais de chocs répétés sur poussoirs tribofinis</i> .....	130
4.3.2	<i>Influence de l'état de surface</i> .....	131
4.3.3	<i>Classification des couches dures lors des essais de chocs répétés</i> .....	134
4.3.4	<i>Etude des dépôts en deux couches</i> .....	136
4.3.5	<i>Lien avec essais de caractérisation traditionnels et synthèse</i> .....	139
<b>5</b>	<b>BIBLIOGRAPHIE :.....</b>	<b>143</b>

## Nomenclatures

Notation	Désignation	U. S. I.	Notation	Désignation	U. S. I.
A	Constante	-	m	Masse indenteur	kg
Vol	Volume (usure)	m <sup>3</sup>	M	Masse échantillon	kg
F	Force	N	V	Vitesse d'impact	m/s
F <sub>N</sub>	Force normale	N	$\dot{\epsilon}$	Vitesse de déformation	s <sup>-1</sup>
F <sub>T</sub>	Force tangentielle	N	$\epsilon$	Déformation	-
F <sub>0</sub>	Force ultime (fatigue)	N		Durée impulsion	s
F <sub>c</sub>	Force critique (fatigue)	N	f	Fréquence	s <sup>-1</sup>
H	Dureté	N/m <sup>2</sup>	f <sub>0</sub>	Fréquence propre	s <sup>-1</sup>
L, l	Distances, longueurs	m	$\Psi$	Indice Greenwood-Williamson	-
R	Rayon (billes, courbure)	m		S	Surface
	Résistance électrique	$\Omega$	$\beta$	Rayon aspérité (rugo)	m
$\delta$	Profondeur empreintes	m	$\chi$	Facteur analyse rugo	-
D, d	Diamètre d'empreinte (ou diagonale)	m		Statistique $\chi^2$	-
D	Débattement (fretting)	m	KDV	Critère Dang Van	-
e	Epaisseur du dépôt	m	Ampl	Amplitude d'un signal	Variable
h	Enfoncement indenteur	m	$\lambda$	Longueur d'onde	m
	Hauteur initiale bille		N	Nombre de cycles	entités
E	Module de Young	Pa	P	probabilité	- ou %
E <sub>0</sub>	Module apparent	Pa	m <sub>w</sub>	Module de Weibull	-
E*	Module équivalent	Pa	u	déplacement	m
$\nu$	Coefficient Poisson	-	t	temps, durée	s
W	Energie, travail	J	Q	Puissance, chaleur	W
W <sub>c</sub>	Energie cinétique	J	$\omega$	Pulsation	rad/s
K <sub>IC</sub>	Ténacité	Pa.m <sup>1/2</sup>	$\omega_0$	Pulsation propre amortie	rad/s
L <sub>c</sub>	Charge critique (rayure)	N	$\omega_d$	Pulsation propre non amortie	rad/s
$\mu$	Coefficient frottement	-	k	Raideur contact	N.m <sup>-3/2</sup>
$\sigma$	Contraintes	Pa	$\Omega_0$	Pulsation propre contact	rad/s
	Ecart type (rugo)	m	$\Phi_0$	Fréquence propre contact	rad/s
$\sigma_{rés.}$	Contraintes résiduelles	Pa	K	Rigidité	N/m
T	Température	K	$\Gamma$	Accélération	m/s <sup>2</sup>
$\alpha$	Coefficient dilatation	K <sup>-1</sup>	G	Gain	-
R*	Rayon équivalent	m	c	Coefficient amortissement	N.s/m
a	Rayon de la zone de contact	m		$\zeta$	Taux d'amortissement
p	Pression (de contact)	Pa	$\gamma$	Résilience	J/m <sup>2</sup>
p <sub>0</sub>	Pression maximale	Pa	R <sub>D</sub>	Ration dispersion	-
p <sub>moy</sub>	Pression moyenne	Pa	j	imaginaire pur	
$\tau$	Cisaillement	Pa	$\sigma_y$	Limite d'élasticité	Pa

Indices : d = depot ; s = substrat

## RESUME

La plupart des pièces revêtues utilisées dans le domaine de la transmission de puissance sont soumises à des sollicitations de chocs répétés. Lorsque ces pièces sont correctement dimensionnées, leur endommagement va être lié à des mécanismes de fatigue superficielle. Afin d'améliorer la durabilité de ces pièces, les dépôts de type PVD et PACVD semblent particulièrement adaptés. Malheureusement, ces dépôts ne peuvent actuellement pas être utilisés sur des composants dont le remplacement est plus délicat que les outils. Une compréhension des mécanismes d'endommagement rendra possible l'optimisation de la tenue en fatigue des revêtements.

Dans le but de caractériser la tenue à la fatigue superficielle des couches minces et dures de type PVD, un banc d'essai d'impacts répétés a été mis au point. La possibilité de caractériser ces revêtements sous une sollicitation de chocs répétés est alors illustrée à travers une classification et des cartes de fatigue de dépôts de TiBN, de CrN et de DLC.

## ABSTRACT

The most of mechanical components used for transmission of movement are subjected to repeated impacts or cyclic loading. If these elements are well designed and materials well chosen, their endurance is linked to surface fatigue mechanisms. In order to improve the fatigue behaviour of these pieces, hard coatings, like PVD or PACVD coatings, seems to be appropriate. Unfortunately, nowadays, such hard coatings could not be used for elements whose replacement is more difficult than cutting tools. The comprehension of the failure mechanisms will make possible the optimisation of the fatigue behaviour of hard coatings.

In order to study the surface fatigue behaviour of thin hard PVD coatings, a specific apparatus was developed to carry out repeated impacts with a broad range of energy. The possibility to chart the fatigue behaviour of different coatings is illustrated through the example of TiBN, CrN, Cr<sub>x</sub>N<sub>y</sub> and DLC coatings.

# INTRODUCTION

Depuis les années 90, les dépôts durs et minces obtenus par procédé PVD (Physical Vapour Deposition) ou PACVD (Plasma Assisted Chemical Vapour Deposition) se sont développés de manière importante car ils représentent un fort potentiel pour l'amélioration des performances tribologiques des pièces mécaniques. En effet ces dépôts surclassent généralement les traitements de durcissement superficiel traditionnels tant par leur propriétés intrinsèques (dureté, module) que par leur résistance aux tests d'usure classiques de laboratoire.

Cependant la mise en œuvre de ces films innovants sur des pièces réelles relève encore de l'empirisme faute de moyens théoriques pour dimensionner les couches et de méthodes adaptées à la prédiction de leur durabilité. En effet la plupart des pièces mécaniques transmettant des mouvements, comme les poussoirs ou les engrenages, sont soumises à des chocs répétés ou à des chargements cycliques.

Une fois surmontés les écueils liés à une adhérence insuffisante ou une trop faible résistance à l'abrasion, les couches dures vont périr dans la plupart des cas par des mécanismes de fatigue superficielle. Dans le but de qualifier la tenue en fatigue de dépôts minces et durs, une panoplie de caractérisations doit être mise en œuvre allant de la simple caractérisation élémentaire à la cartographie du comportement sans oublier l'approche tribologique du problème. Un dispositif de caractérisation par chocs répétés a été mis au point afin de comparer le comportement de différents dépôts minces sous ce type de sollicitation.

# CHAPITRE 1

# 1 PRÉSENTATION DU CONTEXTE DE L'ÉTUDE

L'objectif de l'étude est de mettre au point un outil de caractérisation des couches dures réalisées par procédé PVD – Physical Vapour Deposition : Dépôt Physique en phase Vapeur – et PACVD – Plasma Assisted Chemical Vapour Deposition : Dépôts Chimiques en phase Vapeur Assistés par Plasma – du point de vue de la tenue en fatigue superficielle. Cet objectif constitue un point de passage obligé afin d'ouvrir à ces technologies les marchés des pièces mécaniques de grande série, notamment pour l'automobile.

## 1.1 Frottement, usure et lubrification dans l'automobile

Pour l'industriel, cette étude s'inscrit dans une politique d'entreprise dictée par les lois européennes sur l'émission de rejets. L'application de dépôts durs et minces sur des pièces de moteurs permettrait d'une part d'augmenter la résistance à l'usure des composants et d'autre part de diminuer les pertes d'énergie par frottement, ce qui entraîne des économies de carburant et une limitation des rejets.

Selon le type de véhicule – diesel ou essence – et le régime du moteur, le frottement représente une perte d'énergie de 15 à 40 % de l'énergie totale disponible lors de la combustion du carburant – [TAYLOR 1998], [PRIEST 2000]. La répartition de ces pertes mécaniques par frottement dans un moteur à explosion est présentée sur le diagramme de la Figure 1 – [TAYLOR 1998] :

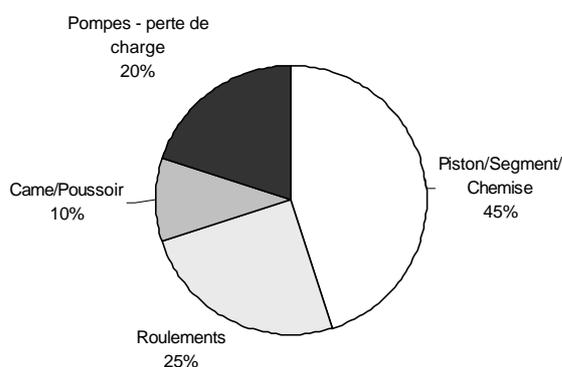


Figure 1 Répartition des pertes mécaniques par frottement dans moteur

La lubrification des composants varie avec le régime moteur, les contributions des pertes d'énergie par frottement dans les organes de distribution peuvent varier de 30 % à 1000 tr/min à 10 % à 6000 tr/min.

Ces pertes d'énergie par frottement sont obtenues dans des conditions appropriées de lubrification du moteur. La Figure 2 présente les régimes de lubrification de quelques composants d'un moteur sur un diagramme de Stribeck. Dans ce type de représentation, le nombre de Sommerfeld est une grandeur représentative de l'épaisseur du film de lubrifiant entre les deux antagonistes.

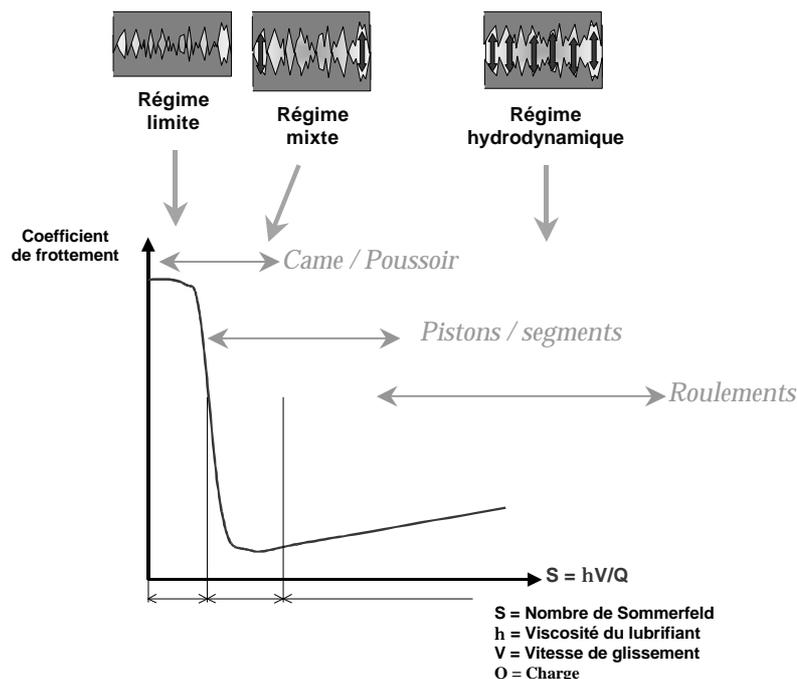


Figure 2 Diagramme de Stribeck

Dans le cadre de cette étude, la pièce d'application choisie est un poussoir mécanique de moteur diesel. Le système came/poussoir fonctionnant en régime mixte de lubrification, des microcontacts entre la surface de la came et celle du poussoir provoquent une usure de ces composants.

Des modèles d'usure des systèmes came / poussoir ont été développés par Hugnell et al. – [HUGNELL 1994], [HUGNELL 1996] – sur la base de la loi d'usure d'Archard :

$$(1) \quad Vol = \frac{A \cdot F_N \cdot L}{H}$$

Vol est le volume de matière usé ( $m^3$ )

A est le coefficient d'usure, dépendant des antagonistes et de la géométrie du contact (sans dimension)

$F_N$  est la charge normale (N)

H est la dureté du matériau ( $N/m^2$ )

L est la distance de glissement (m)

Un durcissement de la surface de ces composants par une trempe superficielle ou une carbonituration permet ainsi d'en limiter l'usure [KANO 1993], [MICHALSKI 2000]. Ensuite, afin de limiter l'usure des poussoirs, leur rotation sur leur axe est favorisée par un bombé à grand rayon de courbure ou une légère excentricité du plan de symétrie de la came. Ce mouvement permet de répartir l'enlèvement de matière par la came sur toute la surface du poussoir. Les schémas de la Figure 3 présentent l'ensemble du mécanisme came/poussoir/soupape.

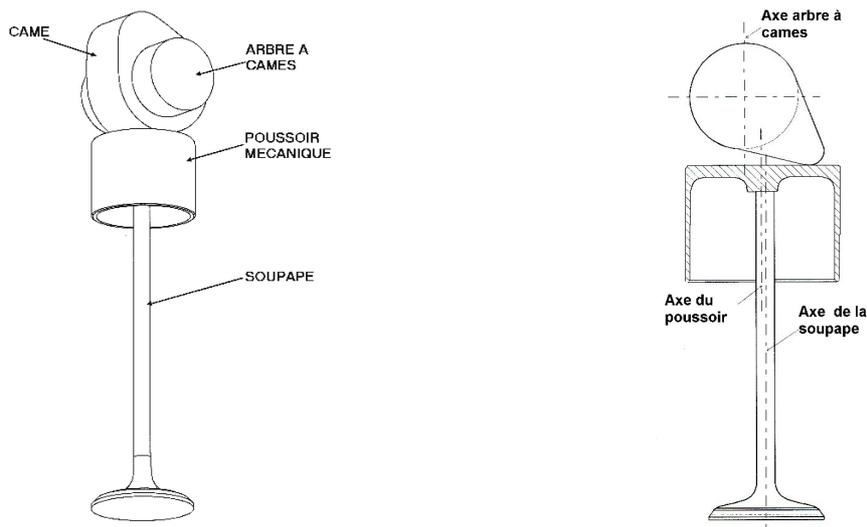


Figure 3 Mécanisme Came / Poussoir

La vitesse de rotation de l'arbre à cames varie de 700 tr/minute – régime ralenti, le plus sévère d'un point de vue mécanique – à 4000 tr/minute. L'ensemble fonctionne dans un brouillard d'huile sous une pression de 3 bars et dont la température varie de la température ambiante – moteur froid – à 110°C, la température normale de fonctionnement est de 90°C.

Un certain nombre d'applications de dépôts minces ont déjà été développées, notamment au Japon avec Nissan et Toyota avec des revêtements de TiN. En raison de sa dureté élevée, ce dépôt est approprié pour limiter l'usure des composants. Cependant, avec un coefficient de frottement de 0,7, il n'entraîne aucune économie d'énergie. Une étude de Ford a montré que des poussoirs revêtus de DLC – Diamond Like Carbon – pourraient permettre un gain de 1 % sur la consommation de gasoil, ce qui représente une économie de 200 L de carburant sur la durée de vie du véhicule et 500 kg de CO<sub>2</sub> non rejetés dans l'atmosphère – sur une base d'un véhicule parcourant 250 000 km et consommant 8,5 L / 100 km. Pour un gain en consommation identique, il faudrait alléger le véhicule de 16 kg, soit substituer près de 50 kg d'alliages de magnésium à des matériaux plus denses.

Si les propriétés des dépôts PVD et PACVD permettent d'améliorer les performances des machines, leur application dans des systèmes de transmission de puissance n'est pas encore au point. Leur dégradation accidentelle peut entraîner un endommagement catastrophique de l'ensemble du système mécanique. Pour cette raison, ces dépôts ne sont actuellement utilisés que sur des pièces « consommables », comme les outils de coupe ou de mise en forme, dont l'usure peut être surveillée en temps réel et dont la défaillance est gérable. En revanche, leur application sur des systèmes plus complexes et en particulier dans l'automobile, nécessite une maîtrise de leur endurance. La défaillance d'un dépôt constitue un risque pour le consommateur final et un risque commercial pour le fabricant.

Ainsi, l'endurance des dépôts sous des sollicitations tribologiques répétitives comme l'abrasion, la fatigue superficielle et le fretting doit être déterminée et maîtrisée avant leur application sur des composants de série. Les essais de caractérisation traditionnels des couches dures – épaisseur, dureté, adhérence – n'étant plus suffisants lorsque qu'il s'agit de déterminer la durée de vie d'un dépôt sous une sollicitation cyclique donnée, l'enjeu de cette étude est donc de mettre au point un essai de caractérisation de la tenue en service des dépôts. L'objectif expérimental de cette étude est de développer une technique de classement des dépôts en termes d'endurance et de tenue en service plus rapide et moins coûteuse que des essais sur bancs d'organes.

## 1.2 Les dépôts PVD, CVD et PACVD : procédés et applications

De façon générale, les procédés de Dépôt Physique en phase Vapeur consistent à évaporer un matériau à partir d'une cible. Les atomes de ce matériau viennent ensuite se condenser sur la surface à revêtir et forment des couches de quelques microns qui peuvent atteindre une très grande dureté.

### 1.2.1 Procédé de dépôt physique en phase Vapeur

Parmi les différentes techniques PVD – pulvérisation cathodique, évaporation à l'arc – HEF a développé en particulier le procédé PEMS<sup>TM</sup> – Plasma Enhanced Magnetron Sputtering – qui permet d'obtenir un rendement d'ionisation plus élevé en superposant un champ magnétique au champ électrique – [MAURIN-PERRIER 1999] , [MAURIN-PERRIER 2000] .

L'application d'une tension élevée entre deux électrodes – de l'ordre de 1500 V entre deux électrodes distantes de 10 mm – sous une pression réduite de gaz neutre – Argon à 5 Pa – arrache les électrons aux atomes de l'atmosphère résiduelle et forme un plasma constitué d'ions  $Ar^+$  qui va être accéléré vers la cathode. Si l'énergie cinétique des ions est suffisante – quelques centaines d'électronvolts – ils vont éjecter de la cible des atomes par transfert de quantité de mouvement. La vapeur métallique ainsi formée va se condenser sur le substrat. Dans le cas de la pulvérisation magnétron, un champ magnétique est superposé au champ électrique afin d'obtenir un taux d'ionisation de la décharge plus élevé, les lignes de champ magnétique permettant de confiner les électrons au voisinage de la cathode. Le schéma de la Figure 4 illustre ce procédé.

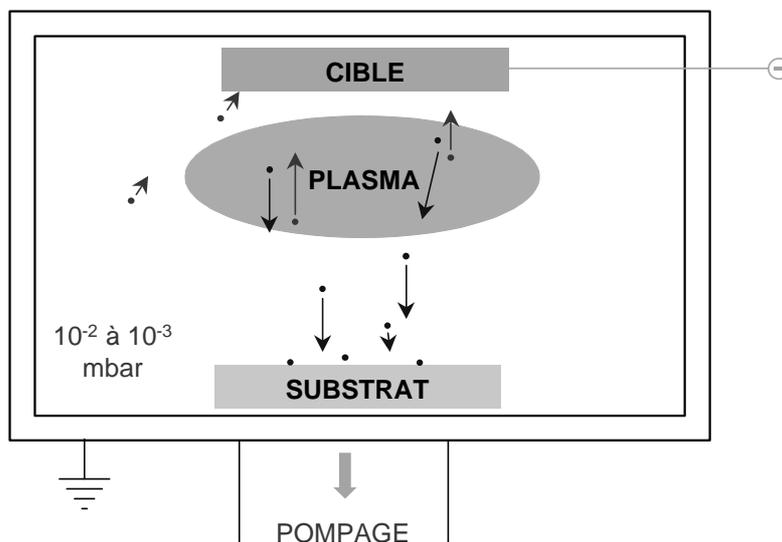


Figure 4 Procédé de Dépôt Physique en Phase Vapeur

L'énergie cinétique élevée des particules arrachées conduit généralement à une bonne adhérence des dépôts. Les dépôts peuvent également être réalisés par dépôt cathodique en mode réactif en introduisant un gaz réactif dans l'enceinte qui va interagir avec le composé de la cible. Ainsi, les dépôts dopés à l'azote – TiN, CrN – sont par exemple obtenus en

introduisant du diazote ou de l'ammoniaque dans l'enceinte et les dépôts dopés au carbone – TiC, TiCN – sont obtenus en introduisant un hydrocarbure – acétylène, méthane...

Le contrôle des débits de gaz réactif et de gaz neutre permet de faire varier la composition chimique du dépôt. Une fois la concentration en azote ou en carbone définie, la chimie du dépôt peut être décrite en fonction de la pression et de la température dans l'enceinte à l'aide de diagrammes binaires ou ternaires. Les propriétés mécaniques de ces dépôts dépendent en grande partie de leur microstructure et de leur chimie qui déterminent d'une part la dureté de la couche elle-même, mais aussi des liaisons faites avec le substrat – liaisons métalliques, ioniques ou covalentes – [HERR 1993].

Par ces procédés, il est désormais possible de réaliser de manière reproductible des couches de 3 à 5  $\mu\text{m}$  d'épaisseur pour des coûts en baisse constante du fait de l'optimisation du procédé – augmentation de la capacité des enceintes, manutention des pièces. Ce type de traitement est actuellement utilisé à des fins décoratives et optiques – afin de donner un aspect métallique réfléchissant à des surfaces en verre ou en polymères – ainsi que pour la lutte anti-usure de certains composants. Des couches minces et dures sur des outils de coupe – TiN, TiBN, CrN, TiAlN – permettent d'en ralentir l'usure et donc d'en augmenter la durée de vie. Les propriétés anti-collage des dépôts base chrome – CrN,  $\text{Cr}_x\text{N}_y$  – sont particulièrement appropriées pour le traitement de moules pour la fonderie.

Les dépôts de DLC – Diamond Like Carbon – se distinguent des autres dépôts minces par leur faible coefficient de frottement – souvent inférieur à 0,1 – et de bonnes propriétés anti-usure. Contrairement aux dépôts base titane ou base chrome, ces couches minces sont réalisées par PACVD – Plasma Assisted Chemical Vapour Deposition.

### ***1.2.2 Réalisation des dépôts de DLC par PACVD***

Les dépôts de DLC sont obtenus par PACVD en introduisant des précurseurs hydrocarbonés – méthane, cyclohexane ou acétylène – dans le plasma d'argon. Ces gaz réactifs sont ainsi craqués et réagissent sur le substrat pour former un dépôt amorphe.

Les DLC sont des revêtements amorphes, composés principalement de carbone  $\text{sp}^2$ -hybridation type graphite – de carbone  $\text{sp}^3$  – hybridation type diamant – et d'hydrogène. Les proportions des liaisons type graphite ou diamant, ainsi que la teneur en hydrogène du dépôt, dépendent directement des paramètres du procédé. La teneur en hydrogène peut varier de quelques pour-cent pour les dépôts réalisés par pulvérisation cathodique d'une cible en graphite à près de 60 % par procédé PACVD. Ainsi, il existe une grande variété de DLC dont les propriétés varient considérablement avec la teneur en hydrogène et les proportions des différentes hybridations du carbone [DONNET 1997], [DONNET 1999], [ROBERTSON 2002].

Une fois les procédés de dépôt PVD et PACVD maîtrisés, des difficultés sont rencontrées pour assurer l'adhérence de ces dépôts en vue d'applications mécaniques. Tout d'abord, de part leur procédé de réalisation, ces dépôts présentent des contraintes résiduelles en compression élevées – de plusieurs GPa. Ensuite, les atomes de carbone, contrairement aux atomes de chrome ou de titane, ne sont pas capables de créer des liaisons métalliques avec les atomes du substrat afin d'assurer l'adhérence du dépôt. Une couche intermédiaire d'accrochage est donc nécessaire pour assurer l'adhérence des DLC sur des substrats métalliques. Ces couches sont généralement des composés à base de silicium ou de titane [MAURIN-PERRIER 2004], [PASGRIMAUD 2004] qui peuvent former des liaisons covalentes avec le carbone du DLC et des liaisons métalliques avec le substrat. Ces couches

intermédiaires permettent également de compenser les contraintes résiduelles importantes présentes dans les DLC à l'origine d'un cisaillement excessif de l'interface dépôt/substrat.

Les dépôts de DLC se distinguent par un coefficient de frottement faible dans l'air ambiant humide, un coefficient de frottement exceptionnellement bas dans un gaz neutre sec ou dans le vide, mais peuvent présenter des coefficients de frottement élevé dans le dioxygène sec [GRILL 1997]. Ces propriétés sont dues à une graphitisation des différents antagonistes induite par l'usure du dépôt. Lorsque le milieu est oxydant, une dégradation tribochimique du revêtement accélère son usure et augmente le coefficient de frottement [DONNET 1998]. Ces dépôts sont également dotés d'une grande dureté – pouvant atteindre les 3000 Hv – ce qui en fait un excellent moyen de lutte contre l'usure et explique l'intérêt des constructeurs automobiles pour ce type de dépôt [PASGRIMAUD 2004].

Selon les propriétés recherchées, les dépôts de DLC peuvent être enrichis en métaux – tungstène, titane – en metalloïdes – silicium, fluor – ou de l'azote afin de modifier leurs propriétés mécaniques. Ces dopages permettent notamment de diminuer les contraintes résiduelles de compression dans ces dépôts, de modifier leur énergie de surface et de ralentir la dégradation tribochimique du dépôt [DONNET 1998].

Les procédés de pulvérisation cathodique permettent de réaliser des films de quelques micromètres avec des propriétés mécaniques remarquables. Ce type de traitement de surface est un excellent moyen de lutte contre l'usure et le collage des surfaces.

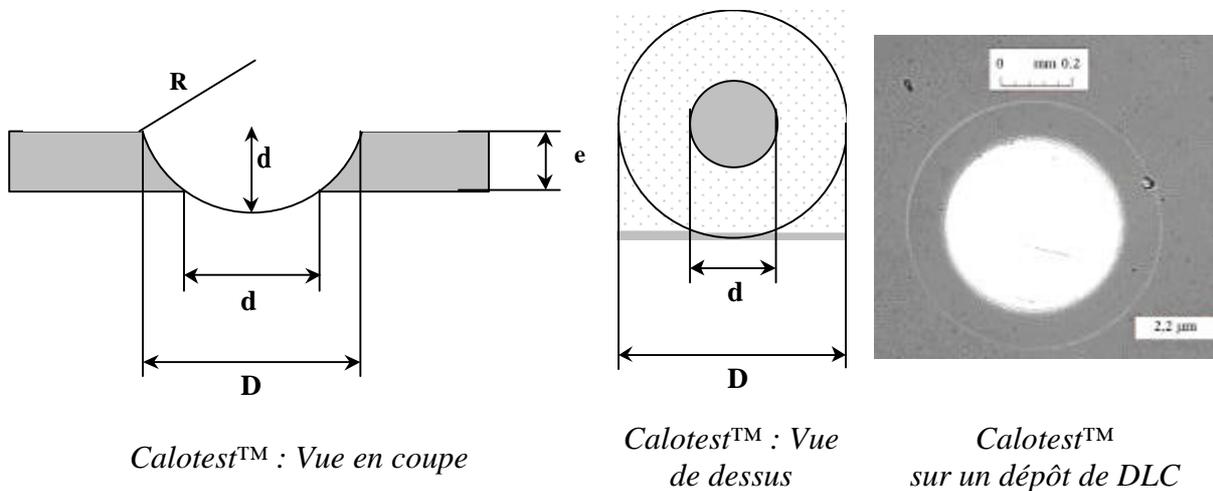
### 1.3 Caractérisation et propriétés des dépôts PVD

Divers essais de caractérisation ont été mis au point afin de fournir une description succincte des propriétés de ces dépôts et d'éliminer les dépôts de mauvaise qualité. La principale difficulté rencontrée lors de l'étude et de la caractérisation des dépôts sous vide est liée à leur finesse, qui ne permet pas de réaliser des coupes et des profils de dureté comme sur les traitements de surface traditionnels tels que cémentation, nitruration ou les vernis.

#### 1.3.1 Mesure de l'épaisseur par Calotest™

La vitesse de croissance des dépôts étant constante, l'épaisseur des dépôts est proportionnelle à la durée du traitement. Ainsi, lors de la réalisation d'un dépôt de TiN, par exemple, une heure de traitement permet d'obtenir un dépôt de 2 µm d'épaisseur. Cependant, cette vitesse de croissance des dépôts peut être affectée par un certain nombre de paramètres du process : usure de la cible, remplissage de la machine... C'est pourquoi il est nécessaire de pouvoir mesurer l'épaisseur des dépôts *a posteriori*.

Les dépôts PVD ne font la plupart du temps que quelques microns d'épaisseur. La mesure de leur épaisseur par des coupes transversales est donc difficile à mettre en œuvre et entachée de nombreuses incertitudes liées à l'angle de la coupe et à la mesure de l'épaisseur sur la coupe. Afin de pallier à ces difficultés, le Calotest™, ou « test de la bille », consiste à creuser une calotte sphérique dans le dépôt à l'aide d'une bille de quelques centimètres de diamètre et d'une pâte abrasive. Lorsque la calotte est suffisamment profonde, le substrat apparaît et l'épaisseur du dépôt peut être déduite du diamètre des calottes observées. Les schémas de la Figure 5 illustrent la mesure de l'épaisseur de dépôts minces par Calotest™.



**Figure 5** Mesure de l'épaisseur par le test de la bille

En supposant que la profondeur de la calotte est très petite devant le diamètre de la bille, l'épaisseur du dépôt est donnée par :

$$(2) \quad e = \frac{D^2 - d^2}{8R}$$

R = rayon de la bille (m)

D = diamètre de la plus grande calotte (m)

d = diamètre de la plus petite calotte (m)

e = épaisseur du dépôt (m)

En dérivant l'expression de l'épaisseur de la relation (2) par rapport aux diamètres mesurés D et d, l'influence des erreurs  $Dd$  et  $DD$  commises sur la mesure du diamètre des calottes sur l'épaisseur calculée peut être déterminée :

$$(3) \quad \Delta e = \frac{\Delta D \cdot D + \Delta d \cdot d}{4R}$$

$\Delta d$  est l'erreur maximale commise sur la mesure du diamètre de la plus petite calotte

$\Delta D$  est l'erreur maximale commise sur la mesure du diamètre de la plus grande calotte

$\Delta e$  est une estimation de l'erreur commise lors de la mesure de l'épaisseur du dépôt

En considérant que l'erreur commise sur la mesure des rayons est constante –  $DD = Dd$  – l'expression (3) peut être simplifiée lorsque le diamètre de la petite calotte est négligeable devant celui de la grande calotte :

$$(4) \quad \Delta e = \frac{\Delta D \cdot D}{4R}$$

La relation (4) révèle que la précision sur la mesure de l'épaisseur des dépôts sera d'autant plus importante que le rayon R de la bille utilisé sera grand et que le diamètre de la petite calotte sera petit. Dans le cadre de cette étude, les Calotests™ sont réalisés à HEF avec des billes de roulement en 100Cr6 Ø 30 mm. La précision des mesures est alors de l'ordre du dixième de micron.

### 1.3.2 *Mesure de la dureté et du module de Young par microdureté instrumentée*

Lors de la mesure de la dureté des dépôts, si la charge appliquée sur l'indenteur est trop importante, les valeurs obtenues sont biaisées par la déformation du substrat. Pour limiter ce phénomène, l'enfoncement maximal de l'indenteur doit être petit par rapport à l'épaisseur du dépôt.

Lors de la pénétration d'un indenteur sphérique ou pyramidal, la zone affectée par l'indentation peut être décrite en première approximation par une sphère dont le diamètre est égal à dix fois la profondeur de l'empreinte [TABOR 1951]. Ainsi, lors de la mesure de la dureté des dépôts, la contribution du substrat à la mesure peut être considérée comme négligeable lorsque l'enfoncement maximal de l'indenteur est inférieur au dixième de l'épaisseur du dépôt. L'épaisseur totale des dépôts PVD étant de quelques microns, les charges appliquées sont de l'ordre de quelques dizaines de millinewtons. Sous de telles charges, les empreintes résiduelles sont souvent invisibles au microscope optique. Les mesures s'effectuent donc avec un microduromètre instrumenté de manière à suivre l'évolution de l'enfoncement de la pointe avec la charge appliquée sur le diamant au cours des phases de charge et de décharge. Le schéma de la Figure 6 illustre le type de graphique obtenu après des essais de dureté instrumentée.

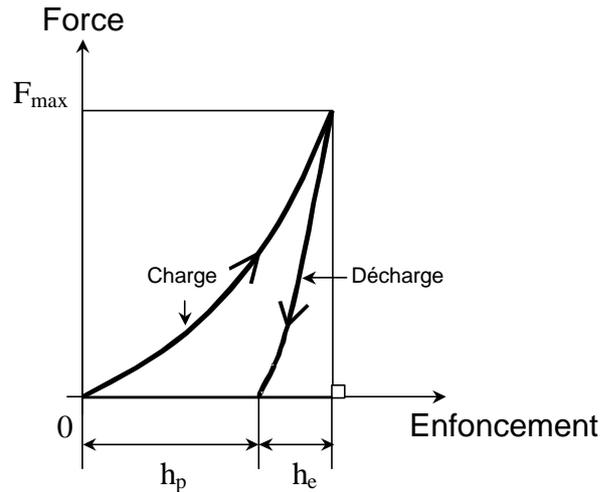


Figure 6 Essai de dureté instrumenté

La microdureté de l'échantillon étudié est alors déterminée à partir de la valeur de l'enfoncement résiduel  $h_p$ . Ces essais permettent également de déterminer un ordre de grandeur du module de Young des dépôts testés. Au début de la décharge, la diminution de l'enfoncement est principalement due au retour élastique de l'échantillon sous l'indenteur. Ainsi, une analogie avec le modèle du poinçon plan – après déformation plastique, la pression de contact est en effet constante sur la surface de contact [TABOR 1951] – le module de Young équivalent du contact diamant / échantillon peut être estimé à partir de la pente  $dF/dh$  au début du déchargement [MALAU 1996], [LOUBET 1986] :

$$(5) \quad E^* = \frac{\sqrt{2p}}{2D} \cdot \frac{dF}{dh}$$

D est la diagonale de l'empreinte et peut être corrélé à l'enfoncement de l'indenteur (m)

$E^*$  est le module équivalent du couple diamant + échantillon testé (Pa)

Le module d'élasticité apparent  $E_0 = \frac{E}{1-\nu^2}$  peut être déduit de ces mesures en connaissant les propriétés mécaniques du diamant. Le module de Young peut alors être estimé à partir de  $E_0$  en prenant  $\nu \approx 0,3$ . Sur des matériaux métalliques, l'erreur commise par cette hypothèse est négligeable devant la dispersion des résultats lors de mesures de microdureté.

Les essais de dureté peuvent finalement être complétés par la détermination de fraction d'énergie restituée par le retour élastique de l'échantillon  $W_e/W_{Tot}$ , avec :

$$(6) \quad W_{Tot} = \int_0^{h_{max}} F(h) \cdot dh \quad \text{et} \quad W_e = \int_{h_{max}}^{h_p} F(h) \cdot dh$$

$W_{Tot}$  est le travail total de l'indenteur lors de la charge (J)

$W_e$  est le travail restitué par le retour élastique de l'échantillon lors de la décharge (J)

$h_{Tot}$  et  $h_p$  désignent respectivement l'enfoncement à la charge maximale et la profondeur de l'empreinte résiduelle et  $h_e = h_{Tot} - h_p$  (m)

L'expression de ce rapport permet de rendre compte de l'élasticité d'un dépôt. Ainsi, contrairement aux dépôts de TiN ou de CrN avec une fraction d'énergie restituée inférieure à 50 %, les dépôts de DLC se caractérisent par une fraction d'énergie restituée de 80 %.

Si l'application des faibles charges est nécessaire en raison de la finesse des dépôts réalisés par PVD, elle pose des difficultés liées à la topographie de l'échantillon. La profondeur de l'empreinte doit en effet être grande devant l'amplitude des irrégularités de surface pour éviter qu'elles n'influencent les résultats. En se basant sur la règle du dixième présentée précédemment, le critère théorique à retenir lors de l'indentation de surfaces rugueuses est  $h_{max} > 10.R_t$ . A titre indicatif, sur des témoins en acier rapide – X85WCrMoV6-5-4-2 – poli miroir, le  $R_a$  est compris entre 0,01 et 0,02  $\mu\text{m}$ , le  $R_t$  est de l'ordre de 0,2  $\mu\text{m}$ . L'enfoncement maximal théorique de l'indenteur devrait donc être supérieur à 2  $\mu\text{m}$ , ce qui est incompatible avec le critère du dixième de l'épaisseur du dépôt. Dans le cas de l'étude des dépôts minces, l'influence de la rugosité des échantillons est compensée par la réalisation de nombreuses mesures : la dispersion des résultats est généralement de 20 à 30 % de la valeur moyenne lorsque la profondeur de l'empreinte est du même ordre de grandeur que le  $R_a$ .

A l'échelle des empreintes de micro-indentation, une attention doit également être accordée au défaut de pointe de l'indenteur. Le diamant utilisé, en forme de pyramide à base carrée, n'est pas parfaitement pointu, puisqu'il présente un rayon de courbure de 0,1  $\mu\text{m}$  à son extrémité lorsqu'il est neuf. En raison de ce défaut de pointe, la profondeur minimale des indentations doit être de 0,2  $\mu\text{m}$ . L'influence du défaut de pointe est en partie prise en compte par le logiciel de commande du microduromètre, mais cette compensation ne prend pas en compte l'usure du diamant au cours des essais.

### *1.3.3 Mesure de l'adhérence des dépôts minces*

En raison des petites échelles considérées l'évaluation de l'adhérence des dépôts minces par des essais mécaniques traditionnels – traction, résilience... – n'est pas envisageable. L'évaluation de l'adhérence des couches dures s'effectue alors généralement à l'aide d'essais comparatifs faisant intervenir des sollicitations complexes de l'ensemble dépôt-interface-substrat basés sur des indentations ou des rayures.

#### *1.3.3.1 Etude de l'adhérence par indentations*

De la même manière que la ténacité de matériaux fragiles peut être estimée à l'aide d'indentations Vickers [BEAKE 2001], des indentations HRC permettent de comparer la ténacité de différents dépôts et des interfaces dépôts/substrat.

Des abaques normalisés permettent de qualifier la qualité d'adhérence du film. Ces essais, parfois désignés sous le nom « essai Mercedes », ont l'avantage d'être réalisables sur n'importe quelle installation de mesure de dureté HRC. La fissuration et l'écaillage du dépôt sont provoqués par une déformation excessive du substrat et les résultats sont donc intimement liés à la dureté du substrat et à l'épaisseur des revêtements.

Dans le cadre de cette étude, l'adhérence des dépôts étudiés et la dureté du substrat sont suffisantes pour que leur écaillage ne soit pas provoqué par ce type de test. Cependant, des fissures radiales sont observées et leur longueur est représentative de la ténacité des couches. L'équation (7) établit le lien entre la ténacité d'une couche mince et les longueurs de fissures observées après des indentations Vickers ou HRC [DUCRET 1995], [LOUBET 1986] :

$$(7) \quad K_{IC} = A \cdot (e^3 \cdot F_N \cdot H)^{1/2} \cdot \left(1 - \frac{F_0}{F_N}\right) \frac{1}{l^2}$$

$K_{IC}$  = ténacité du dépôt (Pa.m<sup>1/2</sup>)

A = facteur de forme, selon la géométrie et la nature de l'indenteur (sans unités)

e = épaisseur du dépôt (m)

H = dureté du substrat (Pa)

$F_N$  = Charge normale appliquée (N)

$F_0$  = Charge critique à laquelle les fissures latérales émergent en surface (N)

l = longueur moyenne des fissures latérales (m)

L'expression (7) se base sur les hypothèses suivantes :

- La ténacité de l'interface est inférieure à la ténacité du dépôt et du substrat. Cette condition est vérifiée tant que le décollement du dépôt n'est pas constaté – rupture adhésive du dépôt.
- Le matériau indenté est considéré comme homogène, cette hypothèse est plus délicate, puisque le module de Young du dépôt est généralement significativement supérieur à celui du substrat.
- Les contraintes résiduelles du dépôt sont négligées. Cette hypothèse est la moins réaliste.

Ces hypothèses ne sont pas toujours réalistes, la détermination de la ténacité des dépôts par les indentations HRC n'est donc qu'indicative. L'expression (7) a l'intérêt d'évaluer l'influence de la charge, de la dureté du substrat et de l'épaisseur du dépôt sur la longueur des fissures pour un dépôt donné. Des essais réalisés à différentes charges sur un même dépôt donnent une dispersion de 10 % sur l'évaluation de la ténacité – au facteur de forme A près. Ce type de résultat peut être complété par des essais de multifissuration unidirectionnelle en observant l'évolution de la densité de fissures lors de la mise en flexion d'une lame revêtue et donc la déformation imposée au revêtement [MEZIN 1995], [MEZIN 2003].

En raison de leur facilité de mise en œuvre, les essais de rayure à charge croissante – scratch-tests – sont couramment utilisés pour caractériser l'adhérence des dépôts. Cependant, en raison de la complexité des sollicitations mises en œuvre, se rapprochant des indentations HRC, ce type d'essai est essentiellement comparatif et la confrontation de résultats obtenus sur différents appareils de scratch-test est délicate.

### 1.3.3.2 Essai de rayure à charge croissante traditionnel

La rayure est réalisée à l'aide d'un diamant Rockwell C – rayon de pointe de 200 μm – se déplaçant à vitesse constante par rapport à l'échantillon. Au cours de ce déplacement, une rampe de charge est appliquée sur ce diamant jusqu'à ce que l'endommagement du dépôt soit constaté. L'endommagement du dépôt peut être détecté à l'aide de capteurs d'émission acoustique ou par une analyse *a posteriori* de la trace. Les coups acoustiques sont générés par la relaxation brutale des contraintes mécaniques lors de la propagation des fissures et lors de l'écaillage du dépôt [JENSEN 1995]. L'amplitude de ces coups acoustiques est représentative de l'énergie mécanique libérée lors de la propagation des fissures [SKÅRE 2003], ce qui permet de différencier les fissures cohésives et adhésives. Le schéma de la Figure 7 illustre le principe de l'essai de rayure à charge croissante.

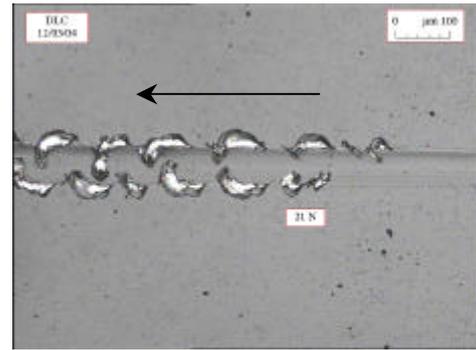
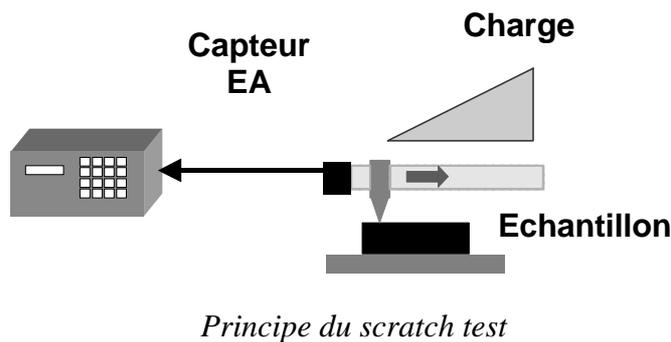


Figure 7 Scratch test

Lors de ce type d'essai, le dépôt peut être endommagé par une fissuration cohésive – rupture du dépôt seul – ou adhésive – rupture de l'interface dépôt/substrat [HOLMBERG 2003].

La comparaison des résultats des essais de rayure n'est pas triviale. Tout d'abord, les résultats peuvent varier avec le rayon, l'état de surface et l'usure du diamant. Ensuite, la vitesse de déplacement du diamant, le taux de chargement ainsi que de l'amplitude totale de la rampe de force appliquée ont une influence significative sur les résultats. La bibliographie indique par exemple que la charge critique mesurée diminue lorsque la vitesse de glissement est plus lente et lorsque le taux de chargement est plus élevé [RANDALL 2001]. Ensuite, au cours de ces essais, la rupture du dépôt est obtenue en imposant au substrat des déformations plastiques sévères. Par conséquent, les valeurs obtenues pour l'adhérence dépendent des propriétés mécaniques du substrat et en particulier de sa dureté. Un substrat mou va imposer des déformations importantes que le dépôt ne pourra pas supporter sans rompre.

La charge critique à l'écaillage du dépôt dépend également de l'état de surface de l'échantillon revêtu [SUBRAMANIAN 1993]. Lors du passage du diamant, les concentrations de contraintes au voisinage des défauts de surface sont suffisantes pour amorcer la rupture du dépôt.

Les essais de rayure ont l'avantage d'être facile à mettre en œuvre et permettent de comparer rapidement quelques échantillons entre eux. Cependant, les valeurs critiques à l'écaillage du dépôt n'ont de sens qu'à condition de préciser la nature, les propriétés mécaniques et l'état de surface du substrat, ainsi que les paramètres généraux de l'essai – taux de chargement, vitesse de glissement et amplitude de la rampe de charge.

La réalisation d'essais de rayure à charge croissante sur différents types de dépôts révèle également une loi expérimentale selon laquelle, pour un type de dépôt donné et sur un substrat donné, la charge critique à l'écaillage est proportionnelle à la racine carrée de l'épaisseur du dépôt [C. HÉAU : communication privée]. Cette évolution de la charge critique à l'écaillage est liée non seulement à l'évolution des propriétés mécaniques et des contraintes résiduelles des dépôts avec leur épaisseur, mais aussi à l'augmentation de la rigidité en flexion du dépôt avec son épaisseur et à l'influence de la couche sur la répartition des contraintes dans le contact.

### 1.3.3.3 Essais de rayure monotone multipasses et nanoscratch

Le dispositif de scratch-test peut également être adapté de manière à réaliser des essais de rayure monotone multipasses [GUTIER 1999], [LAPOSTOLLE 2000], [DARBEÏ DA 1994], [DARBEÏ DA 1995]. Au cours de ces essais, le diamant passe plusieurs fois sur la même ligne, avec une charge constante et en relevant l'indenteur pour revenir à la position d'origine. Ces essais sont adaptés pour l'étude de la fatigue oligo-cyclique des dépôts minces, la rupture des revêtements étant généralement constatée après plusieurs dizaines ou centaines de passes seulement. Au cours de ce type d'essai, l'endommagement du dépôt est suivi pendant chaque passe en enregistrant l'évolution de l'effort tangentiel exercé pour assurer le déplacement de l'indenteur à vitesse constante – ce qui revient à définir un terme de coefficient de frottement en connaissant la charge normale appliquée. La mesure des émissions acoustiques permet de suivre la fissuration du revêtement.

Ces essais de rayure monotone multipasses sont généralement synthétisés sous la forme de diagrammes en trois dimensions présentant l'évolution du coefficient de frottement ou de l'enfoncement du stylet sur l'axe vertical – *axe z* – en fonction de la position de l'indenteur par rapport à l'origine – *axe x* – et pour chaque passe de l'indenteur – *axe y*. Ce type de représentation permet d'identifier trois étapes au cours de ce type d'essai :

- La première étape concerne généralement les dix premiers passages. Elle consiste en une augmentation rapide de l'enfoncement du stylet et du coefficient de frottement avec le nombre de passages, liée à la déformation plastique progressive du substrat.
- La seconde étape est une zone de transition, avec un coefficient de frottement élevé et une évolution erratique de l'enfoncement du stylet. Cette étape correspond à des mécanismes de détachement de particules et de tribo-oxydation.
- La dernière étape est un régime stable, avec un faible coefficient de frottement et un faible enfoncement du stylet. Après les deux étapes de rodage des antagonistes, la surface de frottement et d'usure sont quasiment planes.

Lors d'essais de rayure monotone, la qualité d'un dépôt peut également être définie par une charge et un nombre de passes donnés par une densité linéique moyenne de fissures. Cette approche a l'avantage d'intégrer les effets de relaxation de contraintes au voisinage d'une fissure, comme lors d'essais de multifissuration uniaxiale par flexion [MEZIN 1995], [MEZIN 2003].

De la même manière que pour les mesures de dureté, la caractérisation de l'adhérence des dépôts peut être effectuée par des nano-scratch tests [CONSIGLIO 1998] en appliquant de très faibles charges – de 10  $\mu\text{N}$  à 1 N – sur un indenteur avec un rayon de courbure de 2  $\mu\text{m}$ . Lors de ce type d'essai, la diminution du rayon de la zone de contact et les faibles charges permettent de localiser les contraintes de cisaillement maximales au niveau de l'interface dépôt / substrat, ce qui permet d'être plus discriminant lors de la caractérisation des dépôts minces. Les appareils de nanoscratch-test sont instrumentés de manière à mesurer le déplacement vertical du stylet monté sur cantilever en fonction de la charge appliquée. En raison de la petite échelle du contact, l'enfoncement du stylet dans l'échantillon nécessite une prise en compte de la topographie de l'échantillon, mesurée à l'aide de passes préliminaires du stylet avec une charge constante très faible. Les nano-rayures doivent ensuite être inspectées au microscope afin d'identifier les mécanismes de rupture des dépôts – rupture adhésive ou cohésive.

La dureté élevée des dépôts minces réalisés par PVD est particulièrement adaptée pour la lutte anti-usure. Cependant, la rugosité des surfaces doit être très inférieure à l'épaisseur du dépôt, puisque les surcontraintes rencontrées au niveau des aspérités peuvent endommager la couche. Or, une surface parfaitement plane n'assure pas la rétention de lubrifiant et favorise le collage des surfaces. Dans ces conditions, la mouillabilité et le coefficient de frottement des dépôts peuvent avoir leur importance.

### *1.3.4 Mesure de la mouillabilité, du coefficient de frottement et de l'usure*

Les poussoirs traités vont être utilisés sous un régime de lubrification mixte. Par conséquent, le contact entre la came et le poussoir comporte des zones de micro-contacts non lubrifiées, au niveau des aspérités. Dans ces conditions, l'usure des composants est influencée par la mouillabilité et le coefficient de frottement des antagonistes.

#### *1.3.4.1 Mesure de l'énergie de surface par le test de la goutte*

S'il faut garder à l'esprit que la mouillabilité des surfaces influence la surface de contact réelle des antagonistes en régime de lubrification mixte, cet aspect de l'influence d'un dépôt PVD sur un poussoir n'a pas été approfondi dans le cadre de cette étude. L'objectif de cette étude est de développer un dispositif de caractérisation de la tenue en fatigue superficielle des dépôts, l'influence de la préparation de surface et du revêtement sur la lubrification ne constituent donc que des informations annexes.

L'énergie de surface d'un matériau solide est déterminée à partir de mesures d'angles de goutte. La mesure de l'angle formé par une goutte d'un liquide donné déposée sur la surface du poussoir dépend de l'énergie des interfaces solide/air, solide/liquide et liquide/air. Les expressions mathématiques – données en annexes – supposent que les surfaces soient parfaitement polies. La rugosité des poussoirs série et tribofinis influence l'étalement des gouttes : présence de bulles d'air entre deux pics, augmentation de la surface de contact réelle entre le liquide et le solide... La lubrification des poussoirs dépend donc principalement de leur état de surface.

Les huiles utilisées pour les moteurs présentent de faibles énergies de surface, elles vont donc bien s'étaler sur les surfaces. Cependant, les poussoirs fonctionnent dans un régime de lubrification mixte, dans lequel des contacts entre les pics de rugosité peuvent intervenir. Dans ces conditions, il est nécessaire de connaître les coefficients de frottement des dépôts utilisés et de quantifier leur efficacité dans la lutte anti-usure. Ces paramètres sont étudiés sur des tribomètres pion/plan.

#### *1.3.4.2 Mesure du coefficient de frottement au tribomètre rotatif*

La mesure du coefficient de frottement et de l'usure s'effectue en faisant glisser deux échantillons l'un sur l'autre. Le frottement et l'usure des matériaux dépend non seulement des propriétés mécaniques des antagonistes – dureté, module de Young – mais aussi de leurs affinités chimiques, de l'état de surface, des conditions d'essai – température, lubrification – ainsi que de la cinématique de l'essai – charge, vitesse...

Dans le cadre de cette étude, les coefficients de frottement des dépôts ont été étudiés sur un tribomètre rotatif et à l'aide d'un contact bille/plan. De la même manière que pour les essais de rayure, l'endommagement du dépôt peut être évalué en temps réel par un dispositif

d'analyse des émissions acoustiques. Le schéma de la Figure 8 illustre le principe des essais réalisés sur le tribomètre rotatif.

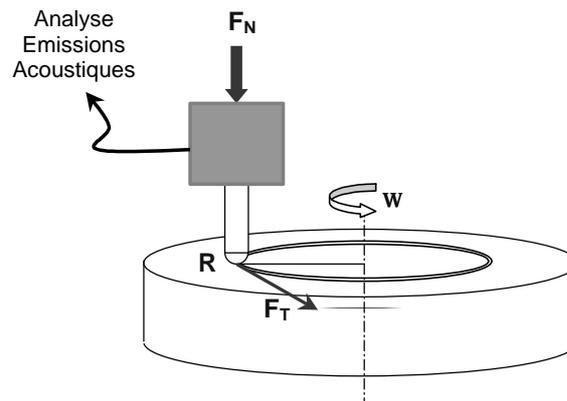


Figure 8 Mesure du coefficient de frottement et de l'usure sur un tribomètre

L'utilisation d'une bille permet de s'affranchir des effets de bord d'un contact plan/plan, mais les pressions de contact sont en revanche plus élevées. Une charge connue est appliquée sur la bille et l'échantillon est mis en rotation. Le coefficient de frottement correspond alors, selon la loi de Coulomb-Amontou, au rapport de la force tangentielle sur la force normale :

$$(8) \quad \mu = \frac{F_T}{F_N}$$

$\mu$  est le coefficient de frottement (sans unités)

$F_T$  est la force tangentielle (N)

$F_N$  est la force normale (N)

La profondeur de la trace peut être mesurée *a posteriori* en effectuant un relevé de contour. Tant que le dépôt n'est pas écaillé, la profondeur de la trace sera proportionnelle à la pression exercée par la bille sur l'échantillon et au nombre de tours effectués selon le modèle d'usure d'Archard cité en (1).

Il est important de garder à l'esprit qu'au cours de ce type d'essai, la pression de contact diminue en raison de l'usure rapide de la bille et à une accommodation liée à sa faible dureté par rapport aux échantillons traités et à sa sollicitation continue – entraînant une distance de glissement sur la bille beaucoup plus grande que sur l'échantillon. Ce problème peut être surmonté en traitant les billes et non le plan.

La grande dureté, la ténacité et l'adhérence des dépôts PVD est en grande partie déterminée par la présence de contraintes résiduelles de compression élevées, propres à ce type de procédé. De la même manière que le béton précontraint des ouvrages d'art routier, la tenue en fatigue de ces dépôts est étroitement liée à ces contraintes résiduelles de compression et leur détermination est donc un élément important dans l'étude de l'endurance de ces dépôts.

### 1.3.5 Contraintes résiduelles dans les dépôts PVD

Le niveau de précontrainte de compression des couches joue un rôle important sur leur durabilité. Ces contraintes résiduelles sont introduites par trois mécanismes [MOULARD 1997] :

- Contraintes thermomécaniques, liées à la différence du coefficient de dilatation de la couche et du substrat

- Contraintes intrinsèques liées aux mécanismes de croissance des grains
- Contraintes liées à des phénomènes d'épitaxie

### 1.3.5.1 Contraintes résiduelles d'origine thermique

Au cours du procédé PVD, l'énergie des atomes de la cible arrachés chauffe l'échantillon à traiter. Ainsi, selon la nature de la cible, les dépôts croissent sur des pièces chauffées de 150 à 300°C. Ensuite, lors de la phase de refroidissement de la pièce revêtue, la différence des coefficients de dilatation entre le dépôt et le substrat introduit des contraintes résiduelles d'origine thermomécaniques.

La valeur de la contrainte résiduelle d'origine thermomécanique à une température T se calcule par la relation suivante :

$$(9) \quad \sigma_c(T) = \frac{E_d}{1-\nu_d} (\alpha_d - \alpha_s) (T_{\text{dépôt}} - T)$$

$\sigma_c$  est la contrainte résiduelle thermique (Pa)

E,  $\nu$ ,  $\alpha$  désignent respectivement le module de Young (Pa), le coefficient de Poisson et le coefficient de dilatation thermique ( $K^{-1}$ )

$T_{\text{dépôt}}$  désigne la température à laquelle la pièce a été revêtue (K)

Les indices d et s désignent respectivement le dépôt et le substrat.

A titre indicatif, le coefficient de dilatation thermique d'un dépôt de TiN est  $\alpha_{\text{TiN}} = 9,4 \cdot 10^{-6} K^{-1}$  [STOIBER 2001], alors que celui de l'acier est  $\alpha_{\text{Acier}} = 11,5 \cdot 10^{-6} K^{-1}$ . La température atteinte par l'échantillon lors de la réalisation d'un dépôt de TiN est de l'ordre de 350°C. La contrainte résiduelle d'origine thermomécanique dans un dépôt de TiN est donc à température ambiante :

$$\sigma_{\text{TiN}} (25^\circ\text{C}) = - 410 \text{ MPa}$$

Cette contrainte résiduelle d'origine thermique passe à -315 MPa lorsque l'échantillon revêtu est chauffé à 100°C, dans un moteur par exemple.

Sur la plupart des dépôts PVD, cette contrainte résiduelle est en compression. Elle permet donc au dépôt de supporter des déformations en traction importantes du substrat malgré leur module de Young élevé. L'épaisseur du dépôt étant négligeable devant l'épaisseur de la pièce traitée, l'amplitude de cette contrainte résiduelle thermique ne varie pas avec l'épaisseur du dépôt.

### 1.3.5.2 Contraintes résiduelles intrinsèques

Les contraintes résiduelles intrinsèques ont pour origine les mécanismes de croissance des grains. La présence de défauts, la migration d'atomes, la présence de lacunes ou au contraire l'insertion d'atomes neutres – Argon ou Xénon – dans le dépôt introduit une variation de volume locale qui met le dépôt en compression.

Une variation de volume local  $\Delta Vol / Vol$  introduit une contrainte intrinsèque :

$$(10) \quad \sigma_g = -\frac{1}{3} \frac{\Delta Vol}{Vol} \frac{E_d}{1-\nu_d}$$

Si les contraintes résiduelles thermiques n'excèdent que rarement 1 GPa, ces contraintes intrinsèques peuvent dépasser les 5 GPa. Cette composante est donc la principale cause des contraintes résiduelles élevées mesurées sur les dépôt : de -3,6 GPa dans un dépôt de TiN sur un échantillon d'acier à -5 GPa dans un dépôt de TiAlN sur de l'acier [STOIBER 2001].

Malgré la finesse des dépôts PVD, cette composante des contraintes résiduelles varie considérablement dans l'épaisseur de ces revêtements. Le schéma de la Figure 9 illustre l'évolution des contraintes résiduelles de compression perpendiculairement au plan du dépôt.

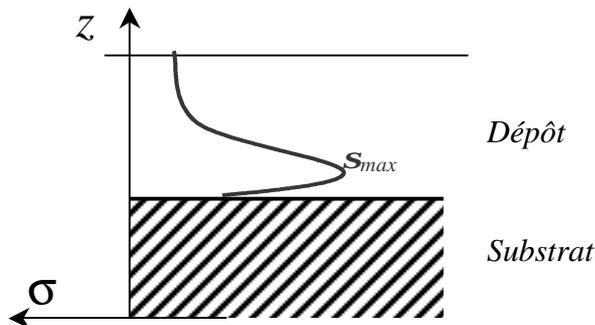


Figure 9 Profil des contraintes résiduelles dans l'épaisseur d'un dépôt PVD

Les contraintes résiduelles sont déjà importantes au niveau de l'interface, généralement de quelques gigapascals. Elles augmentent rapidement pour atteindre un maximum à quelques dizaines de microns de l'interface. Ce maximum est suivi d'une diminution rapide de ces contraintes dans les centaines de nanomètres suivants pour atteindre une valeur d'équilibre, qui n'évolue plus avec l'épaisseur des dépôts [NOUVEAU 2001], [MENDIBIDE 2003].

Leur distribution peut cependant être influencée par la microgéométrie de la pièce revêtue, facilitant la rupture de la couche sur les arrêtes coupantes d'outils ou sur des aspérités de surface [WIKLUND 1999].

Les contraintes résiduelles en compression élevées jouent un rôle bénéfique essentiel pour ces couches minces. Elles permettent de retarder la propagation de fissures dans un dépôt sollicité en traction lors d'essais de flexion, mais aussi d'indentations et de rayures [OETTEL 1995].

Deux méthodes de mesure permettent de mesurer l'amplitude de ces contraintes résiduelles sur les dépôts minces : la méthode de la flèche consiste à mesurer la déformation d'une pièce sous l'action de ces contraintes résiduelles et la diffraction de rayons X permet d'observer la déformation du réseau cristallin du dépôt sous l'action de ces contraintes.

### 1.3.5.3 Mesure des contraintes résiduelles par la méthode de la flèche

La méthode de la flèche est basée sur la mesure de la déformation de l'ensemble dépôt-substrat sous l'action des contraintes macroscopiques comme l'illustrent les schémas de la Figure 10.

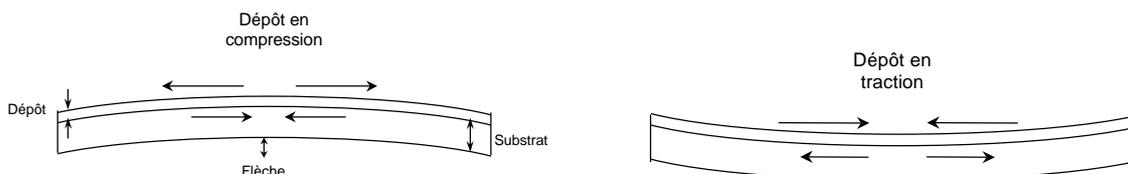


Figure 10 Contraintes dans le dépôt et déformation de l'échantillon

Pour que cette méthode soit applicable, le substrat doit être suffisamment mince pour que la flèche soit mesurable, mais suffisamment épais pour que l'approximation des petites déformations soit acceptable. Ensuite, un fléchissement trop important du substrat risque d'influencer la croissance du dépôt et donc la répartition des contraintes dans son épaisseur.

La théorie des poutres permet de relier la flèche ou le rayon de courbure de la lame revêtue à la contrainte longitudinale dans le dépôt [DUBIGEON 1998]. La formule de Stoney permet de déterminer la contrainte dans le dépôt à partir du rayon de courbure de la lame :

$$(11) \quad \sigma = \frac{1}{6} \frac{E_s}{(1-\nu_s)} \frac{e_s^2}{e_d} \left( \frac{1}{R} - \frac{1}{R_0} \right)$$

$\sigma$  = la contrainte résiduelle longitudinale dans le dépôt (Pa)

$E_s$ ,  $\nu_s$  et  $e_s$  : respectivement le module de Young (Pa), le coefficient de Poisson et l'épaisseur du substrat (m)

$e_d$  désigne l'épaisseur du dépôt (m)

$R_0$  et  $R$  sont les rayons de courbure de l'échantillon avant et après dépôt (m)

La mesure de la déformation de l'échantillon peut s'effectuer au profilomètre – courbure mesurée à l'aide d'un palpeur mécanique – ou par des méthodes optiques – triangulation laser ou observation des franges d'interférences lors de la réflexion d'un rayon laser sur l'échantillon. Ces méthodes permettent de mesurer des rayons de courbure de plusieurs mètres et d'accéder à une valeur de contrainte moyenne dans l'épaisseur du dépôt.

La mesure de la contrainte résiduelle moyenne sur des dépôts de différentes épaisseurs permet de remonter à l'évolution de la contrainte résiduelle avec l'épaisseur de la couche. Cependant, l'erreur commise lors de la mesure de la flèche introduit une incertitude croissante sur la détermination des contraintes résiduelles lorsque l'épaisseur du dépôt diminue. Ainsi, la détermination des contraintes résiduelles à proximité de l'interface dépôt/substrat nécessite des précautions liées aux incertitudes de mesure.

#### 1.3.5.4 Mesure des contraintes résiduelles par diffraction des rayons X

Les contraintes résiduelles dans les dépôts minces peuvent également être mesurées par diffraction des rayons X. Le principe de cette méthode consiste à mesurer la distance entre les plans cristallins et d'en déduire l'évolution de la déformation du dépôt en fonction de l'angle entre les plans cristallins et la surface.

Cette méthode présente l'avantage de ne pas être destructive et d'être applicable sur des pièces déjà traitées. Le schéma de la Figure 11 illustre le principe de la mesure des contraintes résiduelles dans les dépôts minces par diffraction de rayons X.

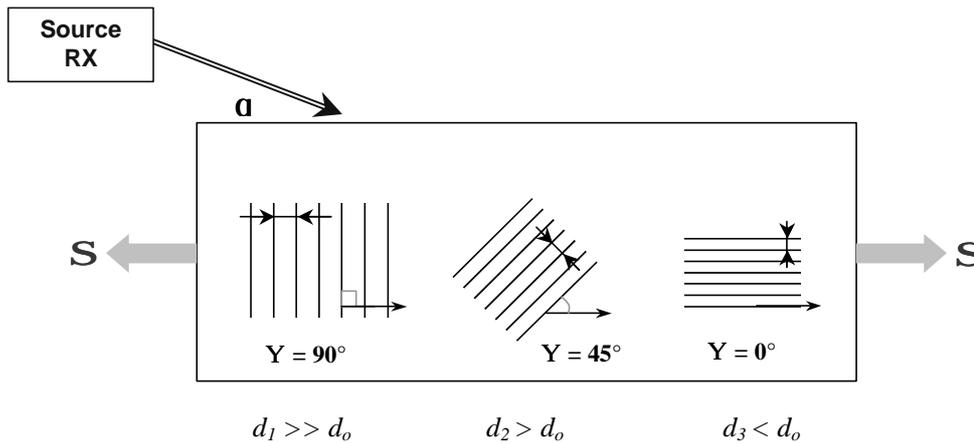


Figure 11 Mesure des contraintes par diffraction des rayons X

La distance  $d_i$  entre les plans cristallins se déduit du cliché de diffraction des rayons X à l'aide de la loi de Bragg :

$$(12) \quad 2 \cdot d_{hkl} \cdot \sin \theta = n \cdot \lambda$$

$d_{hkl}$  = distance entre deux plans cristallins successifs définis par les indices de Miller h, k et l (Å)

$\theta$  = angle d'incidence de diffraction de Bragg

n est un entier

$\lambda$  est la longueur d'onde des rayons X (Å)

La mesure des distances interréticulaires  $d_i$  permet de déterminer la déformation  $\epsilon$  en fonction de l'angle  $\Psi$  des plans cristallins avec la surface :

$$(13) \quad \epsilon = \frac{d_i - d_0}{d_0} = f(\sin^2 \Psi)$$

En pratique, la mesure des contraintes résiduelles dans les dépôts minces réalisés par PVD rencontre quelques difficultés. Elle n'est tout d'abord pas envisageable sur les dépôts de DLC amorphes. Ensuite, sur des dépôts PVD possédant une structure cristalline, la petite taille des cristaux – de quelques nanomètres au niveau de l'interface, et pouvant atteindre le micron sur les dépôts les plus épais – conduit à des raies de diffraction larges et rend délicate la détermination des contraintes.

#### 1.4 Contexte de la présente étude :

Les essais de caractérisation traditionnels présentés ci-dessus, permettent de déterminer les propriétés générales des dépôts PVD. Ils permettent d'éliminer rapidement les dépôts de mauvaise qualité, mais ne permettent pas de choisir les dépôts adaptés pour une application précise. De plus, ce qui intéresse l'utilisateur des dépôts minces, ce n'est pas directement leur épaisseur, leur microdureté ou leur ténacité, mais c'est principalement la durée de vie de la pièce revêtue. Dans la plupart des cas, les revêtements durs et minces vont périr par des mécanismes de fatigue superficielle. Avant d'exposer quelques méthodes mentionnées dans la bibliographie pour comparer l'endurance des dépôts PVD, les fondements théoriques de la mécanique du contact et de fatigue superficielle sont présentés.

# CHAPITRE 2

## 2 BIBLIOGRAPHIE : FONDEMENTS THÉORIQUES ET ÉTAT DE L'ART SUR LA FATIGUE SUPERFICIELLE

### 2.1 Mécanique du contact et de l'impact

Les essais de fatigue superficielle mentionnés dans la bibliographie s'appuient essentiellement sur le chargement cyclique d'un contact bille / plan. Ce type de contact a l'avantage de ne présenter aucun effet de bord ou défaut de parallélisme, contrairement au contact cylindre / plan. Le champ de déformation et de contrainte généré par un tel chargement est décrit par la théorie de Hertz [JOHNSON 1985].

#### 2.1.1 Le contact élastique selon la théorie de Hertz

La théorie de Hertz décrit de façon générale le champ de contraintes et de déformations générées par les contacts entre deux surfaces elliptiques quelconques. Les contacts bille / plan sont des cas particuliers de cette théorie, lorsque le rayon d'une des deux sphères en contact est infini. La théorie des contacts élastiques de Hertz s'appuie sur trois principales hypothèses :

- les antagonistes ont un comportement parfaitement élastique
- la bille est parfaitement rigide : son module d'élasticité est élevé par rapport à celui du matériau indenté
- la zone de contact est un disque dont le rayon est négligeable devant le rayon de courbure des antagonistes

La Figure 12 représente un contact de Hertz bille / plan :

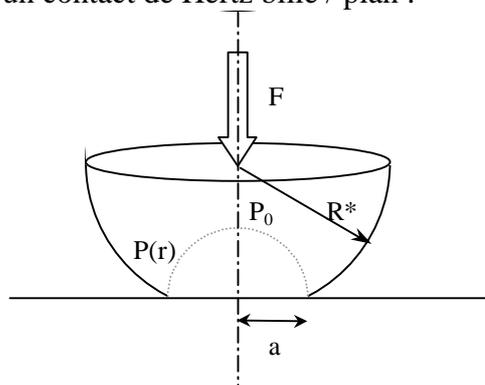


Figure 12 Contact de Hertz sphère / plan

Dans ce type de contact, le rayon de la zone de contact est donné par la relation :

$$(14) \quad a = \left( \frac{3F_N R^*}{4E^*} \right)^{1/3}$$

$F_N$  désigne la force normale appliquée sur la bille (N)

$$R^* \text{ est le rayon équivalent des sphères en contact : } R^* = \left( \frac{1}{R_1} + \frac{1}{R_2} \right)^{-1} \quad (m) \quad (15)$$

Dans le cas des contacts bille / plan, avec  $R_2 \rightarrow \infty$ , alors  $R^* = R_1$ .

$$E^* \text{ est le module d'élasticité équivalent : } E^* = \left( \frac{1-\nu_1^2}{E_1} + \frac{1-\nu_2^2}{E_2} \right)^{-1} \quad (\text{Pa})$$

Où  $E_1$  et  $E_2$ ,  $\nu_1$  et  $\nu_2$  désignent respectivement les modules de Young et les coefficients de Poisson du plan et de la sphère.

Lorsque l'hypothèse des petites déformations est vérifiée,  $a \ll R^*$ , alors le profil de chargement dans un repère polaire centré sur l'axe de symétrie du contact est de la forme :

$$(15) \quad p(r) = p_0 \cdot \left( 1 - \frac{r^2}{a^2} \right)^{1/2}$$

Où  $p_0$  désigne la pression maximale du contact (Pa)

La pression exercée par la bille sur l'échantillon est maximale sur l'axe de symétrie du contact où la pénétration de la bille est maximale. Elle est déterminée par la relation :

$$(16) \quad p_0 = \frac{3F}{2\pi \cdot a^2} = \left( \frac{6FE^{*2}}{\pi^3 R^{*2}} \right)^{1/3}$$

L'intégration de la relation (15) sur la surface de la zone de contact permet de définir la pression moyenne du contact :

$$(17) \quad p_m = \frac{2}{3} p_0$$

L'enfoncement maximal des surfaces au centre du contact peut être déterminé par des considérations géométriques à partir du diamètre du contact, en supposant que la sphère est infiniment rigide et que  $R^* \gg a$  :

$$(18) \quad d_0 = \frac{a^2}{R^*} = \left( \frac{9F^2}{16R^* E^{*2}} \right)^{1/3}$$

La connaissance du rayon de la zone de contact et de la distribution de pression de contact permet de décrire la distribution des contraintes dans le massif au voisinage de la zone de contact. Le tenseur des contraintes sur le plan contenant la surface de contact et le long de l'axe de symétrie du contact est défini analytiquement, il est présenté en annexe.

L'étude du tenseur des contraintes au voisinage de la zone de contact révèle que la contrainte équivalente au sens de Von Misès – cisaillement maximal – est atteinte sur l'axe de symétrie du contact en sous-couche à une profondeur  $z = 0,47a$ . En raison de la très faible épaisseur des dépôts PVD, cette contrainte de cisaillement maximal se situe dans le substrat lorsque la bille est supposée parfaitement polie. Cette contrainte vaut  $t_{\max} = 0,31p_0$  et est à l'origine du développement de la plasticité en sous-couche lorsque  $p_0 = 1,6\sigma_y$ , où  $\sigma_y$  désigne la limite élastique du matériau.

En surface, la contrainte équivalente maximale se situe sur le bord externe de l'empreinte, elle correspond à la contrainte de traction radiale maximale et favorisera la croissance de fissures circulaires par ouverture lors de contacts sur des matériaux fragiles – verres, céramiques...

Tant que la vitesse d'approche de la bille est négligeable devant la vitesse de propagation d'une onde élastique dans le milieu considéré, le contact peut être considéré comme quasi-statique. A ce niveau, une étude énergétique d'un contact de Hertz permet d'introduire la vitesse incidente et la masse de l'indenteur sur la pression de contact et son enfoncement.

### 2.1.2 Le choc élastique

Lors du contact bille / plan, la vitesse de la sphère est supposée suffisamment faible pour que l'on puisse négliger les effets de son énergie cinétique. Dans le cas de l'étude des chocs, l'aspect dynamique du problème devient prédominant. Lorsque la vitesse d'impact est faible devant la vitesse de propagation des ondes élastiques dans le matériau étudié, la force d'impact peut être déterminée à l'aide de la théorie de Hertz en écrivant l'équilibre énergétique du système : la somme de l'énergie cinétique et du travail exercé par l'indenteur sur l'échantillon pendant le choc est constante. Ainsi, la force d'impact est maximale lorsque :

$$(19) \quad W_c = \frac{1}{2} m V^2 = F_{\max} d_0$$

Où  $W_c$  désigne l'énergie cinétique de l'indenteur (J)

$m$  est la masse mobile de l'indenteur (kg)

$V$  est la vitesse de l'indenteur avant l'impact (m/s)

$F_{\max}$  est la force maximale exercée par l'indenteur sur l'échantillon pendant l'impact (N)

$d_0$  est la pénétration maximale de l'indenteur pendant l'impact (m)

Lorsque l'impact est parfaitement élastique, la force d'impact et l'enfoncement de l'indenteur sont reliés par les formules de la théorie de Hertz. La force d'impact peut être calculée en connaissant l'énergie cinétique de l'indenteur [JOHNSON 1985] :

$$(20) \quad F_{\max} = \frac{4}{3} \left( \frac{15}{16} \right)^{3/5} \left( m^3 V^6 E^* R^* \right)^{1/5}$$

Où  $m$  désigne la masse du système allant percuter l'échantillon (kg)

$V$  est la vitesse d'impact (m/s)

$E^*$  le module équivalent (Pa)

Et  $R^*$  le rayon de la sphère (m)

L'enfoncement maximal de la bille pendant cet impact est alors :

$$(21) \quad d_{\max} = \left( \frac{5}{4} \right)^{4/5} \left( \frac{m V^2}{E^* \sqrt{R^*}} \right)^{2/5}$$

Le rebond de la bille est obtenu par le retour élastique de l'échantillon qui restitue le travail emmagasiné pendant le choc sous forme d'énergie cinétique. La substitution de la force dans les relations (14) et (16) par l'expression de la relation (20) permet de déterminer le profil de contrainte généré par un impact donné. La connaissance de la limite élastique de l'échantillon permet ainsi de prévoir la vitesse d'impact à partir de laquelle le substrat commence à plastifier. Dans le cadre de cette étude, les dépôts ont été réalisés sur des échantillons en acier à outil – X85WCrMoV6-5-4-2 – et sur des poussoirs en 16MnCr5 cémentés. Les impacts ont été réalisés à l'aide d'une bille en X200Cr12 de 20 mm de diamètre et d'une masse totale de 68 g. Le Tableau 1 présente les conditions d'impacts à partir desquelles la plasticité commence à se développer en sous-couche dans l'échantillon.

**Tableau 1** Conditions d'impacts critiques sur les aciers utilisés dans le cadre de l'étude

	<i>X85WCrMoV6-5-4-2</i>	<i>16MnCr5 cémenté</i>	<i>X200Cr12</i>
$\sigma_y$ (MPa)	1200	700	1400
$F_{\max}$ (N) Bille $\varnothing$ 20 mm	280	55	440
$W_c \max$ (mJ) Bille $\varnothing$ 20 mm	0,77	0,05	1,64
$V_{\max}$ (m/s) Bille $\varnothing$ 20 mm – m = 68 g	0,15	0,04	0,22

Même lorsque les impacts sont parfaitement élastiques d'après ces critères, une déformation plastique est généralement constatée au niveau des aspérités du contact. Ensuite, des relevés de profil après plusieurs milliers d'impacts révèlent souvent des empreintes résiduelles formées par des mécanismes d'usure abrasive.

### 2.1.3 Les contacts élasto-plastiques et plastiques

Lorsque l'énergie cinétique de l'indenteur est suffisante, l'échantillon va être le siège d'écoulements plastiques irréversibles. Cette situation se caractérise par la persistance d'une empreinte après l'impact et une vitesse de rebond de la bille inférieure à la vitesse d'impact.

Différents degrés sont distingués dans la sévérité du contact :

- Le contact parfaitement élastique de la théorie de Hertz, dans lequel les déformations sont réversibles
- Le contact élasto-plastique, où l'écoulement plastique ne concerne qu'un volume de matière situé en dessous de la surface de l'échantillon
- Le contact parfaitement plastique, dans lequel la déformation irréversible atteint toute la surface en contact avec la sphère

L'étude des contacts parfaitement plastiques est présentée par Tabor [TABOR 1951] en s'inspirant des notions de dureté définies par Brinell et par Meyer. L'expression de la dureté au sens de Meyer peut se résumer par la relation :

$$(22) \quad \frac{F}{d^2} = A \cdot \left( \frac{d}{2R} \right)^{n-2}$$

F = Force normale appliquée sur la bille (N)

R = Rayon de la bille (m)

d = diamètre de la projection de l'empreinte sur le plan perpendiculaire à la charge (m)

A et n sont des constantes dépendantes du matériau et de l'indenteur

L'analyse de l'expression (22) suggère que pour des contacts géométriquement similaires – rapport  $d/2R$  constant – la pression moyenne de contact – proportionnelle au rapport  $F/d^2$  – est constante pour un matériau donné. Cette pression moyenne de contact dépend de la limite d'élasticité du matériau considéré.

Ainsi, le calcul d'un rapport  $C = \frac{P_m}{S_y}$  permet de déterminer à quelle catégorie de contact une indentation donnée appartient.

- $C < 1,1$  signifie que la limite d'élasticité du matériau n'est pas dépassée. Le contact est donc parfaitement élastique et le champ de contrainte est décrit par la théorie de Hertz.
- $C \in [1,1 ; 2,8]$  signifie que la limite d'élasticité est dépassée en sous-couche. Cette zone plastifiée apparaît au point de cisaillement maximal, à  $z = 0,47a$  et son volume augmente progressivement lorsque la pression moyenne du contact augmente. La zone plastifiée atteint la surface et le bord du contact pour une valeur de  $C$  égale à 2,8. La pression moyenne de contact peut alors être calculée dans le cas des contacts bille/plan par la relation (23) [GEORGES 2000]:

$$(23) \quad \frac{p_m}{s_y} = \frac{2}{3} \left[ 1,7 + \ln \left( \frac{E^* \cdot a}{3 \cdot s_y \cdot R} \right) \right]$$

- $C > 2,8$  signifie que le contact est parfaitement plastique. Toute la surface en contact avec la sphère est déformée plastiquement. Pour un matériau parfaitement plastique, la surface du contact est alors proportionnelle à la force appliquée, la pression moyenne de contact se stabilise à une valeur égale à  $p_m = 2,845s_y$  pour des matériaux parfaitement plastiques – coefficient d'écroutissage nul.

Le taux de plastification dans le contact peut être quantifié par un terme de déformation réduite, présenté par Johnson [JOHNSON 1985] utilisé par Nobre [NOBRE 1997] et Gampala [GAMPALA 1994] dans l'étude de matériaux composites.

$$(24) \quad e^* = \frac{E^* a}{s_y R}$$

Ce terme de déformation réduite correspond au rapport de la déformation imposée par l'indenteur –  $\frac{a}{R}$  – et la déformation maximale que peut supporter le substrat avant de plastifier –  $\frac{s_y}{E^*}$ .

La Figure 13 présente les différents domaines de plasticité d'un contact et illustre l'évolution du facteur  $C$  décrit ci-dessus en fonction de la déformation réduite  $e^*$  – ligne continue grise – pour un échantillon élastique-parfaitement plastique. Les domaines de déformations réduites couverts par des billes d'acier de 20, 5 et 1 mm de diamètre, utilisées dans le cadre de cette étude, sur un acier rapide sont indiqués sur ce graphique. La ligne discontinue grise décrit l'évolution de la pression moyenne de contact en fonction de  $e^*$  selon la théorie de Hertz afin d'illustrer l'écart entre cette théorie élastique et la réalité lorsque le contact commence à présenter une plasticité.

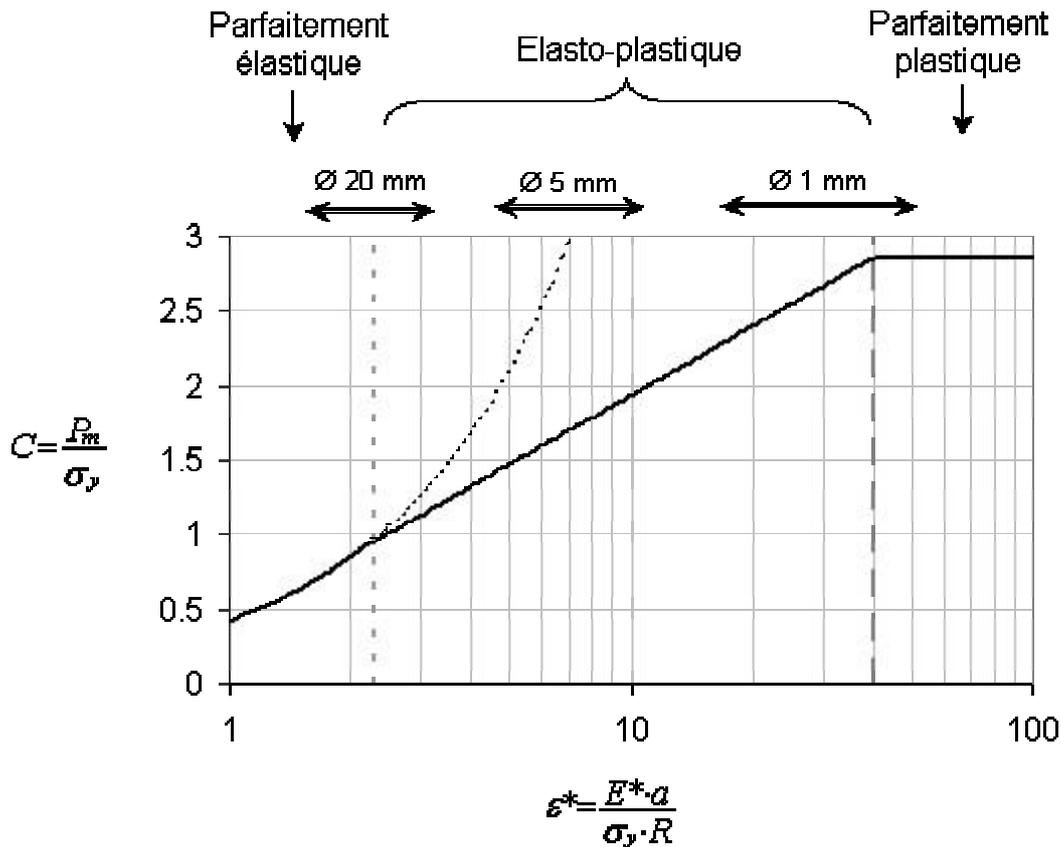


Figure 13 Description des contacts élasto-plastiques

Ce graphique suggère que pour des valeurs de déformation réduite inférieures à 3, le contact est parfaitement élastique. Le contact est considéré élasto-plastique tant que la valeur de sa déformation réduite est comprise entre 3 et 30. Au-delà de 30, le contact peut être considéré comme parfaitement plastique. Ce critère peut être utilisé pour caractériser la sévérité d'un contact à partir de la mesure du rayon de la zone de contact, du rayon de l'indenteur et des propriétés mécaniques de l'échantillon. En pratique, lorsque les essais sont réalisés avec des billes de 20 mm de diamètre, aucune empreinte résiduelle n'est observée dans la plupart des cas sur l'acier rapide ou sur du 16MnCr5 cémenté. Un début de plastification a été détecté à l'aide de relevés de contours après plusieurs milliers d'impacts les plus énergétiques.

Au cours d'un contact élasto-plastique, des analyses numériques par la méthode des éléments finis permettent de décrire la distribution des déformations et des contraintes au voisinage de la zone de contact en fonction de la géométrie du contact et de la nature de l'indenteur. De tels calculs [BEGLEY 1999] mettent en évidence l'influence du coefficient de frottement entre la bille et l'échantillon indenté. Ainsi, lorsque le coefficient de frottement entre les deux surfaces en contact est faible, la traction maximale dans un contact avec plastification se situe au centre de la zone de contact. Sur des dépôts durs réalisés sur une surface métallique ductile, ce phénomène se traduira par un fai ençage du dépôt au centre de l'empreinte lorsque le frottement est faible. Dans ces conditions, la surface de l'échantillon au bord de l'empreinte sera sollicitée en compression radiale. Lorsque le coefficient de frottement augmente, la zone de traction radiale maximale s'éloigne progressivement du centre de l'empreinte pour atteindre le bord interne de l'empreinte lorsque ce coefficient est

égal à 0,3. La déformation radiale est alors nulle au centre de l’empreinte et la compression sur le bord externe de l’empreinte diminue. Au-delà de cette valeur, le profil de déformation radiale en surface n’évolue plus de manière significative avec le coefficient de frottement. Dans le cas des dépôts durs sur des substrats ductiles, ce cas de figure se traduira par un réseau de fissures circulaires sur le bord interne de l’empreinte.

Une analyse énergétique du contact permet de décrire les mécanismes de déformation en s’inspirant des équations quasi-statiques mais en imposant à l’indenteur non pas une force, mais une énergie cinétique.

#### 2.1.4 Chocs inélastiques et influence de la vitesse de déformation

A l’aide des relations (16) et (20), il est possible de déterminer une vitesse d’impact critique à partir de laquelle le projectile provoque une plastification locale de l’échantillon. Au-delà de cette énergie cinétique critique, le choc devient élasto-plastique puis plastique. L’étude des chocs élasto-plastiques s’effectue par une approche énergétique de l’indentation bille / plan qui découle du premier principe de la thermodynamique [NOBRE 1997] [LEVY 1980].

Lorsqu’un projectile heurte l’échantillon, une partie de son énergie cinétique est stockée de façon réversible par la déformation élastique de l’échantillon. Lorsque la limite d’élasticité de l’échantillon est atteinte en sous-couche, la plastification de ce dernier dissipe une partie de l’énergie cinétique de l’indenteur sous forme de chaleur. La description de la quantité d’énergie absorbée au cours de l’impact peut s’effectuer en s’inspirant des contacts quasi-statiques décrits dans la partie 2.1.3. La zone plastifiée reste dans un premier temps confinée en sous-couche et son volume, ainsi que l’énergie absorbée par l’échantillon, croissent avec le chargement. A partir d’une certaine charge –  $C = 2,8$  – la zone plastifiée atteint la surface en contact avec la bille. A ce stade, la pression de contact de la bille se stabilise et la pénétration de celle-ci se poursuit jusqu’à ce que toute son énergie soit absorbée. Ce mécanisme se traduit par l’expression suivante :

$$(25) \quad W_{Ci} = W_{élastique} + W_{élasto-plastique} + W_{plastique}$$

$W_{Ci}$  = énergie cinétique incidente de l’indenteur (J)

Dans cette expression, la force est calculée en intégrant la distribution de la pression de contact sur la surface de contact. La pénétration et le rayon de la zone de contact sont liés par la géométrie de l’indenteur. L’expression des différents termes de l’équation (25) est donnée en annexe.

Lorsque les impacts sont parfaitement élastiques, l’influence de la vitesse de déformation est négligeable tant que la vitesse initiale de l’indenteur est petite devant la vitesse de propagation d’une onde élastique dans le milieu. Pour les matériaux métalliques et les céramiques, cette vitesse critique est de plusieurs kilomètres par seconde. L’influence de la vitesse de déformation dans les impacts élastiques réalisés peut donc être considérée comme négligeable et ces chocs peuvent donc être étudiés par l’approche énergétique quasi-statique présentée [RAVICHANDRAN 1995].

Lorsque les impacts deviennent parfaitement plastiques, une fraction d’énergie cinétique de l’indenteur est dissipée sous forme de chaleur par la déformation plastique du matériau.

Ensuite, de par les mécanismes de déformation plastique, la vitesse de propagation d'une onde plastique est inférieure à celle des ondes élastiques et les effets de la vitesse de déformation peuvent ne plus être négligeables à ce niveau. Ainsi, la dureté dynamique des matériaux est généralement supérieure à la dureté quasi-statique [QUINN 2002]. Les effets de la vitesse de déformation ont été étudiés expérimentalement à l'aide de chocs lasers [PEYRE 1998-a], [PEYRE 1998-b], de canons à air comprimé [SUNDARARAJAN 1983], ou en réalisant des indentations Vickers dynamiques en utilisant la propagation d'ondes élastiques dans une barre métallique équipée d'un diamant [ANTON 2000], [KOEPEL 1999].

La vitesse de déformation plastique au cours de l'impact peut être déterminée *a posteriori* en connaissant la vitesse d'impact et en mesurant le diamètre de l'empreinte [ANTON 2000] :

$$(26) \quad \dot{\epsilon} \approx \frac{V_{\text{impact}}}{D_{\text{empreinte}}}$$

$V_{\text{impact}}$  = vitesse initiale de l'indenteur (m/s)

$D_{\text{empreinte}}$  = diagonale de l'empreinte Vickers ou diamètre de l'empreinte Brinell (m)

Dans le cadre de cette étude, la vitesse des impacts plastiques réalisés est au plus de 2 m/s, avec les outils les plus légers – pointes cermet de 3g. Le diamètre des empreintes dans ces conditions est de quelques dixièmes de millimètres et varie avec la dureté de l'échantillon percuté. La vitesse de déformation maximale lors des impacts est donc de l'ordre de  $10^4 \text{ s}^{-1}$ . Cet ordre de grandeur est nettement inférieur à ceux obtenus lors de chocs balistiques obtenus à l'aide de canons à air comprimé. Lors des chocs élastiques, la vitesse de déformation maximale est de  $450 \text{ s}^{-1}$ .

L'étude de l'influence de la vitesse de déformation sur différents types de matériaux révèle que les métaux faiblement alliés, les aciers inoxydables et les alliages cuivreux présentent une augmentation significative de leur dureté dynamique – rapport de l'énergie apportée lors de l'impact sur le volume de l'empreinte résiduelle – à de telles vitesses de déformation, tandis que des alliages d'aluminium sont insensibles à de telles vitesses de déformation plastique [KOEPEL 1999], [SUNDARARAJAN 1983], [RAVICHANDRAN 1995].

L'influence de cette vitesse de déformation plastique se traduit généralement par une évolution de la distribution des pressions hydrostatiques avec la vitesse d'impact. Ainsi, le rapport de la hauteur des bourrelets sur la profondeur d'une empreinte augmente avec la vitesse d'impact [SUNDARARAJAN 1983]. L'observation de la géométrie des bourrelets après un impact donné et une comparaison avec les bourrelets observés lors d'indentations Brinell ou HRC par exemple, permet d'identifier si la vitesse de déformation a influencé ou non les conditions d'indentation. Ainsi, le phénomène d'extrusion de l'échantillon sur la périphérie des empreintes de chocs répétés présentés dans la thèse de Sekkal – [SEKKAL 2000] pp. 115-117 – serait typiquement représentatif de conditions de chocs au cours desquels la vitesse d'impact n'est pas négligeable devant la vitesse de déformation plastique.

Sous des sollicitations de chocs répétés, l'effet de durcissement apparent avec la vitesse de déformation peut être doublé de mécanismes de cisaillement adiabatique, provoquant des modifications de microstructure et une augmentation importante de la dureté superficielle des matériaux.

### 2.1.5 Etude multi-impacts et formation de la « transformation tribologique de surface »

Après un choc plastique, une empreinte résiduelle est laissée sur l'échantillon. Si un impact de même énergie est réalisé sur cette empreinte, la force maximale exercée par la bille sur l'échantillon augmente. En effet, les surfaces devenant progressivement conformelles, la surface totale de contact augmente et par conséquent la rigidité apparente du contact – force nécessaire pour provoquer un enfoncement donné de la bille – augmente. Pour dissiper une même quantité d'énergie, un contact plus rigide conduira à des efforts plus importants lors du choc. Ce phénomène lié à la conformité des surfaces lors des chocs plastiques s'accompagne généralement d'un effet d'écroutissage du matériau dans l'empreinte, du développement d'un champ de contraintes résiduelles autour de l'empreinte et parfois même de transformations de phase durcissant l'empreinte.

Le rayon de l'empreinte résiduelle augmentera progressivement avec le nombre d'impacts, jusqu'à ce que sa géométrie permette une répartition de pression de contact telle que l'énergie du projectile puisse être absorbée sans déformation plastique du substrat. Ce qui revient à dire que l'énergie restituée est égale à l'énergie incidente. En faisant abstraction des phénomènes d'écroutissage et de transformation de phase, le formalisme énergétique permet d'estimer le rayon d'une empreinte à l'équilibre, c'est-à-dire n'évoluant plus avec des impacts supplémentaires :

$$(27) \quad W_{ci} = W_{cr} \Leftrightarrow \frac{8}{15} \cdot \frac{E^*}{R} \cdot a_{\infty}^3 = \frac{3p_2}{10} \cdot \frac{a_{\infty}^3}{E^*} \cdot s_y^2$$

$$\text{Ce qui donne : } a_{\infty} = \frac{3p \cdot s_y \cdot \sqrt{R}}{4 \cdot E^*}$$

$a_{\infty}$  est le rayon de l'empreinte à l'équilibre (m)

$W_{ci}$  est l'énergie cinétique incidente de la bille (J)

$W_{cr}$  est l'énergie cinétique de la bille au rebond (J)

Si  $a_{\infty}$  est plus grand ou du même ordre de grandeur que le rayon de la bille, alors la bille peut théoriquement pénétrer indéfiniment dans l'échantillon lorsque le nombre d'impacts augmente. Dans le cas contraire, le rayon de l'empreinte devrait tendre asymptotiquement vers cette valeur. En pratique, lors des essais de multi-impacts la déformation plastique rapide et répétée de l'échantillon provoque la formation de bandes de cisaillement adiabatiques à l'origine d'une fragilisation des surfaces et qui constituent la principale source de particules d'usure [ZHANG 1997] , [ZHANG 1998] , [ZHANG 1996]. L'apparition de cette transformation tribologique de surface – ou TTS [GODET 1984], [VINCENT 1992] – est également observée lors d'essais de fretting [SAUGER 1997], de chocs répétés [SEKKAL 2000], d'érosion [GACHON 1997] et en roulement [LE BOUAR 2003], [CHAFFRON 2001].

Deux principaux modèles sont proposés pour expliquer la formation plus ou moins rapide de la TTS sur différents alliages : un modèle thermomécanique et une analogie avec les mécanismes de mécanosynthèse. Les observations faites lors d'essais de chocs répétés ou de fretting suggèrent que ces deux mécanismes sont probablement associés pour former la phase dure et fragile à l'origine des débris d'usure.

L'approche thermomécanique s'appuie sur le fait qu'une élévation importante de température peut survenir lors du choc en raison de la chaleur dissipée par la déformation plastique. La chaleur étant rapidement dissipée dans la masse de l'échantillon impacté, cet échauffement localisé au voisinage de l'empreinte est suivi d'un refroidissement rapide. Cette succession de recuit et de trempe, accompagnée d'une déformation importante conduit à un affinement de la structure cristalline. Ce mécanisme peut être relié à l'effet de la diffusivité thermique du matériaux [SEKKAL 2000]. Cette notion est représentative de la capacité du matériau à répartir rapidement la chaleur issue d'une source ponctuelle dans sa masse et ainsi limiter l'échauffement au voisinage de la source. Cette propriété évolue rapidement avec la composition chimique des matériaux et la diffusivité thermique du TA6V, par exemple, est trois fois plus faible que celle du T40. Une faible diffusivité favorise les mécanismes de cisaillement adiabatique lors de chocs ou de sollicitations mécaniques répétitives sévères.

Outre les modèles thermomécaniques utilisés pour expliquer la vitesse de formation de la TTS sur différents alliages selon la sévérité des chocs, une autre approche s'appuie sur le principe de la mécanosynthèse. Ce procédé consiste à forcer la diffusion d'atomes dans un élément à l'aide de chocs successifs. Cette approche n'est pas contradictoire avec l'analyse thermomécanique puisque le processus de diffusion d'atomes est activé thermiquement. Outre une diminution mécanique de la taille des grains conduisant à des structures nanocristallines, le processus de mécanosynthèse peut conduire à des solutions solides hors équilibre thermodynamique observées dans la TTS. L'écart entre la solution produite et l'équilibre est évalué par un terme d'intensité de forçage, homogène à une force [LE BOUAR 2003]:

$$(28) \quad I = m_b \cdot V_b \cdot P_i \cdot f$$

I = intensité de forçage (N)

$m_b, V_b$  = masse et vitesse de la bille (kg et m/s)

$P_i$  = probabilité pour qu'une particule donnée soit présente dans le contact au cours d'un impact

f = fréquence des impacts ( $s^{-1}$ )

Cette relation suppose que les particules passant dans le contact soient de petite taille par rapport au diamètre de la bille et qu'elles se déforment plastiquement dans le contact sous l'action de chaque impact. Cette notion d'intensité de forçage révèle que l'écart à l'équilibre – qui sera représentatif de la quantité de TTS produite – est proportionnel à la quantité de mouvement apportée dans le contact et à la fréquence des impacts. Cette analyse souligne donc l'importance de la fréquence des impacts sur la dégradation des surfaces, en particulier lors des chocs plastiques répétés. Ce modèle ne fait pas intervenir des paramètres mécaniques tels que le rayon de la bille ou la limite d'élasticité des échantillons. Ainsi, selon ce modèle de formation de TTS par diffusion d'atomes, la répétition de chocs parfaitement élastiques peut parfaitement conduire à la formation d'une phase nanocristalline, durcie par insertion d'éléments pouvant bloquer les dislocations et donc fragilisée. L'extension de ce phénomène au cas du contact roue/rail – contact également élastique – de la bibliographie au cas des chocs répétés est triviale et expliquerait la formation de TTS lors d'impacts élastiques.

Ces constatations sur les sollicitations de chocs répétés révèle donc un effet de sensibilité à la vitesse de déformation, mais aussi un mécanisme d'usure après fragilisation de la surface par transformation tribologique superficielle. Ce mécanisme d'endommagement des surfaces a été observé lors d'impacts sur des matériaux massifs pouvant être considérés comme homogènes et isotropes à l'échelle de la zone de contact lors des impacts. Lors de la caractérisation de la tenue en fatigue superficielle des couches dures, la discontinuité des propriétés mécaniques de l'échantillon peut modifier de façon significative la distribution des contraintes dans l'échantillon et faire intervenir d'autres mécanismes d'endommagement lors d'essais multi-impacts.

### 2.1.6 Influence d'un dépôt et de l'inhomogénéité des échantillons sur le contact

Lorsque l'épaisseur du dépôt est très petite devant le rayon de la zone de contact, l'influence du dépôt sur les conditions de contact est négligeable, le dépôt est considéré comme « infiniment mince ». La pression de contact et l'enfoncement de l'indenteur dépendent alors exclusivement de la nature du substrat, qui va imposer une déformation au dépôt. Lorsque l'épaisseur du dépôt est du même ordre de grandeur que le rayon de la zone de contact, il peut influencer de façon significative les conditions de contact et le dépôt est alors dit « épais ».

#### 2.1.6.1 Cas des dépôts minces

Lorsque l'épaisseur des dépôts est très petite devant le diamètre de la zone de contact, l'enfoncement et les déformations des antagonistes dépendent exclusivement des propriétés mécaniques du substrat. Ainsi, la déformation du dépôt est imposée par le substrat et peut être calculée en utilisant les éléments de la théorie de Hertz pour les solides homogènes.

L'augmentation de la contrainte dans le dépôt découle directement de la loi de Hooke :

$$(29) \quad \begin{pmatrix} \mathbf{s}_{xx} \\ \mathbf{s}_{yy} \\ \mathbf{s}_{zz} \end{pmatrix} = \frac{E}{(1+\nu)(1-2\nu)} \begin{pmatrix} 1-\nu & \nu & \nu \\ \nu & 1-\nu & \nu \\ \nu & \nu & 1-\nu \end{pmatrix} \begin{pmatrix} \mathbf{e}_{xx} \\ \mathbf{e}_{yy} \\ \mathbf{e}_{zz} \end{pmatrix} \quad \text{et} \quad \mathbf{t}_{ij} = \frac{E}{1+\nu} \mathbf{g}_{ij}$$

En supposant une adhérence parfaite entre le substrat et le dépôt, la déformation du dépôt est imposée par celle du substrat. Avec un coefficient de Poisson constant et égal à 0,3 pour les deux matériaux, la loi de Hooke simplifiée devient :

$$(30) \quad \mathbf{s}_d = \frac{E_d}{E_s} \mathbf{s}_s$$

Dans le cas d'un dépôt de TiN sur de l'acier, les contraintes dans le dépôt sont égales au double des contraintes à la surface du substrat. Ces différences de propriétés mécaniques sont également à l'origine d'un cisaillement de l'interface dépôt / substrat pouvant entraîner le décollement du dépôt.

Ce cas de figure est représentatif du contact à l'échelle macroscopique. Cependant, il ne permet pas d'analyser l'effet de la rugosité sur le dépôt dans le contact, dont les dimensions sont du même ordre de grandeur que l'épaisseur du dépôt.

#### 2.1.6.2 Cas des dépôts épais

L'analyse du cas où l'épaisseur du dépôt est grande devant le diamètre de la zone de contact est triviale, puisqu'il correspond à un contact sur un solide homogène dont les propriétés mécaniques sont celles du dépôt. Entre les deux cas extrêmes, il existe une zone de transition où l'épaisseur du dépôt est du même ordre de grandeur que le diamètre de la zone de contact.

L'étude des contacts de Hertz sur des dépôts d'épaisseur intermédiaire est très complexe puisqu'elle fait intervenir de nombreux paramètres mécaniques. La détermination des contraintes et des points critiques du contact – cisaillement maximal, traction maximale – est donc généralement réalisée par une analyse numérique du contact par la méthode des éléments finis [MICHLER 2001], [LEROY 1989], [BEGLEY 1999], [KUBART 2001], [WEPPELMANN 1996]. Cependant, des informations générales sur le contact – rayon de la zone de contact, enfoncement, pression maximale – peuvent être encadrées par des calculs basés sur les deux hypothèses extrêmes d'un dépôt infiniment mince et d'un dépôt infiniment épais.

Dans le cas d'une indentation élastique par un poinçon rigide, l'évolution de l'enfoncement d'un indenteur en fonction de l'épaisseur d'un revêtement peut être déterminée en assimilant les différentes couches à des raideurs montées en série [GEORGES 2000]. Si le rayon du poinçon est grand devant l'épaisseur du dépôt, la raideur équivalente s'écrit :

$$(31) \quad \frac{1}{K} = \frac{1}{K_d} + \frac{1}{K_s}$$

K désigne la raideur équivalente de l'ensemble dépôt + substrat (N/m)

$K_d$  et  $K_s$  désignent respectivement la raideur apparente du dépôt et du substrat (N/m)

Ces raideurs dépendent des modules de Young et de la géométrie du contact :

$$(32) \quad K_d = p \cdot a^2 \cdot \frac{E_d}{e} \quad \text{et} \quad K_s = 2 \cdot E_s \cdot a$$

a est le rayon du contact (m)

e est l'épaisseur du dépôt (m)

$E_d$  et  $E_s$  désignent respectivement le module de Young du dépôt et du substrat (Pa)

Si l'épaisseur du dépôt n'est pas négligeable devant le rayon du poinçon, les rigidités apparentes du dépôt et du substrat peuvent être ajustées à l'aide d'une fonction corrective multiplicative  $f(a)$ . Les modèles de dépôt infiniment mince et infiniment épais doivent être vérifiés par cette fonction corrective lorsque l'épaisseur du dépôt tend respectivement vers zéro et vers l'infini. Une analyse de la géométrie de ce contact et des conditions limites permet de déterminer  $f(a)$  sous la forme d'une fraction rationnelle – cf. détails des calculs en annexe. La pression maximale de contact et le rayon de la zone de contact évoluent avec l'épaisseur du dépôt de la manière suivante :

$$(33) \quad g(e) = g_d + \frac{1}{1 + \frac{2e}{p \cdot a}} \cdot (g_s - g_d)$$

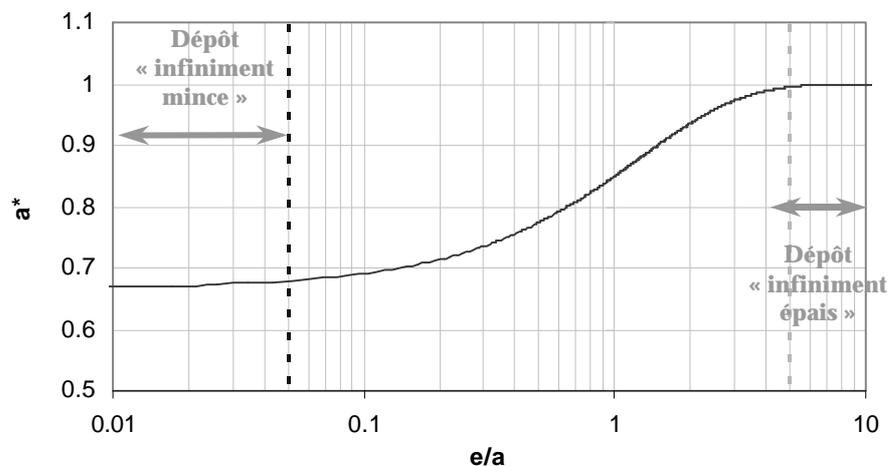
Où  $g$ ,  $g_s$  et  $g_d$  désignent les valeurs prises par une grandeur – rayon de la zone de contact, pression de contact – respectivement pour un dépôt d'épaisseur e, pour un dépôt infiniment mince et dans le cas d'un dépôt infiniment épais.

a est le rayon du contact (m). Le calcul peut être effectué en prenant sa valeur sur le substrat non revêtu.

En ce qui concerne la distribution des contraintes dans le solide, une première approximation peut également être fournie par une analogie avec des ressorts montés en série [LEROY 1989]. Dans le contact, le long de l'axe de symétrie du contact, le dépôt et le substrat se comportent comme deux ressorts montés en série et la contrainte normale est égale à la pression exercée par la bille et est indépendante de la rigidité apparente de la couche et du substrat. Son évolution est donc une fonction continue de la profondeur sous la surface et peut

être décrite à partir de l'évolution de la contrainte normale dans les deux matériaux homogènes. En revanche, parallèlement à la surface, l'adhérence du dépôt sur le substrat étant supposée parfaite, cette analogie avec des ressorts ne permet pas d'appréhender l'effet du cisaillement de l'interface et de la flexion du dépôt [LEROY 1989].

Une étude de cette fonction correctrice utilisée pour appréhender cette zone d'ombre permet de définir les domaines de validité des modèles de dépôt infiniment mince et infiniment épais. Le graphique de la Figure 14 illustre l'évolution du rayon de contact réduit  $a^*$  – rapport du rayon de contact réel sur le rayon de contact sur un dépôt infiniment épais – en fonction du rapport de l'épaisseur du dépôt sur le rayon de la zone de contact –  $e/a$  – intimement lié au rapport de l'épaisseur du dépôt sur le rayon de la bille –  $e/R$  – pour une charge donnée. Les lignes discontinues verticales délimitent les domaines où le dépôt peut être considéré comme infiniment mince – ligne discontinue noire, pour  $e/a < 0,05$  – ou infiniment épais – ligne discontinue grise, pour  $e/a > 5$ .



**Figure 14** Evolution du rayon de contact avec l'épaisseur du dépôt dans le domaine élastique

Ce type de profil rejoint les tendances présentées dans la bibliographie [ENGEL 1976] d'après les travaux de GUPTA et WALOWIT sur les contacts cylindres / plans. Cette analyse peut être complétée par les constatations faites suite à une analyse numérique de contacts élasto-plastiques [MICHLER 2001] sur l'influence du facteur  $e/R$  sur le comportement de l'échantillon revêtu. Différents cas ont été distingués :

- Pour les dépôts infiniment minces –  $e/R < 0,005$  : la déformation plastique du substrat sollicite le dépôt en traction multiaxiale au centre de la zone de contact, ce qui se traduit par un fai ençage du dépôt au centre de l'empreinte. Ce cas de figure correspond au contact d'une bille de quelques millimètres de diamètre sur un dépôt PVD.
- Pour les dépôts dont l'épaisseur n'est pas négligeable –  $e/R \gg 0,05$  à  $0,5$  : La déformation plastique du substrat sollicite l'interface dépôt/substrat en traction multiaxiale et la flexion du dépôt sous la pression de la bille introduit en surface une traction radiale maximale sur le bord externe de l'empreinte. Ce cas de figure correspond aux indentations HRC sur des dépôts PVD et au contact de rugosités de grand rayon sur ces surfaces.
- Lorsque l'épaisseur du dépôt augmente –  $e/R > 0,5$  : les contraintes à l'interface dépôt/substrat deviennent prépondérantes. Ce cas de figure correspond aux défauts de surface de plus faible rayon de courbure, inférieur à  $10 \mu\text{m}$  sur des dépôts PVD.
- Lorsque le rayon de la bille devient petit par rapport à l'épaisseur du dépôt –  $e/R > 5$  – le dépôt peut être considéré comme un massif homogène et étudié par la théorie de Hertz et les modèles de contacts élasto-plastique.

Dans le cadre de l'étude de composants mécaniques revêtus, les dépôts PVD sont généralement considérés comme infiniment minces à l'échelle macroscopique du contact. Cependant, à l'échelle de la rugosité des surfaces en contact, les aspérités introduisent une multitude de micro-contacts bille/plan. A cette échelle, l'hypothèse du dépôt parfaitement mince n'est plus réaliste et le contact présente des déformations plastiques importantes au niveau de ces aspérités. Cette remarque souligne l'importance de l'étude des contacts sur matériaux revêtus, avec des valeurs de  $e/R$  comprises entre 0,05 et 5.

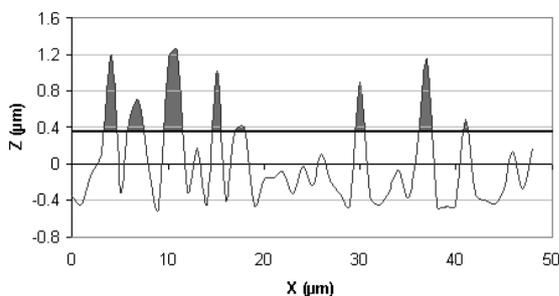
Dans la bibliographie, ces résultats concernant le comportement des dépôts ont été complétés par une analyse numérique de la mécanique de la rupture des matériaux revêtus [WEPPELMANN 1996]. Il apparaît que, lorsque l'épaisseur du dépôt est petite devant le rayon de l'indenteur, le mode I d'ouverture est favorisé et la rupture est observée sur le bord externe de la zone de contact à  $r/a \gg 1,25$ , comme pour les fissures de Hertz. La rupture par cisaillement plan est en revanche favorisée lorsque l'épaisseur des dépôts est du même ordre de grandeur que le rayon de l'indenteur.

Ainsi, les surfaces rencontrées au cours de cette étude, qu'elles soient rectifiées, superfinies ou tribofinies présentent de nombreux pics de rugosité dont le rayon de courbure à l'extrémité est du même ordre de grandeur que l'épaisseur des dépôts. A l'échelle du contact rugosité / dépôt, le dépôt ne peut donc plus être considéré comme infiniment mince.

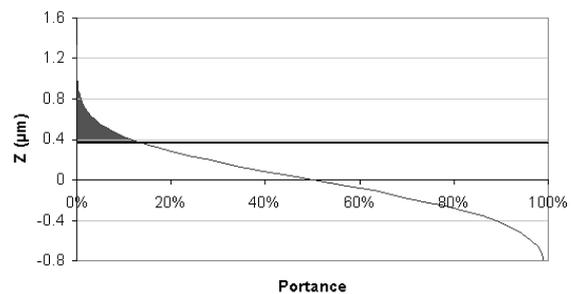
### 2.1.7 Influence de l'état de surface sur la sévérité du contact

L'effet de l'état de surface des antagonistes peut être abordé quantitativement en considérant chaque défaut de surface comme un indenteur pénétrant la surface de l'antagoniste le plus mou.

Du point de vue de l'antagoniste, les aspérités les plus sévères sont celles qui présentent le rayon de courbure le plus faible et qui sont les plus hautes. La hauteur des crêtes joue sur l'effet de portance, c'est à dire sur la surface effective sur laquelle une charge donnée va être concentrée. Les schémas de la Figure 15 illustrent le contact d'une surface parfaitement lisse – ligne horizontale épaisse grise – sur une surface rugueuse.



Contact d'une surface lisse sur une surface rugueuse



Courbe d'Abott-Firestone associée

Figure 15 Contact sur surface rugueuse

L'indice de plasticité de Greenwood et Williamson [GEORGES 2000], [ZAMBELLI 1998] est représentatif de la sévérité microscopique d'un contact. Les aspérités des surfaces en contact vont provoquer une multitude de micro-indentations et un contact parfaitement élastique à l'échelle macroscopique peut présenter des plastifications locales importantes à l'échelle microscopique. L'indice de plasticité de Greenwood et Williamson se définit comme suit :

$$(34) \quad \Psi = \frac{E^*}{H} \cdot \sqrt{\frac{s}{b}}$$

$E^*$  désigne le module composite des antagonistes (Pa)

$H$  est la dureté du matériau le plus mou (Pa)

$\sigma^2 = \sigma_1^2 + \sigma_2^2$ , où  $\sigma_1$  et  $\sigma_2$  désignent les écarts types de la distribution de la hauteur des crêtes sur chacune des

deux surfaces en contact. Pour un profil gaussien  $s_i = \sqrt{\frac{p}{2}} \cdot R_{ai}$  et pour un profil sinusoïdal  $s_i = \frac{p \cdot R_a}{2\sqrt{2}}$  (m)

$\beta$  est le rayon de courbure moyen des crêtes sur les surfaces en contact (m).

Si cet indice de plasticité est inférieur à l'unité, le contact peut être considéré comme parfaitement élastique à l'échelle microscopique. En revanche, si cet indice de plasticité est supérieur à l'unité, des micro-indentations sont créées dans le contact. Cet indice de plasticité met en avant l'effet du rayon de courbure des défauts de surface et l'effet de la hauteur moyenne des pics. Ainsi, une surface présentant un  $R_a$  plus élevé n'est pas nécessairement plus sévère si les rayons de courbure des rugosités sont également plus grands. De même, une surface avec un  $R_a$  petit peut présenter des aspérités plus aiguës et donc entraîner des plastifications locales.

Cette analyse met en évidence l'importance de l'état de surface des matériaux sur les résultats des essais. Ainsi, l'utilisation de billes en carbure de tungstène fritté est risquée pour l'étude de la fatigue superficielle, puisque ce matériau est très dur et la réalisation de pièces par frittage introduit une surface rugueuse qui favorise les mécanismes de micro-indentation et d'usure par abrasion.

En pratique, la mesure du rayon de courbure des aspérités nécessite une grande résolution sur les relevés de profils – observations à l'AFM – incompatible avec une analyse statistique de leur distribution sur une surface donnée. La géométrie des aspérités des surfaces est donc appréhendée de manière globale à l'aide de la longueur d'onde moyenne des ondulations –  $R_s$  – ou de termes de rugosité à l'ordre 3 –  $R_{sk}$  représentatif de l'asymétrie du contact – ou d'ordre 4 –  $R_{ku}$  représentatif de la distribution des altitudes de la surface – un  $R_{ku}$  égal à 3 correspond à un profil gaussien.

- Une ondulation de grande longueur d'onde moyenne –  $R_s$  grand – correspond à une surface douce, présentant des aspérités avec un grand rayon de courbure, et dont la portance augmente rapidement avec le niveau de coupe.
- Un profil constitué essentiellement de trous –  $R_{sk}$  négatif – présente également peu de pics saillants et a donc une portance qui augmente rapidement avec le niveau de coupe.
- Un profil avec un facteur de planéité élevé –  $R_{ku}$  grand – peut présenter quelques pics saillants mais aura par la suite une augmentation rapide de la portance, lorsque les aspérités seront écrasées ou coupées.

Cette approche globale de l'étude des surfaces à l'aide de paramètres de rugosité normalisés ou à partir des courbes de portance peut être complétée par une analyse fréquentielle des surfaces à l'aide d'une décomposition en série de Fourier. Le rayon de courbure des aspérités peut être relié à la période de chaque composante sinusoidale et à leur amplitude comme suit :

$$(35) \quad R = \frac{1}{Ampl \cdot \omega^2} = \frac{I^2}{(2p)^2 \cdot Ampl}$$

A est l'amplitude de la composante fréquentielle (m),  $\omega$  sa pulsation (en rad/m) et  $\lambda$  sa période (m).

Cette approche fréquentielle de l'analyse des surfaces a été complétée par Johnson [JOHNSON 1985], [PAULIN 2005] à l'aide de la définition d'un paramètre  $\chi$  décrivant la sévérité d'un profil sinusoidal en prenant en compte l'influence du rayon de courbure des aspérités – extremum du sinus – et de la portance du profil – relié à la fréquence des extremums. Ce paramètre peut être défini pour chaque longueur d'onde comme suit :

$$(36) \quad c = \frac{p \cdot E^* \cdot Ampl}{2 \cdot p_0 \cdot I}$$

$E^*$  est le module équivalent (Pa)

$p_0$  est la pression maximale du contact (Pa)

Ampl et  $\lambda$  désignent respectivement l'amplitude et la période des composantes fréquentielles des aspérités (m)

Selon le degré de finition des pièces, le rayon de courbure moyen des aspérités varie de quelques microns à plusieurs centaines de microns. Dans ces conditions, l'épaisseur des dépôts PVD n'est plus négligeable et les dépôts peuvent localement être considérés comme épais. Si le dépôt n'influence pas le champ de contraintes dans le contact, le point de cisaillement maximal se situe au niveau de l'interface dépôt/substrat lorsque le rayon de la zone de contact est égal au double de l'épaisseur du dépôt. Ce cas de figure est particulièrement préjudiciable à l'adhérence et à la tenue en service du revêtement.

## 2.2 Rupture des matériaux par fatigue

En mécanique, la notion de fatigue désigne une rupture des matériaux soumis à une sollicitation cyclique. Ce terme fait intervenir la notion de durée de vie d'un matériau sous un type de sollicitation cyclique donné.

### 2.2.1 Généralités sur la fatigue, mécanismes, représentations

L'endurance des matériaux soumis à une sollicitation cyclique est généralement décrite à l'aide des diagrammes de Wöhler qui présentent l'évolution de la durée de vie d'une pièce en fonction de l'amplitude de la variation de la contrainte.

Les diagrammes de Wöhler permettent d'identifier trois principaux domaines d'endurance des matériaux, illustrés sur le graphique de la Figure 16 [LALANNE 1999].

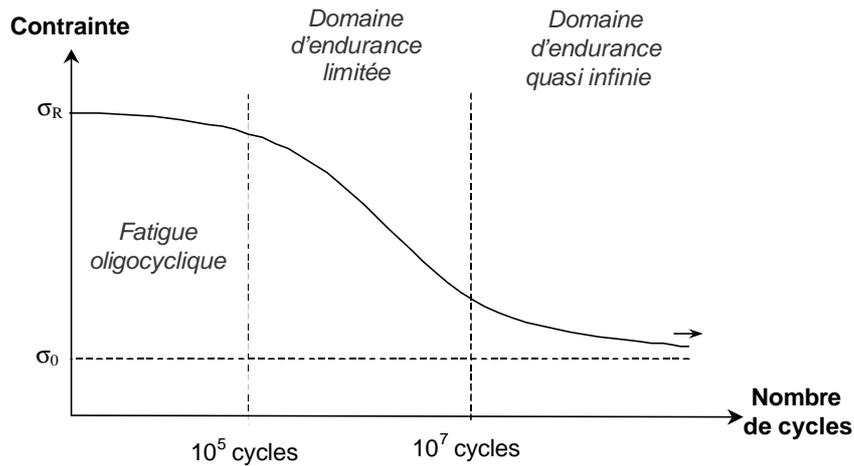


Figure 16 Trois domaines d'endurance des matériaux – Diagramme de Wöhler

- Le domaine de la fatigue oligo-cyclique dans lequel les matériaux sont endommagés après un nombre de cycles restreint. De manière générale, ce domaine de fatigue à faible nombre de cycles désigne les essais où les échantillons sont endommagés à moins de  $10^5$  cycles. Ce domaine désigne principalement des sollicitations supérieures à la limite d'élasticité du matériau. L'endommagement des éprouvettes est lié à une fragilisation des échantillons suite à des écrouissages successifs.

- Le domaine d'endurance limitée désigne généralement la plage de contraintes autour de laquelle la durée de vie des échantillons varie de  $10^5$  à  $10^7$  cycles. Dans ce domaine la fragilisation du matériau et la croissance des fissures sont influencées par la concentration des contraintes autour des défauts de volume – criques, précipités, impuretés.

- Le domaine d'endurance quasi infinie désigne les essais de plus de  $10^7$  cycles. A ce niveau, les concentrations de contraintes au voisinage des défauts de volume n'est pas suffisante pour permettre la croissance des micro-fissures et ce domaine est généralement représenté par une droite horizontale à une contrainte critique  $\sigma_D$ . La notion de fatigue gigacyclique, ou fatigue à très grand nombre de cycles, désigne les essais dépassant  $10^8$  cycles. L'étude de ce domaine est difficile en raison de la durée des essais et son étude est relativement récente. La rupture des matériaux est à ce niveau initiée par des défauts volumiques microscopiques – carbures, défauts cristallins [MARINES 2003].

Les courbes de fatigue de Wöhler sont généralement complétées par des diagrammes de Goodman-Smith qui présentent pour un nombre de cycles à rupture donné, l'évolution de l'amplitude de variation de la contrainte en fonction de la contrainte moyenne [BARRALIS 1993]. Les schémas de la figure suivante présentent un diagramme de Goodman-Smith – Figure 17 a – associé à une courbe de Wöhler – Figure 17 b.

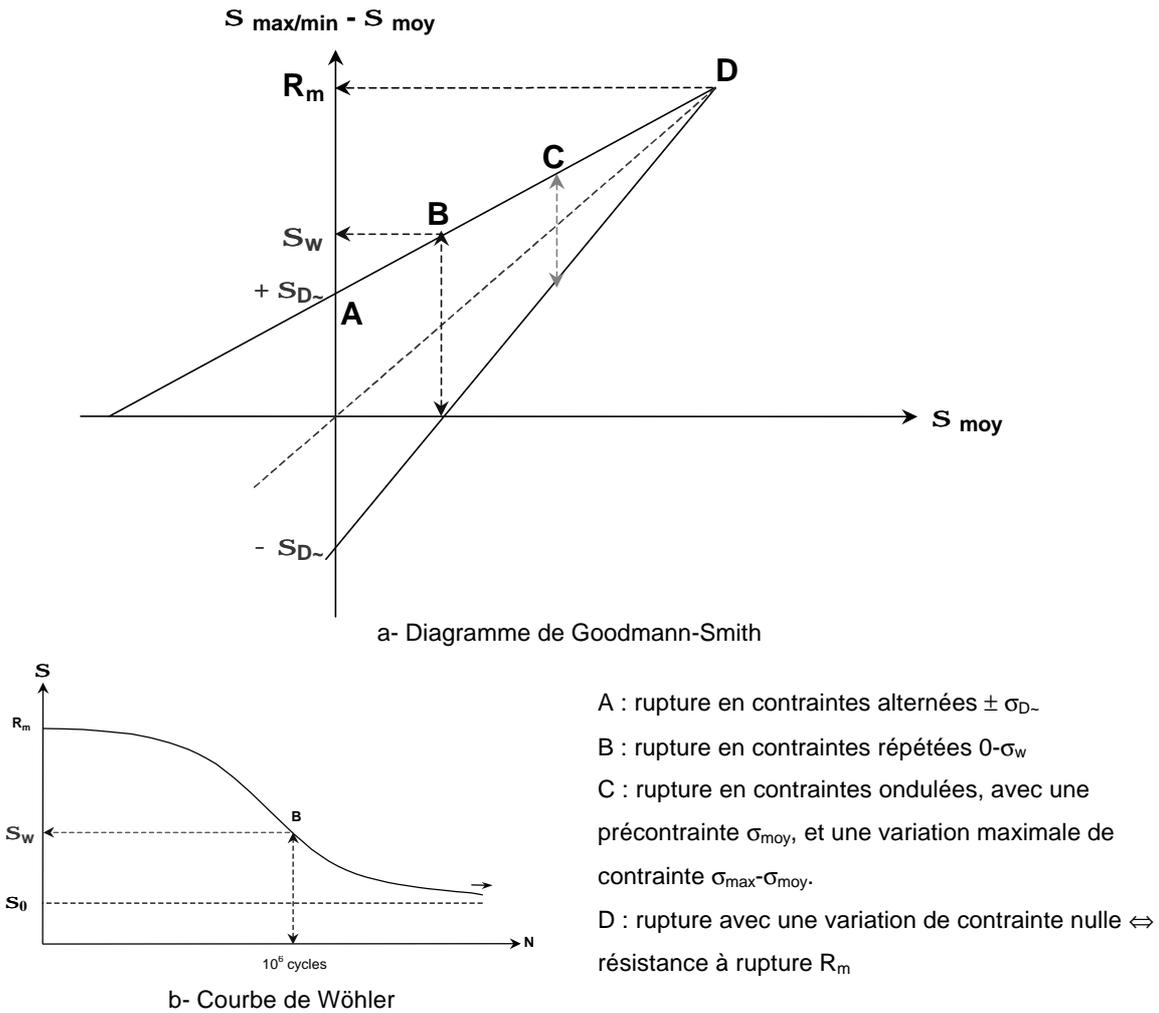


Figure 17 Diagramme de Goodman-Smith et courbe de Wöhler

Sur le diagramme de Goodman-Smith de la Figure 17 a, le point D correspond à la résistance à rupture du matériau étudié. Dans le cas des dépôts minces, cette contrainte peut être déterminée par des essais de fissuration unidirectionnelle par flexion d'une lame revêtue [SAJID 2000]. La position de ce point sur ce tracé ne dépend pas du nombre de cycles à rupture choisi. Cette représentation complète la courbe de Wöhler de la Figure 17 b, en précisant l'évolution de l'amplitude de la variation de contrainte en fonction de la précontrainte pour un nombre de cycles à rupture constant. Ce type de représentation permet d'appréhender l'influence des contraintes résiduelles dans un échantillon donné sur l'endurance des matériaux soumis à une contrainte cyclique d'amplitude connue – point C de la Figure 17 a. Ainsi, les contraintes résiduelles de compression obtenues par des procédés de grenaillage ou de galetage permettent un gain significatif sur le nombre de cycles à rupture d'un matériau donné. De même, les contraintes résiduelles en compression importantes présentes dans les dépôts PVD auraient un effet bénéfique sur leur endurance lors d'essais de chocs répétés.

En ce qui concerne l'influence de la fréquence de la sollicitation cyclique sur l'endurance des matériaux, elle peut être considérée comme négligeable tant que la chaleur apportée dans la pièce par la sollicitation peut être évacuée. Dans le domaine d'endurance limité des matériaux métalliques, les effets de la fréquence de la sollicitation sont négligeables

tant qu'elle ne dépasse pas les 100 Hz. Ces remarques concernent les essais de fatigue traditionnels et négligent les effets de transformations tribologiques superficielles issues d'un contact ou la chaleur dissipée par frottement.

La propagation des fissures est liée à la distribution des défauts dans la microstructure des échantillons testés. Selon la distribution spatiale et dimensionnelle de ces défauts volumiques, les essais de fatigue présentent une dispersion de résultats qui peut être appréhendée par une analyse statistique d'un nombre d'essais de fatigue suffisamment grand.

### 2.2.2 Aspect statistique de la rupture par fatigue

La dispersion des résultats, inhérente à ce type d'essai, impose la réalisation de nombreux essais afin de pouvoir en déduire une endurance moyenne ou une distribution des probabilités de rupture en fonction de la charge appliquée et du nombre de cycles. La notion de probabilité de rupture se définit à un nombre de cycle donné et sous une sollicitation donnée par le nombre d'échantillons rompus sur le nombre d'échantillons testés.

Un modèle statistique semi-empirique est proposé par Weibull en 1949 [LALANNE 1999]. Cette description de l'évolution de la probabilité de rupture est basée sur une loi de « maillon faible » : l'endurance d'un volume dépend de la présence d'éléments de volume présentant des défauts, comme des impuretés ou des trous. A partir d'une charge critique, la concentration de contraintes au voisinage du plus gros défaut de volume permet la propagation de fissures dans son voisinage. Ces fissures modifient localement la distribution des contraintes dans le matériau et leur croissance sera favorisée par la présence d'autres défauts dans le volume. La distribution de Weibull est décrite par la relation suivante :

$$(37) \quad P(F) = 1 - \exp \left\{ - \left( \frac{F - F_0}{F_c - F_0} \right)^{m_w} \right\}$$

Avec :

P : Probabilité de rupture

F : Charge normale appliquée (N)

$F_0$  : Charge ultime, si  $F < F_0$  la rupture est impossible. Par défaut  $F_0 = 0$  (N)

$F_c$  : Charge critique, elle correspond à une probabilité de rupture de 63,2 % (N)

$m_w$  : Module de Weibull (sans unité)

Le module de Weibull est représentatif de la distribution des résultats expérimentaux. Un module plus faible correspond à une dispersion plus importante. A titre indicatif,  $m_w = 39$  pour un acier à outil [SCHLUND 1999-a] et  $m_w = 15$  à  $20$  pour des céramiques techniques. Afin de déterminer la charge ultime, la charge critique et le module de Weibull d'un matériau, de nombreux essais doivent être réalisés de manière à ce que la notion de probabilité de rupture ait un sens statistique.

Si en mécanique, la loi de distribution de Weibull est généralement utilisée pour décrire à un nombre de cycles donné l'évolution de la probabilité de rupture en fonction de la contrainte, elle est également applicable pour décrire à contrainte constante l'évolution de la probabilité de rupture en fonction du nombre de cycles. Dans ce cas, la probabilité de rupture à charge constante s'écrit :

$$(38) \quad P(N)=1-\exp\left\{-\left(\frac{N-N_0}{N_c-N_0}\right)^{m_w}\right\}$$

Avec :

$P(N)$  : Probabilité de rupture en fonction du nombre de cycles

$N$  : Nombre de cycles effectués

$N_0$  : Nombre de cycles ultime, si  $N < N_0$  la rupture est impossible.

$N_c$  : Nombre de cycles critique, correspondant à une probabilité de rupture de 63,2 % quelle que soit la valeur du module de Weibull  $m_w$ .

La bibliographie révèle que l'endurance des dépôts minces a déjà été étudiée à travers leur influence sur la tenue en fatigue macroscopique d'échantillons volumiques, avec des essais de flexion alternée ou de traction/compression et à travers leur tenue en fatigue superficielle, avec des essais de roulement, de fretting ou des essais de chocs répétés. Le paragraphe suivant présente une synthèse des principaux résultats publiés.

## 2.3 Essais de fatigue sur les dépôts PVD

Avant de s'intéresser à l'endurance des dépôts à l'échelle du contact, des auteurs se sont penchés sur leur influence sur l'endurance macroscopique du substrat, étudiée par des essais de fatigue traditionnels de flexion alternée et de traction/compression.

### 2.3.1 *Etude de l'endurance des couches dures par des essais de fatigue traditionnels*

Si en raison de leur faible épaisseur, l'influence des dépôts sur des essais de traction traditionnels est négligeable, leur influence sur la durée de vie des matériaux est significative et variable selon les domaines d'endurance étudiés.

Des essais de traction / compression sur des pièces traitées par PVD [SU 1998-a], [SU 1998-b], [SU 1999] révèlent deux tendances opposées : une influence négative en fatigue oligocyclique et un effet positif dans le domaine d'endurance limité.

En fatigue oligocyclique, l'endurance des éprouvettes décroît lorsque l'épaisseur du dépôt augmente. L'endurance d'une éprouvette non revêtue est même supérieure à celle des éprouvettes revêtues de TiN ou de CrN. Dans ce cas de figure, la déformation des revêtements est imposée par celle du substrat. Les dépôts sont alors désavantagés par leur rigidité, à l'origine de contraintes élevées dans leur épaisseur qui facilitent le développement de fissures. L'endommagement des dépôts introduit des concentrations de contraintes au niveau de l'interface, ce qui accélère la rupture de l'éprouvette.

Dans le domaine d'endurance limitée, l'application de dépôts permet de gagner près de 10 % sur la valeur de la contrainte où le domaine d'endurance limité est atteint. Dans ce domaine, le durcissement superficiel introduit par les dépôts minces ainsi que les contraintes résiduelles de compression en surface ralentit la propagation des fissures.

Des essais en flexion alternée sur des dépôts multicouches TiN/TiCN et base Tungstène [SCHLUND 1999-a], [SCHLUND 1999-b], [FERREIRA 1997] révèlent des tendances similaires et complètent ces observations par une analyse de Weibull. Il apparaît que la dispersion des résultats est plus importante sur les éprouvettes revêtues que sur les éprouvettes sans dépôt – le module de Weibull des éprouvettes revêtues est plus faible.

L'interprétation des essais de fatigue par flexion alternée peut être complétée par des études de multifissuration en flexion simple [WIKLUND 1997], [SAJID 2000]. Ces essais soulignent l'influence des contraintes résiduelles dans les dépôts sur leur limite à rupture et rejoignent les conclusions des essais de fatigue suggérées par une analyse des diagrammes de Goodmann-Smith.

Afin d'assurer une durée de vie maximale, des composants mécaniques correctement dimensionnés doivent travailler dans le domaine d'endurance illimitée. Dans ce domaine d'utilisation, l'influence d'un dépôt PVD est positive, ce qui encourage leur application sur des composants mécaniques.

### 2.3.2 *Caractérisation de l'endurance des couches dures en roulement*

Lorsque les composants sont correctement dimensionnés, l'endommagement des composants ne concernent pas toute la pièce mais seulement un petit volume au voisinage de la zone de contact. L'endommagement des composants s'effectue alors par des mécanismes de fatigue superficielle, observés dans des mécanismes de roulement.

Deux types de fatigue superficielle sont identifiés pour les mécanismes à roulement [POLONSKY 1997] :

- Le pitting : croissance de fissures en surface
- Le spalling : croissance de fissures en sous-couche et écaillage

Les deux mécanismes de fatigue superficielle sont dus à des contacts de type Hertz bille/plan, mais à différentes échelles. Le spalling est la conséquence des contraintes de cisaillement maximales en sous-couche à l'échelle macroscopique. Ces contraintes sont à l'origine du développement de fissures sous la surface et parallèlement à la surface [CARVALHO 1998]. Pour le pitting, la fissuration superficielle est la conséquence de contacts de Hertz microscopiques, issus des irrégularités de surface des antagonistes ou à la présence de particules solides dans le lubrifiant utilisé. Ce type d'endommagement peut être évité par une filtration du lubrifiant afin de limiter la présence de particules nuisibles pour les surfaces et par une faible rugosité des surfaces. L'application de dépôts minces sur les pistes des roulements peut être un potentiel intéressant pour lutter contre ce type d'endommagement à condition que le dépôt ne s'écaille pas de façon précoce. L'analyse de l'influence des rayons de courbure de différents ordres de grandeur permet d'identifier les défauts les plus dangereux pour la surface et de déterminer une épaisseur critique des dépôts durs afin d'en éviter l'écaillage [POLONSKY 1997].

Une analyse numérique du roulement permet à Bouzakis [BOUZAKIS 1997] d'établir un lien entre la tenue de dépôts en roulement et la contrainte principale de Von Mises dans l'épaisseur du dépôt sous l'action de la déformation du substrat et de la pression de la bille. Cette analyse permet d'établir un lien entre la tenue en roulement des dépôts et leur endurance sous une sollicitation de chocs répétés en utilisant des représentations de Wöhler et de Goodmann-Smith.

Les problèmes de fatigue de surface ne concernent pas seulement les mécanismes de roulement, mais aussi les ensembles soumis à des débattements micrométriques comme des pièces assemblées par vis/écrou. Au pitting et au spalling, vient donc s'ajouter le fretting, qui désigne la fatigue superficielle d'ensembles soumis à des vibrations.

### ***2.3.3 Etude de la tenue de dépôts minces en fretting-fatigue***

Les essais de fretting consistent à imposer un déplacement alternatif de faible amplitude entre deux antagonistes en contact. Ce mouvement cyclique introduit à l'échelle du contact une sollicitation cyclique qui va provoquer un endommagement des surfaces par des mécanismes d'usure abrasive – arrachement de particules – et de fatigue – fissuration et écaillage.

#### ***2.3.3.1 Présentation des essais de fretting***

L'essai de fretting consiste à imposer un mouvement alternatif de faible amplitude entre deux éprouvettes [SAUGER 1997], [CARTON 1993], [CARTON 1995], [LANGLADE 2004]. Au cours de ces essais, l'essentiel de la surface de l'empreinte reste en permanence dans le contact et n'est jamais exposé à l'air ambiant. Dans le cadre de cette étude, les essais de fretting sont effectués en utilisant une bille en 100Cr6 de 25 mm de diamètre sur un échantillon d'acier rapide X85WCrMoV6-5-4-2 revêtu. Le schéma de la Figure 18 présente le montage des essais de fretting.

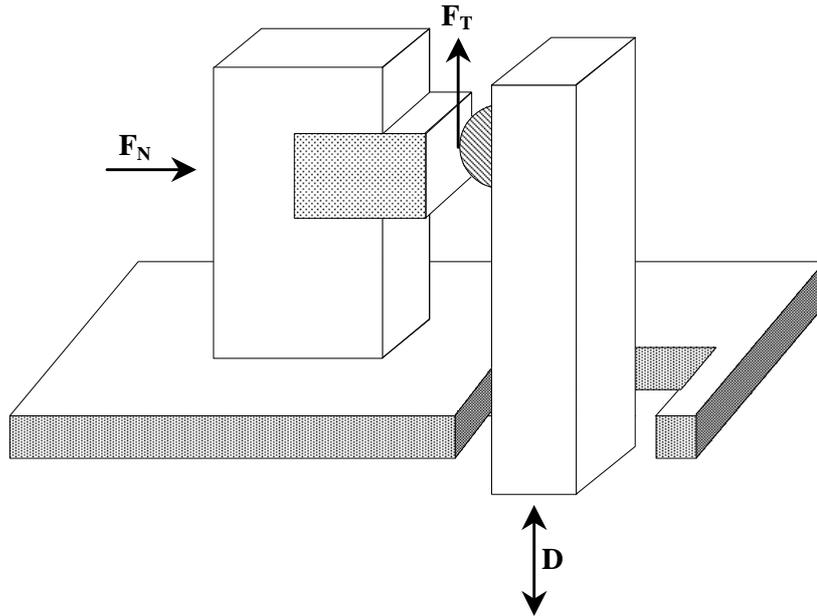


Figure 18 Essais de fretting

D : débattement imposé – de  $\pm 2 \mu\text{m}$  à  $\pm 150 \mu\text{m}$

$F_N$  : force normale appliquée sur l'échantillon – de 100 N à 1 kN

$F_T$  : force tangentielle mesurée (N)

f : fréquence de 1 Hz à 10 Hz

N : Nombre de cycles de 1 à  $10^6$ .

L'effort tangential  $F_T$  est enregistré en continu en fonction du débattement D. Trois types de cycles  $F_T$ -D sont observés :

- Le cycle  $F_T$ -D est fermé – Figure 19 a : la force tangentielle est proportionnelle au débattement. La déformation élastique des deux échantillons en contact est suffisante pour accommoder le déplacement imposé. Le déplacement relatif entre les deux surfaces en contact est négligeable : il y a collage.
- Le cycle  $F_T$ -D est un parallélogramme – Figure 19 b : la force tangentielle augmente d'abord linéairement avec le déplacement puis reste constante à partir d'une valeur limite. Le glissement est total. Le coefficient de frottement est alors égal au rapport  $F_T/F_N$ .
- Le cycle  $F_T$ -D est une ellipse – Figure 19 c : la force tangentielle n'évolue plus linéairement avec le déplacement. Les zones où la pression de contact est maximale restent collées alors qu'un glissement est observé là où la pression de contact est plus faible. Le glissement est partiel.

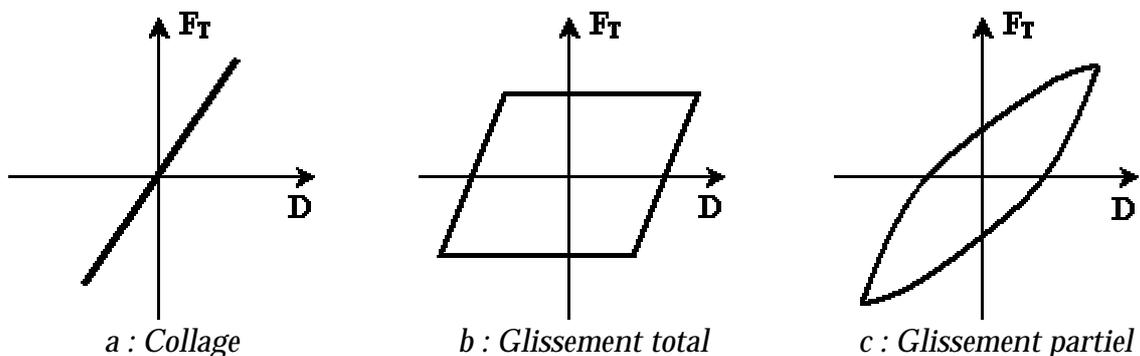


Figure 19 Différentes conditions de frottement en fretting

L'occurrence de ces différents régimes de frottement dépend de la nature des matériaux mis en contact, mais aussi de la charge normale exercée et du débattement imposé. Des cartes de comportement peuvent ainsi être déterminées pour un couple donné. Une grande amplitude de déplacement stimule le glissement, tandis que l'augmentation de la force normale favorise le collage des surfaces.

L'évolution des cycles  $F_T$ - $D$  avec le nombre de cycles donne un diagramme en trois dimensions connu sous le nom de bûche de fretting – cf. Figure 20 . Ce type de représentation permet de visualiser l'évolution du mode de glissement au cours des essais. L'endommagement des surfaces au cours de la sollicitation cyclique des échantillons peut entraîner une évolution de la forme des cycles  $F_T$ - $D$  décelable sur les bûches de fretting.

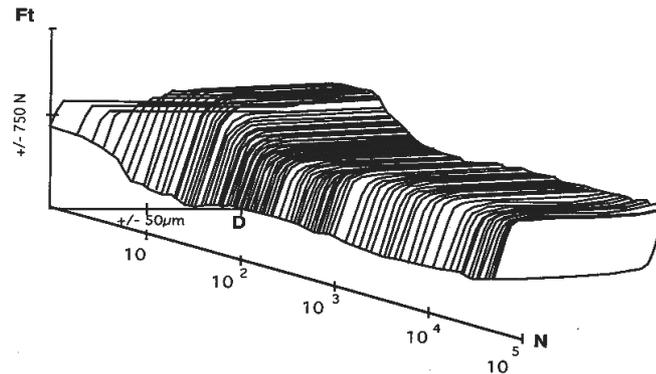


Figure 20 Bûche de fretting

Les régimes de collage ou de glissement partiel entraînent généralement la formation de fissures dans le contact tandis que le régime de glissement total s'accompagne généralement d'une transformation tribologique de surface – TTS – [SAUGER 1997]. La formation de débris dans la zone de contact fait évoluer le système tribologique initial vers un système à trois corps. Cette évolution conduit généralement à une diminution de l'effort tangentiel et favorise le glissement entre des deux surfaces. A ce niveau de l'essai, par application directe de la loi d'usure d'Archard, le mouvement relatif des surfaces, accompagné de la présence d'éventuels débris dans le contact, favorise l'enlèvement de matière et donc l'usure des antagonistes.

Si le tracé des bûches de fretting ne permet à ce niveau qu'une analyse qualitative des essais de fretting, une approche énergétique permet de quantifier le régime de glissement et de définir un critère de glissement permettant de distinguer les régimes de glissement total des régimes de glissement partiel. Le schéma de la Figure 21 illustre le bilan énergétique de l'hystérésis d'un cycle de fretting quelconque.

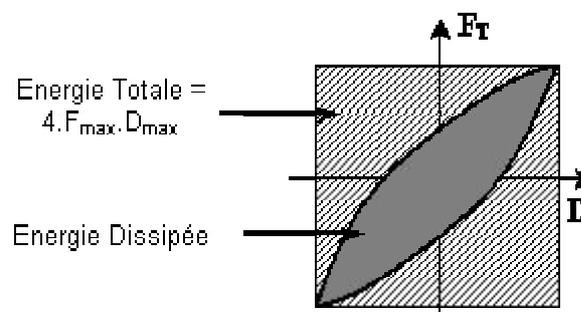


Figure 21 Bilan énergétique de l'hystérésis du cycle de fretting

Au cours d'un cycle de fretting, l'énergie totale fournie pour provoquer le débattement de la bille correspond au produit de la variation totale de force tangentielle par l'amplitude totale du débattement – ce qui correspond au travail de la force tangentielle. Si une partie de cette énergie totale est restituée lors du retour de la bille vers la position d'origine, une partie est dissipée par frottement. Ainsi, il est possible de définir un critère de glissement  $A$  pour tout type de cycle de fretting en calculant le rapport de l'énergie dissipée sur l'énergie totale :

$$(39) \quad A = \frac{W_{dissipée}}{W_{totale}} = \frac{\oint F \cdot dD}{4 \cdot F_{max} \cdot D_{max}}$$

Si le critère de glissement ainsi calculé est inférieur à un critère de glissement de transition –  $A_T$  constant et égal à 0,2 – alors le cycle est en régime de glissement partiel. Le glissement est total lorsque  $A > A_T$ . Dans ces conditions, le mouvement relatif des antagonistes est différent de zéro sur la totalité de la surface de contact.

Lorsque le glissement est total, la formation de débris dans le contact favorise l'endommagement des surfaces par une dynamique d'usure à trois corps. Ces conditions sont rencontrées lorsque l'amplitude du débattement imposé est grande ou lorsque la charge normale imposée est faible. Lorsqu'il y a collage, les surfaces sont soumises à des mécanismes de fatigue qui peuvent être appréhendés à l'aide de grandeurs classiques de la fatigue telles que le critère analytique d'amorçage de Dang Van – KDV – [FOUVRY 1996-a], [FOUVRY 1996-b], [FOUVRY 2001]. Ce critère KDV se définit en comparant sur un élément de volume donné la contrainte équivalente au sens de Tresca à la pression hydrostatique exercée sur cet élément de volume comme suit :

$$(40) \quad KDV = \max \left( \frac{\sigma_{Tresca}}{b - a \cdot p} \right)$$

$\sigma_{Tresca}$  est la contrainte équivalente au sens de Tresca dans l'élément de volume considéré (Pa)

$a = \frac{2t - f}{f/3}$  et  $b = 2t$ , où  $f$  et  $t$  désignent respectivement la limite de fatigue en flexion et en torsion alternée (Pa)

$p$  est la pression hydrostatique exercée sur cet élément de volume, elle est égale à la trace du tenseur des contraintes local (Pa)

Lorsque ce critère est supérieur à 1, un endommagement de la surface par fatigue sera observé lors des essais de fretting. Le tenseur des contraintes à la surface de la zone de contact peut être décrit par la théorie des contacts élastiques bille/plan avec un effort tangentiel non nul ou par calcul numérique. Ces calculs révèlent que la zone de risque de fissuration maximal se situe sur le bord interne de l'empreinte.

Cette analyse par le critère KDV a déjà été utilisée dans l'élaboration de cartes de comportement en fretting des matériaux massifs. Ce critère est défini à partir des limites d'endurance du matériau massif sous des sollicitations de flexion et de torsion alternées et n'est pas directement applicable aux matériaux non homogènes. En effet, si la réalisation de dépôts PVD permet d'augmenter la limite d'endurance d'échantillons métalliques – cf. § 2.3.1 – ce qui réduirait sensiblement la valeur du KDV, ces résultats ne sont pas applicables aux éléments de volume de revêtement ou de substrat isolés et s'avèrent inefficaces pour définir une condition d'amorçage de fissures lors d'essais de fretting sur des matériaux revêtus.

### 2.3.3.2 Propriétés de dépôts PVD en fretting

Les essais de fretting sur les dépôts minces s'effectuent principalement par des mesures du coefficient de frottement, du volume usé et de l'énergie dissipée en cours d'essai.

La bibliographie sur le comportement des dépôts PVD en fretting révèle tout d'abord une grande sensibilité des dépôts base titane – TiN – à l'humidité relative de l'air ambiant [MOHRBACHER 1995]. Des essais sur différents dépôts de TiN révèlent en effet que le coefficient de frottement est divisé par 4 lorsque l'humidité relative passe de 10 % à 80 %. Ce phénomène, particulièrement sensible après quelques milliers de cycles est expliqué par une dégradation tribochimique du TiN en  $\text{TiO}_{2-x}$ , modifiant le coefficient de frottement. Ce phénomène peut également être observé sur d'autres dépôts contenant du nitrure de titane, tels que le TiBN. Cette diminution du coefficient de frottement s'accompagne également d'une diminution du taux d'usure.

Concernant le comportement des dépôts base chrome en fretting, un régime de glissement partiel est à l'origine d'un fai ençage de la zone sollicitée cycliquement et donc d'une formation de débris. En raison de leur grande dureté – le CrN a une dureté de 1800 Hv sous une charge de 20 mN, le  $\text{Cr}_2\text{N}$  pourrait atteindre les 3000 Hv – ces débris accélèrent l'usure de la zone de glissement par une dynamique à trois corps. Les dépôts base chrome présentent ainsi une faible tenue aux sollicitations de fretting. Ce comportement est cependant amélioré par une lubrification du contact, qui permet de réduire les phénomènes de collage [TRICOTEAUX 2003].

En raison des propriétés de lubrifiant solide des DLC par graphitisation – abordé au § 1.2.2 – la tenue en fretting des surfaces est améliorée par l'ajout d'une couche superficielle de DLC [BLANPAIN 1995], qui permet de réduire le coefficient de frottement et donc limiter le cisaillement des surfaces.

Les essais de fretting permettent d'évaluer le comportement des dépôts dans un contact en milieu vibratoire. L'influence des propriétés tribologiques des antagonistes en fretting ne permet pas d'aborder de façon triviale leur comportement purement mécanique sous une sollicitation cyclique de contact. Il n'est en effet pas possible lors d'essais de fretting de faire abstraction de l'influence de l'amplitude du débattement, de la charge appliquée et des affinités chimiques entre les antagonistes sur les mécanismes d'endommagement des surfaces en glissement total, partiel ou collage.

Afin de compléter ces essais de fatigue superficielle, des essais de chocs répétés ont été envisagés afin d'étudier les mécanismes d'endommagement des couches dures sous ce type de sollicitation rencontré sur des outils de mise en forme, d'usinage ou des composants mécaniques soumis à des chocs répétés en raison de jeux de conception.

## 2.4 Essais de chocs répétés sur des dépôts durs

La dureté et le module de Young élevé des dépôts durs et minces réalisés par procédé PVD a motivé leur application sur des outils afin d'en limiter l'usure. Ainsi, dès le début des années 90, des essais de chocs répétés ont été réalisés en vue d'optimiser la conception d'outils de coupe.

### 2.4.1 Essais de chocs répétés sévères

Le problème de la tenue des dépôts PVD à une sollicitation de chocs répétés est en particulier posé sur les outils de coupe discontinue dont les arêtes coupantes sont soumises cycliquement à des impacts, à chaque pénétration dans la pièce usinée.

Des essais de chocs répétés ont été réalisés par la société allemande CEMECON afin de comparer le comportement de différents dépôts réalisés par PVD destinés à de l'outillage [KNOTEK 1992] , [KNOTEK 1994]. Le montage de ces auteurs consiste à percuter cycliquement l'échantillon avec une bille en carbure métallique  $\varnothing$  6 mm. La grande dureté des billes est destinée à limiter l'effet de l'usure ou de la déformation plastique de la bille au cours des essais de chocs répétés [STEINEBRUNNER 1996].

L'accélération de la bille est réalisée à l'aide de dispositifs électromagnétiques ou pneumatiques. Le choix de l'intensité et de la durée de l'impulsion permet de faire varier la charge de 0 à 1500 N avec une fréquence de 0 à 50 Hz. Aux charges supérieures à 1 kN, la bille doit être changée tous les  $10^6$  impacts en raison de l'aplatissement de sa surface au point de contact. Le positionnement de l'échantillon est réalisé à l'aide d'une platine micrométrique à deux axes. Afin de s'affranchir des effets de la déformation du substrat, les dépôts étudiés par cet auteur sont réalisés sur des céramiques –  $Al_2O_3$ ,  $Si_3N_4$ , WC – ou sur de l'acier rapide.

Divers dépôts ont été étudiés sur cette installation. Les résultats des essais sont synthétisés sous formes de courbes de Wöhler, en exprimant le nombre de cycles à l'endommagement du dépôt en fonction de la force d'impact. Le critère d'endommagement retenu est l'écaillage du dépôt et l'apparition du substrat. Ces essais présentent des durées de vie de  $10^3$  à  $10^6$  impacts dans la gamme de force choisie – de 300 à 1000 N – avec une bille en carbure de tungstène  $\varnothing$  6mm.

Ces essais révèlent qu'il est possible de différencier des dépôts par leur tenue à des mécanismes de fatigue superficielle et mettent en évidence l'importance de paramètres variés tels que l'adhérence – caractérisée par des essais de rayure – de la microdureté et des contraintes résiduelles [STOIBER 2001], [OLLENDORF 1999] , [HEINKE 1995]. Cependant, les essais mentionnés sont souvent particulièrement sévères et la déformation plastique excessive du substrat entraîne généralement l'endommagement des dépôts. L'épaisseur des dépôts étant très petite devant le rayon de la zone de contact, la déformation est imposée par le substrat et les dépôts minces sont généralement désavantagés par leur module de Young élevé [MATTHEWS 1998]. En revanche, la présence de contraintes résiduelles de compression élevées peut constituer un certain avantage pour ces revêtements [STOIBER 2001] en accord avec une analyse par les diagrammes de Goodman-Smith. Ensuite, la structure colonnaire de certains dépôts, tout en étant liée à des contraintes résiduelles plus faibles et à des dépôts moins adhérents et plus fragiles, peut être un avantage puisque cette structure non homogène facilite les déformations dans le plan du dépôt [LUGSCHEIDER 1999].

La sollicitation des dépôts lors d'impacts trop sévères se rapproche donc des sollicitations exercées lors des mesures d'adhérence par indentation HRC ou des essais de rayure à charge croissante. La similitude entre les classements réalisés par rayure, indentation Rockwell C et par essais de chocs répétés [OLLENDORF 1999] , [HEINKE 1995] n'est donc pas surprenante. Des observations similaires sont effectuées lors d'essais de frottement cylindre/plan sous des charges suffisamment élevées pour entraîner une déformation plastique du substrat [MISHINA 1999]. Cette interprétation des essais de chocs sévères explique également l'intérêt des traitements duplex, c'est à dire la réalisation des dépôts PVD sur des pièces durcies par des traitements de durcissement superficiels tels que la cémentation ou la nitruration [STOIBER 2001]. Le durcissement du substrat limite en effet la déformation plastique de sa surface sous une charge donnée et le dépôt sera moins sollicité lors des essais de rayure, d'indentation HRC ou de choc plastiques.

Des essais de fatigue superficielle similaires ont été mis au point en adaptant une machine de fatigue traditionnelle traction/compression afin d'appliquer une charge cyclique, avec une précontrainte sur un contact cylindre/plan [STOIBER 2001]. Ces essais ont l'avantage d'utiliser des machines déjà existantes et optimisées pour l'étude de la fatigue et de limiter l'usure de l'outil – bille ou cylindre – dans le contact. Ensuite, lorsque le cylindre est suffisamment long, le contact cylindre/plan est moins sévère que le contact bille/plan et permet de travailler plus facilement dans le domaine élastique du substrat, plus représentatif de l'utilisation réelle des dépôts PVD. Lors de ce type d'essai, une précontrainte permet de s'affranchir des défauts de parallélisme entre l'axe du cylindre et d'éviter des phénomènes de séparation des surfaces et de chocs. Ces essais révèlent que l'endurance des dépôts en fatigue superficielle augmente avec l'amplitude des contraintes résiduelles de compression. L'influence du module de Young des dépôts, de la ténacité de l'interface dépôt/substrat, et de la limite à rupture des dépôts est également mise en évidence.

La classification des dépôts minces sous des sollicitations de chocs répétés a également été complétée par une observation des différents types d'endommagement dans les empreintes au microscope optique et au microscope électronique à balayage [BANTLE 1995] [BATISTA 2003]. Trois zones d'endommagement sont alors identifiées et sont présentées sur la Figure 22 . Sur ce schéma, la zone de contact est délimitée par un trait discontinu.

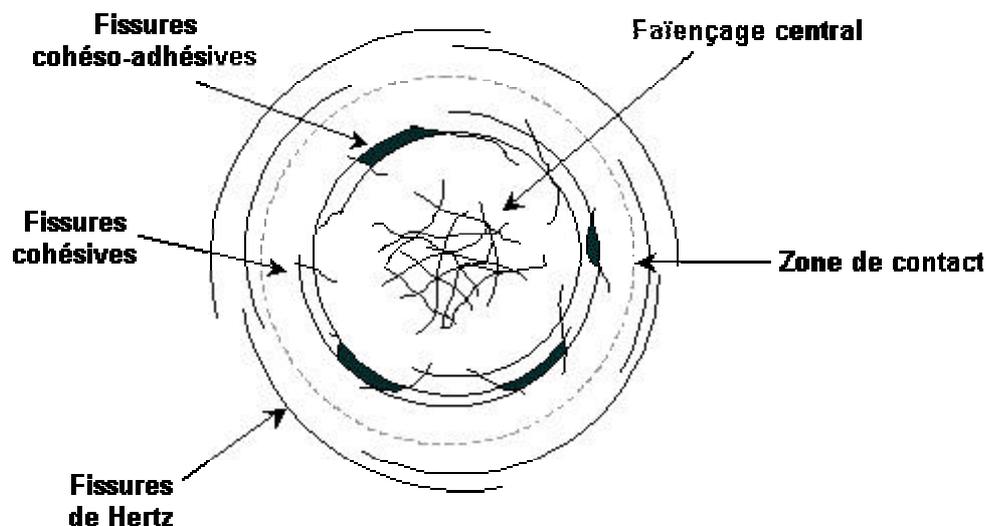


Figure 22 Principaux endommagements observés lors d'essais de chocs répétés

Les trois types d'endommagement observés lors des essais de chocs répétés sont :

- Des fissures cohésives circulaires sur le bord externe de l'empreinte. Ces fissures de type Hertiennes se développent en surface dans la zone de traction maximale.
- Un fai ençage cohésif en fond d'empreinte. Des modèles numériques suggèrent que ces fissures, sans orientation préférentielle se développent au niveau de l'interface dépôt / substrat pour ensuite remonter vers la surface [MICHLER 2001].
- Des fissures cohésives circulaires sur le bord interne de l'empreinte qui peuvent dégénérer en fissures adhéso-cohésives – écaillage du dépôt.

L'influence du coefficient de frottement sur la distribution des déformations radiales dans le contact plastique bille/plan a été étudié par calcul numérique [BEGLEY 1999] et révèle qu'un faible coefficient de frottement favorise le fai ençage en fond d'empreinte, tandis qu'un coefficient de frottement supérieur ou égal à 0,3 favorise le développement de fissures circulaires sur le bord interne de l'empreinte.

Cependant, la déformation plastique de l'empreinte n'est observée qu'au cours des premiers impacts. Au cours des impacts suivants, la conformation des surfaces, ainsi que l'écroutissage du substrat permettent d'aborder les impacts par une approche parfaitement élastique avec une contrainte minimale non nulle [BOUZAKIS 1999] . Cependant, cette approche ne prend pas en compte la modification des contraintes résiduelles dans le dépôt par la déformation du substrat qui influence de façon inévitable l'endurance du traitement de surface.

Ensuite, au cours de ce type d'essai, l'utilisation d'une bille en carbure métallique favorise les mécanismes d'usure des surfaces. Dans ces conditions, en négligeant les forces de frottement, le déplacement radial d'un point appartenant à la surface de contact se calcule par la relation [BOUZAKIS 2004-b] :

$$(41) \quad u_r(r) = -\frac{(1-2\nu)(1+\nu)}{3E} \cdot \frac{a^2}{r} \cdot p_{\max} \cdot \left\{ 1 - \left( 1 - \frac{r^2}{a^2} \right)^{3/2} \right\}$$

E et  $\nu$  désignent respectivement le module de Young (Pa) et le coefficient de Poisson de la bille ou de l'échantillon percuté

a est la demi largeur du contact (m)

$p_{\max}$  est la pression maximale de contact, calculée d'après la théorie de Hertz (Pa)

r est la distance au centre du contact (m)

L'indenteur utilisé dans ces essais est une bille en carbure de tungstène fritté, son module de Young est l'ordre de 600 GPa, tandis que le module de l'échantillon, en acier, est de 210 GPa. Le déplacement radial à la surface de la bille est donc différent du déplacement radial à la surface de l'échantillon, d'où un effort radial exercé à la surface de l'échantillon se rapprochant de sollicitations de fretting. Selon le régime de glissement entre l'indenteur et le dépôt, ces conditions de contact peuvent favoriser les mécanismes d'usure – cas du glissement partiel – ou une fissuration et un décollement du dépôt sur le bord interne de l'empreinte – cas du collage sous de petits débattements.

Les observations sur les fissures et les écailles du dépôt sont également complétées par des mesures du volume de l'empreinte laissée lors de ces essais de chocs répétés [HEINKE 1995], [BANTLE 1995] , [BATISTA 2003], [VOEVODIN 1995]. La mesure de la profondeur et du diamètre des empreintes permet d'estimer le volume de l'empreinte en les

assimilant à des calottes sphériques. L'évolution du volume des empreintes avec le nombre d'impacts, se fait sur des matériaux homogènes en quatre étapes [ENGEL 1996] :

- Une augmentation brutale du volume de l'empreinte est observée au cours des premiers impacts. Cette croissance correspond à la déformation plastique du matériau qui laisse une empreinte irréversible.
- Au bout de quelques impacts, les surfaces sont conformelles, les matériaux sont écrouis et le volume de l'empreinte est stable. Il n'y a plus de déformation plastique et pas d'usure.
- A partir d'un nombre d'impacts critique, une usure mesurable, progressive apparaît. Le détachement de particules d'usure peut découler de la formation de TTS dans le contact.
- Lorsque l'usure progressive a produit suffisamment de débris, ces derniers vont contribuer à l'arrachement de matière à la surface des antagonistes et l'usure s'accélère.

Dans le cas des matériaux revêtus, une évolution similaire peut être observée, mais la dernière phase de l'essai correspond à un écaillage du dépôt. Cette analyse permet de compléter la classification des dépôts en termes de durée de vie par une comparaison de leur efficacité dans la lutte anti-usure de la même manière que pour les essais de fretting. Ainsi, après la phase de déformation plastique et tant que le substrat n'est pas mis à nu, le volume des empreintes lors des essais de chocs répétés peut être corrélé au volume des empreintes lors de Calotests™ ou autres essais d'abrasion [VOEVODIN 1995]. Ces essais d'impacts mettent également en évidence l'existence d'un compromis dans le choix de l'épaisseur des dépôts de TiN, de CrN et de Cr<sub>2</sub>N puisque si la protection contre l'usure est proportionnelle à l'épaisseur du dépôt – cf. loi d'Archard – leur fragilité augmente également avec leur épaisseur [HEINKE 1995]. Ainsi, un dépôt de TiN de plus de 3 µm d'épaisseur risque de s'écailler de façon précoce et l'usure des composants est alors facilitée par la présence de particules dures de TiN dans le contact.

L'observation de l'usure des échantillons sous une sollicitation de chocs répétés met également en évidence une influence variable de la lubrification sur l'endurance du matériau en fonction de l'état des surfaces et de la sévérité des impacts.

#### ***2.4.2 Influence de la lubrification et de la température sur la tenue des matériaux aux chocs répétés***

L'influence de la lubrification sur la tenue d'une pièce aux chocs répétés varie avec la nature des matériaux étudiés. Les auteurs mentionnant ce type d'essai ne se sont intéressés qu'à des impacts sur des matériaux massifs. Le critère d'endommagement retenu est alors le volume des empreintes [ENGEL 1996], [CHEN 1996] , [LEGIN-EYZOP 1999], [LEGIN-EYZOP 2001].

Lorsque les impacts sont élastiques à l'échelle macroscopique, la lubrification limite l'usure. Dans ce cas de figure, la pression hydrostatique du lubrifiant permet une distribution homogène des pressions de contact, ce qui limite l'influence négative de la rugosité des antagonistes. En revanche, lorsque les impacts sont suffisamment sévères, la présence d'un liquide dans le contact accélère l'endommagement des matériaux puisque la pression hydrostatique favorise l'ouverture des fissures. Dans le cadre de cette étude, la sollicitation

des poussoirs reste dans le domaine élastique à l'échelle macroscopique et la présence d'huile dans le moteur devrait limiter l'endommagement des dépôts.

Des essais de chocs répétés à différentes températures ont révélé une diminution de l'endurance des dépôts PVD lorsque la température augmente [STEINEBRUNNER 1996]. Cette tendance peut être expliquée par une activation thermique des dégradations tribochimiques pouvant fragiliser le dépôt, mais aussi par une diminution des contraintes résiduelles thermomécaniques dans ces revêtements. Pour des raisons métallurgiques liées au substrat, les dépôts réalisés sur les poussoirs traités dans le cadre de cette étude doivent être réalisés à moins de 180°C. Ces pièces seront ensuite utilisées à une température moyenne de 90°C. Dans ces conditions, l'évolution des contraintes résiduelles thermomécaniques sur l'endurance des dépôts minces appliqués à des composants de moteurs ne sera pas négligeable et pourra être prise en compte à l'aide d'une analyse par des diagrammes de Goodmann-Smith par exemple.

#### *2.4.3 Utilisation du calcul numérique pour interpréter les essais de chocs élasto-plastiques répétés*

Afin de compenser les effets de la déformation plastique excessive du substrat, l'équipe de Knotek a collaboré avec celle de Bouzakis afin de compléter ces essais par une analyse numérique par la méthode des éléments finis. Ces travaux permettent d'établir un lien entre les essais de chocs sévères et des problèmes concrets de fatigue rencontrés sur des outils de coupe ou des pièces de turbines à gaz.

Pour l'aspect expérimental, Bouzakis et ses collaborateurs utilisent un dispositif semblable à celui utilisé par Knotek [BOUZAKIS 1996], [BOUZAKIS 1998], [BOUZAKIS 1999]. Une bille de carbure métallique  $\varnothing$  6 mm est propulsée périodiquement sur l'échantillon – 100Cr6 ou acier rapide – revêtu. Une analyse numérique par la méthode des éléments finis est alors utilisée pour calculer les déformations engendrées dans le dépôt pendant et après l'impact en considérant la déformation plastique et le retour élastique du substrat. Ces calculs révèlent que l'empreinte tend rapidement vers une géométrie d'équilibre, de manière à ce que les impacts deviennent parfaitement élastiques. La déformation plastique du substrat sollicite le dépôt en traction et l'endurance du revêtement est alors interprétée par le biais des diagrammes de Goodmann-Smith en connaissant l'amplitude de la variation des contraintes équivalentes ainsi que la contrainte équivalente moyenne.

Cette interprétation des résultats d'impacts élasto-plastiques permet d'estimer l'endurance d'un dépôt dans les conditions de sollicitations réelles. La variation des contraintes dans le dépôt sur l'outil est également déterminée par une analyse numérique de la pièce. Lorsque l'outil est correctement dimensionné, aucune déformation plastique n'intervient et la contrainte minimale exercée sur le dépôt est nulle. Dans les différentes publications décrivant cette analyse, aucune allusion n'a été faite aux contraintes résiduelles de compression des couches testées. Ces contraintes résiduelles sont élevées et influencent nécessairement l'endurance de ces traitements de surfaces. Ensuite, si la réalisation de chocs élasto-plastiques pour caractériser ces couches permet de limiter la durée des essais – domaine de fatigue oligo-cyclique, ce mode opératoire modifie de façon significative le champ des contraintes résiduelles, ce qui peut affecter le comportement et la classification des traitements de surface qui émane de ces essais.

Cette analyse donne cependant des informations exploitables pour le dimensionnement de pièces revêtues tout en minimisant la durée des essais grâce à la précontrainte de traction

des dépôts engendrée par la déformation plastique du substrat. Cette approche est illustrée par une optimisation du rayon de courbure d'arête d'outils de coupe en fonction des propriétés des dépôts réalisés [BOUZAKIS 2000] , [BOUZAKIS 2003-b] , par des prévisions concernant la fatigue en roulement de pièces revêtues [BOUZAKIS 1997] ou pour estimer l'endurance d'un traitement de surface soumis à des chocs thermiques dans des turbines à gaz [BOUZAKIS 2003-a] .

Plus récemment, cette analyse de l'endurance des dépôts PVD a été étendue aux problèmes de préparation de surface [BOUZAKIS 2004-b]. Cette approche s'effectue en définissant un facteur de sensibilité à la rugosité  $f$ , correspondant au rapport des contraintes locales réelles, déterminées par calcul numérique, sur les contraintes maximales lorsque la rugosité est nulle :

$$(42) \quad f = \frac{S_{\text{max-réel}}}{S_{\text{théorique-Ra=0}}}$$

Ce facteur rejoint le concept de l'indice de plasticité de Greenwood-Williamson et se rapproche des résultats liés à la définition du paramètre adimensionné  $\chi$  de Johnson – eq. (36) – en comparant l'état des contraintes réelles au champ de contraintes théorique sur des surfaces parfaitement planes. Cet indice augmente avec la rugosité des antagonistes et le calcul numérique révèle qu'à rugosité constante, ce facteur augmente lorsque la charge appliquée diminue – tout comme le paramètre  $\chi$ .

L'évolution des techniques de dépôts PVD depuis le début des années 1990 permet maintenant de réaliser des dépôts en plusieurs couches micrométriques voir nanométriques, ou avec une variation continue de composition. L'expérience révèle que ce type de couche peut potentiellement améliorer la tenue des dépôts anti-usure à une sollicitation de fatigue superficielle.

#### 2.4.4 Essais de chocs répétés sur des multicouches

L'expérience a révélé que la propagation de fissures dans l'épaisseur des dépôts est gênée et ralentie lors que les dépôts sont constituées de plusieurs couches – de quelques couches microscopiques à plusieurs centaines de couches nanométriques. Ainsi, ces dépôts présentent une meilleure tenue à la fatigue superficielle et aux mécanismes d'usure abrasive par rapport aux dépôts mono-couches.

En étudiant la cinétique de croissance d'écailles sur des dépôts en deux couches lors d'essais de chocs répétés, Bouzakis [BOUZAKIS 2004-a] constate également un effet protecteur des couches supérieures sur les sous-couches. Ainsi l'endurance d'un dépôt de TiAlN + DLC ou TiAlN + B<sub>4</sub>C est supérieure à celle d'un dépôt de TiAlN seul, même si l'écailage de la couche de DLC ou de B<sub>4</sub>C mettant à nu la sous-couche de TiAlN est constaté avant l'écailage du dépôt de TiAlN seul.

Trois principaux mécanismes ont été proposés pour expliquer l'endurance supérieure des dépôts multicouches [HOLLECK 1995], [KIM 2003], [MENDIBIDE 2003] :

- Relaxation des contraintes de cisaillement entre différents dépôts en insérant des couches intermédiaires ductiles
- Introduction de contraintes résiduelles de compression élevées par épitaxie
- Ralentissement de la propagation des fissures par la ténacité supérieure des interfaces

La relaxation des contraintes est observée lorsqu'une couche intermédiaire ductile est insérée entre deux couches dures, comme une couche de titane entre deux couches de TiN [KIM 2003], [BROMARK 1997]. Cette couche ductile permet au dépôt de supporter des contraintes de cisaillement dans son plan, par exemple lorsque le substrat se déforme plastiquement.

L'épitaxie survient lorsque deux couches voisines possèdent une structure cristalline voisine avec un pas inter-atomique proche mais différent, comme sur un multicouche CrN-TiN [MENDIBIDE 2003] ou également des dépôts Ti-TiN [KIM 2003]. Par ce mécanisme de croissance cristalline particulier, le pas inter-atomique des cristaux d'une couche est influencé par le pas inter-atomique de la couche précédente. Il en résulte une déformation artificielle des cristaux de la couche qui peut être à l'origine de contraintes résiduelles localement élevées. Ensuite, la présence de contraintes résiduelles importantes et une taille de grain plus faible au niveau des interfaces peut contribuer à ralentir la propagation des fissures d'une couche à l'autre.

Des essais de flexion sur des lames revêtues montrent que les fissures sont déviées ou se divisent au niveau des interfaces dans ce type de revêtement [WIKLUND 1997]. La déviation et la ramification des fissures dans les dépôts multicouches, également observés lors d'essais d'érosion et de chocs répétés [GACHON 1997], dissipent de l'énergie et ralentissent l'endommagement du revêtement.

En regard des différents essais mécaniques proposés pour étudier le comportement des couches minces réalisées par procédé PVD, les essais de chocs répétés semblent être les plus prometteurs en vue d'une caractérisation de la tenue en fatigue superficielle des traitements de surface. Cette observation motive donc la mise au point d'un appareil dédié à ce type de caractérisation afin de disposer d'éléments pour optimiser la tenue des revêtements durs à une sollicitation de fatigue superficielle.

# CHAPITRE 3

### 3 PRÉSENTATION DU MICRO-PERCUTEUR ET DE SON INSTRUMENTATION

Le banc de chocs répétés est développé par adaptation d'un dispositif de marquage industriel par micropercussion.

#### 3.1 Présentation du banc de micro percussion :

Le micro-percuteur est à l'origine utilisé dans l'industrie pour graver des caractères alphanumériques – dates, numéros de série, codes Datamatrix™ – sur des composants en fabrication par indentations répétées. Le développement d'un nouveau logiciel de commande permet d'adapter cette machine à l'étude du comportement des matériaux sous des chocs répétés.

Deux modèles de micro-percuteurs ont été utilisés dans le cadre de cette thèse – Figure 23 . La CN200Sm est le modèle le plus ancien, installé à l'Ecole Centrale de Lyon et a été utilisé pour l'étude des mécanismes d'érosion [GACHON 1997] et de transformation tribologique de surface [SEKKAL 2000]. La CN312Cm est une version plus récente et comporte quelques améliorations en particulier concernant la rigidité du montage, la précision du positionnement du stylet et l'électronique de commande permettant d'augmenter la cadence des impacts. La version finale du banc d'essais de chocs répétés instrumenté a été développée sur la base de ce dernier modèle.



*CN200Sm*



*CN312Cm*

**Figure 23** Photos des micropercuteurs utilisés

Le mécanisme de ces bancs de chocs répétés se rapproche des dispositifs mis au point par Knotek et al. ou celle de Bouzakis et al. pour l'étude de la fatigue superficielle. Ces derniers ont cependant les défauts de ne pas être dérivés d'appareils de grande série – ce qui peut donc biaiser la reproductibilité des conditions d'essais et affecter le coût de l'installation – et de réaliser des essais particulièrement sévères – essais plus courts obtenus avec des chocs plastiques – jugés non représentatifs des sollicitations réelles des couches minces.

Les percuteurs de série servant de base au banc de chocs répétés mis au point dans le cadre de cette étude ont l'avantage d'être déjà optimisés et fiabilisés pour un marquage rapide et régulier, avec une bonne reproductibilité de la force d'impact. Le schéma de la Figure 24 présente le mécanisme de la tête de marquage.

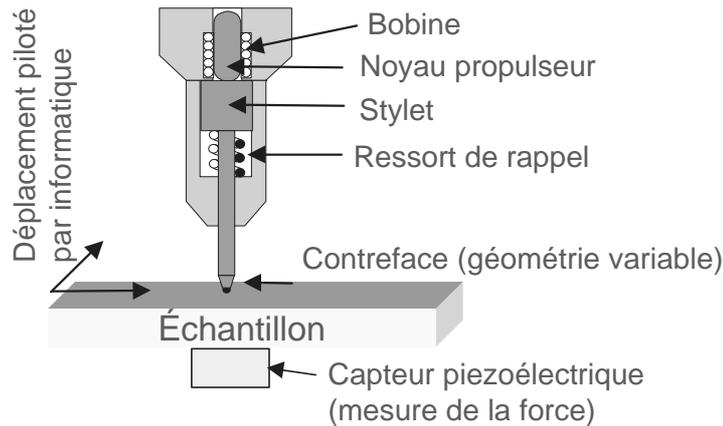


Figure 24 Schéma de la tête de marquage

Une bobine électromagnétique fait osciller un noyau en fer doux d'une masse connue. Ce noyau propulse périodiquement un stylet, équipé d'un outil ou d'un indenteur, contre l'échantillon étudié. La remontée du noyau et du stylet est assurée par l'action de deux ressorts de rappels précontraints.

Cette tête de marquage est montée sur une platine motorisée en x et en y, commandée par ordinateur. Le positionnement de la tête de marquage est réalisé par un système vis-écrou sur la CN312Cm, assurant une précision de l'ordre du centième de millimètre dans le positionnement de l'outil.

Les deux percuteurs sont commandés par micro-ordinateur. La CN200Sm est commandée par un logiciel destiné à l'écriture de caractères alphanumériques. Sur ce montage, le pilotage de la tête de marquage en x et en y n'est pas utilisé en raison des incertitudes sur le positionnement du stylet et surtout en raison de problèmes liés à la durée des essais – la cadence moyenne des impacts est de 5 Hz dans le cas le plus favorable. Il est préférable de déplacer l'échantillon horizontalement pour réaliser plusieurs essais sur la même pièce. A l'aide de ce logiciel, il est possible de faire varier la force d'impact en jouant sur la hauteur initiale du stylet et sur un nombre entier variant de 0 à 6 représentatif de l'intensité des impulsions et désigné par le terme de « code trait » – CT.

Le logiciel Optifam a été développé dans le cadre de cette étude pour piloter la CN312Cm de manière à réaliser plus rapidement et plus simplement des essais de chocs répétés. Ce programme permet de réaliser un tableau de points en faisant varier en chaque point la durée de l'impulsion de l'électroaimant et le nombre d'impacts. L'énergie cinétique de l'impact dépend de la hauteur initiale de l'outil au dessus de l'échantillon et de la durée de l'impulsion électromagnétique, qui peut ne pas être un nombre entier contrairement aux code-trait. L'utilisateur précise le nombre de lignes et de colonnes qu'il souhaite réaliser dans son tableau, avec les coordonnées (X ; Y) du premier point ainsi que les incréments ( $\Delta X$  ;  $\Delta Y$ ) entre chaque colonne et chaque ligne. Ce logiciel prévoit également une fonction d'arrêt d'urgence, en cours de marquage, en cas d'erreur de manipulation.

Lors de l'étude de la tenue en fatigue des dépôts PVD, des tableaux comportant plusieurs points de plus d'un million d'impacts peuvent être envisagés. Dans ces conditions, des essais peuvent durer plusieurs jours si aucune précaution n'est prise. Quelques modifications ont été apportées à la CN312Cm afin de réduire la durée des essais.

### 3.2 Optimisation des essais réalisés sur la CN312Cm :

Par défaut, le logiciel Optifam impose une temporisation de 100 ms entre deux impacts. Cette temporisation est nécessaire pour permettre au stylet de remonter avant l'impact suivant, mais il faut alors compter près de 28h par million d'impacts. Les essais de fatigue superficielle pouvant nécessiter plusieurs millions d'impacts, il a été jugé nécessaire de minimiser cette temporisation.

#### 3.2.1 Augmentation de la cadence des impacts

La fréquence des impacts est variable et fonction de la temporisation de remontée du stylet –  $T_{pen-up}$  – qui peut être défini par l'utilisateur. La fréquence moyenne des impacts se mesure en chronométrant le temps mis par le percuteur pour réaliser un grand nombre d'impacts.

En supposant que la durée d'un impact correspond à la durée de l'impulsion électromagnétique –  $t_{impulsion}$  en ms – ajoutée à la temporisation de remontée du stylet –  $t_{pen-up}$  en ms – la fréquence des impacts  $f_{impacts}$ , en Hertz, est définie par la relation :

$$(43) \quad f_{impacts} = \frac{1000}{t_{impulsion} + t_{pen-up}}$$

Et la durée totale de l'essai –  $t_{essai}$  en secondes, correspondant à la réalisation de  $N_{impacts}$  impacts se définit par :

$$(44) \quad t_{essai} = \frac{N_{impacts}}{f_{impacts}}$$

L'erreur commise sur l'estimation de la durée d'un essai est inférieure à 5 %. Cette précision est suffisante pour gérer la réalisation des essais en minimisant les temps morts.

La durée de l'impulsion est imposée par la force d'impact recherchée par l'utilisateur. En revanche, l'utilisateur peut accéder facilement au temps de remontée du stylet afin de faire varier la fréquence des impacts. La réduction de la cadence de frappe est cependant limitée par quatre phénomènes : le temps de recharge des capacités, la surchauffe de la bobine électromagnétique par effet Joule, la remontée du stylet sous l'action du ressort de rappel et l'influence de la fréquence d'une sollicitation sur l'endurance d'un matériau – cf. § 2.2.1.

- *Temps de recharge des capacités :*

Des condensateurs sont insérés dans le corps du micro-percuteur afin de délivrer périodiquement des créneaux d'intensité élevée – de l'ordre de 15 Ampères – dans la bobine électromagnétique. Dans des conditions normales d'utilisation, le temps de recharge théorique de ces capacités est estimé par le fabricant à 20-25 ms. Cette observation permet de garantir une bonne répétitivité de la force d'impact pour des fréquences inférieures à 40 Hz, quelle que soit la durée de l'impulsion.

Le percuteur est dimensionné pour délivrer des impulsions qui peuvent durer jusqu'à 5 ms. Lors de telles impulsions, la totalité de l'énergie électrique emmagasinée dans les condensateurs est délivrée dans l'électroaimant. Lorsque la durée de l'impulsion est faible, de 0,5 à 2 ms, les capacités ne se déchargent pas complètement et le temps nécessaire pour accumuler la même quantité d'énergie dans les condensateurs est plus court.

En pratique, pour des impulsions inférieures à 2 ms, le temps de recharge des condensateurs est inférieur à 10 ms, ce qui permet d'atteindre des cadences d'impacts de 100 Hz. Il n'a pas été jugé nécessaire d'effectuer des essais à des fréquences supérieures. En raison de la faible épaisseur des dépôts devant le rayon de la zone de contact, l'influence de leur diffusivité thermique sur la sensibilité à la fréquence de sollicitation est considérée comme négligeable. La cadence des impacts ne doit donc pas dépasser le seuil de sensibilité à la fréquence des aciers qui est de 100 Hz – cf. § 2.2.1.

Ensuite, dans le cadre de l'étude du système came/poussoir, la vitesse de rotation maximale d'une came sur la majorité des véhicules est de 100 Hz – régime moteur de 6000 tr/min. L'analyse du comportement à des fréquences de sollicitations plus élevées n'est donc pas nécessaire dans le cadre de cette étude.

Si l'électronique et le programme de pilotage du percuteur permettent en théorie de réaliser des essais à des cadences de 60 à 100 Hz, des modifications sont nécessaires pour améliorer le comportement thermique et cinématique du système.

- Surchauffe de la tête de marquage par effet Joule

Lors de la réalisation des essais, un courant important – jusqu'à 15 Ampères d'après le fabricant – passe périodiquement dans l'électroaimant accélérant le noyau propulseur. Une partie de l'énergie électrique est alors dissipée sous forme de chaleur par effet Joule –  $Q = R.I^2$ . La résistance électrique de la bobine et l'intensité du courant étant constantes à chaque impact, la puissance dissipée pendant chaque impact est constante. La chaleur rayonnée au cours d'un essai est donc proportionnelle à la durée des impulsions électriques et à la fréquence des impulsions. La puissance dissipée par l'électroaimant se calcule donc par la relation :

$$(45) \quad Q_{\text{électroaimant}} = Q_{\text{Joule}} \cdot t_{\text{impulsion}} \cdot f_{\text{impacts}}$$

Avec des puissances exprimées en Watts, une durée d'impulsion en secondes et une fréquence en Hertz. Une mesure *in situ*, à l'aide d'un thermocouple, révèle qu'avec une durée d'impulsion de 1 ms et une cadence d'impacts de 33 impacts par seconde, la température dépasse les 100°C en 8 minutes et peut dépasser les 200°C après quelques heures d'essai. Cet échauffement de l'électroaimant a déjà motivé le montage de dispositifs de refroidissement par air comprimé ou par ventilation sur les appareils de marquage.

Un échauffement trop important peut endommager de façon irréversible les composants, c'est pourquoi les appareils de marquage sont équipés de sécurités thermiques, empêchant le lancement d'un nouveau marquage si une température critique est dépassée. Cependant, lors des essais de chocs répétés, une seule opération de marquage peut durer plusieurs heures et les composants peuvent être endommagés avant que l'alarme de température de l'électroaimant ne se déclenche et n'interrompe l'opération. Ainsi, il est nécessaire de pouvoir estimer *a priori* la température d'équilibre du percuteur afin de ne pas lancer d'essai susceptible d'endommager l'appareil.

Quelques essais à différentes fréquences et différentes durées d'impulsion permettent de définir une loi de comportement thermique de la tête de marquage en fonction de la durée de l'impulsion et de la fréquence des impacts. La chaleur générée par effet Joule sera dissipée principalement par convection – naturelle ou forcée. Le système peut donc être décrit par l'équation différentielle suivante :

$$(46) \quad m \cdot c_p \cdot \frac{\partial \Delta T}{\partial t} + h \cdot S \cdot \Delta T = Q$$

Q est la chaleur apportée à l'électroaimant par effet Joule (W)

$m \cdot c_p$  est la capacité calorifique de l'électroaimant (J/K)

h est le coefficient d'échange de chaleur surfacique par convection (W/m<sup>2</sup>/K)

S est la surface d'échange de chaleur avec l'extérieur (m<sup>2</sup>)

L'étude d'un refroidissement libre permet de définir la constante de temps du système :

$$(47) \quad t = \frac{m \cdot c_p}{h \cdot S} \approx 15 \text{ min}$$

La température de la tête de marquage suit une loi exponentielle :

$$(48) \quad T_{\text{int.}} = T_{\text{ext.}} + T_{\infty} \cdot \left( 1 - e^{-\frac{t}{t}} \right)$$

Avec  $T_{\infty}$  la température à l'équilibre du système, définie par la loi empirique :

$$(49) \quad T_{\infty} = T_{\text{ext.}} + A \cdot t_{\text{impulsion}} \cdot f_{\text{impacts}}$$

Avec  $t_{\text{impulsion}}$  en ms et  $f_{\text{impacts}}$  en Hertz.

Le facteur A désigne la tendance de la tête de marquage à conserver la chaleur Q apportée par l'électroaimant. Il doit donc être minimal pour éviter un échauffement excessif du perceuse. Ce facteur est égal à 2 sur le montage d'origine sans refroidissement, cette valeur est assez élevée et ne permet pas de dépasser les 20 Hz de fréquence sans que l'alarme de température du stylet ne se déclenche.

L'évacuation de chaleur peut être facilitée en augmentant la surface d'échange ou en provoquant une circulation d'air. Le montage de deux dissipateurs de composants électriques – augmentation de la surface d'échange – avec une résistance thermique de 3,6°C/W chacun, permet de faire baisser le facteur A de 2 à 1,2. Ce gain se retrouve immédiatement sur la durée des essais. La Figure 25 présente les courbes de chauffe de la tête de marquage, lors d'un essai à 30 000 impacts, avec une impulsion de 1 ms et un temps de remontée du stylet de 30 ms. La durée totale de l'essai est de 17 minutes, la fin de l'essai est indiqué par une ligne discontinue verticale sur ce graphique. Les températures maximales sur les deux courbes correspondent à la fin des impacts et le début de la phase de refroidissement libre de la tête de marquage. Les trois graphiques correspondent, de haut en bas à un stylet non équipé, au montage de radiateurs et à une ventilation sur les radiateurs.

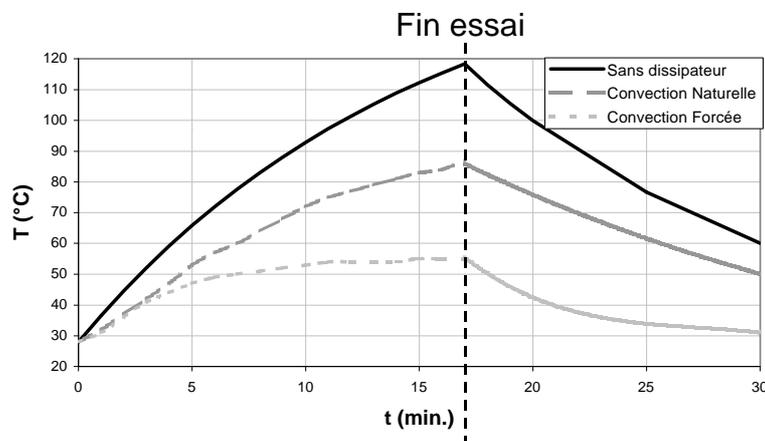


Figure 25 Essais sur la chauffe de la tête de marquage

Un système de refroidissement par air comprimé a été conçu pour les perceurs travaillant à cadence élevée. Cette circulation d'air a tout d'abord pour effet de passer d'un régime d'échange thermique par convection naturelle à un régime par convection forcée, ce qui a pour effet de multiplier par 3 ou 4 le coefficient d'échange surfacique  $h$  dans l'équation (46). Ensuite, après cette circulation d'air autour de l'électroaimant, l'échappement de l'air comprimé par un orifice situé en-dessous de l'électroaimant provoque une détente adiabatique du gaz, ce qui a pour effet d'abaisser la température de l'air au voisinage de l'électroaimant, ce qui favorise l'évacuation de la chaleur par l'air évacué. Le montage du détendeur permet d'avoir un facteur  $A$  de 0,7, ce qui est équivalent aux résultats obtenus par le montage des radiateurs.

La combinaison des ailettes et de la circulation d'air comprimé permet d'avoir un facteur  $A$  de 0,44. Il est alors possible de diminuer davantage la temporisation de remontée du stylet et de se rapprocher des limites électriques du système. La cadence maximale des impacts peut alors atteindre 50 Hz pour des impacts énergétiques et 100 Hz pour les impacts de faible énergie.

#### • Cinématique de l'indenteur avant et après l'impact

Une fois les obstacles électriques et thermiques surmontés, les essais réalisés avec les stylets d'origine n'ont pas donné de résultats représentatifs de l'endommagement des dépôts minces par fatigue superficielle. En effet, les pointes en Cermet de petits diamètres provoquent inévitablement la plastification de l'échantillon testé. Dans ces conditions, les dépôts vont rompre à cause d'une déformation excessive du substrat, comme lors d'indentations HRC – et non par des mécanismes de fatigue superficielle. Cette observation a conduit à la réalisation de nouveaux stylets destinés à supporter des billes de grand diamètre – jusqu'à 20 mm de diamètre – de manière à diminuer la pression de contact – cf. Figure 13 à la page 39.

En raison de la masse importante des nouveaux stylets dessinés pour les essais de fatigue superficielle, la réalisation d'essais à des cadences élevées nécessite une adaptation du ressort de rappel du stylet. En effet, lorsque la cadence des impacts atteint les 50 Hz, l'action du ressort de rappel n'est plus suffisante pour remonter le stylet à sa position initiale avant l'impulsion suivante. Une analyse mécanique de la tête de marquage permet de diminuer le temps de retour du stylet en augmentant la précontrainte du ressort de rappel.

Le noyau en fer doux et le stylet peuvent être assimilés à une masse  $M$  montée sur un ressort dont la raideur équivalente  $K_{\text{éq}}$  est égale à la somme des raideurs du ressort de rappel du noyau  $K_1$  et du ressort de rappel du stylet  $K_2$  – ces deux ressorts étant montés en parallèle. Le schéma de la Figure 26 présente le modèle mécanique utilisé pour optimiser le temps de remontée du stylet :

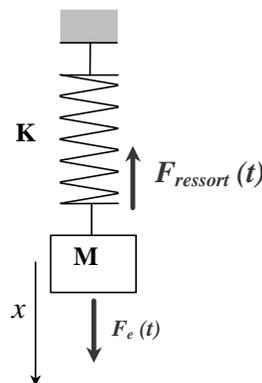


Figure 26 Schéma cinématique de la tête de marquage

Un choix des variables approprié permet de fixer  $x(0) = 0$ , la position de l'extrémité de l'indenteur au repos. La précontrainte du ressort est présentée par la constante de précontrainte initiale  $x_0$ . Le bilan des forces exercées sur la masse mobile  $M$  s'exprime donc :

$$(50) \quad F_{em} - K \cdot x_0 - K \cdot x = M \cdot \ddot{x} \quad \text{Avec : } \begin{cases} x(0) = 0 \\ \dot{x}(0) = 0 \\ \ddot{x}(0) = 0 \end{cases}$$

$F_{em}$  désigne la force électromagnétique exercée sur le noyau en fer doux (N)

$K$  est la raideur équivalente des ressorts du système (N/m)

La résolution de l'équation différentielle (50) permet de décrire le déplacement du stylet au cours du temps :

$$(51) \quad x(t) = \frac{F_{em} - K \cdot x_0}{K} \cdot (1 - \cos(\omega \cdot t)) \quad \text{Avec : } \omega = \sqrt{\frac{K}{m}}$$

Selon la nature de l'indenteur utilisé,  $m$  varie de 30 à 125 g. La raideur équivalente  $K$  est de l'ordre de 900 N/m. La pulsation  $\omega$  du système varie donc de 85 à 175 rad/s. Le temps de descente du stylet étant de 1 à 5 ms, le produit  $\omega \cdot t$  n'est pas négligeable.

Le temps  $t_1$  nécessaire à l'indenteur pour parcourir une distance  $h$  le séparant de la surface de l'échantillon se calcule en inversant la relation (51):

$$(52) \quad t_1 = \frac{1}{\omega} \cdot \arccos\left(1 - \frac{K \cdot h}{F_{em} - K \cdot x_0}\right)$$

Pour l'étude de la remontée du stylet, il suffit de faire un changement de variable en  $X_0 = h - x_0$ , de poser  $F_{em} = 0$  et  $X(0) = 0$  dans l'équation différentielle (50). Ce qui donne, dans le repère initial :

$$(53) \quad x(t) = (h + x_0) \cdot \cos(\omega \cdot t) - x_0$$

Le stylet est remonté à sa position de repos lorsque  $x(t) = 0$ . Le temps de remontée du stylet est donc :

$$(54) \quad t_2 = \frac{1}{\omega} \cdot \arccos\left(\frac{x_0}{h + x_0}\right)$$

La relation (54) révèle qu'une simple augmentation de la précontrainte du ressort de rappel suffit pour diminuer de façon significative le temps de remontée du stylet. L'amplitude de la précontrainte ne doit évidemment pas dépasser la valeur de la force exercée par l'électroaimant sur le noyau en fer doux. Pour une application numérique, une simple pesée suffit pour déterminer la masse mobile. La mesure de l'allongement des ressorts du montage sous une charge connue permet d'en connaître la raideur.

Avec le montage des billes de 20 mm de diamètre, nous avons :  $M = 125$  g et  $K = 900$  N/m  $\omega = 85$  rad/s. Le tableau suivant présente l'évolution du temps de remontée du stylet pour différentes valeurs de précontrainte  $x_0$  et différentes hauteur du stylet  $h$  :

**Tableau 2** Temps de remontée du stylet pour différentes valeurs de précontraintes

Temps de remontée du stylet (ms)	$x_0 = 1$ mm	$x_0 = 6$ mm
$h = 1$ mm	12	6
$h = 3$ mm	16	10

Ces calculs donnent un temps de remontée du stylet pouvant atteindre 16 ms sur le système initial avec des billes de 20 mm de diamètre. En considérant que quelques millisecondes supplémentaires sont nécessaires pour l'amortissement des vibrations générées lors du retour brutal du stylet à sa position de départ, le calcul permet de retrouver la valeur de la temporisation à partir de laquelle les impacts ne sont plus réalisés de façon régulière.

L'augmentation de la précontrainte du ressort, par un dessin approprié du système de guidage, permet de diminuer le temps de remontée du stylet. Il est à ce niveau nécessaire de s'assurer que la précontrainte finale du ressort de rappel du stylet est inférieure à la force exercée par l'électroaimant pour accélérer le stylet contre l'échantillon. Des mesures d'accélération du stylet suggèrent que la valeur de la force électromagnétique exercée sur le noyau en fer doux est de l'ordre de 20 N. L'effort de précontrainte total à  $x_0 = 6$  mm est inférieur à 6 N. La vitesse des impacts générés par le percuteur est légèrement inférieure, ce qui n'est pas un problème dans le cadre de cette étude. Il est alors possible de réaliser des essais de chocs répétés à des cadences de 100 impacts par seconde. Le système de refroidissement par air comprimé et avec radiateurs est suffisant pour atteindre de telles cadences pour les impacts les moins énergétiques.

Suite à ces optimisations, l'utilisation intensive du dispositif de chocs répétés a conduit à quelques pannes électriques au cours de l'étude liées à une surchauffe des cartes électroniques du percuteur. Une circulation d'air filtré doit donc être également prévue sur les cartes électroniques du percuteur de manière à limiter les risques de surchauffe de ces composants.

Grâce à cette étude électrique, thermique et mécanique, la réalisation d'un million d'impacts peut être envisagée en 3h. Ces modifications rendent envisageables des essais statistiques avec un nombre de cycles pouvant approcher  $10^7$  impacts. Ce type d'essai nécessite alors une trentaine d'heures par point.

### ***3.2.2 Instrumentation du micro-percuteur : Capteurs de déplacement et de force***

Par analogie avec les indentations quasi-statiques, la mesure de la force exercée par la bille sur l'échantillon au cours de l'impact permet de remonter rapidement aux pressions de contact et de juger de la sévérité du contact. Cependant, en raison de la brièveté de l'événement, la mesure de la force exercée sur l'échantillon pendant l'impact pose des difficultés d'ordre métrologique.

#### ***3.2.2.1 Utilisation du capteur de déplacement***

Un capteur de déplacement par triangulation laser a été utilisé pour étudier le phénomène du choc. Ce type de capteur a l'avantage de ne pas perturber le système bille / échantillon pendant l'impact – rigidité nulle du faisceau laser – et présente un temps de réponse suffisant pour l'étude de ce phénomène – échantillonnage numérique à 50 kHz. Ainsi, il est possible de mesurer :

- La vitesse d'impact
- La vitesse de rebond
- La pénétration et la déformation de la bille pendant le contact

Le capteur de déplacement utilisé est le modèle LC2430™ de chez Keyence. Ce capteur fonctionne sur le principe de la triangulation laser. Un faisceau laser rouge –  $\lambda = 670 \text{ nm}$  – est émis avec un angle d'incidence donné. Ce faisceau est réfléchi sur une cible réfléchissante – réflexion directe – située sur l'objet étudié. Le rayon réfléchi est analysé par un capteur CCD situé à proximité de la source laser. Lorsque l'échantillon se déplace perpendiculairement au plan de la face réfléchissante, l'impact du rayon réfléchi sur le capteur CCD est translaté d'une distance fonction de l'angle d'incidence et proportionnelle à la distance parcourue par l'échantillon – Figure 27 . L'observation de ce rayon réfléchi permet donc de remonter à la distance séparant le capteur et la cible.

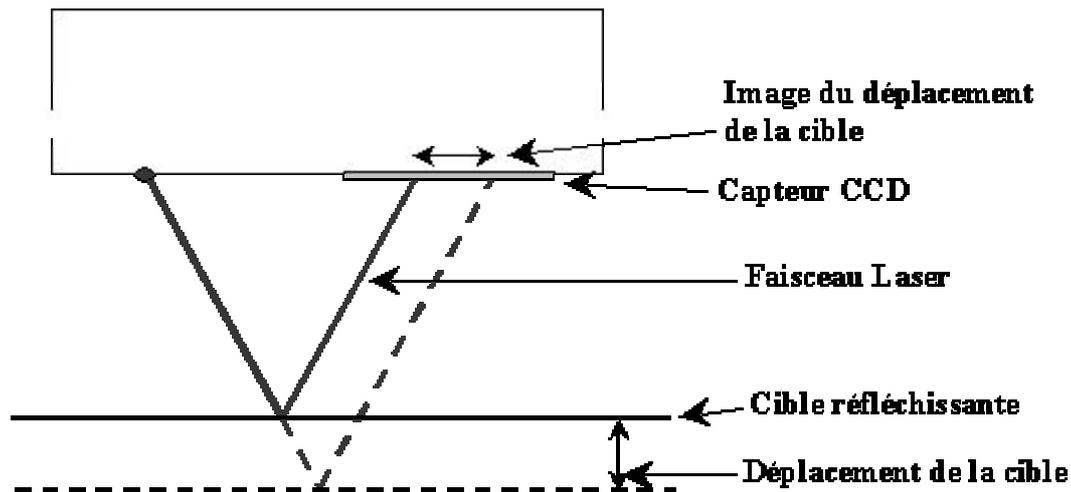


Figure 27 Schéma du fonctionnement du capteur de déplacement

La face réfléchissante nécessaire pour la réflexion du laser est obtenue en réalisant un poli manuel sur une partie liée à la bille qui va percuter l'échantillon. Pour les indentations avec des pointes en cermet, non polissables, une pièce est montée sur l'axe de l'indenteur pour déporter une face réfléchissante.

D'après le fournisseur, le capteur utilisé présente une grande résolution spatiale, avec une résolution théorique maximale de 20 nm et une fréquence d'échantillonnage de 50 kHz. Ces données sont à prendre avec précaution, puisque l'augmentation de la résolution spatiale s'obtient par une moyenne sur plusieurs milliers de points et donc au détriment du temps de réponse. Cependant, quelques précautions concernant le montage de ce capteur permettent d'obtenir des informations pertinentes sur les chocs réalisés.

Pour une raison d'encombrement, il n'est pas possible de placer le capteur de déplacement parallèlement à l'axe de déplacement de l'indenteur. La mesure s'effectue donc de biais et la valeur du déplacement mesurée par le capteur doit donc être corrigée en la divisant par le cosinus de l'angle du méplat. En pratique, l'angle du méplat est proche de  $45^\circ$ , le facteur correctif multiplicatif est donc de 1,4.

Les résolutions spatiale et temporelle du capteur de déplacement sont largement suffisantes pour effectuer des mesures de l'accélération de l'indenteur et de la vitesse d'impact et de rebond. Il faut cependant faire attention à l'étroitesse de la plage de mesure du capteur de déplacement. La cible doit être placée à une distance de  $30 \text{ mm} \pm 0,5 \text{ mm}$  de l'extrémité du capteur. Si la cible sort de cette plage de mesure, le capteur renvoie un signal d'erreur. Cette plage de mesure est très étroite et rend le réglage du capteur de déplacement laborieux. Ensuite, l'amplitude du mouvement de l'indenteur pendant la mesure doit être prise

en compte : le stylet doit être dans la plage de mesure du capteur de déplacement lorsqu'il est en contact avec l'échantillon et non nécessairement lorsqu'il est au repos.

Pour des essais multi-impacts, la rotation de l'indenteur sur son axe doit être évitée. Une légère rotation de celui-ci peut en effet fausser les mesures d'enfoncement au cours des impacts. La suppression de ce degré de liberté s'effectue en coupant un second méplat sur la bille qui glissera le long d'un plan vertical. Cette pièce de guidage est fixée sur le porte échantillon comme l'illustre le schéma de la Figure 28 .

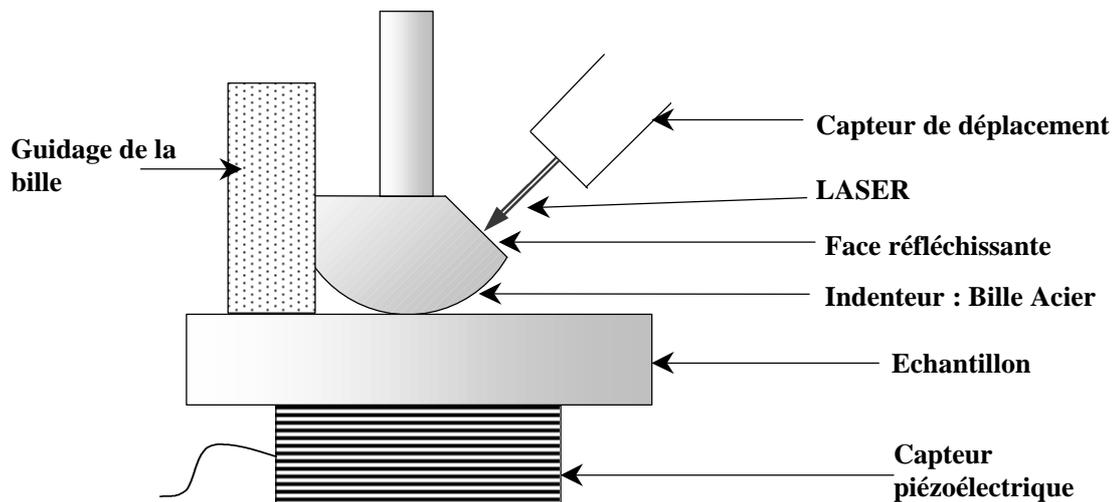


Figure 28 Montage du capteur de déplacement sur le percuteur

Ce montage présente de multiples défauts :

- Il limite la réalisation des impacts à un seul point, à l'origine (0 ; 0) du champ de marquage du percuteur. Tout mouvement est impossible en raison du système de guidage.
- Le glissement de la bille sur la pièce de guidage verticale dissipe de l'énergie et fausse les mesures de vitesse d'impact et d'enfoncement.
- En raison de l'usure de la bille au cours des impacts, celle-ci doit être changée régulièrement. La découpe et le perçage de billes selon ce modèle augmentent considérablement le coût des essais de chocs.
- Le réglage du capteur de déplacement est fastidieux en raison de l'étroitesse de la plage de mesure et des nombreux degrés de liberté nécessaires au montage de ce capteur.

Pour ces raisons, des évolutions de ce montage ont été imaginées et sont en cours d'évaluation. La solution la plus efficace consisterait à poser un format d'échantillon standard et d'adapter le porte-échantillon de manière à pouvoir fixer le capteur de déplacement à une position fixe par rapport à la surface de l'échantillon.

Le boîtier de traitement du signal du capteur de déplacement est relié à un oscilloscope numérique pour avoir une trace de l'évolution du déplacement en fonction du temps. L'enregistrement du signal par l'oscilloscope est déclenché par le signal de force d'impact qui s'apparente à une impulsion par rapport au signal de déplacement. Le fournisseur du capteur de déplacement précise que le traitement des données avant transfert du signal vers l'oscilloscope prend 100  $\mu$ s. Ce retard n'est pas négligeable devant la durée du choc et doit donc être pris en compte en avançant artificiellement le signal de déplacement.

Malgré les performances du LC2430, l'étude des chocs bille/plan l'utilise dans des conditions proches de ses limites de fonctionnement. Cet instrument de mesure est conçu de manière à mesurer la position de la cible toutes les 20  $\mu$ s. Cette résolution temporelle étant juste suffisante pour l'étude des chocs, le calcul de la position moyenne au cours du temps n'est pas envisageable. Dans ces conditions, il est nécessaire de soigner le montage de manière à éliminer l'essentiel du bruit de fond. Il est tout d'abord nécessaire d'avoir une luminosité du rayon réfléchi maximale de manière à minimiser les bruits électriques liés à l'amplification du signal. Pour cette raison la cible doit être parfaitement réfléchissante par un polissage au feutre et un nettoyage régulier à l'acétone. Ensuite, le laser doit être parfaitement aligné sur la cible, de manière à ce que la totalité du rayon réfléchi arrive sur le capteur CCD.

L'intensité du faisceau réfléchi est quantifiée par le capteur lui-même dans une unité arbitraire (U. A.). Tant que l'intensité du faisceau est inférieure à 50 U. A., la mesure est impossible ou inexploitable. L'observation à l'oscilloscope révèle que le bruit de fond électrique diminue lorsque l'intensité du rayon réfléchi augmente. Pour effectuer des mesures correctes, il est souhaitable d'avoir une intensité du rayon supérieure à 15 000 UA. L'image de la Figure 29 montre l'aspect du bruit de fond électrique, avec une intensité de 100. Le tableau 2 présente l'évolution de l'amplitude du bruit électrique converti en microns.

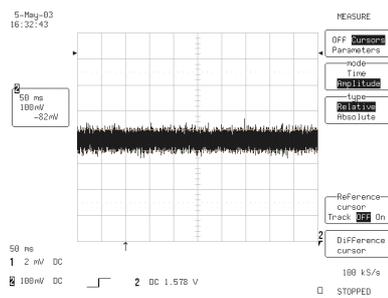


Figure 29 Bruit de fond – Intensité rayon = 100 UA

<i>Intensité (UA)</i>	<i>Bruit (Déplacement apparent)</i>
100	8,2 $\mu$ m
500	2,3 $\mu$ m
2 000	1,6 $\mu$ m
15 000	1,3 $\mu$ m

Tableau 3 Evolution du bruit avec l'intensité du rayon réfléchit

En raison de la finesse des déplacements mesurés, le capteur de déplacement est sensible aux vibrations mécaniques ambiantes. En particulier, les vibrations générées lors de chaque impact, se propagent dans le bureau où le percuteur est posé. La Figure 30 présente un train d'ondes observé par le capteur de déplacement, orienté sur une cible statique montée sur le bâti du percuteur. Sur ce graphique, l'échelle horizontale est de 50 ms/division et l'échelle verticale est de 10  $\mu$ m/divisions.

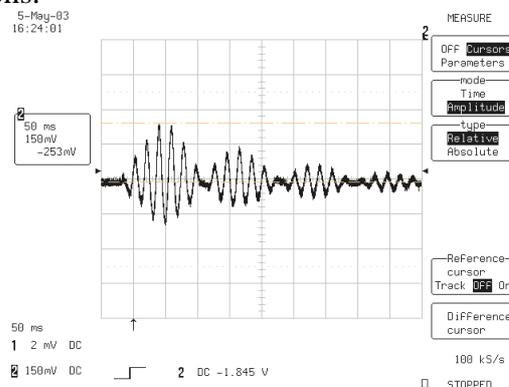


Figure 30 Train d'onde observés sur la paillasse après un impact

La période des vibrations observées sur cette figure est de 20 ms. Suite à de telles observations, il est souhaitable de séparer le capteur de déplacement et le bâti du percuteur par un plot d'élastomère adapté pour absorber ce type de vibration ou de monter le capteur de déplacement sur un meuble séparé de celui du percuteur.

### 3.2.2.2 Mesure de la vitesse d'impact

Grâce à sa résolution spatiale et son temps de réponse faible, ce capteur permet de suivre avec précision le déplacement du stylet avant l'impact. Ces observations permettent de déterminer l'accélération du stylet avec une meilleure précision que par le montage avec une caméra rapide utilisée par Sekkal [SEKKAL 2000]. Les courbes présentées en Figure 31 présentent la position du stylet, sur l'axe vertical, en fonction du temps sur l'axe horizontal pour les différents code traits de la CN200Sm.

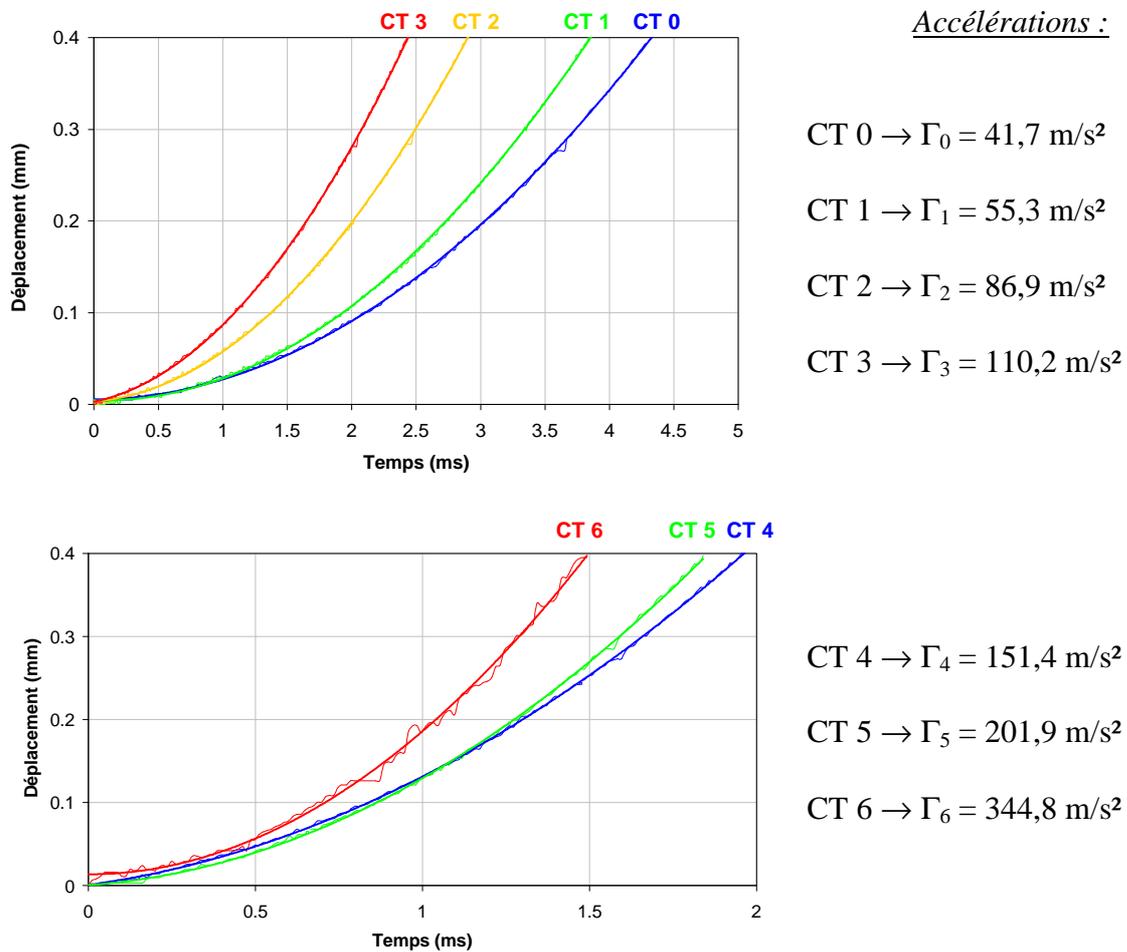


Figure 31 Observation de l'accélération du stylet avant l'impact sur CN-200-Sm

Ces mesures de déplacement permettent de définir pour chaque code trait une valeur de l'accélération du stylet avant l'impact. A chaque impact, la CN-200-Sm propulse le stylet sur l'échantillon avec une durée d'impulsion électromagnétique de l'ordre de 35 ms. Le stylet n'ayant besoin que de 2 ms pour accélérer et atteindre l'échantillon, il en résulte que la force électromagnétique exercée sur le noyau propulseur est maintenue pendant 33 ms après l'impact. Le stylet effectue alors une série de rebonds après chaque impact. La Figure 32

illustre les observations à l'oscilloscope après chaque impact réalisé sur la CN-200-Sm. La mesure de force est présentée sur la voie 1 – en bas – et la mesure de déplacement est sur la voie 2 et est inversée – en haut. La sensibilité horizontale est de 1 ms/division.

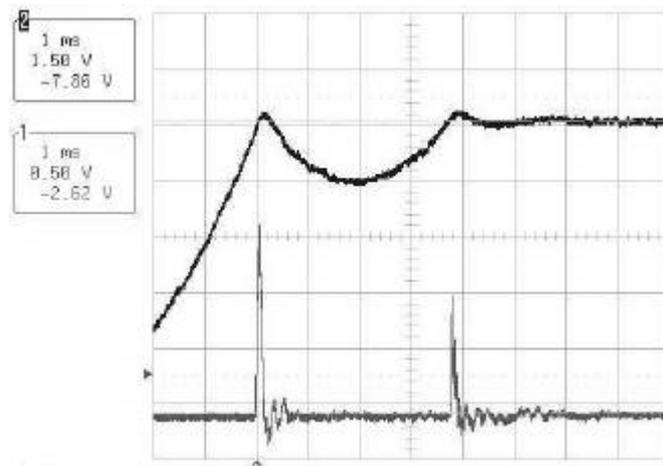


Figure 32 Observation des rebonds après un impact sur la CN-200-Sm.

Cet oscillogramme présente un impact suivi d'un rebond 4 ms après l'impact. La force d'impact lors du rebond correspond à 65 % de la force de l'impact initial. Dans ces conditions, l'effet des rebonds n'est pas négligeable et affecte de façon significative l'endurance des matériaux étudiés. La mesure du déplacement permet de s'assurer que le second pic dans la mesure de force correspond bien à un rebond de l'indenteur et non à un effet de propagation d'ondes élastiques dans le bâti.

Sur la CN-312-Cm, la durée de l'impulsion électromagnétique peut être ajustée à l'aide du programme de pilotage développé. Contrairement à la CN-200-Sm, ce percuteur ne présente qu'une valeur d'accélération donnée et la vitesse d'impact est modifiée en faisant varier la durée de l'impulsion électromagnétique et la hauteur initiale du stylet.

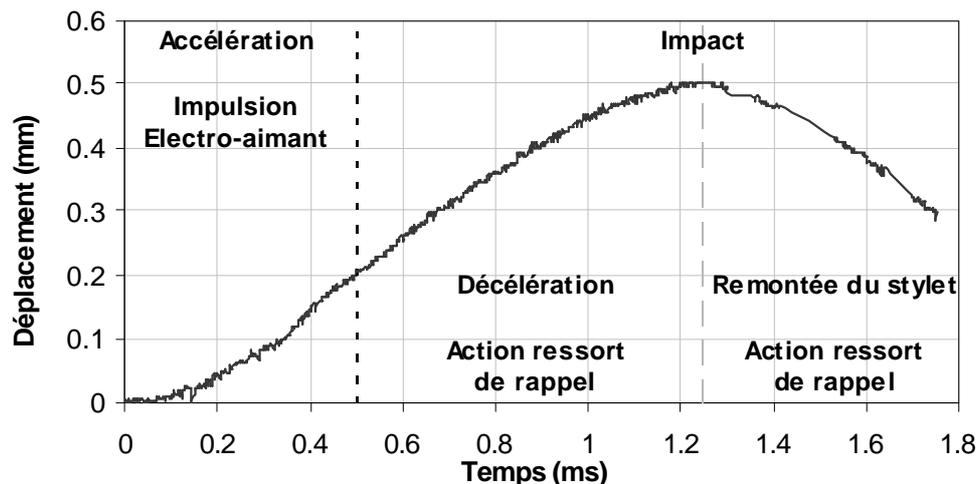


Figure 33 Accélération et décélération du stylet avec l'impact sur CN-312-Cm

La durée des impulsions peut être définie par l'utilisateur et peut être inférieure à 1 ms de manière à éviter les rebonds de l'indenteur. L'analyse de ces courbes de déplacement

permet de déterminer la valeur de l'accélération d'un stylet de 125 g soumis à l'action de l'électroaimant –  $\Gamma_{em}$  – et sous l'action seule du ressort de rappel –  $\Gamma_{ressort}$  :

$$\Gamma_{em} = 81 \text{ m/s}^2$$

$$\Gamma_{ressort} = 7,8 \text{ m/s}^2$$

La connaissance de ces deux valeurs d'accélération et de décélération suffit pour avoir une première estimation de la vitesse d'impact à partir de la durée de l'impulsion et de la hauteur initiale, en faisant l'hypothèse d'un mouvement rectiligne uniformément accéléré.

Si la durée de l'impulsion  $t_i$  est suffisamment grande, alors le temps mis par l'indenteur pour atteindre la surface de l'échantillon est :

$$(55) \quad t_{descente} = \sqrt{\frac{2h}{\Gamma_{em}}}$$

Où h est la hauteur initiale du stylet (m)

Si  $t_{descente} \leq t_i$  alors la vitesse d'impact est :

$$(56) \quad V_{impact} = \Gamma_{em} \cdot t_{descente}$$

Il est alors prudent de s'assurer qu'il n'y ait pas de rebonds. Lors du choc, la force électromagnétique accélérant l'indenteur sera négligeable devant la force d'impact.

Si  $t_{descente} \geq t_i$  alors le stylet accélère jusqu'à  $t_i$ , puis décélère sous l'action du ressort de rappel avant de percuter l'échantillon à une vitesse :

$$(57) \quad V'_{impact} = \sqrt{\Gamma_{em}^2 \cdot t_i^2 + 2\Gamma_r \cdot h - \Gamma_r \cdot \Gamma_{em} \cdot t_i^2}$$

En pratique, les valeurs d'accélération déterminées à l'aide du capteur de déplacement pourront évoluer au cours du temps par une usure des différents composants mécaniques – électroaimant, composants guidant le noyau et le stylet, ressorts de rappel... Pour des raisons de fiabilité il est donc préférable de réaliser régulièrement un étalonnage du percuteur pour s'assurer que l'énergie d'impact réelle n'est pas trop différente de l'énergie souhaitée.

Pour des raisons pratiques et économiques, l'étalonnage du percuteur s'effectue à l'aide d'un capteur de force. Le capteur de déplacement est en effet un équipement lourd à mettre en œuvre et onéreux. Son utilisation est destinée à l'étude des mécanismes d'impacts et son intégration dans la version commercialisable du percuteur n'est pas envisageable. Malheureusement, en raison de la brièveté du phénomène étudié, la mesure de la force d'impact n'est pas triviale. Si aucune précaution n'est prise, les forces d'impacts mesurées ne pourront pas être corrélées avec les vitesses d'impacts déterminées à l'aide du capteur de déplacement et selon les relations du 2.1.2.

### 3.2.2.3 Mesure de la force d'impact

Les formules théoriques présentées dans la première partie permettent d'estimer la force de frappe et la pénétration avec une bonne précision lorsque le contact est parfaitement élastique. Cependant, les conditions d'impacts évoluent de façon significative, principalement avec l'usure des différents composants mécaniques du percuteur. La mesure de la force d'impact et du déplacement de l'indenteur permettent donc de définir pour chaque essai les conditions d'impact.

Lors d'impacts parfaitement plastiques réalisés avec des pointes en carbure de petit diamètre, la force d'impact peut être estimée en comparant la profondeur d'indentation aux termes de dureté Rockwell C ou Brinell [GACHON 1997]. Cette méthode n'est pas envisageable dans le cadre de cette étude puisque les impacts réalisés sont essentiellement élastiques et les empreintes résiduelles ne sont pas toujours visibles.

Le montage de jauges de déformations sur les stylets [SEKKAL 2000] est adapté pour l'étude de la force d'impact lors d'essais de courte durée. Cette méthode rencontre quelques obstacles techniques et économiques pour être appliquée telle quelle à des essais de longue durée. Lors d'essais de plusieurs millions d'impacts, outre l'échauffement des composants, le mouvement alterné des stylets sollicite et endommage les câbles et les connexions des jauges. Pour l'étude de la tenue des dépôts minces à une sollicitation de chocs répétés, les stylets sont considérés comme des pièces consommables, dont le rapport du coût de fabrication sur la durée de vie doit être minimal. Ainsi, il a été jugé préférable d'effectuer une mesure de la force d'impact par un capteur indépendant et amovible.

Cette approche pose des difficultés métrologiques liées à la brièveté du phénomène du choc. A l'échelle de temps du contact – quelques dixièmes de millisecondes – les capteurs de force se comportent comme des oscillateurs non amortis. Les capteurs de force du commerce peuvent en effet être décrits par le schéma cinématique de la Figure 34 :

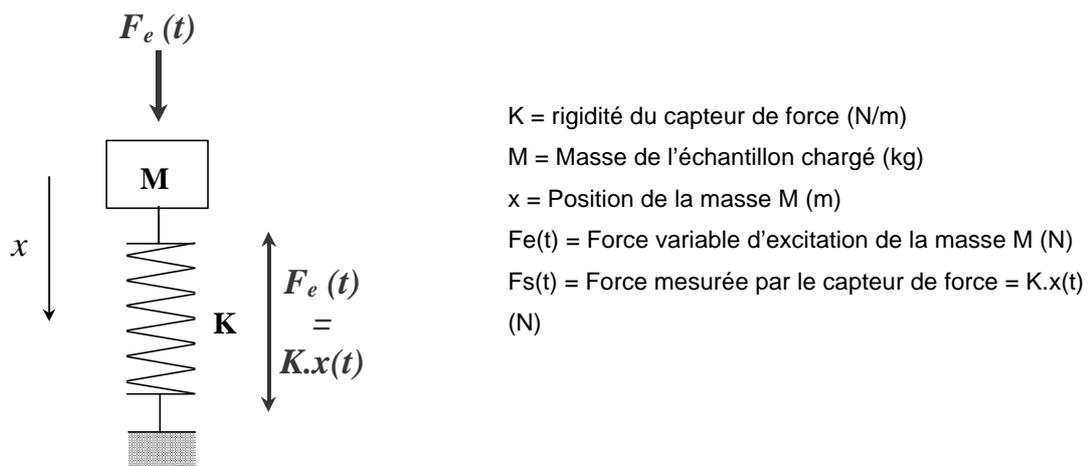


Figure 34 Schéma cinématique équivalent d'un capteur de force

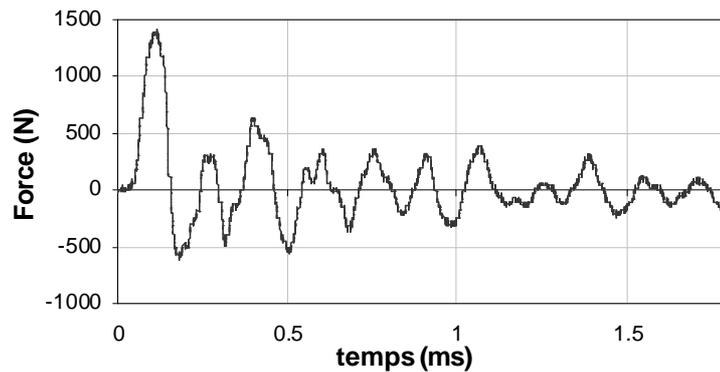
L'équilibre dynamique de la masse  $M$  s'écrit alors :

$$(58) \quad M \cdot \ddot{x} + K \cdot x = F_e(t) \quad \Leftrightarrow \quad F_e(t) = F_s(t) + \frac{m}{K} \cdot \frac{\partial^2 F_s}{\partial t^2}$$

Ainsi, le capteur de force se comporte comme un oscillateur harmonique de pulsation propre  $\omega_0 = \sqrt{\frac{K}{M}}$  et de fréquence propre  $f_0 = \frac{1}{2\pi} \cdot \sqrt{\frac{K}{M}}$ . La force mesurée est alors représentative de la force appliquée sur la masse  $M$  à condition que la fréquence de celle-ci soit négligeable devant la fréquence propre du capteur de force. Cette observation révèle donc l'importance de la masse de l'échantillon et de la rigidité du capteur de force.

L'étude des impacts élastiques nécessite donc de travailler sur des échantillons les plus légers possibles et en utilisant un capteur le plus rigide. La précontrainte du capteur conseillée par les fabricants permet d'éviter la rupture du capteur par une surcharge en traction mais ne permet aucun gain sur sa fréquence propre. Ce besoin de rigidité dans le capteur de force a

donc conduit au choix de capteurs de forces à céramiques piézoélectriques, avec des rigidités de 2 à 8 GN/m selon les modèles. Cependant, en raison des montages nécessaires pour précontraindre ces capteurs, leur rigidité n'est pas suffisante pour que le temps de contact soit négligeable par rapport à la période propre du capteur de force, même pour un échantillon de masse nulle. Le signal présente systématiquement des artefacts liés aux oscillations libres du capteur de force après l'impact, comme l'illustre le graphique de la Figure 35 qui présente l'évolution de la force mesurée à l'aide d'un capteur de force piézoélectrique avec une rigidité de 6 GN/m au cours d'un impact d'une pointe de Cermet de 2,5 mm de diamètre avec une énergie cinétique incidente de 32 mJ sur un échantillon d'acier rapide X85WCrMoV6-5-4-2.



**Figure 35** Evolution de la force au cours du temps – signal brut

D'un point de vue mécanique, le passage de la force en dessous de zéro après le premier pic n'est pas représentatif de l'effort réel appliqué par la bille sur l'échantillon : le capteur n'est pas sollicité en traction lors du rebond de l'indenteur. Ce phénomène de résonance du capteur de force est à l'origine des oscillations qui suivent le premier pic et explique également la mesure de valeurs de force d'impact aberrantes. En effet, lors de chocs plastiques, les forces d'impacts mesurées peuvent en effet correspondre au triple de la force d'impact déduite du diamètre de l'empreinte et d'une analogie avec les mesures de dureté Brinell. L'influence de la vitesse de déformation ne suffit pas à justifier un tel écart qui est de plus variable avec la masse de l'échantillon testé. L'interprétation de ce signal doit alors s'appuyer sur une analyse de la réponse fréquentielle du capteur de force.

La fonction de transfert du capteur de force en fonction de la pulsation du signal d'entrée s'obtient en exprimant l'équation différentielle (58) dans le domaine de Laplace. L'amortissement du capteur de force étant négligé – à l'échelle de la durée du choc – le déphasage de la fonction de transfert est constamment nul et son gain est :

$$(59) \quad G(w) = \frac{1}{\left| 1 - \frac{w}{w_0} \right|}$$

$G(\omega)$  = gain de la fonction de transfert à la pulsation  $\omega$  – facteur d'amplification du signal mesuré

$\omega$  = pulsation du signal d'entrée (rad/s)

$\omega_0$  = pulsation propre du capteur de force (rad/s)

Si la fréquence propre du capteur de force peut être estimée *a priori* en connaissant sa rigidité, la masse de l'échantillon et des éléments placés entre l'échantillon et le capteur, elle peut être déterminée plus précisément *a posteriori* en mesurant la période des oscillations qui suivent l'impact. L'évolution du gain du capteur de force en fonction de la pulsation du signal mesuré est présentée sur le graphique de la Figure 36 .

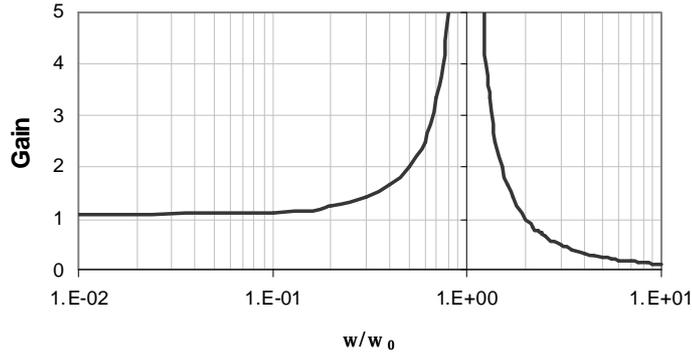


Figure 36 Evolution du gain du capteur de force en fonction de la pulsation  $\omega$  du signal mesuré

Connaissant la fonction de transfert du capteur de force et en particulier sa fréquence de résonance, il est possible d'estimer *a priori* si un capteur de force donné est adapté pour la mesure d'un impact dont on dispose d'un ordre de grandeur de l'énergie cinétique. Cette approche consiste à comparer la pulsation propre du capteur de force à la notion de pulsation propre du contact [SABOT 1998], [RIGAUD 2003]. Pour que les effets de résonance du capteur de force soient négligeables – *i. e.* inférieurs à la dispersion sur la force d'impact au cours d'un essai – la pulsation du signal mesuré doit être inférieure au dixième de la pulsation du capteur de force. Si ce n'est pas le cas, la valeur de la force d'impact mesurée doit être corrigée en fonction de sa pulsation.

Si la détermination précise d'une pulsation dans le cadre de l'oscillation d'un contact bille/plan n'est pas possible en raison de la variation non linéaire de la force avec l'enfoncement, des approximations du premier ordre permettent de déterminer un terme de pulsation apparente du contact à une charge donnée. Le contact bille/plan peut ainsi être représenté par le schéma cinématique de la Figure 37 :

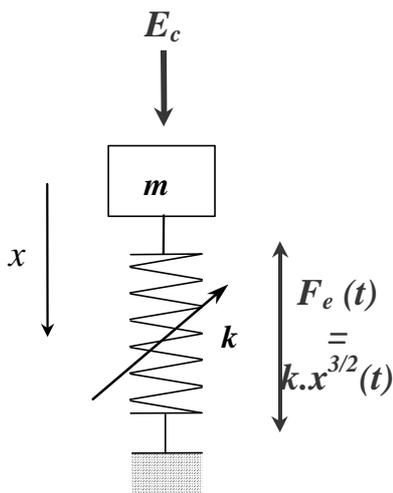


Figure 37 Schéma cinématique du contact bille/plan

Les équations de la théorie de Hertz (18) permettent de définir un terme de rigidité non linéaire du contact :

$$(60) \quad F_e(x) = k \cdot x^{3/2}$$

$$(61) \quad \text{Avec } k = \frac{4}{3} \cdot E^* \cdot \sqrt{R}$$

Pour la résolution des équations d'équilibre, la puissance non entière peut être approchée linéairement au voisinage de  $x_0$  par :

$$(62) \quad A \cdot (x + x_0)^{3/2} = A \cdot \frac{3}{2} \cdot x_0^{1/2} \cdot x$$

La relation (62) permet de linéariser l'équation différentielle d'équilibre du système au voisinage d'un enfoncement  $x_0$ . L'équilibre dynamique appliqué au contact de Hertz s'écrit donc :

$$(63) \quad \ddot{x} + \frac{k \cdot \sqrt{x_0}}{m} \cdot x = 0$$

La pulsation apparente maximale correspond alors à la pulsation du système linéarisé au point d'enfoncement maximal de la bille au cours de l'impact. L'équilibre énergétique lors d'impacts parfaitement élastiques permet de relier  $x_{0\max}$  à l'énergie cinétique initiale de l'indenteur – cf. équation (19) :

$$(64) \quad W_c = \frac{1}{2} m \cdot V^2 = F_{\max} \cdot x_{\max} = k \cdot x_{\max}^{3/2} \cdot x_{\max} = k \cdot x_{\max}^{5/2}$$

La pulsation maximale du contact sera donc observée à l'enfoncement :

$$(65) \quad x_0 = \left( \frac{W_c}{k} \right)^{2/5}$$

L'insertion de cette valeur de l'enfoncement maximal dans l'équation différentielle (63) permet de définir un terme de pulsation apparente maximale de l'impact –  $\Omega_0$  – et une fréquence apparente maximale –  $\Phi_0$  – en fonction de l'énergie cinétique –  $W_c$  – du choc :

$$(66) \quad \Omega_0 = \left[ \frac{3}{2m} (W_c \cdot k^4)^{1/5} \right]^{1/2} \quad \text{et} \quad \Phi_0 = \frac{\Omega_0}{2p}$$

Le calcul de cette pulsation apparente maximale de l'impact permet de déterminer le gain maximal du capteur de force et de corriger le signal mesuré en conséquence. Quelques remarques générales peuvent être faites sur l'équation (66) :

- La pulsation du contact dépend de l'énergie cinétique de l'impact élevée à la puissance un dixième. La pulsation augmente donc relativement lentement avec la vitesse d'impact, puisqu'un doublement de la vitesse d'impact n'entraîne une augmentation de cette pulsation que de 15 %.
- Avant d'atteindre l'enfoncement maximal, la pulsation du contact est inférieure à  $\Omega_0$ . Cette valeur de pulsation est donc la plus critique pour la mesure. Elle devra être inférieure à la pulsation propre du capteur de force, au risque d'amplifier les incertitudes de mesures, les parasites et provoquer un endommagement du capteur dans le pire des cas.
- En raison de la faible influence de l'énergie cinétique, la pulsation du contact peut être considérée comme inversement proportionnelle à la masse  $m$  de la bille percutant l'échantillon. Un allègement de la bille entraîne donc une augmentation de la pulsation apparente maximale du contact. Ce fait est particulièrement pénalisant pour la mesure de la force d'impact de stylets de petite taille, comme les pointes en Cermet.

L'étude des impacts parfaitement plastiques est facilitée par la variation linéaire de la force avec l'enfoncement. Dans le cas des indentations bille/plan, la pression de contact est fonction de la limite d'élasticité du matériau indenté – cf. §2.1.3 :  $P_m = 2.85 s_y$ . Une analyse de la géométrie des empreintes suggère que tant que leur profondeur est négligeable devant le rayon de l'indenteur – cf. analyse des Calotests™ §1.3.1 – la surface du projeté de l'empreinte est proportionnelle à sa profondeur :  $a^2 = 2Rd$ . La force varie donc linéairement avec l'enfoncement de la bille dans le cas des chocs plastiques. La pulsation apparente maximale du contact lors d'un choc plastique est donc :

$$(67) \quad \Omega_{0p} = \left( \frac{2.85 \cdot s_y \cdot p \cdot 2R}{m} \right)^{1/2}$$

L'application numérique de ce résultat révèle que la pulsation d'impacts plastiques réalisés avec des pointes de petit diamètre – R de 100 à 200  $\mu\text{m}$  – est relativement faible – de

l'ordre de 10 krad/s sur un matériau avec une limite d'élasticité de 1GPa. Dans ces conditions, la force d'impact mesurée est représentative de la force d'impact réelle sur l'échantillon.

Cette analyse permet de corriger les valeurs parfois aberrantes de force d'impact mesurée à l'oscilloscope, les impacts réalisés dans le cadre de cette étude faisant systématiquement entrer le capteur de force en résonance. Cependant, l'incertitude sur la détermination de la force d'impact par cette méthode reste importante.

Suite à cette analyse des mesures de force d'impacts effectuées à l'aide de différents capteurs piézo-électriques, il apparaît que même les capteurs de forces les plus rigides du marché s'avèrent insuffisants pour mesurer immédiatement la charge appliquée sur un échantillon lors d'un impact – gain égal à 1. Une analyse plus approfondie de la cinématique des capteurs de force permet de développer une procédure de traitement du signal approprié afin de remonter à l'évolution de la charge appliquée par la bille sur l'échantillon au cours du temps, pendant le choc.

#### 3.2.2.4 Réponse impulsionnelle et déconvolution du signal de force

La détermination de la force d'impact nécessite une analyse approfondie du signal mesuré en vue d'en extraire des informations pertinentes. Le signal de force mesuré par le capteur piézoélectrique et affiché sur l'oscilloscope ne permet pas de déterminer immédiatement l'énergie de l'impact et l'énergie absorbée par l'échantillon.

En vue d'être traité, le signal observé à l'oscilloscope est numérisé puis exporté vers un PC sous forme d'un tableau de points. Le traitement du signal s'effectue ensuite à l'aide de programmes développés en C++. La réalisation d'exécutables en langage C++ a été jugée plus souple pour cette application par rapport à des logiciels de calcul matriciel plus performants comme MATLAB<sup>TM</sup>. Ces programmes ont en effet l'avantage de pouvoir être utilisés sur n'importe quel ordinateur sans poser de contraintes vis-à-vis des licences d'utilisation des logiciels ou de connexions au réseau local. Les programmes développés permettent de :

- Effectuer une transformée de Fourier discrète sur un signal numérisé
- Déterminer la fonction de transfert de l'ensemble « capteur de force + montage de précontrainte + échantillon ».
- Extraire un signal représentatif de l'évolution de la force réelle appliquée sur l'échantillon du signal de départ en éliminant les effets liés à la résonance du capteur de force.

La décomposition du signal en séries de Fourier s'effectue par un algorithme de transformée de Fourier discrète classique résumé dans la notation complexe suivante :

$$(68) \quad \hat{X}(f_i) = \sum_{k=0}^{N-1} x(kT) \exp(2j\pi \cdot f_i \cdot kT)$$

$j$  = imaginaire pur

$k$  et  $i$  = entiers naturels

$f_i$  = fréquence (Hz)

$T$  = période échantillonnage (s)

$N$  = nombre de points dans l'échantillon

$x(kT)$  = amplitude du signal d'entrée à l'instant  $kT$

$\hat{X}(f_i)$  = composante fréquentielle complexe de fréquence  $f_i$

L'amplitude et la phase d'une composante fréquentielle  $f_i$  correspondent respectivement au module et à l'argument de la composante fréquentielle complexe  $\hat{X}(f_i)$ . L'analyse fréquentielle d'un signal enregistré au cours d'un impact permet d'identifier les principales composantes du signal et en particulier de retrouver la fréquence de résonance du capteur de force. Le graphique de la Figure 38 est une analyse fréquentielle discrète du signal d'impact de la Figure 35. L'amplitude de toutes les composantes fréquentielles au delà de 50 kHz est négligeable.

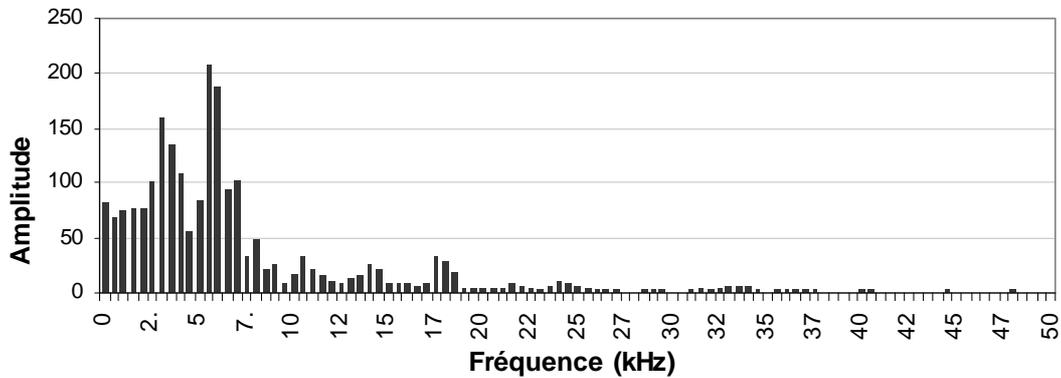


Figure 38 Analyse fréquentielle de la force d'impact enregistrée sur un capteur piézoélectrique

Sur ce graphique, la composante fréquentielle de plus grande amplitude est à 5,5 kHz alors que la fréquence de résonance du capteur de force dans ces conditions d'essai est de 5,8 kHz. Cette remarque met en évidence un effet d'amplification du signal par la résonance mécanique du capteur de force au cours de l'impact. Cette observation valide l'analogie cinématique de la Figure 34 qui peut être complétée par un amortissement. Ce modèle cinématique peut alors être utilisé en vue d'effectuer une déconvolution du signal mesuré par le capteur de force.

Lorsque la pulsation propre du capteur de force est grande par rapport à celle de l'impact, le choc peut être considéré comme une impulsion de Dirac et la réponse du capteur de force est celle d'un oscillateur amorti à ce type d'impulsion. Le schéma de la Figure 39 illustre le modèle cinématique utilisé pour analyser la réponse impulsionnelle du capteur de force.

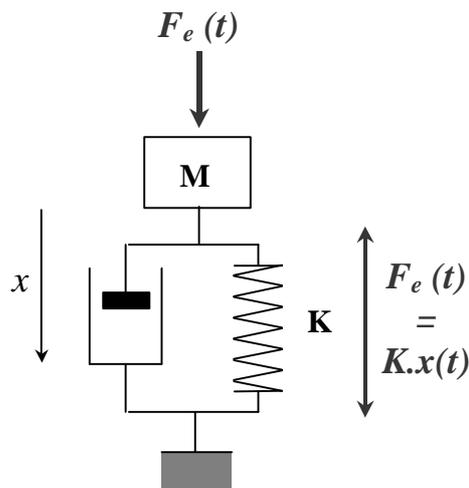


Figure 39 Schéma cinématique du capteur de force avec amortissement

Afin d'étudier la réponse impulsionnelle d'un capteur de force donné, sa pulsation propre peut être réduite artificiellement en augmentant la masse de l'échantillon – ou du porte échantillon. Le choc peut être décrit par :

$$(69) \quad \begin{cases} F(t) = \frac{\hat{F}}{e} & \text{si } t \in [0; e] \\ F(t) = 0 & \text{pour } t \geq e \end{cases}$$

Le terme  $\hat{F}$  correspond à la quantité de mouvement de la bille :

$$(70) \quad \hat{F} = p = m_{bille} \cdot V_{impact}$$

La réponse du système décrit sur le schéma de la Figure 39 à un tel Dirac est une sinusoïde amortie de la forme :

$$(71) \quad F_{piezo}(t) = K \cdot x(t) = K \cdot \hat{F} \cdot h(t) = K \cdot \hat{F} \cdot \left[ \frac{1}{m \cdot w_d} \cdot e^{-z \cdot w_0 \cdot t} \cdot \sin(w_d \cdot t) \right]$$

Avec :

K = Rigidité du capteur de force – donnée par le fabricant (N/m)

$\hat{F}$  = quantité de mouvement de la bille avant l'impact (kg.m/s)

m = masse de l'échantillon posé sur le capteur de force (kg)

$w_0 = \sqrt{\frac{K}{m}}$  Pulsation propre non amortie du système (rad/s)

$z = \frac{c}{2\sqrt{K \cdot m}}$  Taux d'amortissement du système

$w_d = w_0 \cdot \sqrt{1 - z^2}$  Pulsation propre amortie du système (rad/s)

c est le coefficient d'amortissement du système (N.s/m)

Ce type de réponse est en effet observé lorsque les impacts sont réalisés sur un échantillon massif ou sur un capteur de force dont la rigidité est inférieure à 2GN/m. Le graphique de la Figure 40 compare la force mesurée lors d'un impact à l'aide d'un capteur de force piézoélectrique – ligne continue – à un signal sinusoïdal amorti – ligne discontinue. La rigidité verticale du capteur de force est de 2GN/m, l'échantillon en 42CrMo4 a une masse de 400 g. L'impact a été réalisé avec une bille en X200Cr12 Ø 20 mm, la masse totale de l'indenteur – bille + support de bille + noyau en fer doux – est de 125g.

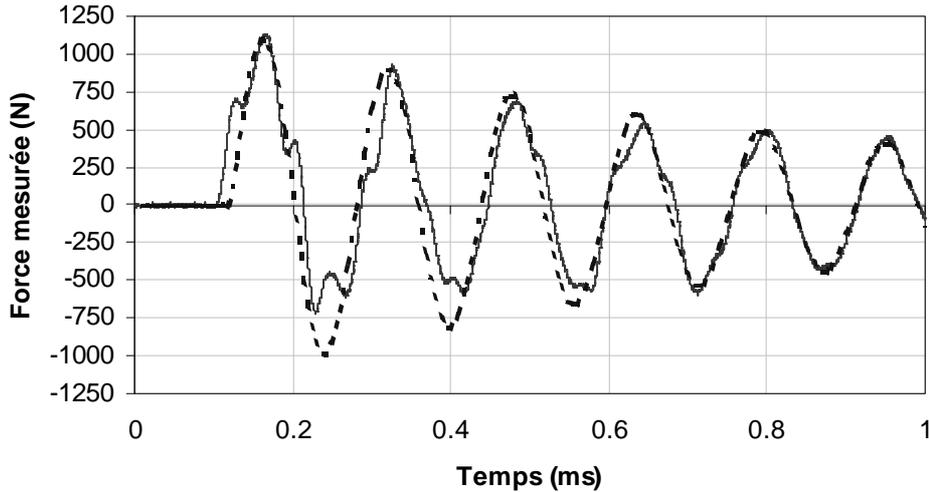


Figure 40 Réponse impulsionnelle du capteur de force avec échantillon massif

Dans ces conditions d'essai, le taux d'amortissement  $\zeta$  du capteur de force, peut être déterminé en calculant le décrétement logarithmique du signal mesuré. Il est ainsi possible de proposer un ordre de grandeur pour le coefficient d'amortissement  $c$  du capteur de force. L'analyse de la mesure présentée sur la Figure 40 donne :

- Pulsation propre :  $\omega_0 \approx \omega_d = 39,8 \text{ krad/s}$
- Taux d'amortissement :  $\zeta = 0,032 \Rightarrow c = 3217 \text{ N/(m.s}^{-1}\text{)}$

Avec une rigidité du capteur de  $2\text{GN/m}$ , cette valeur de pulsation propre correspond à une masse d'échantillon de  $1,26 \text{ kg}$ . Cette masse correspond à la somme de la masse de l'échantillon et du montage de précontrainte du capteur de force. La fréquence propre du capteur à vide étant d'environ  $7 \text{ kHz}$ , la masse du montage de précontrainte est de  $1,0 \text{ kg}$ . La valeur de la masse de l'échantillon déterminée à l'aide de l'oscillogramme de réponse impulsionnelle est donc cohérente. L'erreur commise ainsi que l'écart entre le signal mesuré et la sinusoïde amortie peuvent être justifiés par le fait que la durée du choc –  $0,15 \text{ ms}$  d'après les calculs basés sur la théorie de Hertz – n'est pas négligeable devant la période propre du capteur de force – ici de  $0,16 \text{ ms}$ .

L'approximation du signal mesuré par l'expression (71) permet de remonter à la quantité de mouvement transférée lors du choc. Connaissant la masse de l'indenteur, il est possible d'en déduire la vitesse d'impact et l'énergie cinétique de la bille :

$$(72) \quad \left\{ \begin{array}{l} V_{\text{impact}} = \frac{\hat{F}}{m_{\text{bille}}} \\ W_{\text{ci}} = \frac{\hat{F}^2}{2 \cdot m_{\text{bille}}} \end{array} \right.$$

Ainsi, l'analyse du signal mesuré lors d'un impact sur un échantillon massif permet d'estimer la vitesse d'impact sans avoir recours à l'installation lourde et onéreuse du capteur de déplacement laser.

Pour l'exemple de la Figure 40, la vitesse d'impact mesurée par le capteur de déplacement est de  $0,33 \text{ m/s}$ . L'analyse de la réponse impulsionnelle du capteur de force

donne une quantité de mouvement de l'indenteur  $p = 0,030 \text{ kg.m.s}^{-1}$ . Cette valeur de quantité de mouvement donne une vitesse d'impact de 0,31 m/s en supposant que la masse de l'indenteur est de 96 g, ce qui correspond à l'ensemble bille + stylet sans tenir compte de la masse du noyau propulseur en fer doux. Le noyau propulseur en fer doux n'étant pas solidaire du stylet, sa remontée sous l'action de son propre ressort de rappel est possible alors que le stylet plus massif poursuit sa course pour impacter l'échantillon – phase de décélération sur le graphique de la Figure 33 . L'erreur commise sur la détermination de la vitesse d'impact est d'environ 5% par rapport à la mesure avec le capteur de déplacement. Ce résultat doit cependant être pris avec précaution, puisque la durée des chocs est rarement négligeable devant la période propre des capteurs de force utilisés.

Ces sinusoi des amorties ne sont observées que dans quelques cas particuliers où la période propre du capteur de force est supérieure ou égale à la durée du choc. S'il est possible de se rapprocher de tels signaux en ajoutant une masse suffisamment grande sur le capteur de force, un décalage persistera entre le signal mesuré et la réponse impulsionnelle théorique. En pratique, la durée du choc est de l'ordre de quelque dixièmes de millisecondes d'après la théorie de Hertz – cf. § 2.1.2 – et il faudrait ajouter une masse très grande sur le capteur pour que sa période propre soit grande devant la durée du choc : une masse de 50 kg est nécessaire pour que le capteur le plus souple – 2GN/m – atteigne une fréquence propre de 1 kHz. Dans de telles conditions, l'amplitude du signal mesuré par le capteur de force diminue par application directe de l'expression (71).

Ainsi, il paraît techniquement impossible de déterminer précisément la fonction de réponse impulsionnelle du capteur de force en vue d'effectuer une déconvolution du signal. L'élaboration d'un algorithme permettant de rechercher les nombres caractéristiques d'un capteur de force –  $m$ ,  $c$  et  $k$  – minimisant l'écart entre le signal calculé et un signal mesuré conduit à des temps de calculs excessifs – de plusieurs heures – pour une précision peu satisfaisante – erreur de plus de 20%. Une approche plus astucieuse consiste à déterminer la fonction de transfert du capteur à partir d'un signal de durée non négligeable devant la période propre du capteur de force, mais de forme parfaitement connue, comme le choc obtenu lors de la chute libre d'une bille. D'un point de vue analytique, le choc peut être décomposé en une succession d'impulsions et le signal de sortie  $s(t)$  correspond à la somme des réponses aux impulsions constituant le signal d'entrée. La force mesurée par le capteur correspond ainsi à l'intégrale de Duhamel – ou produit de convolution – suivante :

$$(73) \quad s(t) = \int_{t=0}^t f(t)h(t-t) dt = f(t) \otimes h(t)$$

$h(t)$  est la fonction de réponse impulsionnelle décrite dans l'équation (71)

$\otimes$  est le produit de convolution

Il est possible d'effectuer l'opération inverse – la déconvolution – c'est à dire retrouver le signal d'entrée  $h(t)$  en ne connaissant que la fonction de transfert  $f(t)$  du système et le signal de sortie  $s(t)$  en passant par des transformées en  $z$  ou par des transformées de Fourier :

$$(74) \quad s(t) = f(t) \otimes h(t) \Leftrightarrow S(j\omega) = F(j\omega)H(j\omega) \Leftrightarrow F(j\omega) = \frac{S(j\omega)}{H(j\omega)}$$

$S$ ,  $F$  et  $H$  désignent les transformées de Fourier respectives de  $s$ ,  $f$  et  $h$

Le signal d'entrée peut alors être retrouvé en calculant la transformée de Fourier inverse du  $F(j\omega)$ . L'extraction du signal de force d'impact à partir du signal mesuré se résume alors à déterminer la fonction de transfert  $H(j\omega)$  du système. La détermination de cette fonction de

transfert dans le cas présent n'est pas triviale : à l'échelle de temps considérée, une excitation parfaitement impulsionnelle ou une excitation indicielle n'est techniquement pas réalisable. Une méthode harmonique pourrait être envisagée – chargement sinusoïdal à fréquence croissante du système et détermination pour chaque fréquence du gain et du déphasage. Cette analyse se rapproche alors des travaux mentionnés sur les contacts bille/plan vibratoires [SABOT 1998], [RIGAUD 2003]. Une autre approche, plus rapide, mais moins rigoureuse a été envisagée à l'aide de l'étude de la réponse du système à un signal arbitraire connu. L'équation suivante explique comment la fonction de transfert fréquentielle  $H(j\omega)$  est déterminée dans le domaine fréquentiel à partir de la réponse du système  $S(j\omega)$  et du signal d'entrée  $F(j\omega)$  :

$$(75) \quad H(j\omega) = \frac{S(j\omega)}{F(j\omega)}$$

Une analyse de cette équation révèle rapidement des difficultés par exemple lorsque les composantes fréquentielles du signal théorique sont nulles. Ainsi l'équation (74) n'est pas bijective sur tout le domaine de fréquence étudié et son inversion est hasardeuse. Cette difficulté est contournée à l'aide de quelques ajustements aux pôles de l'équation (75) – en posant un gain et un déphasage nuls. Il est alors possible de définir la fonction de transfert du capteur de force sans avoir à rechercher les trois nombres caractéristiques de la réponse impulsionnelle  $m$ ,  $k$  et  $c$ . Le signal arbitraire d'excitation –  $f(t)$  – peut être déterminé dans le cas de la chute libre d'une bille en connaissant la hauteur initiale, la masse, le module de Young et le rayon de la bille. L'estimation de la rigidité apparente maximale du contact lors de ce type de chocs – cf. équations (61) à (63) – révèle que la rigidité du contact bille/échantillon est petite devant la rigidité du capteur de force – cas d'une bille de 100Cr6 de 20 mm de diamètre appliquée sur un échantillon plan avec une charge de 1 kN. Ainsi, la quasi-totalité de l'énergie du choc sera convertie en travail dans le contact et non dans le capteur de force. Cette remarque permet donc de définir la cinématique de la bille au cours du choc en résolvant l'équation différentielle suivante :

$$(76) \quad \ddot{x} + \frac{4E^*\sqrt{R}}{3m} x^{3/2} = 0$$

$x$  est la position de la bille (m)

$m$ ,  $R$  désignent respectivement la masse (kg) et le rayon (m) de la bille

$E^*$  est le module composite du contact (Pa)

La force  $F$  appliquée par la bille sur l'échantillon lors du choc peut être calculée à partir de la position de la bille  $x(t)$  à l'aide de l'équation (18). La résolution numérique de ce modèle de choc de Hertz à un degré de liberté avec un pas de temps suffisamment faible – de 0,2  $\mu$ s – permet de retrouver la valeur de la force d'impact définie dans l'équation (20) au § 2.1.2.

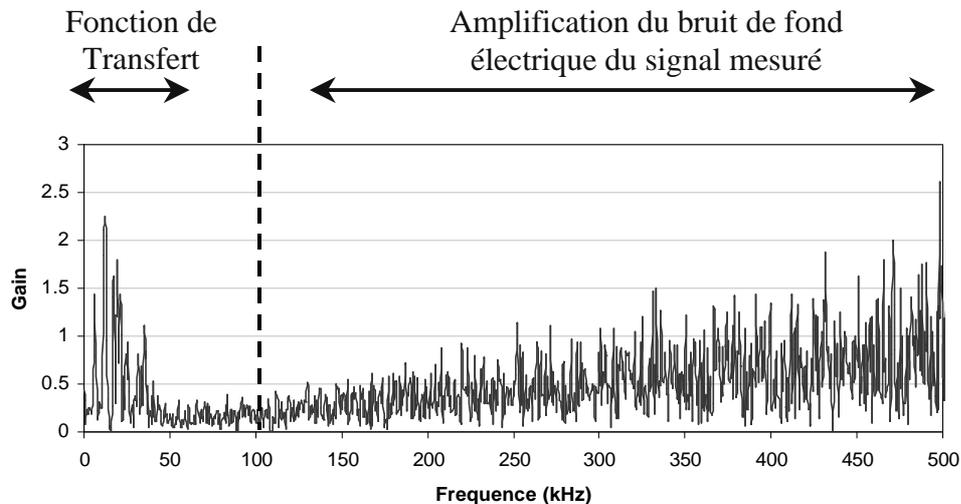
Si la détermination de la fonction de transfert du capteur de force par la chute libre d'une bille permet d'avoir une première correction du signal, cette approche reste peu précise et donne encore un signal fortement bruité. En effet, la fonction de transfert précise du capteur de force dépend de la position du choc par rapport à l'axe de symétrie du capteur. Dans ce cas il n'est pas réaliste de reproduire un impact au percuteur précisément aux mêmes coordonnées où la bille a impacté l'échantillon. Ensuite, la détermination d'une fonction de transfert par chute de bille n'intègre pas l'influence mécanique de la rigidité du stylet – ajoutant un degré de liberté supplémentaire au modèle de choc d'étalonnage – et des vibrations de l'ensemble du bâti sur la mesure du signal.

La définition de la fonction de transfert s'effectue donc de préférence sur la base d'un choc réalisé sur le percuteur et analysé par la méthode décrite précédemment par une analyse de réponse impulsionnelle – cf. Figure 40 et suite.

Lors de la définition de signaux théoriques, un retard  $t_0$  doit être inséré afin de tenir compte du délai de déclenchement du trigger de l'oscilloscope. En pratique, la valeur de ce retard est déterminée en mesurant la durée pendant laquelle le signal de force mesuré est nul – de  $t = 0$  jusqu'à l'instant où la force commence à augmenter.

Un algorithme de déconvolution programmé en C++ permet d'extraire la fonction de transfert du capteur de force dans une configuration donnée – masse de l'échantillon et précontrainte du capteur – à l'aide de l'étude d'un signal observé. Une fois cette fonction de transfert connue, le profil de chargement réel de l'échantillon au cours d'un impact sur le percuteur pourra être déterminé par déconvolution du signal mesuré à l'aide du capteur de force piézoélectrique.

De part sa construction dans le domaine fréquentiel, cette fonction de transfert présente des composantes de grande amplitude aux hautes fréquences – supérieures à 100 kHz. La faible amplitude des composantes de haute fréquence du signal théorique amplifie le bruit de fond électrique du signal mesuré lors de la division de déconvolution. Dans le domaine temporel, ces signaux de haute fréquence noient les composantes de basse fréquence de la fonction de transfert. C'est pourquoi, toutes les composantes supérieures à 100 kHz de cette fonction de transfert sont mises à zéro manuellement après calcul. Le graphique de la Figure 41 présente la fonction de transfert calculée du capteur de force dans le domaine fréquentiel.



**Figure 41** Transformée de Fourier de la fonction de transfert calculée du capteur de force

Ainsi, la mesure de la force d'impact au cours d'essais de chocs répétés se décompose en cinq étapes comme suit :

- Réalisation d'un essai d'étalonnage sur le capteur, dans des conditions d'impacts et à des coordonnées connues, sur le même échantillon et avec une même précontrainte du capteur de force. L'étude d'un impact après chute libre d'une bille apporte une première estimation de la fonction de transfert mais le résultat n'est, pour l'instant, pas satisfaisant.
- Détermination de l'excitation théorique lors du choc de la bille par résolution numérique de l'équation (76). Ce calcul doit être effectué avec un pas de temps et sur un nombre de point correspondants à la base de temps du signal mesuré.

- Calcul de la fonction de transfert du capteur de force par division terme à terme dans le domaine fréquentiel de la réponse du capteur et de l'excitation théorique. Les composantes de haute fréquence de la fonction de transfert sont mises manuellement à zéro.
- Réalisation des essais de chocs sur le banc de micro-percussion et mesure de la réponse du capteur de force aux sollicitations de l'indenteur – pointe en Cermet ou billes X200Cr12.
- Déconvolution du signal mesuré.

Les graphiques de la Figure 42 présentent un signal d'impact brut à 0,41 mJ et à 0,20 mJ avant traitement – a et c – et après déconvolution – b et d.

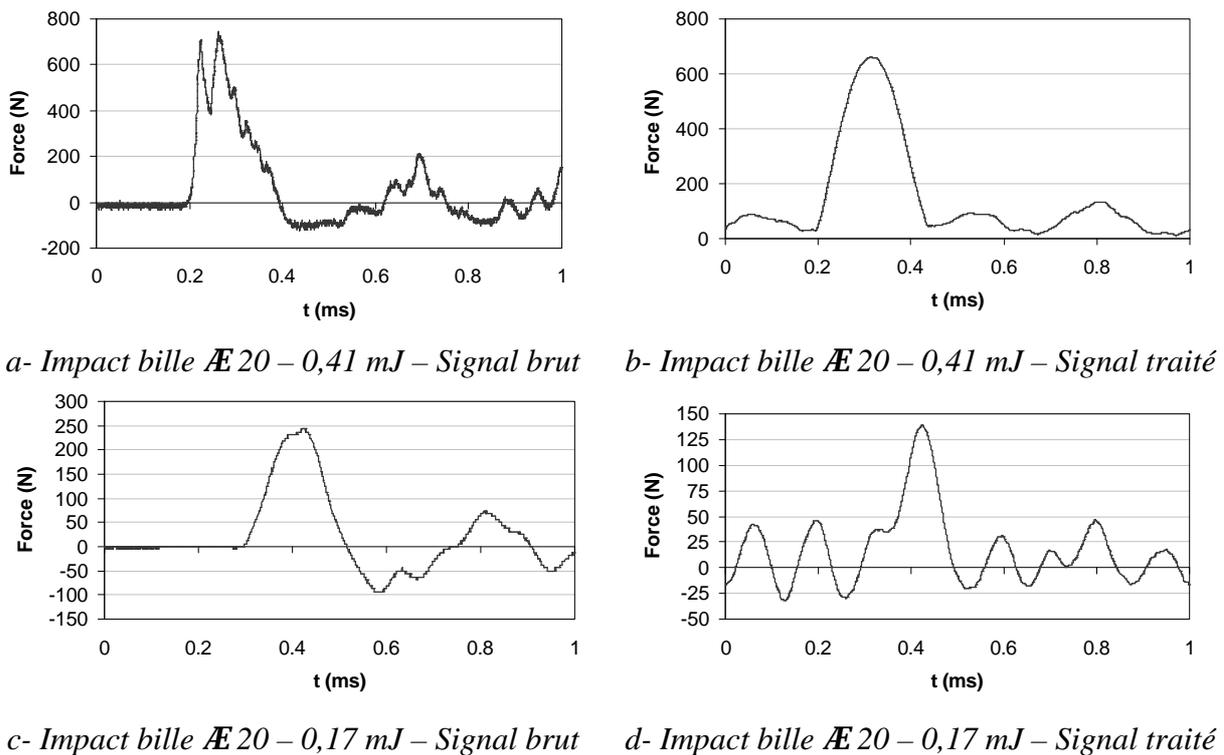


Figure 42 Déconvolution d'un signal de force d'impact

Si le signal de l'impact le plus énergétique – a et b – a un aspect moins erratique après traitement, le signal de l'impact le moins énergétique – c et d – présente une oscillation parasite encore bien prononcée après traitement. Malgré l'apparition d'un bruit sinusoïdal après déconvolution, la valeur de force d'impact maximale obtenue après déconvolution a été presque divisée par deux et se rapproche des valeurs de force d'impact attendues d'après la théorie du choc élastique de 112 N d'après l'énergie du choc.

La succession de ces opérations permet au final d'avoir un signal de force d'impact plus fiable, donnant des valeurs maximales cohérentes avec les mesures de vitesse d'impact ou des comparaisons avec des valeurs de dureté Brinell. La détermination précise du profil de chargement de l'échantillon permet d'accéder au champ des contraintes dans l'échantillon au cours de chaque impact, de visualiser éventuellement un effet d'écrouissage des matériaux ou de transformation de phase lors de chocs plus sévères.

Cependant, des progrès sont encore à faire sur le traitement du signal afin d'obtenir un profil de chargement épuré de tout effet de résonance. Ces efforts devraient s'orienter sur la définition de la fonction de transfert du capteur de force. Ensuite, l'influence de la position du

point d'impact par rapport à l'axe de symétrie du capteur de force sur la fonction de transfert de ce capteur est possible. Un traitement approprié du signal ouvre la voie à la réalisation de bilans énergétiques des chocs via la combinaison de la force mesurée et de l'enfoncement mesuré par le capteur de déplacement laser.

### 3.2.2.5 Observation de l'enfoncement de l'indenteur pendant l'impact

La résolution spatiale et temporelle du capteur de déplacement LC2430 permet également d'étudier l'enfoncement de la bille dans l'échantillon au cours d'un impact. Cette observation permet de tracer des bilans énergétiques des chocs, similaires aux bûches de fretting présentées au § 2.3.3.1. Cependant, en raison de la complexité du traitement du signal, du coût du capteur de déplacement et de la finesse des réglages nécessaires, ce type de mesure n'est pas intégré dans le modèle du percuteur développé dans le cadre de cette étude. Cette instrumentation promet cependant d'être un outil de laboratoire utile pour l'étude du comportement de matériaux sous des sollicitations de chocs répétés – écrouissage, transformations de phases...

La durée des chocs étant de l'ordre de quelques centaines de microsecondes, le capteur de déplacement doit être utilisé à sa résolution temporelle maximale. Dans ces conditions, il est nécessaire de tenir compte du temps de traitement numérique du signal de déplacement par le capteur lui-même, qui introduit un retard constant de 100  $\mu$ s d'après le fabricant. En pratique, après le traitement de déconvolution du signal de force d'impact, l'enfoncement maximal devrait être observé à la force maximale. Ensuite, aux échelles utilisées, la résolution maximale du capteur de déplacement étant de 50 kHz – soit 50 échantillons par milliseconde – le signal de déplacement est constitué de plateaux correspondant aux échantillons successifs réalisés lors du déplacement de l'indenteur. L'influence de cette fréquence d'échantillonnage ne gêne pas la mesure en tant que telle puisqu'un nombre de mesures suffisant est réalisé au cours du cycle, mais elle ne doit pas être confondue avec un comportement particulier du matériau étudié.

Lorsque toutes les précautions sont prises lors du réglage du capteur de déplacement, la résolution spatiale et temporelle de celui-ci permettent d'accéder à l'enfoncement de la bille dans l'échantillon au cours d'un impact. Les graphiques de la Figure 43 présentent l'évolution de la force mesurée – signal non traité – en rouge et de l'enfoncement en bleu au cours d'un impact plastique – pointe cermet de 2 mm sur un acier inoxydable 316L. La ligne discontinue verticale repère dans le temps l'enfoncement maximal de l'indenteur au cours de l'impact.

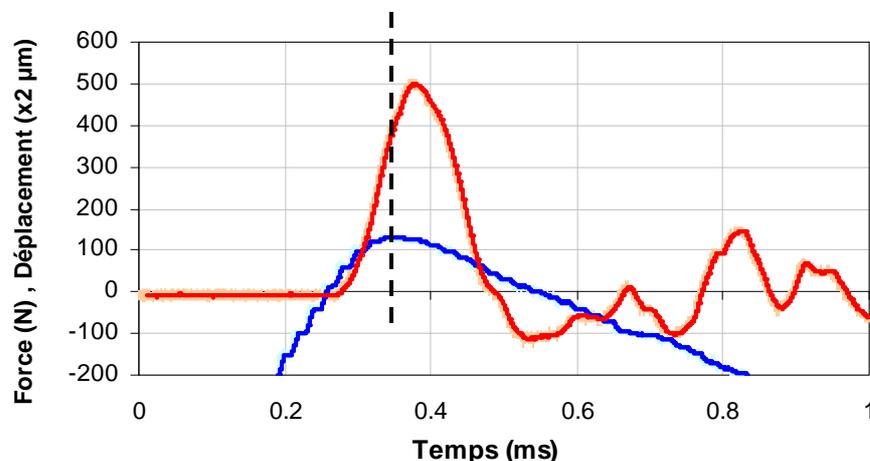


Figure 43 Mesure de la force et de l'enfoncement

La vitesse incidente de l'indenteur est de 1,6 m/s et l'énergie de l'impact est de 42 mJ. L'enfoncement maximal mesuré par le capteur de déplacement est de l'ordre de 70  $\mu\text{m}$ , ce qui permet d'estimer une force maximale au cours de l'impact de 600 N d'après l'équation (19). L'amplitude du signal de force mesuré n'est donc *a priori* pas très loin de la réalité. Cet impact provoque la déformation plastique de l'échantillon et la vitesse de rebond de l'indenteur n'est que de 0,45 m/s. La déformation plastique de l'échantillon aurait donc absorbé 92 % de l'énergie incidente de l'indenteur.

Une analyse approfondie du signal du déplacement révèle en particulier un léger décalage entre le signal de force et de déplacement : l'enfoncement maximal devrait en théorie coïncider avec la force maximale. Ce déphasage est lié aux phénomènes de résonance du capteur de force et peut être un paramètre exploitable dans la détermination de la fonction de transfert du capteur de force.

Après avoir simplifié le montage du capteur de déplacement, des efforts supplémentaires sur le traitement du signal de force d'impact sont nécessaires afin dresser un bilan énergétique du choc, sous la forme d'un cycle d'hystérésis. Ce type de tracé devrait permettre d'identifier l'influence de la déformation plastique de l'échantillon et du coefficient de frottement entre l'indenteur et l'échantillon sur la dissipation d'énergie au cours du choc.

Ces mesures de vitesse et de force d'impact permettent de caractériser les impacts réalisés sur le banc de chocs répétés. Le tableau suivant résume les performances mécaniques de la version la plus récente du dispositif :

**Tableau 4** Micropercteur CN312Cm

<b>Paramètre</b>	<b>Plages de valeurs</b>
Fréquence des impacts	2,5 à 100 Hz
Nombre d'impacts / série	1 à $2 \cdot 10^6$ impacts
Course de l'outil / impact	0,2 à 3 mm
Vitesse incidente de l'outil (125 g)	0,04 à 0,4 m/s
Energie cinétique incidente (outil 125g)	0,1 à 10 mJ
Force d'impact (X200Cr12 $\varnothing$ 20 mm)	50 à 1500 N
Température de fonctionnement	< 70°C
Durée approximative des chocs (selon énergie)	50 à 75 $\mu\text{s}$
Vitesse de déformation approximative (selon énergie)	100 à 450 $\text{s}^{-1}$

### 3.3 Mise au point du système de suivi optique

L'identification des différents mécanismes d'endommagement permet de définir un besoin et de mettre au point une procédure d'essai de chocs répétés type. Cette description des essais permet alors de définir un cahier des charges afin d'automatiser le dispositif de manière à ce que des images des empreintes soient prises régulièrement pour identifier le nombre d'impacts critique à rupture du dépôt.

La procédure des essais de chocs répétés initiale se décomposait en cinq étapes :

- Réalisation d'un nombre d'impacts  $U_n$  en un point donné de l'échantillon
- Démontage de l'échantillon
- Observation de l'échantillon au microscope optique, MEB ou relevés de profils.
- Remontage de l'échantillon sur le percuteur
- Réalisation de  $U_{n+1}$  impacts au même point si aucun défaut n'est observé.

Les impacts étant réalisés avec des billes de grand diamètre, les empreintes ont un diamètre de 0,5 à 1 mm. Le repositionnement de l'échantillon après les observations au microscope optique doit donc être réalisé avec une tolérance inférieure au dixième du diamètre de ces empreintes. Un dispositif de cales et un serrage par vis/écrou s'est avéré suffisant pour cette opération.

Ces opérations répétées de démontage, d'observation et de remontage introduisent une perte de temps considérable sur la réalisation des essais et nécessitent surtout une intervention régulière d'un opérateur. Il est en effet nécessaire de rester quasiment en permanence à proximité du banc pour des essais de courte durée – *i. e.* moins de  $10^5$  impacts – et ce manque d'autonomie du banc rend long, délicat et coûteux la réalisation d'essais de longue durée – *i. e.* plus de  $10^7$  impacts – ou une analyse statistique des essais de chocs répétés – sur au moins une dizaine de points. C'est pourquoi le besoin d'un dispositif de suivi optique des essais de chocs répétés s'est manifesté.

Contrairement aux essais de rayures et aux tribomètres rotatifs, l'analyse des émissions acoustiques est délicate à mettre en œuvre en raison du bruit de fond important généré par les impacts. Un montage d'analyse des émissions acoustiques a été utilisé par Y. GACHON dans sa thèse [GACHON 1997], mais n'a permis de détecter qu'une fissuration retardée des dépôts de tungstène mais pas d'endommagement du dépôt pendant le choc. Dans le cadre de notre étude, la signature acoustique de quelques dépôts PVD – en particulier le TiBN – a pu être détectée, mais la faible amplitude de cette signature acoustique ne laisse pas présager une détection pertinente de la fissuration des dépôts.

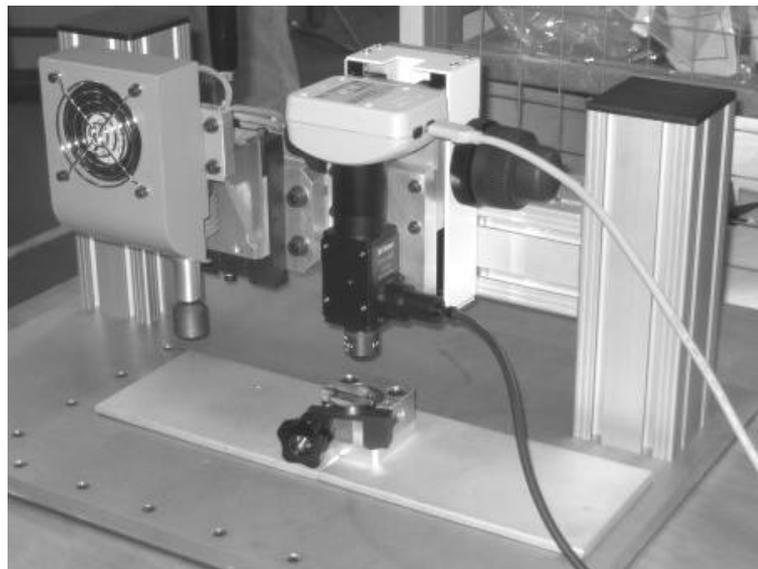
Ensuite, l'expérience d'HEF sur les essais de rayure et sur le tribomètre rotatif révèle que l'écaillage d'un dépôt de DLC n'émet des coups acoustiques que de très faible amplitude, impossibles à discerner du bruit de fond lors des essais de chocs répétés. Par conséquent, la détection de l'endommagement du dépôt par analyse des émissions acoustiques n'a pas été jugée viable pour un outil de caractérisation des dépôts et en raison des précautions nécessaires à cette analyse – influence de la géométrie de l'échantillon, de la fixation du capteur...

Ainsi, le moyen le plus simple et le plus sûr de détecter l'endommagement des revêtements reste l'observation optique. C'est pourquoi un montage optique a été réalisé afin de prendre automatiquement et régulièrement des images des empreintes en cours d'essais.

La réalisation des premiers essais de chocs répétés a permis de définir :

- La taille des images à réaliser, de manière à ce que la totalité des empreintes soient visibles sur l'image de manière à pouvoir observer des écailles au centre de l'empreinte ou des fissures sur le bord externe de l'empreinte.
- Une résolution suffisante pour observer les fissures qui émergent à la surface de l'échantillon
- Un contraste suffisant pour différencier écailles, oxydation et dépôt de bille
- Un éclairage ajustable à la teinte de l'échantillon, les dépôts PVD pouvant apparaître noirs – DLC – ou blanc – CrN, Cr<sub>x</sub>N<sub>y</sub>.
- Un déplacement et un repositionnement suffisamment précis de l'échantillon par rapport à l'indenteur et la caméra, afin de percuter le même point et d'observer correctement cette empreinte.

La caméra retenue est une caméra CMOS couleurs. Cette caméra a l'avantage d'être bon marché et permet d'obtenir un contraste suffisant en utilisant une optique correctement choisie et un éclairage approprié. L'utilisation d'un objectif de microscope de 10 mm de focale permet d'obtenir un champ de l'ordre de 1,5 mm × 1,5 mm, suffisant pour observer la totalité des empreintes tout en ayant une résolution suffisante pour détecter des écailles et à encombrement limité. L'électroaimant propulseur de l'outil a été séparé du boîtier contenant les cartes électroniques et du système de déplacement en (x, y) de la tête de marquage. Le boîtier de commande est placé en dessous de l'échantillon et assure le déplacement de l'échantillon successivement sous la tête de marquage et sous le système optique. L'électroaimant et l'outil de percussion sont fixes et équipés d'un système de ventilation se déclenchant automatiquement lors du dépassement d'une consigne de température. La compacité de l'électroaimant seul et du système optique facilite le montage d'un carter autour de ce banc de caractérisation et permet de limiter considérablement la pollution sonore de l'installation – pouvant dépasser les 90 dB lors d'impacts énergétiques. Le cliché de la Figure 44 présente la version finale du dispositif de chocs répétés, disponible au terme de cette étude.



**Figure 44** Version finale du banc de chocs répétés

Le logiciel de commande du micropercuteur Optifam a été modifié de manière à intégrer la gestion du suivi optique en cours d'essai. Ce logiciel permet de réaliser des tableaux de points en décomposant les essais de chocs en X séries de Y impacts. Après

chaque série de  $Y_n$  impacts, l'échantillon est déplacé sous la caméra pour prendre une photo de l'empreinte réalisée avant de retourner sous la tête de marquage qui va réaliser une nouvelle série de  $Y_{n+1}$  impacts sur la même empreinte. Les termes  $Y_n$  sont définis par une suite arithmétique ou géométrique dont le premier terme et la raison sont définis par l'utilisateur. Toutes les images prises en cours d'essai sont enregistrées sur l'ordinateur commandant le percuteur et permettent une exploitation ultérieure des essais : détection du nombre d'impacts critique à l'apparition du fai ençage et à l'écaillage du dépôt, mesure de la surface des écailles, du diamètre de l'empreinte... La détection automatique des écailles à l'aide d'un logiciel d'analyse d'images ne paraît à l'heure actuelle pas nécessaire et pas réaliste pour trois principales raisons :

- La variation importante des teintes de surfaces sur les dépôts minces – du gris clair pour les dépôts base chrome par exemple au noir pour les dépôts de DLC
- L'apparence des écailles varie considérablement – elle peuvent être plus claires ou plus sombres que le dépôt selon leur teinte
- La différenciation des écailles, des dépôts de bille et de zones oxydées est également délicate

Le développement de ce dispositif de suivi optique facilite la réalisation d'un grand nombre d'essais et permet d'aborder l'aspect statistique de la fatigue superficielle après exploitation de ces essais de chocs répétés. Un diagramme présentant la procédure de réalisation des essais de chocs répétés est présenté en annexes.

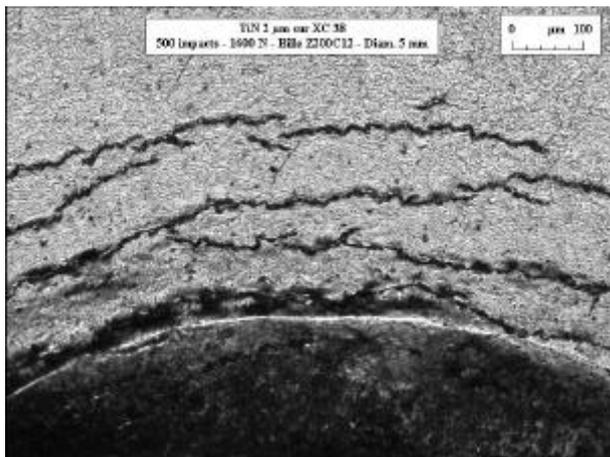
### 3.4 Observations sur des impacts réalisés sur des dépôts PVD

Une fois les conditions d'impacts définies avec précision à l'aide du capteur de déplacement et du capteur de force, des séries de plusieurs milliers d'impacts sont effectuées jusqu'à l'endommagement du dépôt. Le mode de rupture des dépôts minces varie avec la nature de l'indenteur, du substrat et du dépôt.

#### 3.4.1 Identification de différents modes d'endommagement des dépôts

Les trois types d'endommagement identifiés par Bantle [BANTLE 1995] – cf. 2.4.1 – ont été observés. Cette classification a été complétée par deux types de fissures supplémentaires et les conditions d'apparition de ces différents types d'endommagement ont été identifiées.

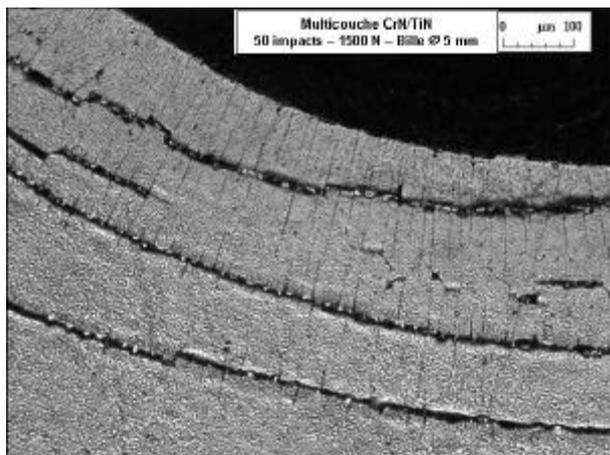
De grosses fissures circulaires sur le bord externe de l'empreinte ont été observées lors d'impacts parfaitement plastiques sur des dépôts réalisés sur des substrats relativement mou. Le rayon de ces fissures est compris entre 1,1 et 1,3 fois le rayon de l'empreinte, ce qui rejoint les résultats de calculs numériques présentés dans la littérature pour des coefficients de frottement supérieurs à 0,3 [BEGLEY 1999].



**Figure 45** Fissures circulaires dans le dépôt sur le bord externe de l'empreinte

L'image de la Figure 45 présente ce type de fissure observée sur un dépôt de TiN de 2 µm sur du XC38 après 500 impacts à 800 N avec une bille en X200Cr12 Ø 5mm. Ces fissures sont faciles à observer et peuvent même être distinguées à la loupe binoculaire. Elles apparaissent lorsque le substrat se déforme beaucoup et lorsque le coefficient de frottement entre la bille et le dépôt est supérieur à 0,3.

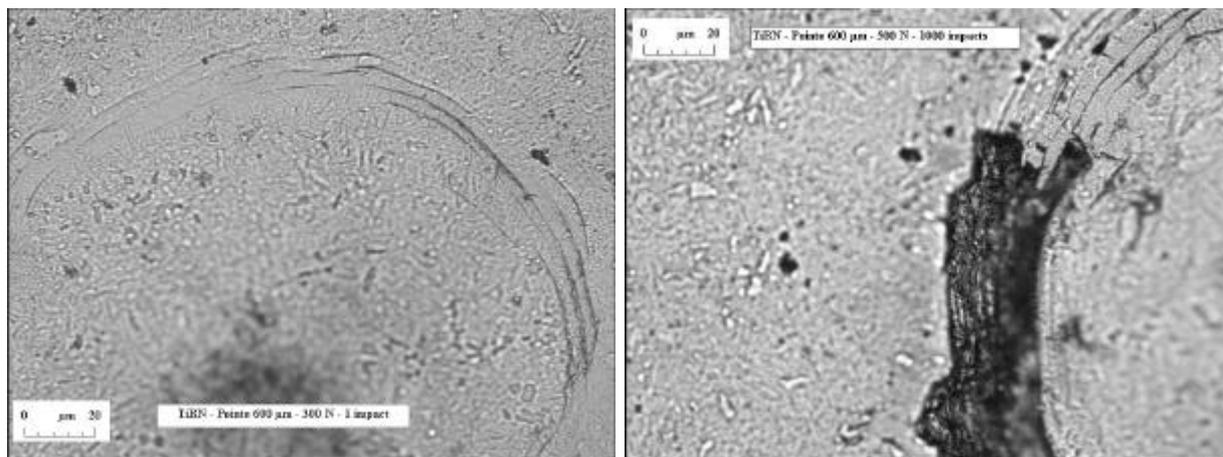
Lorsque le dépôt présente une faible ténacité ou des contraintes résiduelles en compression faibles, les contraintes tangentielles sur le dépôt liées à la croissance du bourrelet sur la périphérie de l'empreinte peuvent favoriser le développement de fissures radiales à la périphérie de ces empreintes.



**Figure 46** Fissures radiales dans le dépôt sur le bord externe de l'empreinte

L'image de la Figure 46 présente ces fissures radiales observées sur un dépôt multicouche CrN/TiN, avec une période de 20 nm sur du XC38, après 50 impacts à 1500 N avec une bille en X200Cr12 Ø 5mm.

Lorsque le substrat est plus dur, l'utilisation de pointes en WC-Co avec des diamètres de 400 µm à 1 mm favorise le développement de fissures circulaires fines sur le bord interne de l'empreinte. Ce type de fissure dégénère en écailles lorsque des impacts supplémentaires sont réalisés. L'observation de ces fissures nécessite un microscope optique, avec un grossissement d'au moins 100x. Les images de la Figure 47 illustrent la formation de fissures circulaires et leur dégénérescence en écailles sur un dépôt de TiBN réalisé sur un acier rapide – X85WCrMoV6-5-4-2 – avec une pointe en WC-Co Ø 600 µm.



*a- Fissures circulaires dans le dépôt sur le bord interne de l'empreinte*

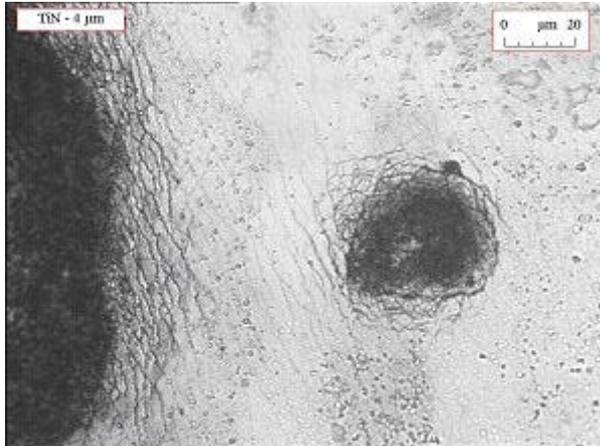
*b- Dégénérescence des fissures circulaires en écailles*

**Figure 47** Fissures circulaires dans le dépôt sur le bord interne de l'empreinte

- Figure 47 –a : fissures circulaires dans le dépôt de TiBN sur le bord interne de l'empreinte dès le premier impact.
- Figure 47 –b : après 1000 impacts, le mouvement relatif entre la surface de l'indentateur et celle de l'échantillon – cf. équation (41) – provoque l'écaillage du dépôt.

Ces deux types de fissures circulaires observées lors d'impacts élasto-plastiques sur les dépôts durs sont essentiellement dus aux effets de la déformation excessive du substrat entraînant la rupture du dépôt en traction. Leur occurrence est liée à la géométrie du contact, au coefficient de frottement entre le dépôt et l'indentateur, mais aussi au comportement du substrat, en particulier lors de la croissance de bourrelets en périphérie d'empreinte.

Lorsque les impacts sont moins sévères – augmentation du diamètre de la bille et diminution de l'énergie des impacts – les dépôts commencent par présenter un fai ençage en fond d'empreinte qui dégénère en écailles lorsque le nombre d'impacts augmente. L'observation de ces fissures peut s'effectuer au microscope optique avec un grossissement de 500x sur la plupart des dépôts. Elles sont plus difficiles à observer voire inexistantes sur les dépôts de DLC qui s'écaillent sans présenter de fissure superficielle au préalable.



**Figure 48** Ecaillage des dépôts lors d'impacts élastiques - TiN sur X85WcrMo6-5-4-2 –  $1,5 \cdot 10^6$  impacts à 500 N

L'image de la Figure 48 illustre le fai ençage et l'écaillage d'un dépôt de TiN de 4 µm sur de l'acier rapide – X85WCrMoV6-5-4-2 – après  $1,5 \cdot 10^6$  impacts à 500 N. Sur cette image, deux écailles sont apparues au centre de l'empreinte sur le réseau de fissure.

L'écaillage des dépôts est généralement facile à détecter, même à l'œil nu, en raison d'un contraste important entre le dépôt et le substrat lié à des différences de couleurs, mais aussi à une différence d'état de surface. Si les dépôts de CrN ou de  $Cr_xN_y$  sont difficiles à distinguer du substrat au microscope optique, la rugosité du fond des écailles formées lors d'essais de chocs répétés confère à ces écailles une teinte plus sombre que le dépôt.

L'observation des écailles est aisée aux faibles grossissements, ce qui a motivé la mise en place d'un dispositif de suivi optique des essais de chocs répétés. Cependant, la confusion entre l'écaillage du dépôt et un apport de matière dans le contact est possible. En effet, lorsque les impacts sont réalisés avec une bille métallique, l'usure de la bille au cours des essais introduit des particules métalliques dans le contact, qui sont écrasées au cours des chocs suivants. Le transfert de la bille est généralement moins important lorsque la force d'impact est faible, ce qui est le cas lors des essais de fatigue et dépend de la nature des échantillons étudiés : aucun transfert n'est constaté sur les DLC, alors que les dépôts base chrome favorisent ce type de phénomène. La différenciation de ces plaques et des écailles n'est pas évidente au microscope optique, ni même au MEB en raison d'une part de leur composition chimique comparable à celle du substrat et d'autre part de leur faible épaisseur. En revanche, des relevés de profils 2D ou 3D sur ces empreintes permettent d'identifier une plaque ou une écaille sans ambiguïté. En pratique, la distinction entre ce dépôt de bille et les écailles peut également se faire en observant leur évolution avec le nombre d'impacts : la croissance des écailles est irréversible, tandis que le dépôt de bille peut être détruit et disparaître après quelques milliers d'impacts. Ensuite, les écailles, contrairement au dépôt de bille, sont généralement accompagnées d'un réseau de fissures, mais son observation nécessite un grossissement important au microscope optique.

Un dernier mécanisme d'endommagement des dépôts observé est à l'origine d'un faciès comparable à une empreinte de Calotest™. Ce type de faciès, observé en particulier sur les

dépôts de DLC avec une sous couche de  $\text{Cr}_x\text{N}_y$  ou de TiN peut être expliqué par une usure progressive par abrasion ou par fretting ou par un comportement viscoplastique du DLC dans ce type de configuration. La photographie de la Figure 49 présente une empreinte observée après  $7 \cdot 10^5$  impacts à 500 N sur un dépôt de DLC avec une sous couche de  $\text{Cr}_x\text{N}_y$  BT. Sur cette image, la sous couche de  $\text{Cr}_x\text{N}_y$  est mise à nu – *a priori* par usure du DLC – et présente le type de réseau de fissures décrit précédemment. Autour de la zone où la sous-couche est visible, l'irisation du DLC est liée à un phénomène de décomposition de la lumière blanche variable avec l'épaisseur du dépôt.

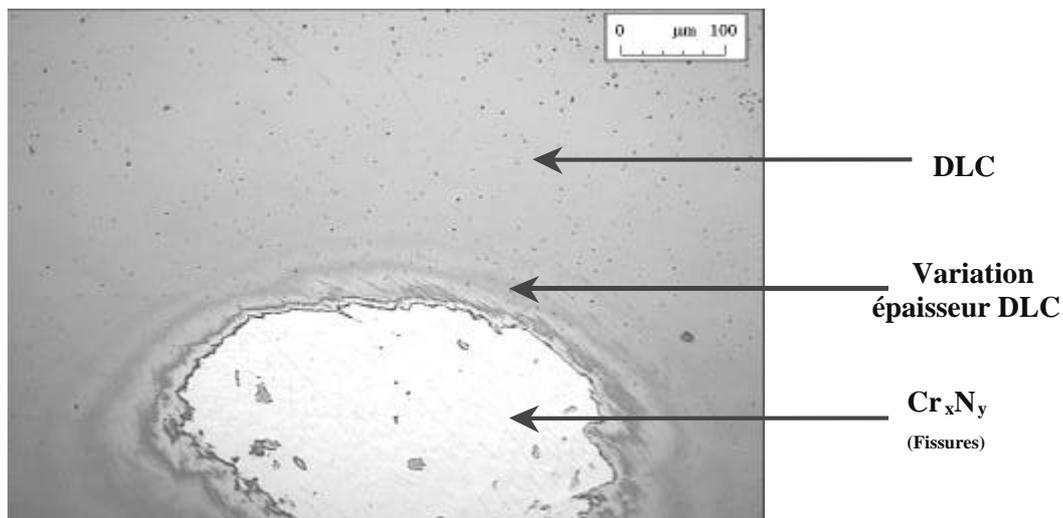


Figure 49 Usure du DLC après  $7 \cdot 10^5$  impacts à 500 N

Ce mécanisme d'usure du DLC ne s'observe que dans quelques cas de figure précis, avec de faibles forces d'impacts et avec des dépôts pouvant supporter plusieurs millions d'impacts. Ces conditions peuvent en effet permettre à l'usure abrasive d'avoir un effet significatif par rapport aux mécanismes de rupture par fatigue. Ce type d'endommagement a également été constaté sur des dépôts de  $\text{Cr}_x\text{N}_y$ .

Ce mécanisme d'usure abrasive affecte également la bille, de façon d'autant plus sévère que la bille n'est pas traitée. Malgré leur 64 HRC, les billes en X200Cr12 doivent être changées régulièrement pendant les essais. Les courbes de la Figure 50 illustrent l'évolution de la perte de cote des billes – mesuré sur un rugosimètre – en fonction du nombre d'impact et pour différentes forces d'impact.

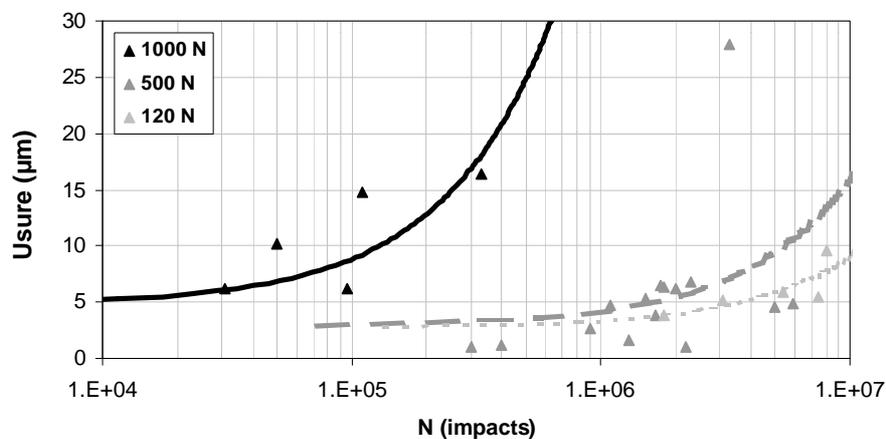


Figure 50 Usure des billes en X200Cr12 en fonction de la force d'impact

Le critère retenu pour le remplacement de la bille est une perte de cote supérieure à 10  $\mu\text{m}$ . Au delà de cette valeur, l'endommagement de la bille s'accélère ce qui peut influencer les résultats des essais. A titre indicatif, ce critère est atteint dès  $10^5$  impacts à 1000 N – chocs sévères – dès  $5 \cdot 10^6$  impacts à 500 N – situation plus courante – et à plus de  $10^7$  impacts à 120 N. Divers montages ont été mis au point de manière à pouvoir monter des billes entières ou percées sur un axe à l'extrémité du stylet et ainsi permettre une rotation régulière de ces billes lorsque leur usure risque d'affecter les résultats des essais.

Des essais ont été réalisés avec des billes d'alumine, mais un égrainement progressif de cette céramique au cours des impacts répétés entraîne une perte de cote comparable à l'usure des billes en X200Cr12. De plus, en raison d'un module de Young supérieur à celui de l'acier, ces billes d'alumine augmentent la sévérité des essais à énergie d'impact constante : le substrat plastifie plus facilement et des particules d'alumine endommagent la surface impactée.

### 3.4.2 Etude de la distribution des zones d'amorce des écailles

Au cours des multiples essais de chocs répétés réalisés, les cartes de fatigue ou de probabilité de rupture des dépôts minces ont été complétées par une analyse de la zone d'initiation des écailles. Cette approche a révélé que les écailles ne s'amorcent pas préférentiellement sur l'axe de symétrie de l'empreinte, où la pression de contact est maximale, mais à une distance d'environ 0,4 fois le rayon de l'empreinte du centre de celle-ci. Cette observation est illustrée par l'image de Figure 51, qui présente une empreinte sur un dépôt de TiBN, avec une écaille observée après  $5 \cdot 10^5$  impacts à 500 N.

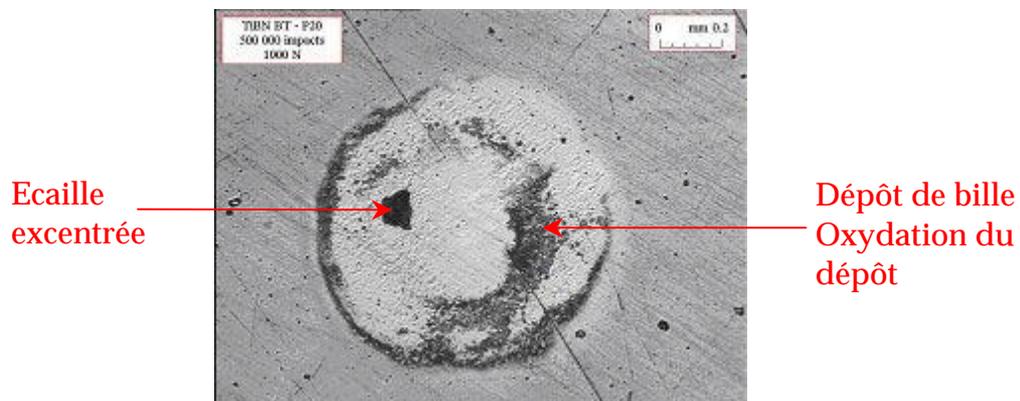


Figure 51 Distribution des écailles

Différents modèles ont été proposés pour expliquer et interpréter ce type de faciès de rupture. Les modèles basés sur l'hypothèse d'un mouvement relatif entre la surface de la bille et la surface de l'échantillon ne sont pas les plus concluants. Le glissement relatif entre les deux surfaces pourrait en effet provoquer une usure préférentielle aux points où le produit de la pression et de la distance de glissement est maximale – d'après le modèle d'usure d'Archard, mais l'observation suggère que les dépôts présentent à ces endroits un écaillage et non une usure.

L'équation (41) révèle que le déplacement radial est inversement proportionnel à la distance au centre du contact et varie avec le module de Young des matériaux en contact. L'épaisseur du dépôt étant négligeable devant le rayon de la zone de contact, son influence mécanique est négligée et le déplacement d'un point à la surface du dépôt est donc décrit par

le déplacement de la surface du substrat – en négligeant l'influence du coefficient de frottement. La différence de module de Young entre la bille et le substrat étant faible, le déplacement radial des deux surfaces est proche et le glissement radial entre les deux surfaces est donc négligeable. L'effet du déplacement radial serait en effet plus marqué par exemple lors d'impacts avec des billes en céramiques – cermet, alumine – avec des différences de modules d'élasticités plus significatives comme certains échantillons testés par Bouzakis [BOUZAKIS 2004-b].

L'influence de la rotation de la bille sur son axe au cours des impacts peut également induire une usure du dépôt par glissement tangentiel. Une faible rotation de la bille au cours des impacts est toujours observée et difficile à supprimer complètement. Elle peut entraîner un endommagement des échantillons par une usure en petits débattement – fretting. Dans ce cas de figure, l'application de la loi d'Archard permet de décrire l'évolution du volume usé en fonction de la distance au centre du contact au cours d'un impact, en supposant que la vitesse de rotation de la bille est constante. L'usure sera proportionnelle au produit de la pression de contact et de la distance de glissement :

$$(77) \quad Vol = A \cdot \left(1 - \frac{r^2}{a^2}\right)^{\frac{1}{2}} \cdot \frac{r}{a}$$

Vol est le volume usé (m<sup>3</sup>)

A est une constante dépendant des matériaux

A une charge donnée, une étude de cette fonction révèle une usure maximale pour  $r \gg 0,7.a$ . Si ce type de distribution peut expliquer les observations faites au cours de certains essais sur des dépôts mous ou présentant des coefficients de frottement important, comme le TiN, elle ne permet pas d'expliquer la distribution des sites d'écaillage observée sur les dépôts testés dans le cadre de cette étude.

Une analyse statistique des essais de fatigue permet d'expliquer et d'interpréter ce type de distribution de façon plus satisfaisante. Cette approche consiste à appliquer une loi de Weibull afin de décrire l'évolution de la probabilité de rupture en fonction de la distribution de pression à la surface de l'échantillon ou en fonction de la contrainte équivalente de Tresca ou de Von Mises en surface – cf. § 2.1.1 et équations en annexes. A partir de telles distributions de contraintes, la probabilité de rupture du dépôt en fonction de la distance au centre du contact peut être définie à l'aide d'une statistique de Weibull semblable à celle décrite dans l'équation (37) en remplaçant la force par l'expression de la contrainte équivalente. Les termes de charge critique –  $F_c$  – et de charge ultime –  $F_0$  – doivent alors être remplacés respectivement par des termes de contrainte critique et de contrainte ultime et la probabilité de rupture devient alors une probabilité de rupture surfacique. En supposant que le contact est parfaitement axisymétrique, les éléments d'isoprobabilité de rupture sont à un rayon constant et leur surface s'écrit :

$$(78) \quad S_{P(E)=C^e} = 2p \cdot r \cdot dr$$

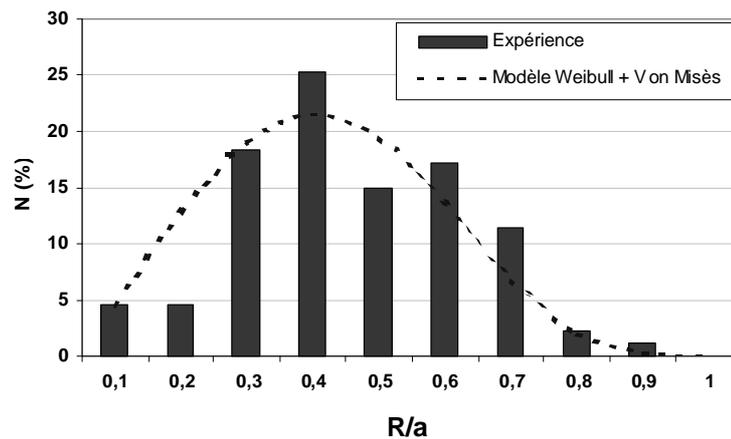
Et la probabilité de rupture totale est obtenue par le produit de la probabilité de rupture surfacique et de la surface de l'élément considéré :

$$(79) \quad P(r) = P_{\text{Surfacique}}(s_{VM}(r)) 2p r dr$$

Lorsqu'il y a apparition d'une écaille, la somme des probabilités de rupture sur la surface de l'empreinte est égale à 1 :

$$(80) \quad \int_{r=0}^{r=a} P_{\text{Surfacique}}(r) 2\pi r dr = 1$$

Cette observation permet de normaliser les probabilités d'écaillage et ainsi de définir la probabilité d'occurrence d'une écaille en fonction de la distance au centre de l'empreinte. Le graphique de la Figure 52 compare la distribution des écailles observée expérimentalement – sur soixante dix empreintes, tous dépôts confondus – à ce modèle statistique, en prenant une contrainte ultime nulle, elle est observée sur le bord du contact pour  $r = a$ . La contrainte critique, à laquelle la probabilité de rupture est de 63 % est prise égale à la contrainte équivalente en  $r/a = 0,37$  et un module de Weibull  $m_w = 10$ . Les calculs ont été effectués numériquement en décomposant le rayon en dix anneaux.



**Figure 52** Comparaison de la distribution des écailles expérimentale et du modèle statistique

Ce graphique suggère que la corrélation entre le modèle utilisé pour décrire la distribution des écailles inspiré d'une statistique de Weibull et l'expérience est satisfaisante. La probabilité d'endommagement observée est supérieure aux prévisions pour  $r \gg 0,7.a$ . Cet écart peut être expliqué par le mécanisme d'usure par la rotation de la bille abordé plus haut à superposer à l'aspect statistique de la rupture des couches.

Au cours des différents essais de chocs répétés réalisés sur les poussoirs, une attention particulière a été accordée à la recherche des mécanismes d'écaillage. L'interface dépôt/substrat est une zone sensible en raison de la variation brutale de module de Young et où les liaisons interatomiques – assurant l'adhérence du dépôt – peuvent être plus vulnérables. Cependant, cette remarque ne suffit pas à expliquer pourquoi et comment le dépôt se décolle sous l'application d'une force normale de compression, sans l'action d'efforts tangentiels significatifs au niveau de l'interface.

### 3.4.3 Observation de la croissance des écailles

La prise d'images optiques régulière en cours d'essai permet d'identifier les sites d'amorçage d'écailles et de suivre la croissance de ces écailles au cours du temps. Si l'écaillage est un phénomène assez brutal dans la plupart des cas – l'écaillage complet de la couche est observé en moins de 1000 impacts – les dépôts de DLC présentent un écaillage beaucoup plus progressif, sur une échelle de temps non négligeable devant la durée de vie du dépôt.

Lors des essais de chocs répétés réalisés sur les dépôts de DLC, le développement des écailles s'est avéré être très progressif. Cette croissance progressive des écailles sur différents types de dépôts a également été constatée par Bouzakis et ses collaborateurs [BOUZAKIS 2004-a], [BOUZAKIS 2004-b] qui ont suivi l'évolution des surfaces écaillées au microscope électronique à balayage. Dans le cadre de cette étude, l'écaillage de la plupart des dépôts est relativement rapide et est total en moins de  $10^4$  impacts. En revanche, cette progression de la surface écaillée est beaucoup plus lente pour les dépôts de DLC. Les images de la Figure 53 présentent l'évolution progressive de l'écaillage d'un dépôt de DLC, sous une charge de 750 N, avec une bille en X200Cr12  $\varnothing$  20 mm.  $2 \cdot 10^4$  impacts sont réalisés entre chaque cliché. Sur ce type de dépôt, aucune fissure n'est observée, mais des écailles de petites dimensions –  $\varnothing$  20 à 50  $\mu\text{m}$  – apparaissent et se ramifient pour couvrir plus de 50 % de l'empreinte.

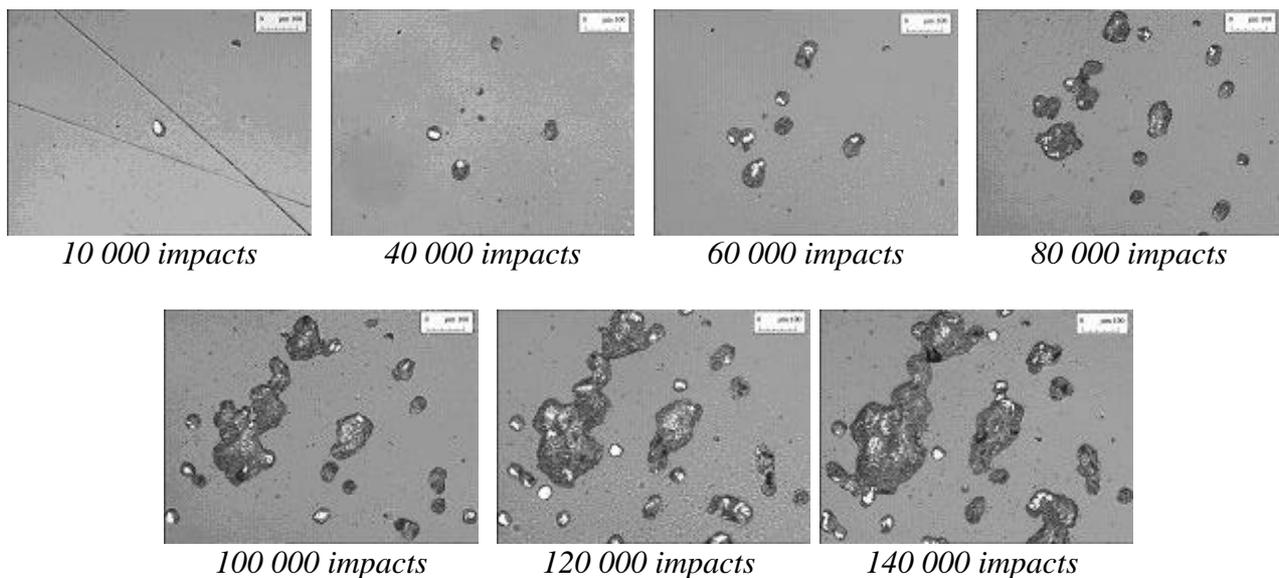


Figure 53 Croissance des écailles sur un dépôt de DLC à 750 N

Un logiciel d'analyse d'image a été utilisé afin de mesurer la surface totale des écailles – correspondant aux zones blanches et sombres sur les images – et de suivre leur croissance au cours des essais. La Figure 54 présente l'évolution de la surface écaillée en deux points sur un dépôt de DLC, avec des impacts à 250 N – ligne continue – et à 750 N – ligne discontinue.

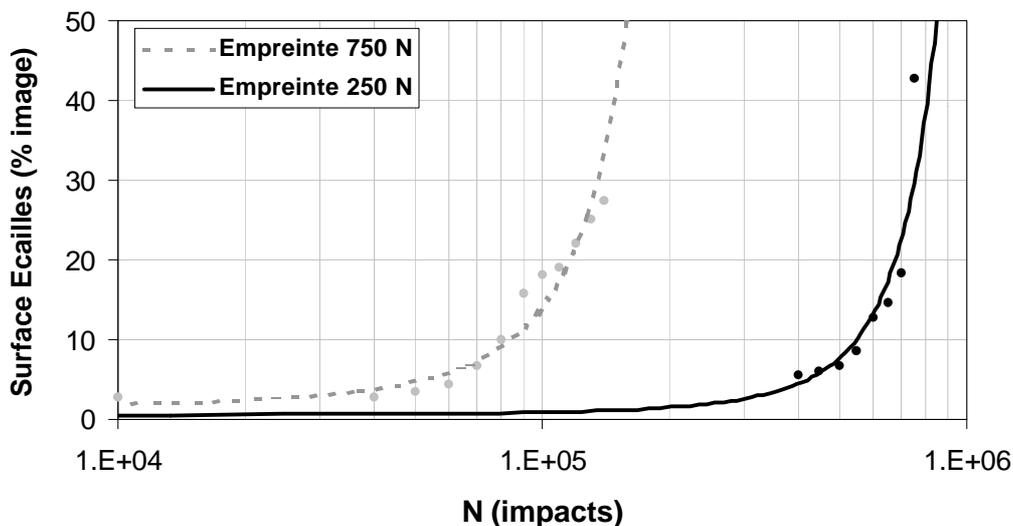


Figure 54 Evolution de la surface des écailles avec le nombre d'impacts

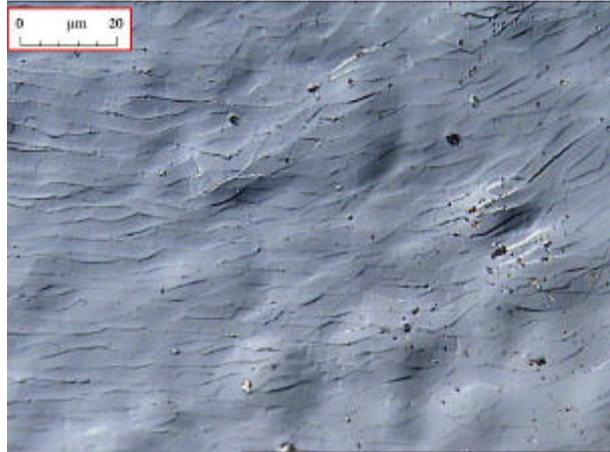
Ces observations révèlent une croissance exponentielle de la surface écaillée avec le nombre d'impacts. Comme pour la détermination d'un nombre d'impact critique à rupture du dépôt, ce type d'analyse présente également une dispersion importante de la vitesse de croissance des écailles. La croissance des écailles et l'évolution de la probabilité de rupture sur les dépôts base chrome et titane s'avère pour l'instant trop rapide pour être observée de la même manière que sur les dépôts de DLC. Les images de la Figure 53 permettent de décrire le mécanisme de croissance de ces écailles et de justifier le caractère continûment accéléré de leur croissance. Tout d'abord, un phénomène de cloquage – abordé plus loin – provoque la formation de petites écailles de 20 à 50  $\mu\text{m}$  de diamètre, réparties de façon homogène dans l'empreinte. Ces écailles prises individuellement sont stables et se répartissent de façon aléatoire – *a priori* selon une statistique de Weibull – dans l'empreinte. Lorsque la densité de ces écailles est suffisante, un phénomène de coalescence des écailles intervient par détachement des bandes de dépôt séparant deux écailles suffisamment proches. La formation d'une écaille plus grande augmente la probabilité que la distance de la périphérie de cette écaille à une petite écaille isolée soit inférieure à la longueur critique permettant la ramification de ces écailles. Ce processus est à l'origine d'une accélération de la croissance de la surface écaillée au cours des essais de chocs.

Après identification du mécanisme de formation de grandes écailles couvrant la totalité de la surface de l'empreinte, plus ou moins rapide selon la nature des dépôts testés, l'origine de la formation des premières écailles a été identifiée.

#### **3.4.4 Identification d'un mécanisme d'écaillage par flambement du dépôt**

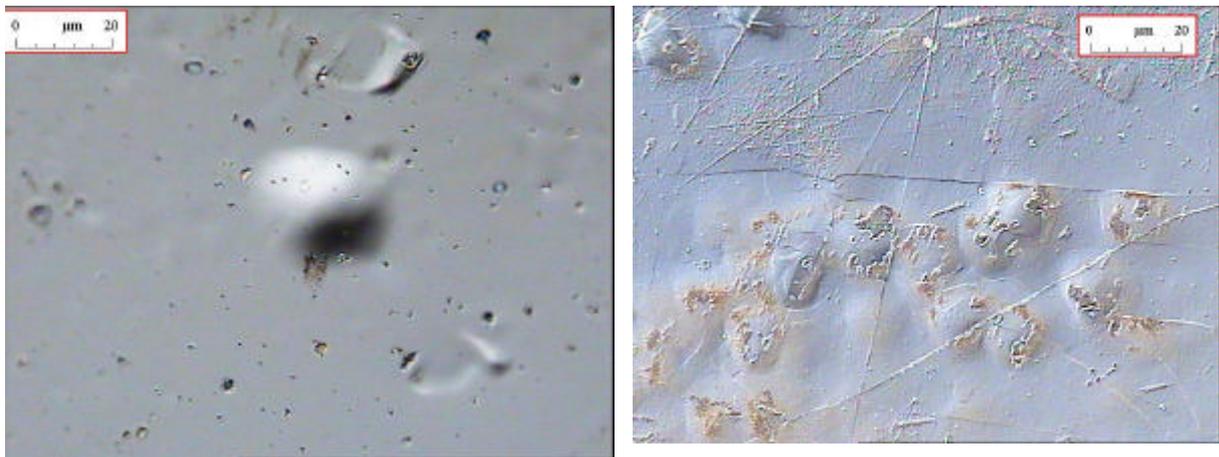
Deux mécanismes d'écaillage des dépôts PVD ont été proposés au cours de cette étude : l'un lié à l'influence des aspérités de surface est abordé plus loin dans ce rapport, l'autre découle des observations des empreintes peu avant écaillage et est lié à un mécanisme de flambement des dépôts.

Comme lors des essais de multifissuration unidirectionnelle étudiés par Mézin – [MEZIN 1995], [MEZIN 2003] – le développement d'un réseau de fissures multiaxial – faï ençage – permet une relaxation des contraintes dans le revêtement et retarde le développement d'autres fissures dans le dépôt. Idéalement, une fois les dépôts fissurés, leur comportement devrait se stabiliser si aucun fluide – lubrifiant – ne pénètre dans ces fissures pour en favoriser l'ouverture. Le faï ençage n'aboutirait donc pas nécessairement à un écaillage du dépôt, ce qui a été observé sur certains dépôts de  $\text{Cr}_x\text{N}_y$  qui périclitent par une usure abrasive après faï ençage. Ainsi, les mécanismes d'écaillage des dépôts ne sont donc pas à rechercher à partir du faï ençage. Le retour statistique obtenu au cours des multiples essais de chocs répétés a permis de réaliser des empreintes avec un nombre d'impact « juste insuffisant » pour obtenir l'écaillage des dépôts. Sur de telles empreintes, les premières écailles commencent à apparaître, ou la réalisation de quelques milliers d'impacts supplémentaires aboutit à l'écaillage des couches. Des observations optiques de ces empreintes révèlent la présence de cellules de 20  $\mu\text{m}$  de diamètre présentant une légère différence de teinte, mises en évidence avec une légère défocalisation de l'objectif du microscope. L'observation optique à l'aide d'un filtre à contraste interférentiel ou à l'aide des électrons rétrodiffusés au MEB met en évidence un relief doux à ce niveau témoin d'une ondulation de faible amplitude. L'image de la Figure 55 obtenue par contraste interférentiel différentiel de Nomarski présente ce phénomène sur un dépôt de TiBN après 20 000 impacts à 250 N. L'éclairage apparent se situe ici en haut à gauche de l'image.



**Figure 55** Cloquage d'un dépôt de TiBN après 20 000 impacts à 250 N – contraste interférentiel différentiel de Nomarski

La formation de ce relief est accompagnée de fissures qui apparaissent en sombre sur la Figure 55 . Ce phénomène de cloquage a également été observé sur des dépôts base chrome et sur un dépôt de DLC comme l'illustrent les deux images de la Figure 56 .

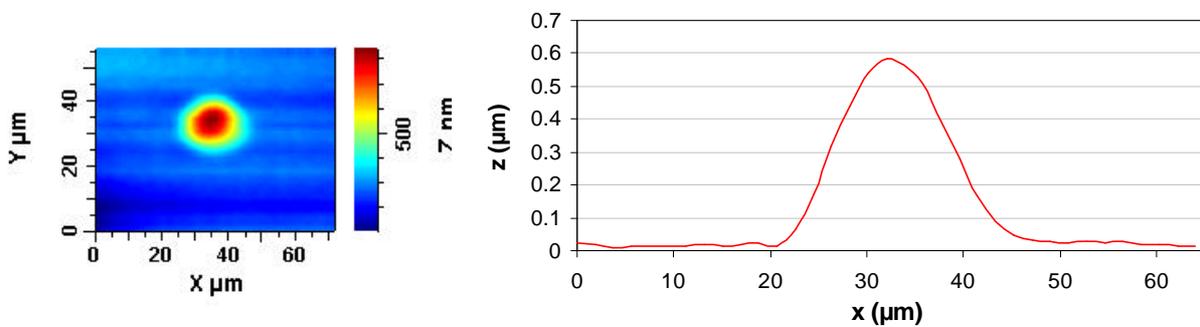


*a- DLC – 100 000 impacts – 250 N*

*b- Cr<sub>x</sub>N<sub>y</sub> – 100 000 impacts – 250 N*

**Figure 56** Observations des cloques sur CrN et DLC – contraste interférentiel différentiel de Nomarski

Ces observations peuvent être complétées par des relevés de topographie au microscope à force atomique ou au rugosimètre 3D afin de déterminer la hauteur de ces cloques. Le profil de la Figure 57 est extrait d'une surface observée dans une empreinte, centré sur une cloque.



*Echantillon de surface centré sur une cloque*

*Profil extrait de la surface*

**Figure 57** Observations des cloques à partir de relevés de profils

Ces observations ont été effectuées sur un dépôt de DLC de 1,3  $\mu\text{m}$  avec une sous couche de CrN de 2,3  $\mu\text{m}$ . D'après ces relevés de profil, cette cloque de 25  $\mu\text{m}$  de diamètre a une hauteur de 0,6  $\mu\text{m}$ . Une analyse de ce contour permet d'estimer la variation de la contrainte moyenne dans la cloque lors du flambement du dépôt. En négligeant le déplacement radial, il vient :

$$(81) \quad t_{rz} = \frac{E}{1+\nu} g_{rz} = \frac{E}{1+\nu} \cdot \frac{1}{2} \frac{\partial w}{\partial r}$$

w est le déplacement selon l'axe z d'un élément du dépôt.

Ce profil de déplacement  $w(r)$  peut être décrit en modélisant la cloque par une plaque circulaire uniformément chargée et encastrée sur sa périphérie. L'application de l'équation (81) sur le profil de la Figure 57 permet d'estimer la variation de contrainte moyenne sur le feuillet neutre et sur tout la surface de la cloque. Ce calcul donne une relaxation de contrainte de 3,3 GPa avec un module de Young de 190 GPa et un coefficient de Poisson de 0,3. Cette valeur paraît cohérente en comparaison des ordres de grandeur des contraintes résiduelles observées sur les dépôts de DLC et de l'incertitude sur le module de Young et le coefficient de Poisson.

Le relief de ces formations suggère que ces cloques sont formées par un décollement local du dépôt et un flambement sous l'action combinée des contraintes résiduelles en compression et de la compression cyclique sous la charge de la bille. En raison de la faible épaisseur des dépôts étudiés et des contraintes de compression appliquées, l'instabilité mécanique est en effet possible [STRAWBRIDGE 1995]. Le flambement est observé lorsque la contrainte de compression dans le dépôt atteint une valeur critique  $\sigma_c$  :

$$(82) \quad \sigma_c = \frac{1,22 \cdot E_d}{1-\nu_d^2} \left( \frac{e}{R} \right)^2$$

e est l'épaisseur du dépôt (m)

R est le rayon de la zone où le dépôt n'adhère pas correctement au substrat (m)

La formation d'une cloque par flambement du dépôt est illustrée sur la Figure 58 .

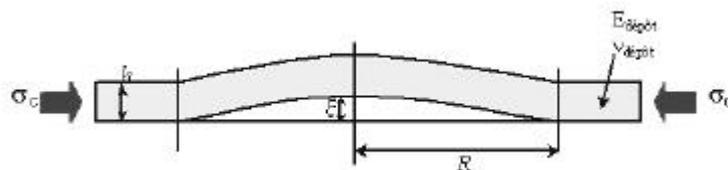


Figure 58 Formation d'une cloque par flambement

Dans le cas des dépôts PVD de 2  $\mu\text{m}$  d'épaisseur, avec des modules de Young de l'ordre de 300 GPa, un coefficient de Poisson de 0,3, si le dépôt n'adhère pas correctement au substrat sur une zone de 20  $\mu\text{m}$  de rayon, la contrainte de compression critique pouvant provoquer le flambement du dépôt est de l'ordre de 4 GPa. Cet ordre de grandeur est suffisant pour provoquer le flambement des couches lorsqu'un défaut d'adhérence apparaît par rupture de l'interface sous la seule action des contraintes résiduelles de ces revêtements.

La formation de telles cloques sur un dépôt donné a deux issues possibles :

- La cloque une fois formée atteint un équilibre stable et n'évolue plus. En pratique, ces cloques finissent par « éclater » pour former de petites écailles circulaires de 20 à 50  $\mu\text{m}$  de diamètre.
- La flexion de la couche lors de la formation de la cloque introduit des contraintes de traction élevées au niveau de l'interface dépôt/substrat en périphérie de la cloque, ce qui entraîne la propagation des fissures à l'interface. Ce type d'instabilité conduit alors rapidement à un écaillage brutal du dépôt.

La rupture de l'interface est atteinte lorsque les contraintes en compression dans le dépôt atteignent une valeur critique  $\sigma_r$  :

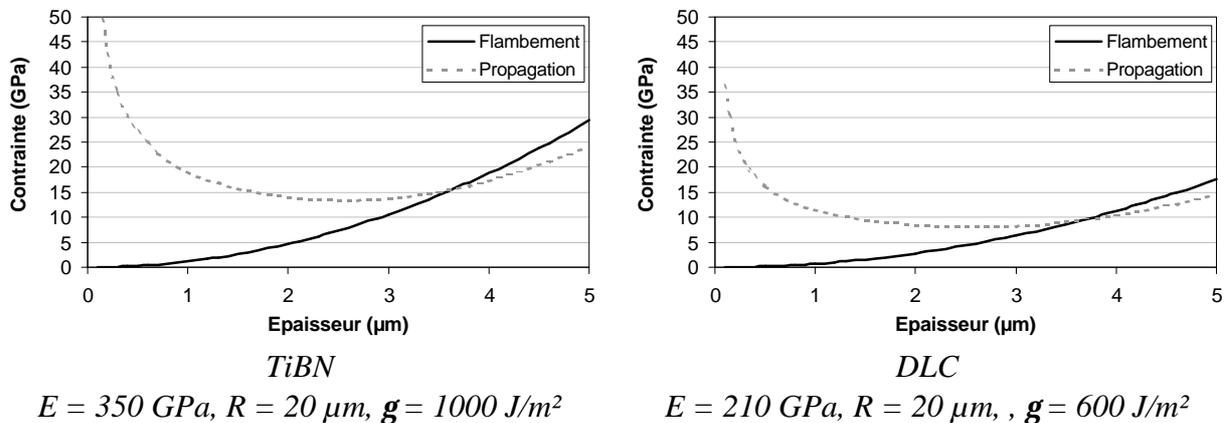
$$(83) \quad \sigma_r = E_d \cdot \left( \frac{1.052 \cdot e^4}{R^4} + \frac{1.041 \cdot g_F}{E_d \cdot e} \right)^{\frac{1}{2}}$$

$e$  est l'épaisseur du dépôt (m)

$R$  est le rayon de la zone présentant un défaut d'adhérence (m)

$g_F$  est la résilience de l'ensemble dépôt + interface + substrat ( $\text{J/m}^2$ )

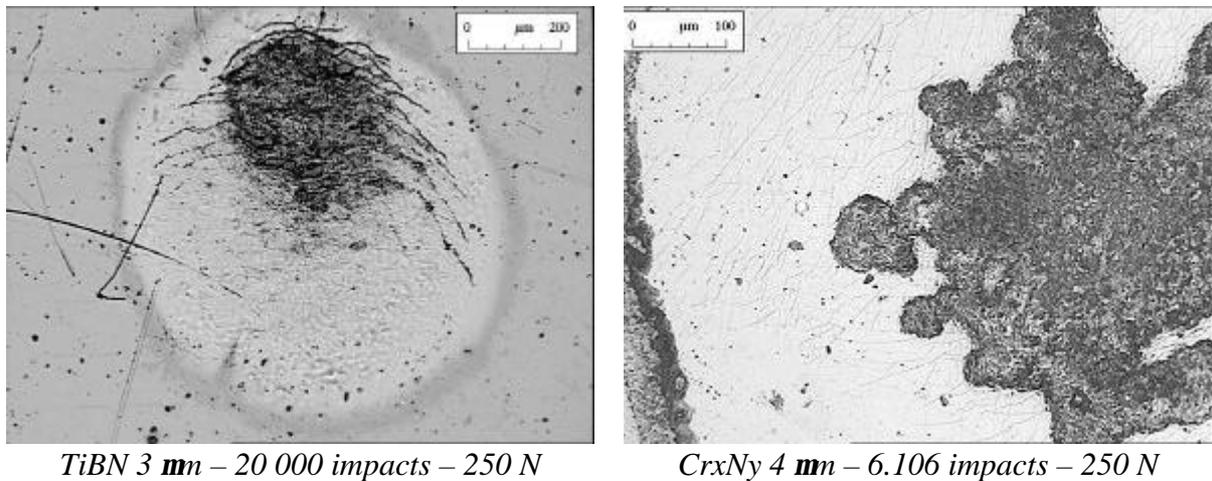
La comparaison des équations (82) et (83) permet de constater un fait marquant, illustré sur les graphiques de la Figure 59 pour deux types de dépôts. Sur ces tracés, la courbe discontinue présente la contrainte de compression nécessaire pour provoquer le flambement du dépôt en fonction de son épaisseur et la courbe continue présente la contrainte provoquant une rupture de l'interface dépôt/substrat en périphérie des cloques. Ces valeurs ont été calculées pour un dépôt de TiBN – à gauche – et un dépôt de DLC – à droite. La détermination de la résilience du dépôt pose évidemment un problème technique, mais quelle que soit sa valeur, la tendance générale qui sort de ce type de tracé est identique.



**Figure 59** Flambement et rupture de dépôts en fonction de leur épaisseur

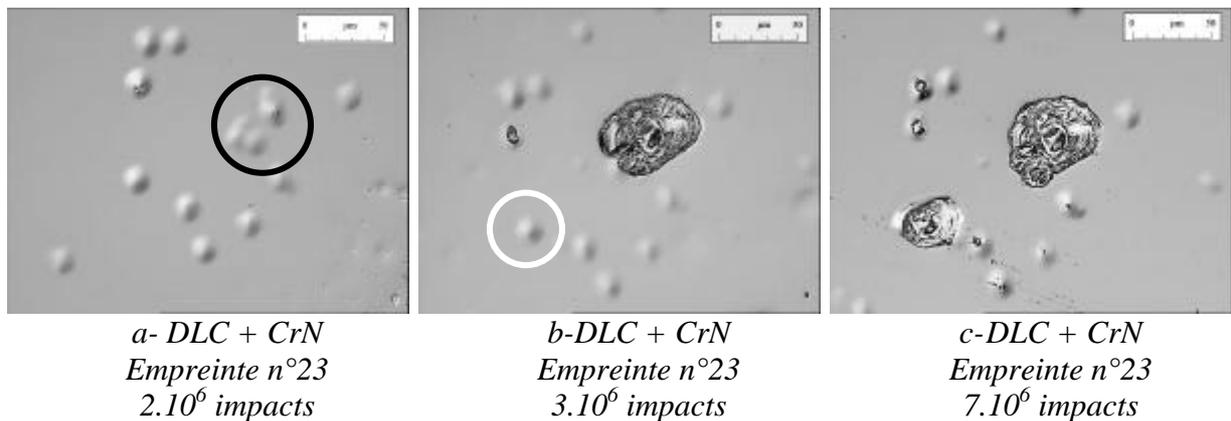
En dessous d'une épaisseur critique – de 3,5  $\mu\text{m}$  sur la Figure 59 – le critère de flambement apparaît avant la condition de rupture de l'interface qui nécessite des contraintes plus élevées. Cette épaisseur critique passe à 2  $\mu\text{m}$  lorsque le rayon de la zone de défaut d'adhérence est de 10  $\mu\text{m}$ , mais la contrainte critique de flambement passe alors de 2,5 GPa pour le DLC à 12 GPa, trop élevées pour être atteintes par ce type de dépôt. L'instabilité des cloques dépend donc d'une part de l'épaisseur de la couche, mais aussi des contraintes résiduelles. Lorsque l'épaisseur des dépôts dépasse cette valeur critique et que les contraintes résiduelles sont suffisantes, la condition de rupture de l'interface est atteinte avant le critère de flambement. Les cloques sont alors instables et se propagent indéfiniment.

Cette analyse théorique du flambement des dépôts rejoint des observations faites sur l'écaillage des dépôts. En effet, les dépôts de TiBN et de CrN, de 3 à 4  $\mu\text{m}$  d'épaisseur, présentent tous deux des écailles de 200  $\mu\text{m}$  de diamètre comme l'illustre la Figure 60 .



**Figure 60** Ecaillage du TiBN et Cr<sub>x</sub>N<sub>y</sub>

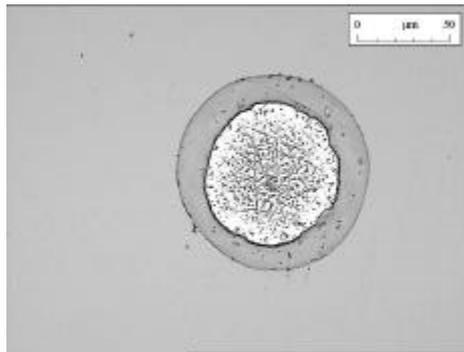
En ce qui concerne les dépôts de DLC, de plus faible épaisseur, les cloques restent stables et ne vont pas provoquer la rupture de l'interface. Il est alors possible de voir se développer un réseau de cloques isolées et relativement stables qui dégèrent en écailles de petites dimensions et également stables au cours des essais. Les images de la Figure 61 illustrent la dégénérescence de groupes de cloques indiqués par un cercle noir puis par un cercle blanc en écailles et met en évidence le lien entre la formation de ces défauts et l'écaillage du dépôt. Ces observations ont été effectuées dans une empreinte réalisée par des chocs répétés d'une bille en X200Cr12 de 20 mm de diamètre, avec une charge normale maximale de 120 N et à une cadence de frappe de 100 Hz.



**Figure 61** Dégénérescence d'un groupe de cloques en écailles

Les premières cloques apparaissent relativement rapidement au cours de l'essai, comme l'illustre la Figure 61 *a*, après  $2.10^6$  impacts. Ces cloques isolées sont mécaniquement stables et sont quasiment intactes après  $7.10^6$  impacts. Les ensembles les plus compacts, en revanche, ont dégénéré en écailles. Ce mécanisme d'endommagement conduit à la formation de petites écailles – de 20 à 50  $\mu\text{m}$  de diamètre – sur ces dépôts. L'endommagement du dépôt est constaté lorsque la densité de micro-écailles est suffisante pour couvrir une surface significative de l'empreinte.

Lorsque ces cloques sont instables, comme sur le dépôt de TiBN, leur forme est quelconque. En revanche, l'aspect quasi-circulaire des cloques stables sur les dépôts de moins de 2  $\mu\text{m}$  d'épaisseur suggère que ce phénomène de flambement soit la conséquence d'un processus antérieur de rupture de l'interface. Il n'y a en effet aucune raison pour que les zones de défaut d'adhérence d'un dépôt soient rigoureusement circulaires et qu'elles aient toutes un diamètre de l'ordre de 50  $\mu\text{m}$ . De telles zones sont donc la conséquence d'un défaut d'adhérence plus petit et se développant progressivement sous l'action des chocs répétés. Une croissance isotrope d'un défaut de petite taille est à l'origine d'une zone de défaut d'adhérence parfaitement circulaire et le flambement n'est observé que lorsque cette zone atteint une taille critique au cours de sa croissance. L'image de la Figure 62 présente une écaille formée sur un dépôt de DLC de 1  $\mu\text{m}$  sans sous-couche après 850 000 impacts à 250 N avec une bille en X200Cr12 de 20 mm de diamètre.



**Figure 62** Ecaillage du DLC

Si ce mécanisme de cloquage a été observé sur différents types de dépôts et sur différents types de substrat, ce phénomène de rupture de l'interface par fatigue peut être amplifié dans le cadre de cette étude par la réalisation des dépôts à basse température. En effet, les limitations thermiques d'origine métallurgique ne permettent pas un décapage ionique poussé des échantillons au risque d'adoucir la surface des pièces lors d'une surchauffe. Ainsi, des défauts superficiels – traces d'oxydes, eau adsorbée en surface – peuvent constituer des amorces des défauts d'adhérence des dépôts.

La modélisation – numérique ou analytique – de ce type d'endommagement par fatigue passe nécessairement par la connaissance de la ténacité de l'interface dépôt/substrat qui pose inévitablement des difficultés techniques. Une méthode de mesure de la ténacité de l'interface inspirée des mesures de ténacité de dépôts épais et de céramiques a été proposée afin de fournir des éléments pour une modélisation numérique.

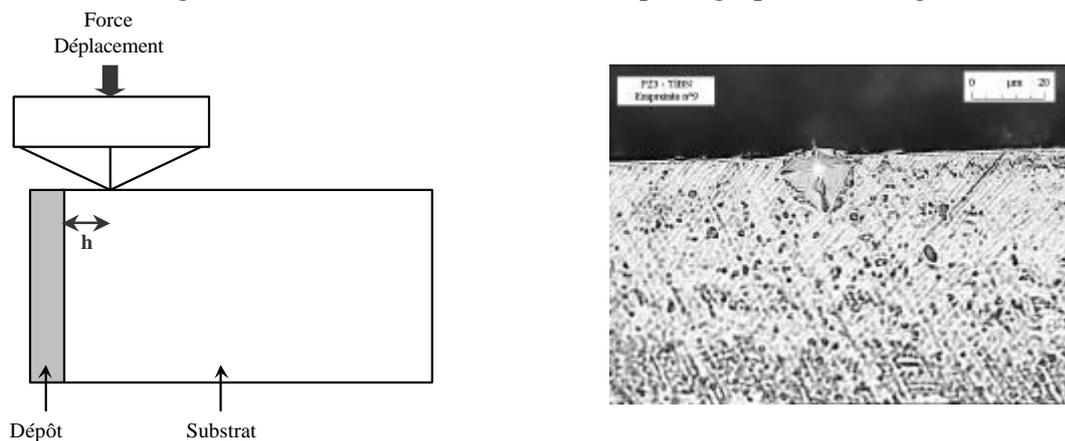
### **3.4.5 Etude de l'adhérence des dépôts et estimation d'une ténacité de l'interface**

Les outils généralement utilisés pour déterminer l'adhérence des dépôts – scratch test, HRC – mettent en œuvre des sollicitations complexes et des mécanismes de rupture multiples et ne donnent actuellement que des résultats comparatifs sans proposer de grandeur mécanique exploitable – contrainte à rupture, résilience ou ténacité.

La détermination de la ténacité ou de la résilience de dépôts PVD reste un problème délicat en raison des petites échelles considérées. Les méthodes proposées par la bibliographie – [PERTUZ 2003] et [LOUBET 1986] – pour déterminer la ténacité d'une céramique massive ou d'une interface dépôt/substrat sont adaptées pour l'étude des dépôts épais mais ne sont techniquement pas envisageables telles quelles sur les dépôts PVD : les diagonales des

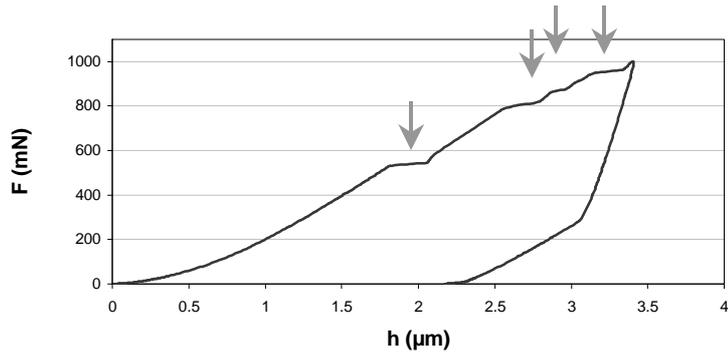
empreintes réalisées par des indentations Vickers ou Knoop sont généralement très grandes devant l'épaisseur des dépôts PVD réalisés. De plus, la mesure de la ténacité de l'interface par décollement du dépôt sous l'action d'une indentation perpendiculaire au plan de l'interface ne donne pas de résultat exploitable pour l'instant. Si de faibles charges – de 100 mN – ont permis à Loubet [LOUBET 1986] la mesure de la ténacité de l'interface d'un dépôt de DLC sur un substrat en germanium, il faut garder à l'esprit que ces essais ont été réalisés en 1986, c'est-à-dire lors de l'émergence de ce type de traitement de surface, non encore optimisé pour des applications industrielles. La ténacité mesurée n'est alors que de  $10^{-2} \text{ MPa}\cdot\sqrt{\text{m}}$  ce qui est remarquablement faible. Actuellement, l'adhérence de dépôts PVD est contrôlée par des indentations normales Rockwell C au cours desquelles, les dépôts de bonne qualité ne doivent pas se décoller sous une charge maximale de 1500N sur des substrats en acier rapide.

Une méthode de mesure de la ténacité de l'interface de dépôts PVD a été imaginée, pour répondre à des interrogations soulevées par l'étude, en s'inspirant des méthodes de mesure de la ténacité de l'interface entre des dépôts épais et le substrat. Cette méthode consiste à couper, enrober et polir un échantillon revêtu de manière à pouvoir effectuer une indentation instrumentée dans le substrat. L'empreinte est réalisée dans le substrat, à proximité de l'interface dépôt substrat, de manière à ce que l'empreinte atteigne l'interface lors de l'augmentation de la charge, comme l'illustre le schéma et la photographie de la Figure 63 .



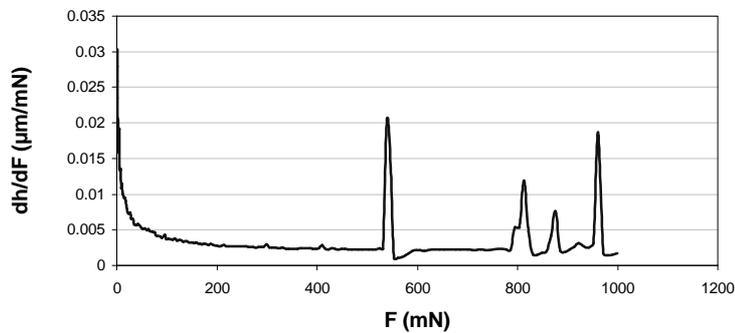
**Figure 63** Mesure de ténacité de l'interface par micro-indentation instrumentée dans le substrat

La Figure 64 présente l'évolution de la charge en fonction de l'enfoncement au cours de ce type d'opération. Cette opération révèle des marches – indiquées par des flèches – correspondant à la rupture de l'interface lors de l'augmentation de la charge. La position de ces marches dépend principalement de la distance  $h$  du centre de l'empreinte à l'interface. Elles apparaissent en effet dès que la déformation plastique du substrat au voisinage de l'empreinte sollicite suffisamment l'interface pour provoquer le décollement du revêtement. Ce tracé a été obtenu lors d'une indentation avec une charge maximale de 1000 mN sur un dépôt de TiBN sur un substrat en 15MnCr5 cémenté – poussoir revêtu.



**Figure 64** Mesure de microdureté instrumentée à proximité de l'interface dépôt / substrat

Il est possible de mettre en évidence ces marches en calculant la dérivée de l'enfoncement par rapport à la force, comme l'illustre le graphique de la Figure 65 .



**Figure 65** Calcul de la dérivée de l'enfoncement par rapport à la force lors d'une microdureté instrumentée à proximité de l'interface dépôt/substrat.

Ces résultats permettent de calculer l'énergie dissipée par la rupture des dépôts en calculant l'aire contenue sous ces plateaux, comme l'illustre le schéma de la Figure 66 . L'énergie dissipée par la rupture de l'interface s'exprime :

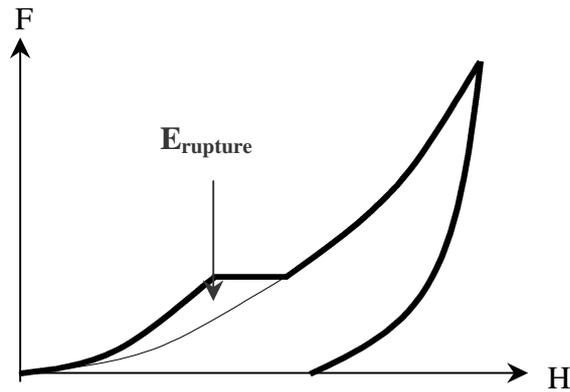
$$(84) \quad W_{rupture} = \frac{1}{2} \cdot F_{rupture} \cdot \Delta h_{rupture}$$

$W_{rupture}$  est l'énergie dissipée par la rupture de l'interface (J)

$F_{rupture}$  est la force à laquelle la rupture a lieu, elle correspond à la présence des pics sur la dérivée de l'enfoncement par rapport à la force (N)

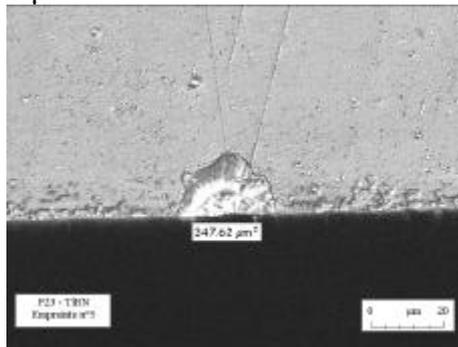
$\Delta h_{rupture}$  correspond à l'enfoncement à force constante sur le plateau de la courbe de dureté instrumentée (m)

Les valeurs d'énergie calculées par cette méthode sont très faibles, de l'ordre de quelques centaines de nanojoules pour le dépôt de TiBN.



**Figure 66** Calcul de l'énergie dissipée par la rupture de l'interface dépôt/substrat

Après la réalisation de ces indentations et la détermination de l'énergie dissipée par la rupture de l'interface dépôt/substrat, l'observation de la surface de l'échantillon, perpendiculairement à l'axe d'indentation, au microscope optique permet de mesurer la surface d'interface rompue. L'image de la Figure 67, obtenue par contraste interférentiel différentiel présente l'écaille formée suite à la micro-indentation présentée précédemment. La surface rompue est d'environ  $350 \mu\text{m}^2$ .



**Figure 67** Ecaille formée après micro-indentation à proximité de l'interface dépôt/substrat

Le rapport de l'énergie dissipée lors de la rupture de l'interface sur la surface rompue donne une valeur de la résilience de l'interface. La ténacité est reliée à cette résilience par la relation :

$$(85) \quad K_{IC} = \sqrt{\frac{2 \cdot g \cdot E}{1 - n^2}}$$

La ténacité de l'interface peut être encadrée en prenant les valeurs du module de Young du dépôt et du substrat. La réalisation de quatre mesures sur deux dépôts différents révèle une dispersion de l'ordre de 10 % lors de ce type de mesure, ce qui est acceptable.

Des valeurs de résiliences d'interfaces évaluées par cette méthode sur différents revêtements sont présentées dans le chapitre suivant – Tableau 6 au § 4.2.1. Si ces essais peuvent alimenter des discussions à propos des valeurs obtenues, sur la notion de résilience d'interface ainsi que l'encadrement de la ténacité de l'interface, cette analyse a pour principal objectif de disposer de valeurs numériques exploitables dans des calculs analytiques comme l'équation (83). Cette méthode permet de plus de compléter les mesures d'adhérence par rayure ou par indentation HRC en proposant une classification des revêtements à l'aide d'une grandeur exploitable dans des calculs numériques.

En raison du grand nombre et de la durée des essais nécessaire pour caractériser l'endurance des couches dures, un dispositif de suivi optique a été mis au point afin de limiter les interventions d'un opérateur tout en extrayant un maximum d'information de ces essais de fatigue superficielle.

### 3.5 Analyse statistique des essais de chocs répétés

En raison de la dispersion des résultats inhérente aux essais de fatigue, l'importance d'une analyse statistique des essais de chocs répétés a rapidement été soulevée. Cette analyse s'avère d'autant plus importante que ces essais ne provoquent la rupture que d'un petit élément de surface, de l'ordre de quelques dixièmes de millimètre carrés.

Ainsi, le nombre d'essais de chocs répétés réalisés dans les mêmes conditions a été multiplié afin de pouvoir définir de façon réaliste un terme de probabilité de rupture en fonction de la force d'impact. L'expérience réalisée sur une dizaine de points a rapidement montré que la probabilité de rupture du dépôt dans l'empreinte peut être décrite par une loi de Weibull. Le graphique de la Figure 68 présente l'évolution de la probabilité de rupture d'un dépôt de DLC réalisé sur des poussoirs en fonction du nombre d'impacts effectués à 250 N – en noir – et à 500 N – en gris.

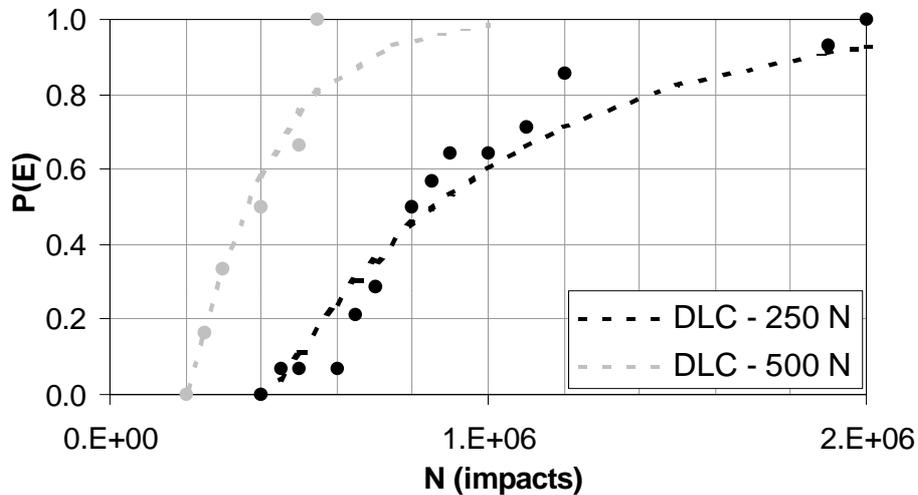


Figure 68 Evolution de la probabilité de rupture en fonction du nombre d'impacts pour un dépôt de DLC

La représentation de la probabilité de rupture sur une échelle logarithmique permet de mettre en évidence l'évolution exponentielle de cette probabilité avec le nombre d'impact. La tenue d'un dépôt aux chocs répétés pourra alors être décrite par les trois paramètres de la statistique de Weibull  $N_0$ ,  $N_c$  et  $m_w$  – cf. § 2.2.2. La détermination de ces trois termes nécessite de pouvoir définir au moins quatre niveaux de probabilité de rupture, ce qui correspond à quatre essais dans le meilleur des cas – c'est-à-dire lorsqu'il n'y a pas de rupture simultanée de deux points à un nombre d'impacts identique.

$N_0$  correspond ainsi au nombre d'impacts maximal réalisé sur plusieurs points sans qu'il y ait rupture. Lorsque  $N_i = N_0$ , la probabilité de rupture est nulle. La détermination de ce terme nécessite donc une augmentation du nombre d'impacts progressive de manière à pouvoir déterminer ce nombre d'impacts critique assez finement.

Lorsque le nombre d'impact réalisé est égal au nombre d'impacts critique de la distribution  $N_c$ , la probabilité de rupture est :

$$(86) \quad P(N_c) = 1 - e^{-1} \approx 0,63 \quad \forall m_w$$

Le module de Weibull  $m_w$  peut alors être déterminé en connaissant la probabilité de rupture à un nombre d'impacts donné  $P(N_i)$  :

$$(87) \quad m_{w-i} = \frac{\ln \left[ \ln \left( \frac{1}{1-P(N_i)} \right) \right]}{\ln(N_i - N_0) - \ln(N_c - N_0)}$$

Ce coefficient de distribution peut être déterminé pour différentes valeurs de probabilités de rupture. En général, dans le cadre de cette étude, ce terme est calculé pour une probabilité de rupture de 0,2.

Une fois la loi de comportement statistique d'un dépôt définie sur la base de quelques essais, une critique de la représentativité des essais réalisés peut être envisagée par exemple par le test du  $\chi^2$  – khi-deux. Ce type d'analyse statistique peut permettre de définir la représentativité des coefficients de Weibull  $N_0$ ,  $N_c$  et  $m_w$  pour décrire la probabilité de rupture des échantillons testés. En postulant que la probabilité de rupture des échantillons est décrite par une statistique de Weibull, cette analyse peut également être utilisée pour détecter les essais défailants, comportant par exemple un nombre de points insuffisant ou l'influence d'un paramètre extérieur – usure de la bille, changement de température...

Les essais de chocs répétés sur une dizaine de points permettent de tracer une courbe de probabilité de rupture expérimentale, comme celles illustrées sur la Figure 68 . La détermination des trois paramètres de la distribution de Weibull permet ensuite de tracer les courbes de probabilité de rupture théorique correspondante. C'est la comparaison de ces deux tracés qui permet d'apporter une critique de la représentativité des résultats. Le terme du  $\chi^2$  se définit comme suit :

$$(88) \quad c^2 = \sum_j \frac{(O_j - P_j)^2}{P_j}$$

$O_j$  est la probabilité de rupture observée après  $N_j$  impacts

$P_j$  est la probabilité de rupture après  $N_j$  impacts d'après la statistique de Weibull

Les  $N_j$  considérés pour le calcul du  $\chi^2$  sont les nombres d'impacts testés de  $N_0$  jusqu'à ce que la totalité des points testés soient écaillés. Le degré de liberté du  $\chi^2$  correspond alors au nombre de points pour lesquels des probabilités de ruptures différentes sont définies moins quatre : trois points étant nécessaires pour calculer les différents paramètres de la distribution :

$$(89) \quad ddl = j_{\max} - 4$$

Ce terme de  $\chi^2$  permet d'évaluer le risque de se tromper en faisant l'hypothèse initiale. Ainsi, une faible significativité suggère que l'hypothèse initiale ne permet pas de décrire de façon fiable la statistique observée. Dans le cadre des essais de chocs répétés, ce cas de figure signifie que les résultats analysés ne peuvent pas être décrits de manière réaliste par la loi de Weibull. Ayant postulé cette statistique, l'échantillon étudié est donc affecté par des paramètres extérieurs et le nombre d'essais est insuffisant. Dans le cas contraire, *ie.* la significativité des essais est élevée, la représentativité des essais ne peut pas être rejetée. Si cette analyse est un outil utile pour détecter les séries d'essais défailants ou insuffisants, elle ne constitue pas une preuve de la représentativité des essais de chocs répétés.

La définition d'une notion de risque sur l'interprétation des résultats peut être illustrée à travers tous les essais de chocs répétés réalisés dans le cadre de cette étude. Le tableau suivant illustre l'application de cette analyse sur des essais de chocs répétés réalisés sur un échantillon avec un dépôt de CrN percuté avec une bille de 20 mm de diamètre et sous une force d'impact de 500 N.

**Tableau 5** Etude de la significativité des essais de chocs

Essai sur 6 points	Essai sur 10 points	Essai sur 17 points
$N_0 = 2,2.10^4$ $N_c = 4,9.10^4$ $m = 1,06$ $ddl = 2$	$N_0 = 2,4.10^4$ $N_c = 5,2.10^4$ $m = 1,07$ $ddl = 5$	$N_0 = 2,4.10^4$ $N_c = 5,4.10^4$ $m = 1,06$ $ddl = 7$
Durée essai = 1,6 h Risque = 31 %	Durée essai = 2,8 h Risque = 23 %	Durée essai = 4,8 h Risque = 0,03 %

Ce type d'analyse a l'avantage d'éviter des essais superflus coûteux en temps, une fois que le critère de risque est jugé suffisamment faible.

Après avoir surmonté une partie des difficultés métrologiques, l'instrumentation du percuteur permet de décrire les conditions de sollicitation des dépôts à l'aide d'une énergie de choc et d'une force maximale exercée par une bille sur l'échantillon. Après avoir identifié différents mécanismes d'endommagement des couches minces, la réalisation d'essais sur des pièces revêtues a rapidement révélé une dispersion importante des résultats, inhérentes aux essais de fatigue, appréhendée par une statistique de Weibull. Ces différents résultats ont été appliqués pour l'étude de différents dépôts appliqués sur des poussoirs.

# CHAPITRE 4

## 4 TRAITEMENT ET CARACTÉRISATION DES DÉPÔTS PVD ET PACVD

Outre le développement d'un banc de caractérisation de la tenue en fatigue superficielle des dépôts PVD et une analyse des mécanismes d'endommagement de ces revêtements sous une sollicitation de chocs répétés, cette étude a également pour objectif de démontrer l'intérêt de ce type d'essai par comparaison avec un cas concret. Ainsi, après avoir réalisés tous les essais de caractérisation traditionnels des dépôts PVD, des essais de chocs répétés ont été effectués sur des poussoirs revêtus en vue de comparer ces résultats avec des essais sur banc d'organe.

### 4.1 Réalisation des pièces d'essai

Après une étude démontrant l'importance de la préparation des surfaces présentée au § 4.3.2, six revêtements ont été retenus pour cette application. Le nombre de dépôts PVD réalisables sur les poussoirs est restreint pour des raisons métallurgiques.

#### 4.1.1 Etude thermique des poussoirs

Les poussoirs sont en 16MnCr5 cémenté, trempé à l'huile à 100-180°C et recuit pendant 2h à 160-180°C. Une super finition est effectuée pour obtenir une rugosité  $R_a < 0,02 \mu\text{m}$ . Cet état de surface est nécessaire pour assurer une adhérence suffisante des dépôts. L'expérience montre que les premières fissures et les premières écailles sont initiées sur des rayures ou autres défauts de surface.

Lors de la préparation des poussoirs et lors de la phase de dépôt elle-même, il est nécessaire de ne pas dépasser les 180°C sous peine de faire chuter les propriétés mécaniques des poussoirs. C'est pourquoi une étude thermique des poussoirs a été réalisée afin de déterminer les gammes de dépôts envisageables dans le cadre de cette étude. Les spécifications fournies par Renault sur les poussoirs série se résument en trois points :

- La dureté en surface :  $Hv_{20N} > 680$
- La dureté en sous-couche :  $Hv_{5N} > 300$
- $Hv_{1N} = 550$  entre 0,25 et 0,45 mm sous la surface après rectification

Ces caractéristiques devront être vérifiées sur les poussoirs traités. Pour la réalisation d'un dépôt, une préparation des échantillons est nécessaire. Cette préparation consiste en un décapage des surfaces, pour éliminer toutes les traces d'oxydes et l'eau adsorbée à la surface des poussoirs afin d'améliorer l'adhérence des dépôts. Le traitement des pièces s'effectue donc en cinq étapes :

1. Une phase de pompage : Un vide poussé est réalisé dans l'enceinte
2. Une phase de chauffage qui va permettre d'évacuer de l'eau adsorbée à la surface des parois de la machine ainsi que sur les pièces
3. Une phase de décapage des pièces par le plasma d'ions afin d'éliminer la couche d'oxyde superficielle
4. La phase de dépôt proprement dite
5. Une phase de refroidissement

Un échauffement des pièces traitées survient au cours des phases 2 à 4. Les paramètres du procédé doivent donc être adaptés de manière à ce que la température des poussoirs ne dépasse pas les 180°C au cours du dépôt. Dans un premier temps, l'influence de différents cycles de chauffage sur la dureté des pièces a été étudiée. La Figure 69 compare les profils de duretés des pièces après chauffage aux spécifications définies par le cahier des charges.

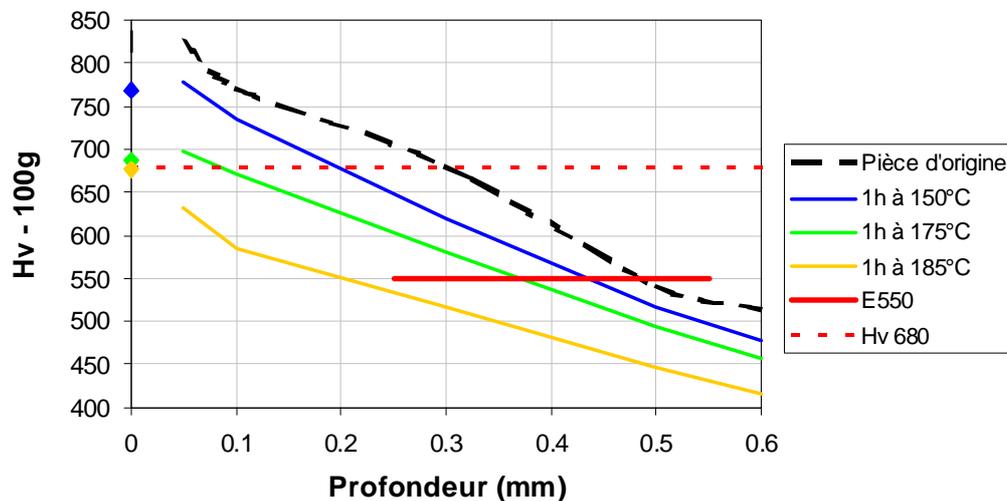


Figure 69 Influence de la température de décapage sur la dureté des pièces

La courbe de référence, en noir, présente les propriétés des pièces non traitées, livrées par Renault. Les courbes suivantes présentent les profils de dureté de pièces décapées à des températures croissantes. A l'exception de la dernière pièce, dont la température de traitement a atteint 185°C, tous les cycles de chauffage testés respectent les spécifications de Renault. La température maximale de traitement lors des phases de décapage et de dépôt ne doit donc pas dépasser 175°C au risque de sortir des spécifications du cahier des charges.

En raison de cette contrainte thermique, six dépôts commerciaux d'HEF ont été retenus pour cette étude :

- Le Certess N : dépôt de CrN
- Le Certess X : dépôt de CrN sous stœchiométrique ou  $Cr_xN_y$
- Le Certess SD : dépôt de TiBN
- Le Certess DLC : dépôt de DLC ou Diamond Like Carbon
- Un dépôt « bi-couche » : DLC sur CrN
- Un dépôt « bi-couche » : DLC sur du  $Cr_xN_y$

Si un asservissement thermique de l'enceinte permet de contrôler aisément la température des pièces lors des phases de chauffage et de décapage, il est difficile de maîtriser la température au cours de la phase de dépôt elle-même. La température de la pièce au cours du traitement varie avec divers paramètres du procédé et en particulier avec l'épaisseur du dépôt et la puissance du plasma. L'expérience d'HEF sur les dépôts durs révèle qu'une diminution de la température de traitement n'est pas compatible avec une bonne adhérence des dépôts. Par conséquent, un poussoir a été sacrifié à chaque charge afin de contrôler le profil de dureté et s'assurer que le traitement n'a pas affecté significativement les propriétés mécaniques des pièces.

#### 4.1.2 Traitement des poussoirs

C'est en diminuant l'énergie apportée à la pièce à traiter que la température du dépôt peut être réduite, selon les lois de dissipation d'énergie par rayonnement sous vide. Dans ces conditions, l'énergie cinétique des atomes de la cible arrachés par le plasma est plus faible, ce qui facilite l'arrangement de ces atomes, favorise une structure colonnaire des couches et limite les contraintes résiduelles intrinsèques des couches. La diminution de la température de dépôt s'effectue donc généralement au détriment des propriétés mécaniques des couches – ténacité et adhérence.

Les températures de réalisation des dépôts PVD retenus pour cette application ont alors été adaptées de manière à respecter – ou du moins se rapprocher – du cahier des charges défini sur les propriétés mécaniques des poussoirs. Le graphique de la Figure 70 compare les relevés de profils sur des poussoirs traités avec les quatre dépôts retenus pour l'étude au cahier des charges défini par Renault.

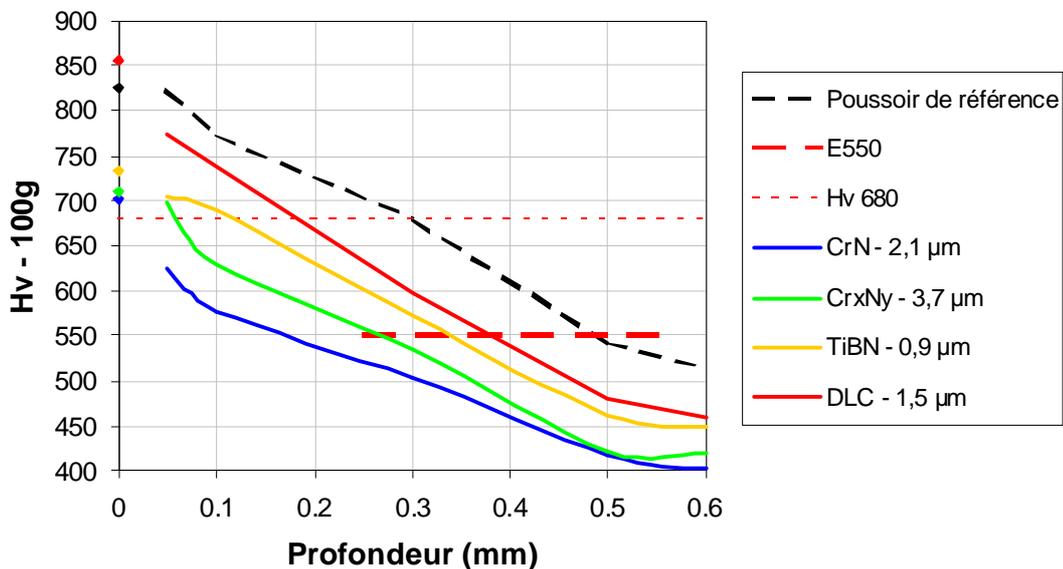


Figure 70 Profils de dureté après traitement des poussoirs

A l'exception du poussoir traité CrN – Certess N – tous les poussoirs traités respectent les spécifications de Renault. Les poussoirs avec des dépôts de TiBN et de DLC sont les moins affectés par le traitement. En ce qui concerne les dépôts base chrome, la diminution de dureté peut être limitée en réduisant l'épaisseur des dépôts, mais une perte d'adhérence en découlera. La charge critique à l'écaillage lors d'un essai de rayure étant proportionnelle à la racine carrée de l'épaisseur du dépôt.

Une fois les propriétés mécaniques du poussoir vérifiées, des essais de caractérisation traditionnels sont réalisés afin de contrôler la qualité de ces dépôts réalisés à "Basse Température".

## 4.2 Caractérisation des dépôts

Afin d'avoir un comparatif et d'identifier les mécanismes d'endommagement des couches minces lors des essais de chocs répétés, les revêtements étudiés ont été caractérisés à l'aide des outils traditionnels présentés dans le premier chapitre.

### 4.2.1 Caractérisation traditionnelle des couches minces

Le Tableau 6 présente les résultats des mesures effectuées sur les six dépôts retenus pour l'étude sur les poussoirs. Afin de prendre en compte l'influence du substrat sur les propriétés des couches minces, les mesures ont été réalisées sur des poussoirs polis manuellement et revêtus.

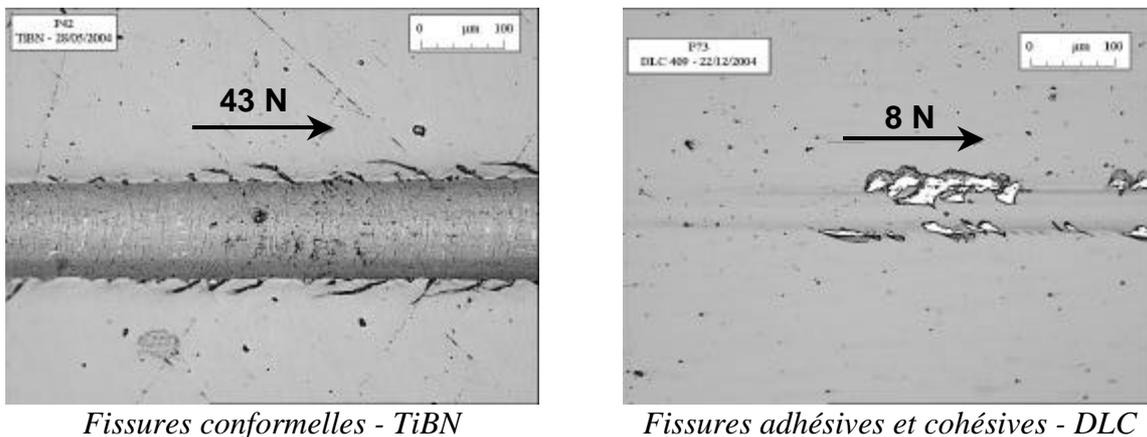
**Tableau 6** Caractérisation des couches minces réalisées sur les poussoirs.

Dépôt	TiBN	CrN	Cr <sub>x</sub> N <sub>y</sub>	DLC	DLC + CrN	DLC + Cr <sub>x</sub> N <sub>y</sub>
N° échantillon	P42	P80	P58	P73	P85	P67
Date dépôt	28/05/2004	05/01/2005	27/11/2004	22/12/2004	07/01/2005	30/11/2004
Épaisseur e (µm)	1,8 µm	2,5 µm	3,9 µm	1,9 µm	DLC : 1,3 µm CrN : 2,8 µm	DLC : 1,1 µm Cr <sub>x</sub> N <sub>y</sub> : 2,4 µm
Scratch Lc (N)	43,3 N cohésives	28,5 N cohésives	15,2 N cohésives	7,6 N cohésives + adhésives	20,2 N Cohésives 31,2 N Adhésives	22,5 N cohésives +adhésives
H <sub>v</sub> (20 mN)	3090 ± 300	1890 ± 120	1765 ± 180	3015 ± 540	2111 ± 240	2689 ± 275
E (GPa)	327 ± 25 Gpa	292 ± 12 GPa	259 ± 22 GPa	210 ± 20 GPa	188 ± 9 GPa	221 ± 17 GPa
W <sub>e</sub> /W <sub>tot</sub> (%)	69,3 %	50,9 %	49,7 %	84,7 %	72,6 %	78,8 %
σ <sub>résiduelles</sub> (GPa)	-	-	-2,8 GPa	-1,7 GPa	-2,2 GPa	-2,7 GPa
μ Coeff. frottement - X100Cr6	0,35	0,6	0,6	0,15	0,15	0,15
L <sub>HRC</sub> (µm)	123 µm	375 µm	392 µm	57 µm	67 µm Quelques écailles	46 µm
A. e <sup>3/2</sup> /L <sub>HRC</sub> <sup>2</sup>	160	28	50	806	330	545
γ (J/m <sup>2</sup> ) – Interface d'après § 3.3.5	850 ± 120 J/m <sup>2</sup>	1413 ± 350 J/m <sup>2</sup>	-	601 ± 110 J/m <sup>2</sup>	380 ± 30 J/m <sup>2</sup>	1421 ± 80 J/m <sup>2</sup>
K <sub>IC</sub> (MPa.m <sup>1/2</sup> ) – Interface d'après § 3.3.5	19,8 – 24,7	25,5 – 30,1	-	16,6	12,6 – 15,6	24,5 – 28,5

Les mesures de contraintes résiduelles des couches ont été réalisées *a posteriori* sur des poussoirs par une adaptation de la méthode de la flèche. Des lames de 2 mm d'épaisseur ont été prélevées par usinage de poussoirs revêtus. Les rayons de courbure de ces lames ont été comparés à celui d'une lame prélevée dans un poussoir non traité afin de prendre en compte l'influence des contraintes résiduelles induites par la cémentation des poussoirs et par l'usinage des lames. Les valeurs obtenues pour les dépôts de TiBN et de CrN sont particulièrement élevées – autour de -9 GPa – et ont été jugées aberrantes. La littérature donne des valeurs plutôt de l'ordre de -3,5 GPa pour le CrN [HERR 1993], ces contraintes diminuant avec la teneur en azote des couches. Ces écarts sont probablement liés à la découpe des lames dans les pièces traitées.

Le terme  $A \cdot e^{3/2} / L_{HRC}^2$  est inspiré de l'équation (7) en prenant  $e$  et  $L_{HRC}$  en microns et  $A = 10^6$ . Il permet de prendre en compte l'influence de l'épaisseur du dépôt sur la longueur des fissures. La charge normale  $F_N$  est de 1500 N, la charge ultime  $F_0$  n'a pas été identifiée et le facteur de forme est inconnu. Cet indicateur permet cependant de comparer la ténacité des différents dépôts étudiés. Les termes de résilience et de ténacité d'interface –  $\gamma$  et  $K_{IC}$  – ont été évalués selon la méthode décrite dans le § 3.4.5.

L'adhérence des couches étudiées est suffisante pour que la réalisation d'indentations HRC et de Calotests™ n'entraîne pas d'écaillage. Les essais de rayure permettent de comparer ces dépôts entre eux, mais ces résultats ne peuvent pas être comparés avec d'autres essais de rayure de la bibliographie principalement en raison de l'influence du substrat. Ces essais révèlent une bonne adhérence des dépôts base chrome – CrN et  $Cr_xN_y$  – et du TiBN, qui présentent des fissures cohésives en bord de trace alors que les dépôts de DLC présentent en plus une fissuration adhésive provoquant l'écaillage du dépôt. Les deux images de la Figure 71 présentent les deux types de fissures – cohésives à gauche et adhéso-cohésives à droite – respectivement sur un dépôt de TiBN et un dépôt de DLC ainsi que la direction de la rayure – flèche noire.



**Figure 71** Essais de rayures à charge croissante – fissures cohésives et adhésives

Les dépôts de DLC présentent donc des défauts d'adhérence sur le substrat. L'insertion d'une sous-couche base chrome permet d'améliorer l'adhérence du DLC. Si l'insertion d'une sous-couche peut biaiser les résultats des essais de rayure en modifiant la distribution des contraintes dans les dépôts et aux interfaces, cette tendance est confirmée par les évaluations de résilience apparente aux interfaces estimée par la méthode décrite au § 3.4.5, la rupture de l'interface DLC/ $Cr_xN_y$  ou de l'interface  $Cr_xN_y/16MnCr5$  nécessitant plus d'énergie que pour rompre l'interface DLC/16MnCr5.

L'observation du fond des traces de rayure révèle différents types de fissures fonction de la nature des dépôts, comme l'illustre la Figure 72 . L'aspect des fissures cohésives sur le TiBN à gauche et sur le  $Cr_xN_y$  à droite est souligné en noir.

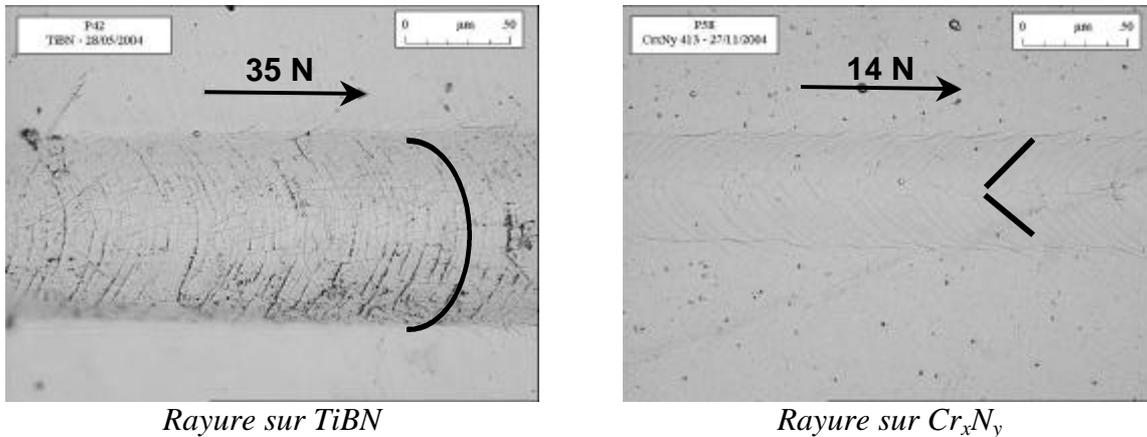


Figure 72 Fissures en fond de trace de rayures

Sur le TiBN, des fissures en arc de cercle orientées vers l'avant du diamant suggèrent un endommagement sous l'action des contraintes de compression lors du glissement du diamant. Elles sont accompagnées d'un fai ençage en fond de trace qui trouve plutôt son origine dans la déformation du substrat sous la pression du diamant. Ce faciès peut être expliqué par des contraintes résiduelles en compression particulièrement élevées dans ce dépôt.

Sur le  $Cr_xN_y$ , des fissures en V orientées vers l'arrière du diamant mettent plutôt en évidence une décohésion du revêtement sous l'action de contraintes de traction en arrière du diamant. Ce faciès peut être lié aux contraintes résiduelles plus faibles de ce type de revêtement, facilitant la rupture par traction. Le mode de rupture des couches minces dépend donc d'une part des contraintes équivalentes à rupture en traction et en compression, mais aussi des contraintes résiduelles des couches minces et du coefficient de frottement entre le diamant et le dépôt.

Tous ces traitements de surface présentent des duretés très élevées de près de 2000 Vickers, voir 3000 Vickers pour le TiBN et le DLC. Les essais de microdureté instrumentée révèlent d'ailleurs une grande élasticité – rapport du travail élastique sur le travail total lors de l'indentation – de ce deux couches, en particulier pour le DLC avec un retour élastique de plus de 80 %. Lors de ces essais, tous réalisés sous une charge maximale de 20 mN appliquée en 20 s, l'enfoncement maximal de l'indenteur sur le dépôt le plus mou – le  $Cr_xN_y$  – est de 0,2 µm. La règle du dixième de l'épaisseur du dépôt est donc respectée dans la plupart des cas et cette profondeur d'empreinte justifie la petite diminution de dureté entre le dépôt de DLC de 1,9 µm sans sous-couche et le dépôt de DLC de 1,1 µm sur le  $Cr_xN_y$ .

Les mesures de microdureté instrumentée révèle également un module de Young du TiBN nettement supérieur à celui de l'acier, ce qui désavantage cette couche dans des conditions de chargement où elle présente un comportement de type « dépôt infiniment mince » - cf. § 2.1.6.1.

Si la dureté et l'élasticité des couches dépendent en grande partie de leur composition chimique et de leur cristallographie, les contraintes résiduelles élevées dans ces couches ont une influence significative sur ces propriétés mécaniques [HERR 1993]. L'estimation de ces contraintes résiduelles par la méthode de la flèche révèle des valeurs très différentes d'une couche à l'autre. La différence entre le CrN et le  $Cr_xN_y$  a deux origines :

- Tout d'abord, après les premiers dixièmes de microns, les contraintes intrinsèques diminuent avec l'épaisseur du dépôt. Les valeurs maximales de ces contraintes étant atteintes entre 0 et 500 nm de l'interface [NOUVEAU 2001], la contrainte moyenne peut être divisée par deux sur un dépôt de 4  $\mu\text{m}$ .
- Le dépôt de  $\text{Cr}_x\text{N}_y$  est constitué de CrN, de  $\text{Cr}_2\text{N}$  et de chrome en accord avec le diagramme binaire chrome-azote dans les conditions de dépôt. Si le CrN a un coefficient de dilatation nettement inférieur à celui de l'acier –  $2,3 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$  pour le CrN et  $12 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$  pour l'acier – le  $\text{Cr}_2\text{N}$  et le Cr ont un coefficient plus élevé – respectivement  $9,4 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$  et  $8,5 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$  – ce qui permet de réduire les contraintes résiduelles thermiques dans ce revêtement [HERR 1993].

Les contraintes résiduelles présentées sur les trois pièces avec un dépôt de DLC sont les contraintes dans la couche superficielle seule. L'influence des sous-couches base chrome seules a été prise en compte sur la base de -3,5 GPa sur le CrN et de -2,8 GPa sur le  $\text{Cr}_x\text{N}_y$ . Si l'incertitude commise au cours de ce type de mesure est difficile à quantifier – principalement liée à la préparation des pièces – elle est relativement importante et les contraintes résiduelles dans les trois couches de DLC peuvent être considérées comme comparables, de 2 à 3 GPa. Ces valeurs restent cohérentes avec l'ordre de grandeur proposé suite à l'analyse de la géométrie des cloques au §3.4.4. Ces valeurs de contraintes résiduelles de compression sont particulièrement élevées et vont dans le sens du mécanisme de rupture par flambement des couches proposé au §3.4.4. Il faut cependant retenir leur effet bénéfique conformément à l'interprétation par le diagramme de Goodman-Smith – cf. §2.2.1 – tant que l'épaisseur et l'adhérence des couches sont suffisamment grandes.

La mesure de la longueur des fissures radiales après indentations HRC – noté  $L_{\text{HRC}}$  – est un indicateur de la ténacité des couches [LOUBET 1986] et complète les estimations de la ténacité de l'interface par indentations dans le substrat – cf. § 3.4.5. Ces essais révèlent cependant une faible ténacité des dépôts base chrome, avec des fissures de plus de 300  $\mu\text{m}$ , mais avec une ténacité apparente d'interface élevée – de 25 à 30  $\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$  – tandis que les dépôts de DLC ne présentent que de courtes fissures radiales – environ 50  $\mu\text{m}$  – mais ont une ténacité d'interface apparente plus faible – de 16 à 17  $\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ . Ces deux évaluations peuvent suffire à expliquer l'occurrence des fissures cohésives du  $\text{Cr}_x\text{N}_y$  et adhéso-cohésives du DLC lors des essais de rayure.

Ces premiers essais de caractérisation permettent d'avoir une première description du comportement des couches testées dans le cadre de cette étude. Afin de compléter ces résultats pour interpréter les observations effectuées lors des essais de chocs répétés, des essais de fretting ont été effectués sur ces dépôts.

#### 4.2.2 Essais de fretting sur les dépôts étudiés

L'endommagement des couches minces lors d'essais de chocs répétés fait intervenir non seulement des mécanismes de fatigue superficielle, mais aussi un mécanisme d'usure progressive sous de petits débattements dans le contact bille / échantillon. Cette observation a motivé la réalisation d'essais de fretting d'une part pour compléter les essais de fatigue superficielle par chocs répétés et d'autre part pour donner des éléments en vue d'interpréter les observations faites lors d'essais de chocs répétés.

Lors du traitement des pousoirs avec les différents dépôts retenus pour cette application, des échantillons en acier rapide – X85WCrMoV6-5-4-2 – ont été revêtus pour réaliser des essais de fretting. Afin de se rapprocher des conditions de sollicitation des couches rencontrées lors des essais de chocs répétés, ces essais de fretting ont été réalisés avec une bille en X100Cr6 de 25 mm de diamètre sous une charge de 500 N. Un débattement de  $\pm 10 \mu\text{m}$  est imposé de manière à pouvoir appréhender les phénomènes qui peuvent intervenir dans ce type de sollicitation à petit débattement. Ces essais de fretting ont été réalisés à température ambiante, sans lubrification et à une fréquence de 5 Hz.

Les cycles de fretting présentés sur la Figure 73 correspondent au cinquième cycle lors d'essais sur le CrN – *a* – le  $\text{Cr}_x\text{N}_y$  – *b* – le TiBN – *c* – et le dépôt en deux couches DLC sur CrN – *d*. Les échelles de ces quatre tracés sont identiques afin de comparer l'ouverture des cycles et le coefficient de frottement de ces revêtements.

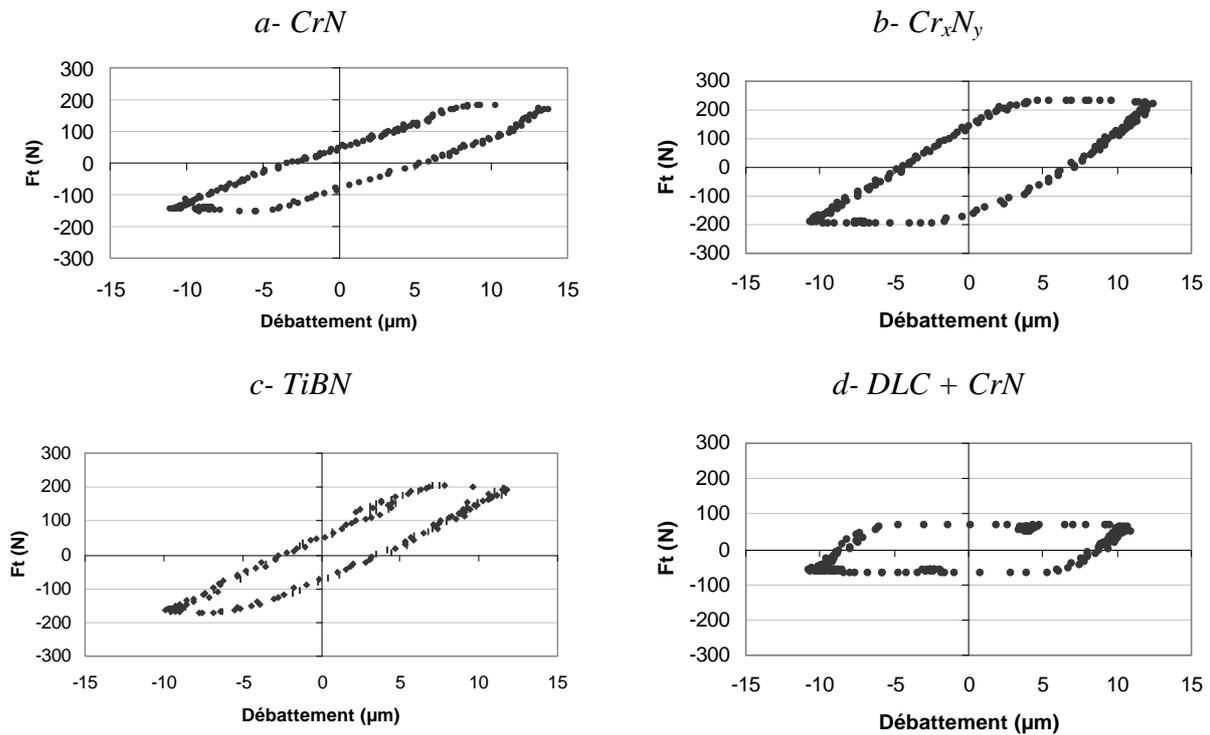
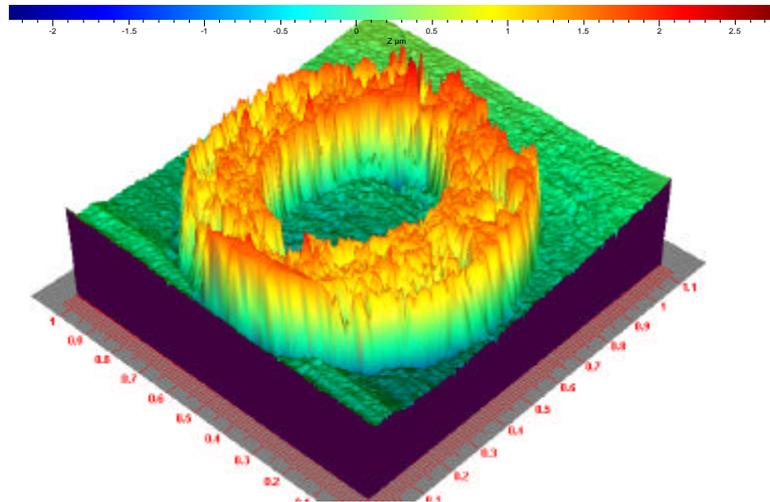


Figure 73 5<sup>ème</sup> cycle de fretting des dépôts étudiés – Fréquence = 5 Hz –  $F_N = 500 \text{ N}$

Dès les premiers cycles, les dépôts de CrN et de TiBN révèlent un collage important des surfaces, qui se retrouve dans une valeur du coefficient de frottement apparent – rapport de la force tangentielle maximale sur la force normale – nettement plus élevé que les mesures effectuées sur un tribomètre. Pour ces deux dépôts, le rapport de l'énergie dissipée sur l'énergie totale sur chaque cycle est de 0,1 dès le dixième cycle. En revanche, avec un critère énergétique de 0,5 tout au long de l'essai, le  $\text{Cr}_x\text{N}_y$  est sollicité dans un régime de glissement total provoquant une usure régulière sur toute la surface de l'empreinte.

Le collage partiel du CrN et du TiBN a pour conséquence une usure en couronne sur le bord interne de la trace où il y a un mouvement relatif entre les surfaces et un fait enjage du dépôt sur le bord de la zone de collage où il n'y a pas eu d'usure, visible au microscope optique. Des plaques de matière provenant de la bille sont également observées dans ces empreintes.

La Figure 74 est un relevé de profil 3D présentant une empreinte laissée par la bille lors des essais de fretting sur le dépôt de CrN. Cette trace est observée après 50 000 cycles sous une bille en X100Cr6 de 20 mm de diamètre, avec une charge normale de 500 N et un débattement de  $\pm 10 \mu\text{m}$ . La profondeur de cette empreinte est du même ordre de grandeur que l'épaisseur initiale du dépôt – 2,5  $\mu\text{m}$  – il y a donc eu décollement du dépôt.



**Figure 74** Usure en couronne du CrN – après 50 000 cycles à 500 N amplitude  $\pm 10 \mu\text{m}$  – image inversée

Les cycles de fretting du DLC et du  $\text{Cr}_x\text{N}_y$  sont nettement plus ouverts et se caractérisent par des critères énergétiques respectifs de 0,8 et de 0,5 et sont donc en glissement total avec une usure régulière sur toute la surface des empreintes. Le DLC se démarque en particulier par un faible coefficient de frottement apparent de 0,2.

Au cours des essais sur le dépôt de DLC, l'endommagement de la couche est constaté dès 1000 cycles. Le cycle se referme pour atteindre un rapport énergétique inférieur à 0,2 – collage – et un coefficient de frottement apparent supérieur à 0,7 caractéristique du CrN en sous-couche. Ces observations suggèrent qu'il y a enlèvement du DLC et frottement sur le CrN. Malgré un faible coefficient de frottement de ce dépôt limitant le cisaillement de l'interface, ce dépôt rompt de manière précoce au cours de ces essais de fretting. Cet endommagement précoce de ce DLC est révélateur d'une mauvaise adhérence dont témoignent en particulier l'écaillage lors de l'indentation HRC. Le DLC sans sous-couche devrait présenter des résultats comparables, tandis que la sous-couche de  $\text{Cr}_x\text{N}_y$  devrait retarder significativement le décollement du dépôt.

Ces essais de fretting font donc intervenir en grande partie des mécanismes d'usure progressive dus au glissement de la bille sur les revêtements, excepté pour le CrN qui présente un collage local à l'origine d'une fissuration du dépôt. Ces essais fournissent quelques éléments pour interpréter les résultats des essais de chocs répétés sur ces revêtements.

### 4.3 Essais de chocs répétés sur les dépôts PVD

Pour chaque dépôt retenu, les courbes de probabilité de rupture ont été tracées à différentes forces d'impacts. Outre une classification des couches minces en termes de tenue en fatigue, ces essais ont démontré l'effet bénéfique de la tribofinition sur l'endurance des couches.

#### 4.3.1 Réalisation des essais de chocs répétés sur poussoirs tribofinis

Les revêtements étudiés pour illustrer cette étude ont été réalisés sur des échantillons en 16MnCr5 cémentés. D'après la bibliographie – [BATISTA 2003] – la cémentation des pièces avant la réalisation d'un dépôt PVD – traitement « duplex » – est bénéfique pour la tenue en service de dépôt. En effet, le durcissement superficiel permet de limiter l'influence de la déformation du substrat sur la tenue en service du dépôt à l'échelle macroscopique – on observe une augmentation de la charge critique à écaillage lors d'essais de rayure ou d'indentations HRC – qui trouve surtout son intérêt à l'échelle microscopique lors de l'écrasement des aspérités du substrat revêtu.

Différentes préparations de surface ont été testées. Il n'est pas envisageable de réaliser des dépôts PVD sur des pièces de série rectifiées : leur surfaces entraînent des concentrations de contraintes et des surpressions locales importantes et néfastes pour la tenue des dépôts. Quelques échantillons ont été superfinis à l'aide d'une pâte abrasive à base d'alumine, d'autres ont été tribofinis à l'aide d'un abrasif organique et avec une attaque chimique. Afin d'avoir une référence, d'autres poussoirs ont été polis manuellement sur une installation prévue pour la préparation de micrographies métallurgiques.

L'opération de super finition a rapidement été abandonnée. Outre la présence de nombreuses rayures néfastes pour la tenue en service des dépôts abordée plus loin, la persistance de particules d'alumines incrustées sur les surfaces a été constatée. La libération de telles particules dans le contact est catastrophique pour l'usure des antagonistes. Le polissage manuel des pièces, bien qu'il ne permette pas d'effacer efficacement toutes les stries de rectification et qu'il ne soit pas parfaitement reproductible, constitue une surface de référence suffisamment plane pour que l'endurance des dépôts soit optimale. Leur  $R_{sk}$  est nettement négatif puisque cette opération de polissage n'a consisté qu'en un écrêtage des aspérités. En pratique de telles surfaces sur des composants automobile ne sont pas envisageables puisque défavorables à la lubrification. Ainsi, ce sont les surfaces tribofinies qui constituent le meilleur compromis entre la faisabilité industrielle et la lubrification. Ce procédé permet avant tout d'adoucir les aspérités des surfaces – augmentation du  $R_s$  – et donc de limiter les surpressions dans le contact. Cette opération paraît être la plus efficace pour le traitement de pièces en grande série avant la réalisation de couches minces par PVD.

Les essais de chocs répétés ont été réalisés à différentes forces d'impacts – 120 N, 250 N et 500N – afin de comparer la tenue des revêtements sous ces différentes charges. Les impacts ont été réalisés avec une bille de X200Cr12 de 20 mm de diamètre. Dans ces conditions, le volume de matière plastifiée est suffisamment faible pour ne pas affecter significativement la surface. Ainsi, après  $10^5$  impacts à 500 N, des relevés de profils révèlent des empreintes de moins de  $0,3 \mu\text{m}$  de profondeur. Dans ces conditions, le dépôt n'est pas sollicité par la déformation plastique excessive du substrat mais bien par des phénomènes de fatigue de contact. La cadence des impacts varie de 30 à 90 impacts / seconde selon l'énergie des chocs.

### 4.3.2 Influence de l'état de surface

Les essais réalisés dans le cadre de cette étude ont révélé de manière évidente l'influence de la préparation de surface des échantillons sur l'endurance des dépôts. Cette conclusion va dans le sens de la notion de l'indice de plasticité de Greenwood et Williamson décrit dans le § 2.1.7.

Si l'indice de plasticité défini par Greenwood et Williamson permet de définir la façon dont la topographie de la surface peut influencer la sévérité du contact au niveau du dépôt, la détermination du rayon de courbure moyen des rugosités ainsi que la distribution des rayons de courbure moyen reste délicate. Ainsi, des essais de chocs répétés ont révélé que les paramètres de rugosité usuels –  $R_a$ ,  $R_z$ ,  $R_q$  – n'étaient pas suffisants pour définir un indice de sévérité de contact.

Les paramètres de rugosité du troisième ordre – facteur d'asymétrie « skewness »  $R_{sk}$  – et du quatrième ordre – facteur d'obliquité « kurtosis »  $R_{ku}$  – ainsi que la période moyenne des ondulations –  $R_s$  – peuvent en revanche donner une meilleure approximation de la classification des surfaces en fonction de la plastification qu'elles entraînent au contact. Ensuite, la rugosité des surfaces semble être un élément important dans le comportement en fatigue superficielle des couches minces puisque le rayon de courbure des aspérités est du même ordre de grandeur que l'épaisseur des dépôts. Ainsi, la déformation plastique des aspérités – selon la théorie de Hertz – peut s'initier au voisinage de l'interface dépôt / substrat ce qui peut s'avérer particulièrement sévère pour la tenue des couches dures, de la même manière que lors des essais de nano-scratch.

En pratique, il apparaît en effet que, à  $R_a$  et  $R_z$  constants, des poussoirs superfinis à l'aide d'une pâte abrasive à base d'alumine présentent une surface plus tourmentée que des poussoirs tribofinis à l'aide d'un abrasif organique moins agressif, de nombreuses rayures sont même visibles au microscope optique. La Figure 75 compare une surface en 16MnCr5 non revêtue superfinie – à gauche – à une surface tribofinie – à droite.

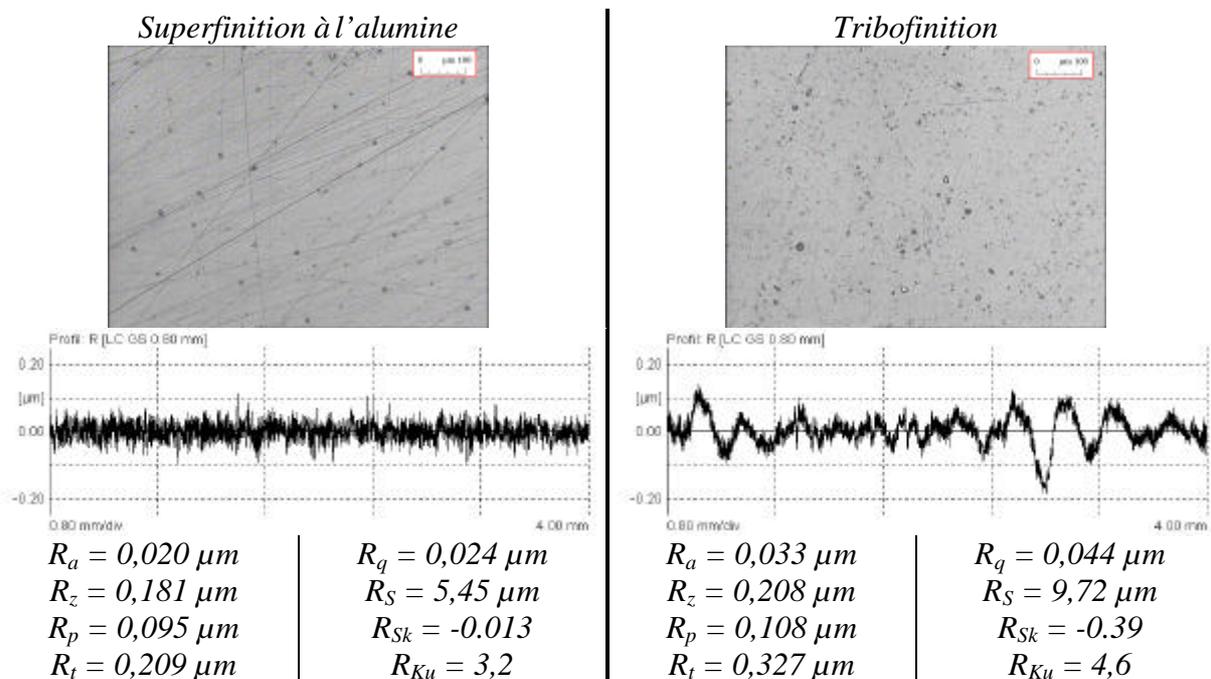


Figure 75 Comparaison de surfaces superfinies et tribofinies non revêtues

Si les  $R_a$ ,  $R_z$ ,  $R_p$  et  $R_t$  sont comparables, les deux surfaces se différencient aisément par une observation optique : les surfaces superfinies présentent de nombreuses rayures provoquées par les particules d'alumine. Cette observation peut être révélée par les paramètres  $R_q$ ,  $R_s$ ,  $R_{Sk}$  et  $R_{Ku}$ . Un facteur d'asymétrie –  $R_{Sk}$  – de surface plus petit augmente la surface portante des pièces tribofinies. L'augmentation de la période moyenne de la rugosité –  $R_s$  – à  $R_a$  constant va dans le sens d'une augmentation du rayon de courbure moyen des aspérités ce qui réduit la valeur de l'indice de plasticité de Greenwood-Williamson – cf. équation (34).

Le pas de discrétisation des données d'un rugosimètre 2D ne permettant pas de remonter aux rayons de courbures des aspérités par une régression sur trois points successifs, l'analyse de la distribution des rayons de courbure des surfaces s'effectue à l'aide d'une transformée de Fourier du profil. Une analyse fréquentielle des surfaces présentées sur la Figure 75 permet de différencier aisément les deux profils. Le graphique de la Figure 76 présente l'évolution du paramètre  $\chi$  – cf. eq. (36) – représentatif du rayon de courbure des aspérités, pour chaque composante fréquentielle pour les profils superfinis – en gris – et tribofinis – en noir.

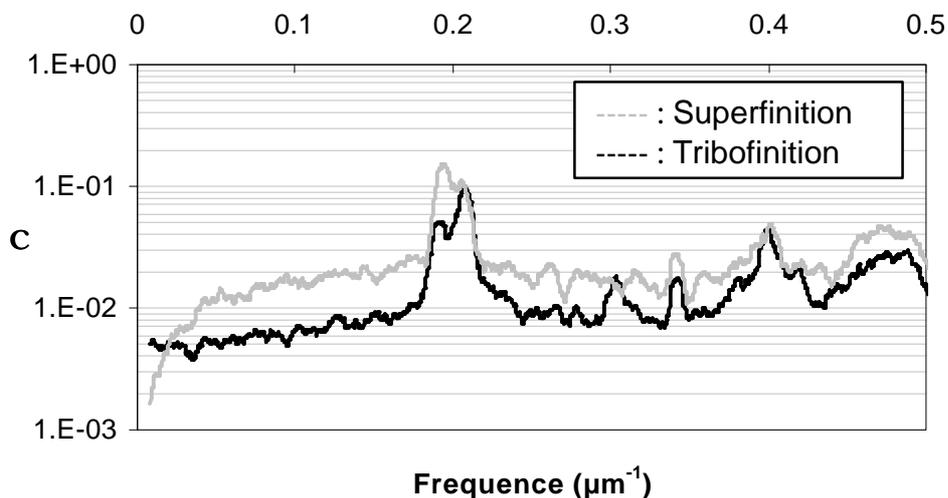


Figure 76 Analyse fréquentielle des surfaces

Afin de mettre en évidence les différences entre les deux surfaces, l'information fréquentielle a été lissée par calcul d'une moyenne sur 20 composantes fréquentielles successives. Les pics à  $0,2 \mu\text{m}^{-1}$  correspondent à des périodes de  $5 \mu\text{m}$ , ce qui rejoint la valeur de  $R_s$  de la superfinition présentée sur la Figure 75. La présence d'une composante de plus forte amplitude aux basses fréquences – inférieures à  $0,02 \mu\text{m}^{-1}$  – pour la surface tribofinie augmente la valeur de la période d'ondulation moyenne à  $10 \mu\text{m}$ . Aux fréquences spatiales supérieures à  $0,02 \mu\text{m}^{-1}$ , le paramètre  $\chi$  est plus faible pour la surface tribofinie que pour la surface superfine. Cette analyse permet d'approfondir l'analyse de la rugosité et en particulier d'aborder l'influence de l'état de surface sur la sévérité d'un contact.

Cette analyse des surfaces des différentes pièces testées explique aisément les résultats des essais de chocs répétés. Les échantillons superfinis à l'alumine présentent en effet une endurance nettement plus faible qu'un échantillon tribofini. L'endurance de ces derniers est comparable à celle des échantillons polis manuellement. L'influence de l'état de surface sur la tenue aux chocs répétés des couches dures est illustrée sur le graphique de la Figure 77, présentant l'évolution de la probabilité de rupture d'un dépôt de DLC en fonction du nombre

d'impact, sous une force d'impact de 250 N sur un échantillon poli manuellement – en gris – et sur un échantillon superfini – en noir.

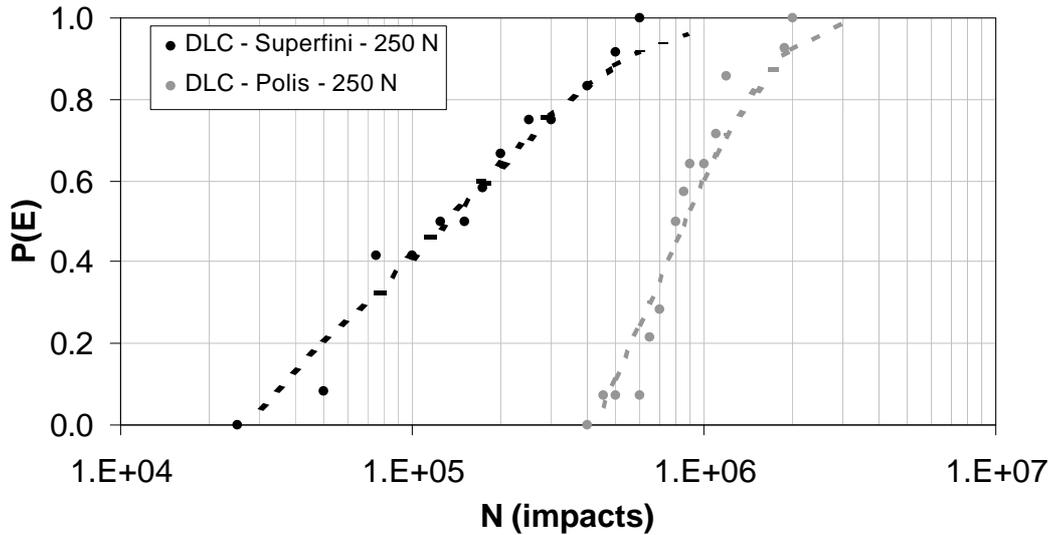
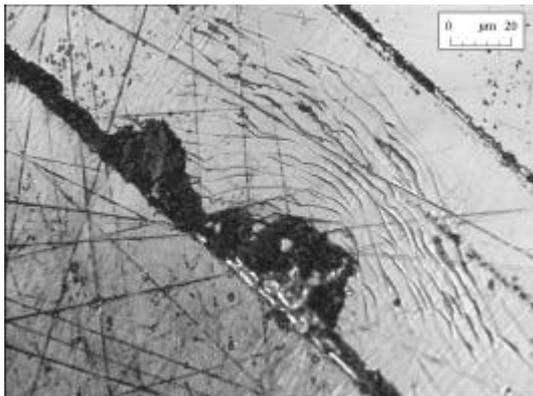


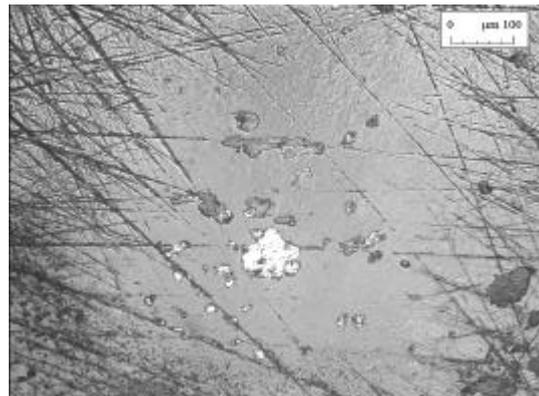
Figure 77 Influence de l'état de surface sur l'endurance d'un dépôt de DLC sous une force d'impact de 250 N

Avec un nombre d'impact critique à écaillage de  $1,05 \cdot 10^6$ , le dépôt réalisé sur une surface polie présente une endurance environ cinq fois supérieure à celui réalisé sur une surface superfinie –  $N_c = 1,96 \cdot 10^5$  impacts. Le module de Weibull  $m_w$  est également plus grand sur la surface polie –  $m_w = 1,02$  – que sur la surface superfinie –  $m_w = 0,75$ . Ce nombre traduit la dispersion des résultats – la pente de la courbe de probabilité de rupture sur une échelle logarithmique – et révèle une dispersion plus importante sur la surface superfinie.

Des observations au microscope optique révèlent sans surprise que les écailles se développent préférentiellement sur des rayures issues de la superfinition, comme l'illustrent les deux images de la Figure 78 sur un dépôt de TiBN – à gauche – et un dépôt de DLC – à droite.



Dépôt de TiBN – P37  
5000 impacts à 750 N

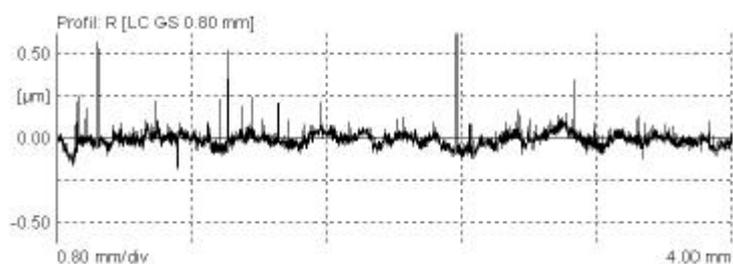


Dépôt de DLC – P34  
200 000 impacts à 250 N

Figure 78 Amorçage de l'écaillage sur les rayures

De manière générale, les rayures ou les aspérités de surface constituent des sites d'amorçage préférentiels des écailles par des effets de concentrations de contraintes – cas des rayures – ou des surpressions dans le contact – cas des aspérités. L'amorçage des fissures sur de tels défauts de surface suffit à expliquer la différence d'endurance d'un même dépôt sur différentes surfaces, même à  $R_a$  constant.

Concernant l'influence des aspérités sur l'écaillage des dépôts, des relevés topographiques 3D sur les surfaces polies revêtues mettent en évidence une influence des dépôts eux-mêmes sur la rugosité de la pièce. En effet, lors du traitement des pièces, des défauts de croissance du dépôt à l'échelle microscopique provoquent la formation d'aspérités dures. La présence de telles aspérités sur un dépôt de  $Cr_xN_y$  sur une surface tribofinie est illustrée sur la Figure 79. Le profil de cette surface tribofinie revêtue peut être comparé avec le profil de la surface tribofinie non traitée de la Figure 75 et révèle l'apparition de nombreux pics lors du traitement des pièces. La densité de ces pics peut être décrite à l'aide du paramètre de rugosité  $R_{HSC}(x)$ , désignant le nombre d'aspérités dépassant le niveau de coupe  $x$  – ici fixé à  $0,1 \mu\text{m}$  – par centimètre.



$Cr_xN_y$  sur surface tribofinie -  $R_{HSC}(0,1 \mu\text{m}) = 85 \text{ pics/cm}$

**Figure 79** Présence d'aspérités lors de la croissance des dépôts minces

Lorsque de telles aspérités passent dans le contact, elles vont casser sous l'effet de la surpression liée à la faible portance de ces pics. Ces défauts de croissance des dépôts constituent alors une source de particules abrasives très dures favorisant l'usure des antagonistes dans des contacts avec frottement par une dynamique à trois corps. Lors du traitement de pièces frottantes, l'élimination de telles aspérités par un polissage léger – seconde passe de tribofinition après dépôt – est souhaitable.

L'influence de l'état de surface sur la tenue en service des couches n'a été abordée que sur les dépôts de TiBN et de DLC. En raison de l'éloquence de ces résultats, il n'a pas été jugé utile de poursuivre plus loin les essais sur les poussoirs superfinis. La comparaison des différents revêtements s'effectue donc sur des surfaces tribofinies ou polies.

#### 4.3.3 Classification des couches dures lors des essais de chocs répétés

La dispersion des résultats lors des essais de chocs répétés étant importante – elle peut s'étendre sur plus d'une décade dans certains cas – la comparaison des durées des couches dures par la simple détermination d'un nombre d'impacts moyen ou médian à rupture est insuffisante. La dispersion de ces résultats suit une statistique de Weibull, il est donc plus pertinent de comparer l'endurance de ces couches dures à l'aide des nombres ultimes et critiques à rupture des couches –  $N_0$  et  $N_c$  – et de quantifier la dispersion des résultats par exemple à l'aide d'un module de Weibull  $m_w$ .

Le graphique de la Figure 80 compare ces deux nombres de cycles caractéristiques des différents dépôts étudiés dans le cadre de cette étude sous des impacts répétés à 500 N sur des poussoirs tribofinis. Le nombre caractéristique à écaillage du  $Cr_xN_y$  est supérieur à  $10^7$  impacts.

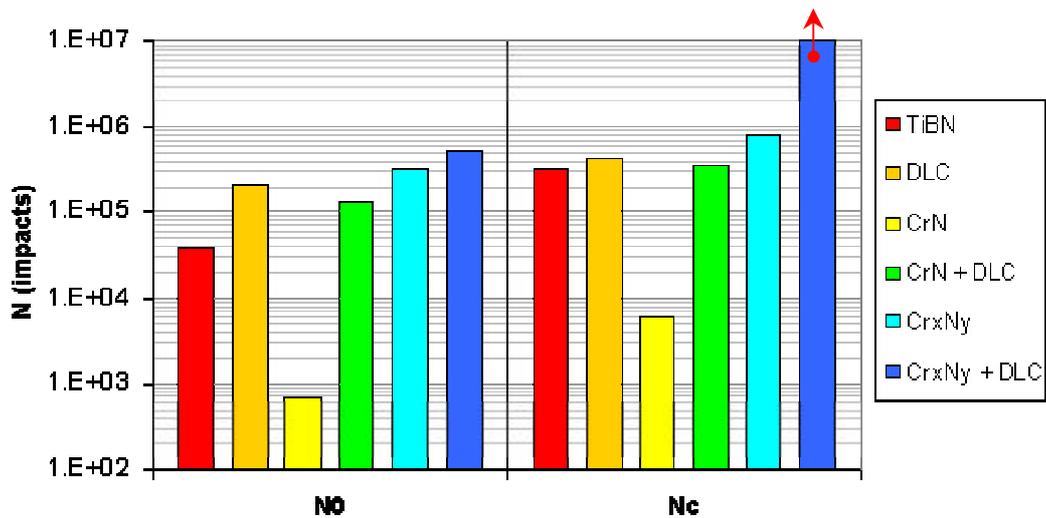


Figure 80 Comparaison des durées des couches dures à 500 N

Le terme  $N_0$  correspond au nombre d'impacts où la première rupture est constatée. Aucune rupture n'étant constatée au préalable, ce terme doit être retenu pour une comparaison des couches d'un point de vue de sûreté, le plus critique pour une application comme l'automobile où la rupture précoce d'un élément de surface de la couche peut favoriser l'accélération de l'usure des composants par les particules abrasives de dépôt rompu. Le terme  $N_c$  informe plutôt sur la durée de vie moyenne de toute la surface d'une pièce traitée en supposant que tous les points de la surface utilisée sont indépendants. En pratique, la formation de petites écailles en un point donné de la surface favorise l'endommagement de la pièce principalement par formation de particules abrasives. Ce phénomène d'interaction des éléments de surface va contribuer à diminuer la dispersion des résultats constatée – ce qui revient à augmenter le module de Weibull  $m_w$  des couches. Cette notion de nombre de cycles critique reste cependant parfaitement exploitable sur des composants soumis à des sollicitations se rapprochant davantage du principe de l'essai, comme des mécanismes présentant des chocs en raison de jeux de conception ou des outils d'usinage discontinu.

La comparaison de la tenue aux chocs répétés des couches dures peut également être illustrée à travers des courbes de probabilité de rupture comme l'illustre la Figure 81 lors d'impacts répétés à 500 N. Pour une raison de clarté, les traitements en deux couches seront présentés plus loin. En raison d'une endurance particulièrement faible, le CrN est peu présent sur ce graphique : ce dépôt peut en effet présenter des écailles dès 1000 impacts.

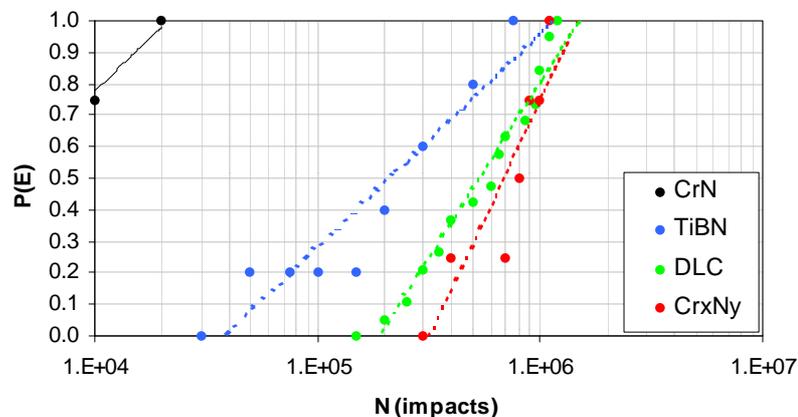


Figure 81 Comparaison des probabilités de rupture des différents dépôts à 500 N.

Cette représentation donne une classification des couches similaire au graphique de la Figure 80 . Elle a cependant l'avantage de mettre en évidence des différences dans la dispersion des résultats entre les différentes couches. La dispersion des résultats peut être quantifiée soit par le coefficient de Weibull  $m_w$ , soit par le rapport  $R_D$  entre le nombre d'impacts à partir duquel toutes les empreintes sont endommagées –  $N_{max}$  – et le nombre d'impacts où la première écaïlle apparaît –  $N_0$ . Ainsi, la dispersion des résultats sur le dépôt de TiBN –  $R_{D-TiBN} = 30$  et  $m_w = 0,72$  – est beaucoup plus importante que celle du  $Cr_xN_y$  –  $R_{D-Cr_xN_y} = 4$  et  $m_w = 1,0$ . Outre une sensibilité statistique à des défauts locaux inhérente aux essais de fatigue, la dispersion des résultats peut révéler une inhomogénéité des propriétés mécaniques des couches sur l'ensemble de la surface traitée.

#### 4.3.4 Etude des dépôts en deux couches

L'analyse des courbes de probabilité d'écaillage permet de mettre en évidence une supériorité des dépôts en deux couches par rapport à chacune des deux couches testées séparément. Ainsi, contrairement à ce qui peut être attendu, l'endurance de deux couches superposées ne correspond pas au minimum de l'endurance de chacune des couches prises séparément – rupture du « maillon faible » décrit analytiquement par la statistique de Weibull – ni à la somme des durées des deux couches testées séparément – ce qui serait le cas en usure abrasive.

Les deux graphiques de la Figure 82 comparent les probabilité de rupture du CrN – en rouge – du DLC – en bleu – et de l'ensemble DLC sur CrN – en vert – sous une force d'impact de 250 N – à gauche – et de 500 N – à droite.

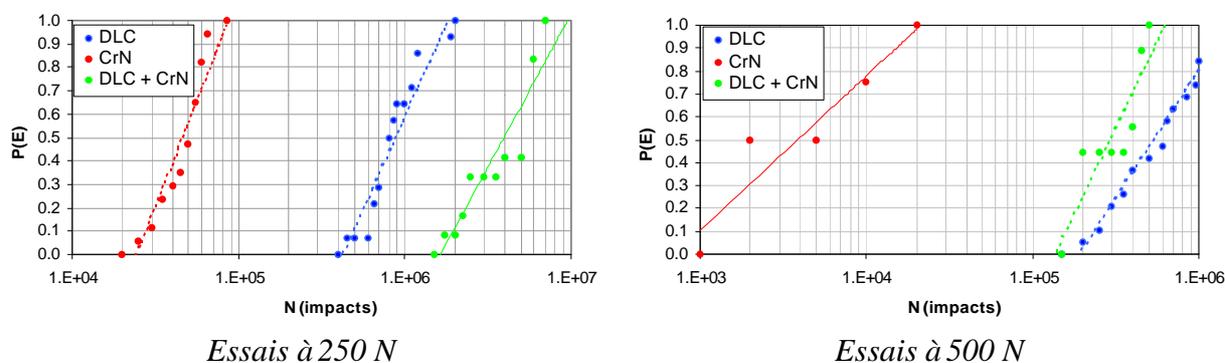


Figure 82 Endurance d'un dépôt de CrN + DLC

Sous la charge la plus faible, la durée de vie du dépôt de DLC est multipliée par 5 avec l'insertion d'une sous-couche peu endurante de CrN. A 500 N, la tendance est inversée : la faible endurance du dépôt de CrN – pouvant rompre dès 1000 impacts – dépasse un stade critique et affecte l'endurance de la couche superficielle de DLC.

Le relevé de profil – en négatif – et l'image de la Figure 83 révèlent une écaïlle formée sur ce dépôt de DLC avec une sous-couche de CrN lors d'essais à 500 N.

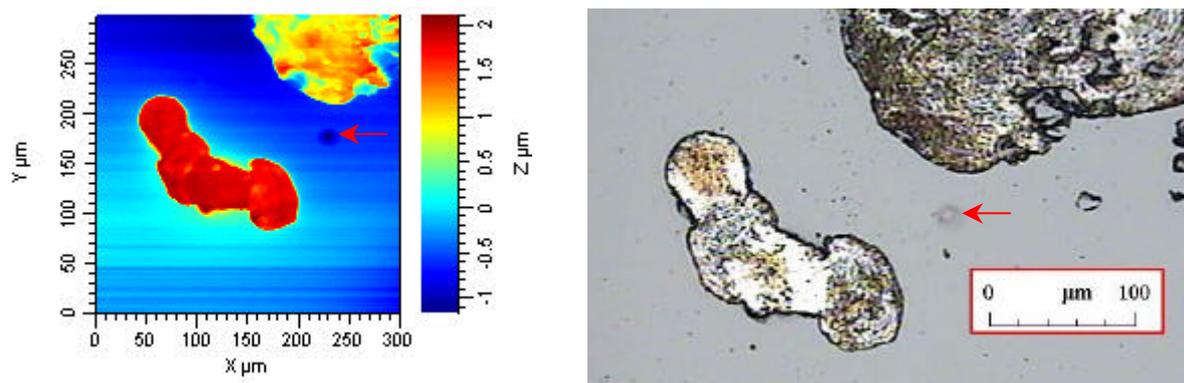


Figure 83 Ecaillage du DLC sur CrN

Des profils extraits de la topographie révèlent que la profondeur de cette écaille est de l'ordre de  $2,1 \mu\text{m}$ . L'épaisseur de ce DLC étant de  $1,3 \mu\text{m}$ , le fond de l'écaille se situe dans la sous-couche de CrN. Ces observations suggèrent donc que l'endommagement de ce dépôt est donc la conséquence de la rupture de la sous-couche de CrN. Lors de ces observations, une cloque a été observée au microscope optique entre les deux écailles et est discernable sur le relevé de profil.

Les deux graphiques de la Figure 84 comparent l'évolution de la probabilité de rupture en fonction du nombre d'impacts à  $250 \text{ N}$  – à gauche – et à  $500 \text{ N}$  – à droite – d'un dépôt de DLC sans sous-couche – en rouge – pour un dépôt de  $\text{Cr}_x\text{N}_y$  seul – en bleu – et pour un dépôt de DLC +  $\text{Cr}_x\text{N}_y$  – en vert. La durée des essais sur le dépôt en deux couches devenant trop importante, l'analyse statistique devient difficilement envisageable au delà de  $10^7$  cycles. Une sévérisation de l'essai est alors nécessaire.

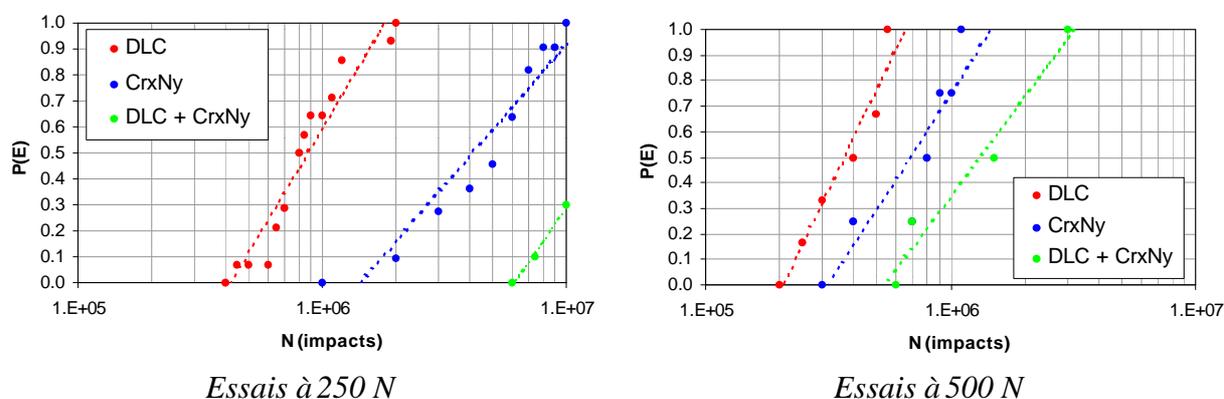


Figure 84 Endurance d'un dépôt de  $\text{Cr}_x\text{N}_y$  + DLC

Dans ce cas, la classification des couches est identique aux deux forces d'impacts présentées et l'insertion d'une sous-couche de  $\text{Cr}_x\text{N}_y$  a un effet bénéfique sur l'endurance du DLC qui est multipliée par trois à  $500 \text{ N}$  et dépassant les  $10^7$  cycles à  $250 \text{ N}$ .

L'interprétation de ces résultats s'effectue aisément à l'aide des essais de caractérisation traditionnels. En effet, les essais de rayure à charge croissante révèlent une augmentation de la charge critique à fissuration adhésive du dépôt de DLC lorsque des sous couches de CrN et de  $\text{Cr}_x\text{N}_y$  sont ajoutées. L'écaillage du DLC sans sous-couche est en effet constaté dès  $7,4 \text{ N}$  et s'élève à  $22,5 \text{ N}$  et à  $31,2 \text{ N}$  respectivement avec une sous-couche de  $\text{Cr}_x\text{N}_y$  et de CrN. Cette

tendance rejoint une partie des estimations de résilience d'interface effectuées par indentations sous la couche, avec une résilience de  $600 \text{ J/m}^2$  pour le DLC sans sous-couche et de  $1420 \text{ J/m}^2$  pour le DLC avec une sous couche de  $\text{Cr}_x\text{N}_y$ . En ce qui concerne le CrN, si la charge critique en rayure est plus élevée, la résilience de l'interface de  $380 \text{ J/m}^2$  est nettement inférieure à celle des autres dépôts. Cette mesure rejoint l'observations d'écailles lors de l'indentation HRC.

La supériorité des dépôts de DLC avec des sous-couches est généralement expliquée par une meilleure adhérence du DLC sur ces sous-couches, comme le révèlent les scratch tests. Cette interprétation pourrait être remise en question dans le cas du DLC sur CrN. Cependant, la notion d'adhérence des couches est certes liée aux affinités chimiques entre le dépôt et le substrat mais aussi à l'influence des contraintes résiduelles et du gradient de module de Young sur le cisaillement des interfaces. La contribution de ces différents phénomènes sur l'adhérence des couches peut varier avec la sollicitation exercée pour caractériser les revêtements et expliquer les différents résultats entre rayures et indentations.

Les essais de fretting réalisés sur les différents dépôts étudiés révèlent un collage partiel des surfaces. Ce collage sous de petits débattements et sous des charges suffisamment élevées engendre des contraintes de cisaillement importantes, défavorables à l'endurance de ces couches. L'observation d'un mécanisme d'endommagement des couches et de la bille par usure lors des essais de chocs normaux répétés – cf. Figure 49 – suggère un glissement entre les deux surfaces en contact lors des chocs. Les chocs étant normaux, l'amplitude du mouvement relatif entre les deux surfaces est très faible et l'usure des pièces est donc obtenue par des mécanismes de fretting. La pression de contact et l'amplitude des débattements lors des chocs sont pour l'instant inconnues. L'hypothèse du fretting lors des chocs permet tout de même d'expliquer l'influence positive d'une couche superficielle de DLC sur une sous-couche base chrome. Avec un bas coefficient de frottement – souvent inférieur à 0,1 – ces couches empêchent les phénomènes de collage des surfaces et limitent donc la transmission d'efforts tangentiels en surface.

La classification des couches minces en termes d'endurance suite aux essais de chocs est donc la suivante, du dépôt présentant la plus faible endurance au revêtement supportant le plus grand nombre d'impacts :

- Le CrN : ce dépôt présente l'endurance la plus faible
- Le TiBN : ce dépôt est avantagé par sa grande dureté, mais rompt relativement rapidement
- Le DLC sans sous-couche
- Le DLC + CrN : aux plus faibles charges, la sous-couche améliore l'adhérence du DLC
- Le  $\text{Cr}_x\text{N}_y$  : Ce dépôt présente parfois un endommagement par usure abrasive
- Le DLC avec une sous-couche de  $\text{Cr}_x\text{N}_y$  dont l'évaluation nécessite des impacts énergétiques.

Cette classification est indicative. En raison de la dispersion importante des résultats, variable avec l'état de surface et la force d'impact, ce classement évolue, mais les principales tendances sont conservées.

#### 4.3.5 Lien avec essais de caractérisation traditionnels et synthèse

Une analyse des résultats des essais de caractérisation traditionnels, en particulier les évaluations des ténacités et des adhérences des couches après les essais de rayure permet d'interpréter les faciès de rupture observés lors des essais de chocs répétés.

Tout d'abord, l'occurrence du fai ençage en fond d'empreinte lors des essais de chocs répétés est propre aux dépôts bien adhérents et peu tenaces. En effet, avant écaillage, les deux dépôts base chrome présentent un fai ençage bien marqué, parfaitement visible au microscope optique. Par rapport à l'ensemble des dépôts analysés, ces deux couches présentent les plus longues fissures radiales lors d'indentations HRC et le critère de rupture en rayure est une fissuration de la couche sur le bord de la trace. Une fois qu'un réseau de fissures s'est développé dans ces couches, l'écaillage du CrN est facilité par une adhérence limitée tandis que le  $\text{Cr}_x\text{N}_y$ , en raison d'une adhérence *a priori* supérieure peut supporter de nombreux cycles avant de rompre. En ce qui concerne le TiBN, présentant des fissures radiales beaucoup plus courtes après indentation HRC, le fai ençage apparaît beaucoup plus rarement au microscope optique et nécessite généralement un MEB pour être observées, comme l'illustre par exemple la Figure 55 .

Les dépôts présentant un endommagement par des mécanismes d'usure abrasive – empreinte se rapprochant de Calotests<sup>TM</sup> – doivent présenter un certain compromis entre dureté, épaisseur et tenue en fatigue superficielle. C'est le cas par exemple du  $\text{Cr}_x\text{N}_y$ , la moins dure des couches testées et l'une des plus endurantes. L'usure abrasive est un processus relativement lent – plusieurs millions d'impacts sont nécessaires pour traverser une couche de quelques microns – favorisé par une faible dureté de couche et monotone : plus la couche est épaisse, plus le nombre d'impacts nécessaires pour atteindre le substrat par abrasion est grand. Ce mécanisme est favorisé par la présence de nombreuses impuretés dans la trace qui peuvent être des débris du dépôt lui-même ou de la bille qui doit être remplacée régulièrement.

Ce mécanisme d'usure abrasive est à l'origine de l'existence d'une épaisseur de couche optimale pour les outils de découpe : un dépôt trop mince est traversé plus rapidement et un dépôt trop épais devient trop fragile – diminution des contraintes résiduelles de compression, croissance d'une microstructure colonnaire – et est endommagé plus rapidement par fatigue.

Le phénomène de cloquage quant à lui, serait lié à un compromis entre adhérence de la couche, épaisseur et élasticité. En effet, si la formation de cloques est constatée sur la plupart des couches, leur géométrie et leurs conséquences varient avec les propriétés mécaniques des dépôts. Le diamètre moyen des cloques augmente avec l'épaisseur de la couche en accord avec l'équation (82). Ensuite, le critère de stabilité des cloques décrit dans l'équation (83) peut expliquer la rupture rapide et brutale des dépôts les plus épais comme le  $\text{Cr}_x\text{N}_y$  ou le TiBN. Cette condition peut également être complétée par une analyse de l'élasticité des couches. Les mesures de microdureté instrumentée révèlent que les dépôts de DLC sont plus élastiques – rapport  $W_e/W_{tot}$  dans le Tableau 6 – et présentent un module de Young plus faible que les autres couches. Ce type de dépôt supporte donc mieux une flexion lors du flambement, ce qui explique la formation de cloques plus nombreuses et plus facilement observables sur ce type de revêtement par rapport aux autres. Si les cloques sont toujours visibles sur des dépôts base chrome, leur observation est plus rare et plus délicate. Ces dépôts sont tout d'abord plus adhérents, ce qui ralentit la croissance de la zone présentant un défaut d'adhérence à partir d'un défaut de surface. Ensuite, ces dépôts moins tenaces présentent déjà un fai ençage qui peut influencer la distribution des contraintes dans la couche – relaxation au voisinage des fissures – ce qui peut ralentir la formation et la croissance de cloques par compression du dépôt. Sur les dépôts base chrome, les cloques sont observées sur la périphérie des empreintes où le dépôt n'est pas fissuré.

## CONCLUSIONS ET PERSPECTIVES

Cette étude a été réalisée dans le cadre d'une thèse Cifre, encadrée par le Laboratoire de Tribologie et de Dynamique des Systèmes – LTDS CNRS UMR 5513 – de l'École Centrale de Lyon en collaboration avec la société HEF R&D. L'objectif fixé au début de cette étude consistait à mettre au point un banc de caractérisation de la tenue en fatigue superficielle des couches minces réalisées par PVD sous une sollicitation de chocs répétés. La vocation de recherche industrielle de ce banc ainsi que les objectifs d'une commercialisation de la version finale du perceur justifient les efforts technico-économiques portant sur l'instrumentation du banc – mesure de l'énergie des chocs et de la force d'impact – sur l'automatisation des essais – avec la mise au point d'un système de suivi optique – le représentativité des essais et l'optimisation du rendement des essais – minimiser la durée des essais, extraire un maximum d'information à partir d'un échantillon. Ainsi, la qualification des couches par une analyse de courbes de type Wöhler ne s'avère pas satisfaisante puisqu'elle nécessite des temps d'essais trop importants pour tenir compte de l'aspect stochastique des résultats dont l'exploitation reste encore délicate. C'est finalement en traçant l'évolution de la probabilité de rupture en fonction du nombre d'impact à une charge donnée que la comparaison des durées des couches minces reste la plus pertinente. Cette analyse s'appuie sur une statistique de Weibull afin de quantifier l'endurance des revêtements – définition d'un nombre de cycles critique et caractéristique – mais elle nécessite encore la multiplication des essais à une énergie de choc donnée.

La mise au point d'un logiciel de commande spécifique du perceur facilite la réalisation de ces essais, permet de minimiser la durée de ces essais, donne accès à une large gamme d'énergie de chocs et d'augmenter significativement la cadence des impacts afin de réduire la durée des essais. A ce jour, la version la plus récente de ce logiciel intègre également une fonction de suivi optique des essais, selon un cahier des charges défini au cours de cette étude. Ce suivi optique dote le banc d'une autonomie suffisante pour la réalisation d'essais de longue durée – pouvant dépasser les  $10^7$  impacts – en grande partie en temps masqué en limitant au maximum les interventions d'opérateurs. La prise d'images régulière permet de suivre l'évolution d'une surface au fil des essais et permet de mesurer l'évolution du diamètre d'une empreinte ou de la croissance d'écailles au fil des essais. L'automatisation de l'analyse des images à l'aide d'un logiciel adapté n'est pas envisagée puisqu'elle s'adapterait difficilement à la variété des teintes des traitements de surface étudiés. Le montage de l'ensemble du dispositif sous un carter a le double avantage de garantir un éclairage constant de l'échantillon lors des prises d'images, mais surtout de limiter les nuisances sonores liées à la réalisation de ces essais de chocs répétés. Ce point est particulièrement critique lors du montage de ce banc dans des laboratoires à proximité de bureaux.

Les efforts menés sur l'instrumentation du banc ont abouti à la définition d'une procédure permettant de déterminer à l'aide d'un seul capteur de force piézoélectrique l'énergie incidente de l'outil lors de chaque choc, mais aussi l'effort maximal exercé par

l'outil sur l'échantillon et ainsi remonter aux contraintes maximales subies par l'échantillon au cours des essais. L'utilisation d'un capteur de déplacement par triangulation laser a permis de révéler des phénomènes d'oscillation mécanique de l'échantillon et du capteur de force posant initialement problème. Le coût et les difficultés de réglage de ce capteur de déplacement constituent des obstacles à son intégration à un banc d'essai de série destiné à la commercialisation, d'autant plus qu'une méthode de mesure de l'énergie des chocs à l'aide d'un capteur de force piézoélectrique a été proposée. La résolution spatiale et temporelle de ce type de capteur de déplacement permet cependant d'envisager la réalisation de bilans énergétiques des chocs – en couplant ces mesures avec celles du capteur de force – sous forme de cycles charge / enfoncement, similaires à des bûches de fretting. Cette analyse peut s'avérer pertinente en particulier lors de l'étude des déformations plastiques et des transformations de phase des matériaux sous des sollicitations de chocs répétés – formation de la Transformation Tribologique Superficielle ou TTS, écrouissage...

La multiplication des essais de chocs répétés ainsi que l'analyse statistique de ces essais a permis d'identifier un mécanisme de rupture original des dépôts minces par flambement. Ce phénomène découle des contraintes résiduelles de compressions élevées dans ces revêtements, de leur faible épaisseur et d'une faible ténacité des interfaces dépôts/substrat. Ce cloquage des couches minces, particulièrement spectaculaire sur les dépôts de DLC a également été constaté sur des dépôts de TiBN, Cr<sub>x</sub>N<sub>y</sub>, TiN... Un modèle a été ébauché afin de prévoir et de décrire sur un dépôt donné la géométrie et les conditions de stabilité de ces cloques. Cette analyse fait intervenir l'épaisseur des dépôts, les contraintes résiduelles, leur module de Young ainsi que l'adhérence du dépôt sur le substrat. La détermination de cette adhérence des dépôts pose bien évidemment des difficultés techniques liées à la faible épaisseur des ces revêtements, mais des estimations ont été effectuées à l'aide d'essais d'indentations sur la tranche. La dégénérescence de ces cloques en écaille et leur influence sur la tenue en service des couches minces a été observée.

Ces essais ont entre autre éléments, mis en évidence l'importance de la finition des surfaces des pièces traitées sur la tenue en service des dépôts. Ainsi, le traitement de pièces par PVD passe inévitablement par une tribofinition préalable, assurant une rugosité suffisamment faible mais aussi des rayons de courbure d'aspérités suffisamment grands pour ne pas affecter la tenue en service des traitements de surface.

Le dispositif proposé en tant que tel permet une étude comparative de l'endurance des dépôts. Ce montage est désormais opérationnel. Les difficultés métrologiques liées à la brièveté des chocs ont été partiellement surmontées, mais des efforts supplémentaires pourraient être envisagés afin d'étendre les possibilités offertes par ce dispositif. Les objectifs fixés initialement ont été en grande partie atteints et les espoirs initiaux portant sur la caractérisation de la tenue en service des couches minces se concrétisent : la possibilité de caractériser la tenue de dépôts durs sous une sollicitation de chocs répétés a entre autre été démontrée dans le cadre de cette étude. HEF R&D a désormais introduit un banc de chocs répétés dans son parc de machines d'essais et Technifor peut proposer ce banc d'essai en annexe de son catalogue d'appareils de marquage.

# **BIBLIOGRAPHIE**

## 5 BIBLIOGRAPHIE :

[ANTON 2000] « Dynamic Vickers indentation of brittle materials » - R. J. ANTON ; G. SUBHASH – Wear 239 (2000) – pp. 27-35

[BARRALIS 1993] « Précis de métallurgie – élaboration, structures, propriétés et normalisation – 6<sup>ème</sup> édition » - J. BARRALIS ; G. MAEDER ; R. QUATREMER ; J. P. TROTIGNON – AFNOR – NATHAN – 1993

[BATISTA 2003] « Impact testing of duplex and non-duplex (Ti,Al)N and Cr-N PVD coatings » - J. C. A. BATISTA ; C. GODOY ; A. MATTHEWS – Surface and Coatings Technology 163/164 (2003) – pp. 353-361

[BANTLE 1995] « Investigation into the impact wear behaviour of ceramic coatings » - R. BANTLE ; A. MATTHEWS – Surface and Coatings Technology 74/75 (1995) – pp. 857-868

[BERCES 1998] « Occurrence of plastic instabilities in dynamic microhardness testing » - G. BERCES ; N. Q. CHINH ; A. JUHASZ ; J. LENDVAI – Journal of Materials Research 13 n°6 (1998) – pp. 1411-1413

[BEAKE 2001] « Micro-impact testing : a new technique for investigating fracture toughness » - B. D. BEAKE ; M. J. IBAÑEZ GARCIA ; J. F. SMITH – Thin Solid Films 398-399 (2001) – pp. 438-443

[BEGLEY 1999] « Spherical impression of thin elastic films on elastic-plastic substrates » - M. R. BEGLEY ; A. G. EVANS ; J. W. HUTCHINSON – International Journal of Solids and Structures 36 (1999) – pp. 2773-2788

[BERTHELOT 1997] « Comportement sous sollicitations dynamiques de composites sandwichs à âme mousse : mécanismes d'endommagement » - H. BERTHELOT – Thèse de doctorat en Génie des Matériaux de l'Ecole Centrale de Lyon – N° d'ordre : 97-02 – Janvier 1997

[BERTHIER 1989] « Fretting fatigue and fretting wear » - Y. BERTHIER ; L. VINCENT ; M. GODET – Tribology International 22 n°4 (1989) – pp. 235-242

[BJÖRK 1999] « Physical Vapour deposition duplex coatings for aluminium extrusion dies » - T. BJÖRK ; R. WESTERGÅRD ; S. HOGMARK ; J. BERGSTRÖM ; P. HEDENQVIST – Wear 225-229 (1999) – pp. 1123-1130

[BLANPAIN 1995] « Hard coatings under vibrational contact conditions » - B. BLANPAIN ; H. MOHRBACHER ; E. LIU ; J. P. CELIS ; J. R. ROOS – Surface and Coatings Technology 74-75 (1995) – pp. 953-958

[BOUZAKIS 1996] « Determination of the fatigue behaviour of thin hard coatings using the impact test and a FEM simulation » - K. D. BOUZAKIS, N. VIDAKIS, T. LEYENDECKER, O. LEMMER, H. G. FUSS, G. ERKENS – Surface and Coatings Technology 86-87 (1996) – pp. 549-556

[BOUZAKIS 1997] « Prediction of the fatigue behavior of physically vapour deposited coatings in the ball-on-rod rolling contact fatigue test, using an elastic-plastic finite element method simulation » - K. D. BOUZAKIS, N. VIDAKIS – Wear 206 (1997) - pp. 197-203

[BOUZAKIS 1998] « Fatigue failure mechanisms of multi- and monolayer physically vapour-deposited coatings in interrupted cutting processes » - K. D. BOUZAKIS, N. VIDAKIS, D. KALLINIKIDIS, T. LEYENDECKER, G. ERKENS, R. WENKE, H. G. FUSS – Surface and Coatings Technology 108-109 (1998) – pp. 526-534

[BOUZAKIS 1999] « The concept of an advanced impact tester supported by evaluation software for the fatigue strength characterization of hard layered media » - K. D. BOUZAKIS ; N. VIDAKIS ; K. DAVID – Thin Solid Films 355-356 (1999) – pp. 322-329

[BOUZAKIS 2000] « Optimisation of the cutting edge radius of PVD coated inserts in milling considering film fatigue failure mechanisms » - K. D. BOUZAKIS ; N. MICHAÏLIDIS ; N. VIDAKIS ; K. EFSTATHIOU ; T. LEYENDECKER ; G. ERKENS ; R. WENKE ; H. G. FUSS – Surface and Coatings Technology 133-134 (2000) – pp. 501-507

[BOUZAKIS 2003-a] « Determination of mechanical properties of electron beam-physical vapor deposition-thermal barrier coatings (EB-PVD-TBCs) by means of nanoindentation and impact testing » – K. D. BOUZAKIS ; A. LONTOS ; N. MICHAÏLIDIS ; O. KNOTEK ; E. LUGSCHEIDER ; K. BOBZIN ; A. ETZKORN – Surface and Coatings Technology 163-164 (2003) – pp. 75-80

[BOUZAKIS 2003-b] « Optimisation of the cutting edge roundness and its manufacturing procedures of cemented carbide inserts, to improve their milling performance after a PVD coating deposition » - K. D. BOUZAKIS ; N. MICHAÏLIDIS ; G. SKORDARIS ; S. KOMBOGIANNIS ; S. HADJIYIANNIS ; K. EFSTATHIOU ; E. PAVLIDOU ; G. ERKENS ; S. RAMBADT ; I. WIRTH – Surface and Coatings Technology 163-164 (2003) – pp. 625-630

[BOUZAKIS 2004-a] « Thin hard coatings fracture propagation during the impact test » - K. D. BOUZAKIS ; A. SIGANOS ; T. LEYENDECKER ; G. ERKENS – Thin Solid Films 460 (2004) – pp. 181-189

[BOUZAKIS 2004-b] « Fracture initiation mechanisms of thin hard coatings during the impact test » - K. D. BOUZAKIS ; A. SIGANOS – Surface and Coatings Technology 185 (2004) – pp. 150-159

[BROMARK 1997] « Wear of PVD Ti/TiN multilayer coatings » - M. BROMARK ; M. LARSSON ; P. HEDENQVIST ; S. HOGMARK – Surface and Coatings Technology 90 (1997) – pp. 217-223

[DE BRUYN 1995] « Fretting behaviour and porosity of Ti<sub>2</sub>N coatings » - K. DE BRUYN ; J. P. CELIS ; J. R. ROOS ; L. M. STALS ; M. VAN STAPPEN – Wear 181-183 (1995) – pp. 856-861

[CARTIER 2000] « Guide d'emploi des traitements de surfaces appliqués aux problèmes de frottement » - M. CARTIER – Edition Tec&Doc - 2000

[CARTON 1993] « Traitements superficiels et tenue en service des assemblages démontables. Base d'une méthodologie de choix en tribologie » - J. F. CARTON – Thèse de doctorat en Génie des Matériaux de l'Ecole Centrale de Lyon – 1993

[CARTON 1995] « Basis of a coating choice methodology in fretting » - J. F. CARTON, A. B. VANNES, L. VINCENT – Wear 185 (1995) – pp. 47-57

[CARVALHO 1998] « Interfacial fatigue stress in PVD TiN coated tool steels under rolling contact fatigue conditions » - N. J. M. CARVALHO ; A. J. HUIS IN'T VELD ; J. Th. DE HOSSON – Surface and Coating Technology 105 (1998) – pp. 109-116

[CHAFFRON 2001] « Driven phase transformation : a usefull concept for wear studies ? » - L. CHAFFRON ; Y. LE BOUAR ; G. MARTIN – Comptre Rendu Académie des Sciences Paris – Tome 2 série IV “Différents visages de la tribologie” (2001) – pp. 749-759

[CHEN 1996] « Damage processes in Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> bearing material under contact loading » - Z. CHEN ; J. C. CUNEO ; J. J. MECHOLSKY, Jr. ; S. HU – Wear 198 (1996) – pp. 197-207

[CHEVALIER 1995] « Mécanique des systèmes et des milieux déformables » - L.. CHEVALIER – Edition Ellipses – Tours - 1995

[COMTE 2001] « Initiation des fissures de Hertz en contact glissant sphère/plan : particularités des quasicristaux AlCuFe et modélisation par éléments frontières » - C. COMTE – Thèse de doctorat en Génie Energétique et Mécanique de l'Institut National Polytechnique de Lorraine – octobre 2001.

[CONSIGLIO 1998] « The nano-scratch tester (NST) as a new tool for assessing the strength of ultrathin hard coatings and the mar resistance of polymer films » - R. CONSIGLIO ; N. X. RANDALL ; B. BELLATON ; J. VON STEBUT – Thin Solid Films 332 (1998) – pp. 151-156

[DARBEÏ DA 1994] « Comparative tribological study of chromium coatings with different specific hardness » - A. DARBEÏ DA ; J. VON STEBUT ; M. BARTHOLE ; P. BELLIARD ; L. LELAIT ; G. ZACHARIE – Surface and Coatings Technology 68/69 (1994) – pp. 582-590

[DARBEÏ DA 1995] « A multipass/scanning tribometer for on line friction and wear mapping » - A. DARBEÏ DA ; J. VON STEBUT ; M. ASSOUL ; J MIGNOT – International Journal of Machine Tools and Manufacture 35 n°2 (1995) – pp. 177-181

[DIAO 1999-a] « Finite Element analysis on local yield map and critical maximum contact pressure for yielding in hard coating with an interlayer under sliding contact » - D. F. DIAO – Tribology International 32 (1999) – pp. 25-32

[DIAO 1999-b] « Local yield map and elastic-plastic deformation map of hard coating with lubricative particles under sliding » - D. F. DIAO ; K. ITO – Surface and Coatings Technology 115 (1999) – pp. 193-200

[DONNET 1997] « Friction control of diamond-like carbon coatings » - C. DONNET ; A. GRILL – Surface and Coatings Technology 94-95 (1997) – pp. 456-462

[DONNET 1998] « Recent progress on the tribology of doped diamond-like and carbon alloy coatings : a review » - C. DONNET – Surface and Coatings Technology 100-101 (1998) – pp. 180-186

[DONNET 1999] « Diamond-like carbon-based functionally gradient coatings for space tribology » - C. DONNET ; J. FONTAINE ; T. LE MOGNE ; M. BELIN ; C. HÉAU ; J. P. TERRAT ; F. VAUX ; F. PONT – Surface and Coatings Technology 120-121 (1999) – pp. 548-554

[DUBIGEON 1998] « Mécanique des milieux continus » - S. DUBIGEON – Edition Lavoisier Tech & Doc – Nantes - 1998

[DUCRET 1995] « Etude de la cohésion et de l'adhérence de couches dures et minces obtenues par procédé PVD » - Y. DUCRET – Rapport Stage HEF – Juillet 1995

[ELEÖD 2004] « The deformation mechanism during sliding of thin amorphous carbon coatings » - A. ELEÖD ; M. VERES ; I. POCSIK ; P. NAGY – 14<sup>th</sup> International Colloquium Tribology - 13-15 January 2004 – Tribology and lubrication engineering Proc. Vol. 1 – pp. 615-621

[ENGEL 1996] « Impact of Delrin disc : lubricated and dry contacts » - P. A. ENGEL ; Z. ZHAO – Wear 193 (1996) – pp. 114-125

[ENGEL 1976] « Impact wear of materials » - P. A. ENGEL – Elsevier scientific publishing company – Amsterdam, Oxford, New-York – 1976.

[FARAH 2002] « Etude d'un comportement d'un acier inoxydable austénitique sous l'action de chocs répétés » - L. FARAH ; B. COQUILLET ; A. B. VANNES ; M. AZZI – Matériaux et Techniques 1-2-2002 (2002) – pp. 31-36

[FERREIRA 1997] « Fatigue behaviour of 42CrMo4 steel with PVD coatings » - J. A. M. FERREIRA, J. D. M. COSTA, V. LOPA – International Journal of Fatigue 19 n°4 (1997) – pp. 293-299

[FOUVRY 1996-a] « Theoretical analysis of fatigue cracking under dry friction for fretting loading conditions » - S. FOUVRY ; P. KAPSA ; L. VINCENT ; K. DANG VAN – Wear 195 (1996) – pp. 151-157

[FOUVRY 1996-b] « Quantification of fretting damage » - S. FOUVRY ; P. KAPSA ; L. VINCENT – Wear 200 (1996) – pp. 186-205

[FOUVRY 2001] « Etude expérimentale et modélisation de la réponse d'un matériau à des sollicitations tribologiques – Etude quantitative des dégradations en fretting » - S. FOUVRY – Formation Permanente Ecole Centrale de Lyon – 2-3 octobre 2001

[GACHON 1997] « Etude de l'érosion par des particules solides de revêtement multicouches obtenus par procédé PVD sur substrat métallique (base titane) » - Y. GACHON – Thèse de doctorat en Génie des Matériaux de l'Ecole Centrale de Lyon – N° d'ordre : 97-29 – octobre 1997

[GACHON 1999] « Study of sand particle erosion of magnetron sputtered multilayer coatings » - Y. GACHON ; A. B. VANNES ; M. C. SAINTE CATHERINE ; I. CARON ; G. INGLEBERT – Wear 233-235 (1999) – pp. 263-274

[GACHON 2001] « Study of fatigue behaviour of hard coatings obtained by PVD technique using specific test rigs » - Y. GACHON ; C. LANGLADE-BOMBA ; A. B. VANNES – 2<sup>nd</sup> World Tribology Congress, Vienne (Septembre 2001).

[GAMPALA 1994] « Plastic deformation of asperities during consolidation of plasma sprayed metal matrix composite monotape » - R. GAMPALA, D.M. ELZEY, H. N. G. WADLEY – Acta Metallurgica et Materiala 42 n°9 (1994) – pp. 3209-3321

[GEORGES 2000] « Frottement, usure et lubrification – Tribologie ou science des surfaces » - J. M. GEORGES – Editions Eyrolles / CNRS Editions – 2000

[GODET 1984] « The third body approach : a mechanical view of wear » - M. GODET – Wear 100 (1984) – pp. 437-452

[GOULET 1998] « Aide-Mémoire – Résistance des matériaux – 8<sup>ème</sup> édition » - J. GOULET, J. P. BOUTIN – Editions Dunod - 1998

[GRIES 1994] « Improvement of fatigue resistance of PVD thin films for textile machines by finite element analysis » - T. GRIES, B. WULFHORST – Surface and Coatings Technology 68-69 (1994) – pp. 500-506

[GRILL 1997] « Tribology of diamondlike carbon and related materials : an updated review » - A. GRILL – Surface and Coatings Technology 94-95 (1997) – pp. 507-513

[GUTIER 1999] « Tribological behaviour of N- or O-doped austenitic stainless-steel magnetron sputter-deposited coatings » - P. GUTIER ; A. DARBEÏ DA ; A. BILLARD ; C. FRANTZ ; J. VON STEBUT – Surface and Coatings Technology (1999) – pp. 148-155

[HAMILTON 1983] « Explicit equations for the stresses beneath a sliding spherical contact » - G. M. HAMILTON – Proc. Instn. Mech. Engrs. 197C (1983) – pp. 53-59

[HAN 1998] « The shear impact wear behavior of Ti compound coatings » - J. G. HAN ; K. H. NAM ; I. S. CHOI – Wear 214 (1998) – pp. 91-97

[HEDENQVIST 1990] « Failure mode analysis of TiN coated High Speed Steel : in situ scratch adhesion testing in the scanning electron microscope » - P. HEDENQVIST ; M. OLSSON ; S. JACOBSON ; S. SÖDERBERG – Surface and Coatings Technology 41 (1990) – pp. 31-49

[HEINKE 1995] « Evaluation of PVD nitride coatings, using impact, scratch and Rockwell-C adhesion test » - W. HEINKE ; A. LEYLAND ; A. MATTHEWS ; G. BERG ; C. FRIEDRICH ; E. BROSZEIT – Thin Solid Films 270 (1995) – pp. 431-438

[HERR 1993] « Influence of substrate material and deposition parameters on the structure, residual stresses, hardness and adhesion of sputtered Cr<sub>x</sub>N<sub>y</sub> hard coatings » - W. HERR ; B.

MATTHES ; E. BROSZEIT ; M. MEYER ; R. SUCHENTRUNK – Surface and Coatings Technology 60 (1993) – pp. 428-433

[HOLMBERG 2003] « A model for stresses, crack generation and fracture toughness calculation in scratched TiN-coated steel surfaces » - K. HOLMBERG ; A. LAUKKANEN ; H. RONKAINEN ; K. WALLIN ; S. VARJUS – Wear 254 (2003) pp. 278-291

[HOLLECK 1995] « Multilayer PVD coatings for wear protection » - H. HOLLECK ; V. SCHIER – Surface and Coatings Technology 76-77 (1995) – pp. 328-336

[HUGNELL 1994] « Simulating follower wear in a cam-follower contact » - A. HUGNELL ; S. ANDERSSON – Wear 179 (1994) – pp. 101-107

[HUGNELL 1996] « Simulation of the mild wear in a cam-follower contact with follower rotation » - A. B. HUGNELL ; S. BJÖRKLUND ; S. ANDERSSON – Wear 199 (1996) – pp. 202-210

[JOHNSON 1985] « Contact Mechanic » - K. L. JOHNSON – Cambridge University Press - 1985

[JENSEN 1995] « Reactively sputtered Cr nitride coatings studied using the acoustic emission scratch test technique » - H. JENSEN ; U. M. JENSEN ; G. SORENSEN – Surface and Coatings Technology 74-75 (1995) – pp. 297-305

[KALLAS 1996] « Indentation energy and abrasive wear of metals » - P. KALLAS – Wear 198 (1996) – pp. 77-85

[KANO 1993] « Quantitative analysis of cam-follower wear in relation to various material properties » - M. KANO ; Y. KIMURA – Wear 162-164 (1993) – pp. 897-905

[KIM 2003] « Effects of the thickness of Ti buffer layer on the mechanical properties of TiN coatings » - G. S. KIM ; S. Y. LEE ; J. H. HAHN ; B. Y. LEE ; J. G. HAN – Surface and Coatings Technology 171 (2003) – pp. 83-90

[KING 1987] « Sliding contact stresses in a two-dimensional layered elastic half-space » - R. B. KING ; T. C. O'SULLIVAN – International Journal of Solids Structures 23 n°5 (1987) – pp. 581-597

[KLAFFKE 2004] « Tribological characterisation of hard coatings with and without DLC top layer in fretting tests » - D. KLAFFKE – 14<sup>th</sup> International Colloquium Tribology - 13-15 January 2004 – Tribology and lubrication engineering Proc. Vol. 1 – pp. 555-563

[KLEIS 1999] « Investigation of particle – Wall impact process » - I. KLEIS ; I. HUSSAINOVA – Wear 233-235 (1999) – pp. 168-173

[KNOTEK 1992] « A new technique for testing the impact load of thin films : the coating impact test » - O. KNOTEK, B. BOSSERHOFF, A. SCHREY, T. LEYENDECKER, O. LEMMER, S. ESSER – Surface and Coatings Technology 54-55 (1992) – pp. 102-107

- [KNOTEK 1994] « Behaviour of CVD and PVD coatings under impact load » - O. KNOTEK, E. B. LUGSCHEIDER ; F. LÖFFLER ; A. SCHREY ; B. BOSSERHOFF – Surface and Coatings Technology 68-69 (1994) – pp. 253-258
- [KOEPEL 1999] « Characteristics of residual plastic zone under static and dynamic Vickers indentations » - B. J. KOEPEL ; G. SUBHASH – Wear 224 (1996) – pp. 56-67
- [KOUITAT 2004] « Three dimensional boundary element analysis of internal cracks under sliding contact load with a spherical indenter » - R. KOUITAT NJIWA ; J. VON STEBUT – Engineering Fracture Mechanics 71 (2004) – pp. 2607-2620
- [KUBART 2001] « Effect of coated edge geometry on internal stress distribution in multilayered coatings » - T. KUBART ; Z. MALA ; R. NOVAK ; D. NOVAKOVA – Surface and Coatings Technology 142-144 (2001) – pp. 610-614
- [LALANNE 1999] « Dommages par fatigue – Vibrations et chocs mécaniques – Tome 4 » - C. LALANNE – Ed. Hermes (1999).
- [LANGLADE 2004] « Fretting behaviour of low-friction coatings » - C. LANGLADE ; A. B. VANNES ; M. TAILLANDIER ; M. PIERANTONI – 14<sup>th</sup> International Colloquium Tribology - 13-15 January 2004 – Tribology and lubrication engineering Proc. Vol. 1 – pp. 565-571
- [LAPOSTOLLE 2000] « Structure / mechanical properties relationship of titanium-oxygen coatings reactively sputter-deposited » - F. LAPOSTOLLE ; A. BILLARD ; J. VON STEBUT – Surface and Coatings Technology (2000) – pp. 1-7
- [LE BOUAR 2003] « Taking advantage of the concept of driven alloys to study the wear of swift train wheels » - Y. LE BOUAR ; L. CHAFFRON ; G. SAINT-AYES ; G. MARTIN – Scripta Materiala 49 (2003) – pp. 985-990
- [LEGIN-EYZOP 1999] « Cyclic contact fatigue of silicon nitride » - B. LEGIN-EYZOP, S. KARLSON – Wear 225-229 (1999) – pp. 1303-1308
- [LEGIN-EYZOP 2001] « Contact fatigue of silicon nitride » - B. LEGIN-EYZOP, S. KARLSON – Wear 249 (2001)– pp. 208-213
- [LEONI 1999] « (Ti,Cr)N and Ti/TiN PVD coatings on 304 stainless steel substrate : Texture and residual stress » - M. LEONI, P. SCARDI, S. ROSSI, L. FEDRIZZI, Y. MASSIANI – Thin Solid Films 345 n°2 (1999) – pp. 263-269
- [LEROY 1989] « Modélisation thermoélastique des revêtements de surface utilisés dans les contacts non lubrifiés » - J. M. LEROY – Thèse de doctorat en Génie Mécanique de l'Institut National des Sciences Appliquées de Lyon – N° d'ordre : 89 ISAL 0090 – décembre 1989.
- [LEVY 1980] « Studies of impact phenomena » - G. LEVY ; A. A. PARRY – Wear 64 (1980) – pp. 83-99

[LOUBET 1986] « Courbes d'indentation et effet d'échelle – Quelques cas expérimentaux » - J. L. LOUBET – Thèse de doctorat l'Ecole Centrale de Lyon – N° d'ordre : 86-49 – Décembre 1986

[LUGSCHEIDER 1999] « Structure and properties of PVD-coatings by means of impact tester » - E. LUGSCHEIDER ; O. KNOTEK ; C. WOLFF ; S. BÄRWULF – Surface and Coating Technology 116-119 (1999) – pp. 141-146

[MALAU 1996] « Détermination à l'aide de microindentations hertzienne et Vickers des propriétés micromécaniques de couches superficielles élaborées notamment par faisceaux lasers » - V. MALAU – Thèse de doctorat en Génie des Matériaux de l'Ecole Centrale de Lyon – N° d'ordre : 96-36 – Septembre 1996

[MARINES 2003] « An understanding of very high cycle fatigue of metals » - I. MARINES ; X. BIN ; C. BATHIAS – International Journal of Fatigue 25 (2003) – pp. 1101-1107

[MATTHEWS 1998] « Design aspects for advanced tribological surface coatings » - A. MATTHEWS, A. LEYLAND, K. HOLMBERG, H. RONKAINEN – Surface and Coatings Technology 100-101 (1998) – pp. 1-6

[MAURIN-PERRIER 1999] « Ultra hard TiBN coatings obtained by new plasma enhanced reactive sputter deposition » - P. MAURIN-PERRIER, C. HEAU, F. VAUX, J.M. POIRSON – Proc. Society of Vacuum Coaters 42<sup>nd</sup> Annual Technical Conference – 1999.

[MAURIN-PERRIER 2000] « Highly flexible coating system for tribological and wear coatings » - P. MAURIN-PERRIER, C. HEAU, J. M. POIRSON, K. METZGAR – Proc. Society of Vacuum Coaters 43<sup>rd</sup> Annual Technical Conference, Denver – pp. 305-310 – 2000

[MAURIN-PERRIER 2004] « Nouvelles voies tribologiques pour l'industrie mécanique » - P. MAURIN-PERRIER ; C. HEAU ; R. RIAND ; B. ENGELRIC – Proc. Etats Généraux de l'Ingénierie des Matériaux – ATTT Lyon – 25 juin 2004

[MENDIBIDE 2003] « Caractérisation de revêtements PVD nanostructurés à base de nitrures de métaux de transition pour application mécanique – Aspects chimiques, mécaniques et tribologiques » - C. MENDIBIDE – Thèse de doctorat en Génie des Matériaux de l'INSA de Lyon – octobre 2003

[MENG 1995] « Wear models and predictive equations : their form and content » - H. C. MENG ; K. C. LUDEMA – Wear 181-183 (1995) – pp. 443-457

[MEZIN 1995] « Aspects statistiques de la multifissuration unidirectionnelle des revêtements » - A. MEZIN – Acta metallurgica et materiala 43 n°8 (1995) – pp. 3151-3157

[MEZIN 2003] « An analytical solution for stress relaxation in cracked coatings » - A. MEZIN – Surface and Coatings Technology 166 (2003) – pp. 160-166

[MIANNAY 1995] « Mécanique de la rupture » - D. MIANNAY – Monographie de Materialogie – Les Editions de Physique (1995).

[MICHALSKI 2000] « An experimental study of diesel engine cam and follower wear with particular reference to the properties of the materials » - J. MICHALSKI ; J. MARSZALEK ; K. KUBIAK – Wear 240 (2000) – pp. 168-179

[MICHLER 2001] « Analysis of coating fracture and substrate plasticity induced by spherical indentors : diamond and diamond-like carbon layers on steel substrate » - J. MICHLER ; E. BLANK – Thin Solid Films 381 (2001) – pp. 119-134

[MINDLIN 1949] « Compliance of Elastic bodies in Contact » - R. D. MINDLIN – Journal of Applied Mechanics 16 (1949) – pp. 259-268

[MISHINA 1999] « Microscopic real time observation of failure, wear and deformation on coating/subsurface » - H. MISHINA – Tribology International 32 (1999) – pp. 137-144

[MOHRBACHER 1995] « The influence of humidity on the fretting behaviour of PVD TiN coatings » - H. MOHRBACHER ; B. BLANPAIN ; J. P. CELIS ; J. R. ROOS – Wear 180 (1995) – pp. 43-52

[MOULARD 1997] « Développement d'une technique de mesure *in situ* de contraintes dans les couches minces : application à la mesure des contraintes intrinsèque et thermique » - G. MOULARD – Thèse de doctorat en Génie des Matériaux de l'Université Jean Monnet - 1997

[NOBRE 1997] « Resistance of a ductile steel surface to spherical normal impact indentation : use of a pendulum machine » - J. P. NOBRE ; A. M. DIAS ; R. GRAS – Wear 211 (1997) – pp. 226-236

[NOUVEAU 2001] « Stress and structure profiles for chromium nitride coatings deposited by r. f. magnetron sputtering » - C. NOUVEAU ; M. A. DJOUADI ; O. BANAKH ; R. SANJINES ; F. LEVY – Thin Solid Films 398-399 (2001) – pp. 490-495

[ÖDFALK 1992] « An elastic-plastic model for fretting contact » – M. ÖDFALK ; O. VINGSBO – Wear 157 (1992) – pp. 435-444

[OETTEL 1995] « Residual stresses in PVD hard coatings » - H. OETTEL ; R. WIEDEMANN – Surface and Coatings Technology 76-77 (1995) – pp. 265-273

[OLLENDORF 1999] « A comparative study of adhesion test methods for hard coatings » - H. OLLENDORF ; D. SCHNEIDER – Surface and Coatings Technology 113 (1999) – pp. 86-102

[OLIVEIRA 1996] « An analysis of fracture and delamination in thin coatings subjected to contact loading » - S. A. G. OLIVEIRA ; A. F. BOWER – Wear 198 (1996) – pp. 15-32

[PASGRIMAUD 2004] « DLC : Lequel choisir pour les applications automobiles » - A. PASGRIMAUD ; F. LE STRAT – Proc. Etats Généraux de l'Ingénierie des Matériaux – ATTT Lyon – 23-25 juin 2004

[PAULIN 2005] « Effet de la rugosité de surface sur la fatigue de contact en roulement : approche théorique et expérimentale » - C. PAULIN ; F. VILLE ; P. SAINOT ; S. COULON ; T. LUBRECHT – Proc. 24<sup>èmes</sup> journées de printemps de la commission de Fatigue

des Matériaux de la SF2M – Fatigue et état de surface : du rôle des dégradations à l'effet des traitements superficiels – Senlis 10-11 mai 2005

[PERTUZ 2003] « L'indentation Vickers et Knoop des matériaux massifs ou revêtus : Dureté, ténacité et adhérence » - A. PERTUZ – Thèse de doctorat en Génie Mécanique de l'Université des Sciences et Technologies de Lille – Année 2003 – N° d'ordre 3379

[PEYRE 1998-a] « Experimental study of laser-driven shock waves in stainless steels » - P. PEYRE, L. BERTHE, X. SCHERPEREEL, R. FABBRO, E. BARTNICKI – Journal of Applied Physics 84 n°11 (1998) – pp. 5985-5992

[PEYRE 1998-b] « Laser-shock processing of aluminium coated 55C1 steel in water-confinement regime, characterization and application to high-cycle fatigue behaviour » - P. PEYRE, L. BERTHE, X. SCHERPEREEL, R. FABBRO – Journal of Materials Science 33 (1998) – pp. 1421-1429

[POLONSKY 1997] « An analysis of the effect of hard coatings on near-surface rolling contact fatigue induced by surface roughness » - I. A. POLONSKY ; T. P. CHANG ; L. M. KEER ; W. D. SPROUL – Wear 208 (1997) – pp. 204-219

[PRIEST 2000] « Automobile engine tribology – approaching the surface » - M. PRIEST ; C. M. TAYLOR – Wear 241 (2000) – pp. 193-203

[QUINN 2002] « Effect of loading rate upon conventional ceramic microindentation hardness » - G. D. QUINN ; P. J. PATEL ; I. LLOYD – Journal of Research of the National Institute of Standards Technology 107 n°3 (2002) – pp. 299-306

[RAMSEY 1991] « Modelling the contact response of coated systems » - P. M. RAMSEY ; H. W. CHANDLER ; T. F. PAGE – Surface and Coatings Technology 49 (1991) – pp. 504-509

[RANDALL 2001] « The effect of intrinsic parameters on the critical load as measured with the scratch test method » - N. X. RANDALL ; G. FAVARO ; C. H. FRUNKEL – Surface and Coatings Technology 137 (2001) – pp. 146-151

[RAVICHANDRAN 1995] « A micromechanical model for high strain rate behavior of ceramics » - G. RAVICHANDRAN ; G. SUBHASH – International Journal of Solids Structures 32 n°17-18 (1995) – pp. 2627-2646

[REBHOLTZ 1999] « Structure, mechanical and tribological properties of nitrogen containing chromium coatings prepared by reactive magnetron sputtering » - C. REBHOLTZ, H. ZIEGLE, A. LEYLAND, A. MATTHEWS – Surface and Coatings Technology 115 (1999) – pp. 222-229

[RECHO 1995] « Rupture par Fissuration des Structures » - N. RECHO – Edition Hermes – Traité des Nouvelles Technologies – Série Matériaux – 1995

[RIGAUD 2003] « Experiments and numerical results on non-linear vibrations of an impacting Hertzian contact – Part 1 : Harmonic excitation » - E. RIGAUD ; J. PERRET-LIAUDET – Journal of Sound and Vibration 265 (2003) – pp. 289-307

[ROBERTSON 2002] « Diamond-like amorphous carbon » - J. ROBERTSON – Materials Science and Engineering Reports 37 n°4-6 (2002) – pp. 129-281

[SABOT 1998] « Non-linear vibrations of a sphere-plane contact excited by a normal load » - J. SABOT ; P. KREMPF ; C. JANOLIN – Journal of Sound and Vibration 214 (1998) – pp. 359-375

[SACKFIELD 1983-a] « Some usefull results in the tangentially loaded hertzian contact problem » - A. SACKFIELD ; D. A. HILLS – Journal of Strain analysis 18 n°2 (1983) – pp. 107-110

[SACKFIELD 1983-b] « A note on the Hertz contact problem : a correlation of standard formulae » - A. SACKFIELD ; D. A. HILLS – Journal of Strain analysis 18 n°3 (1983) – pp. 195-197

[SAUGER 1997] « Contribution à l'étude de la Transformation Tribologique Superficielle en fretting » - E. SAUGER – Thèse de doctorat en Génie des Matériaux de l'Ecole Centrale de Lyon – N° d'ordre : 97-25 – Septembre 1997

[SAJID 2000] « Multifissuration unidirectionnelle des revêtements à caractère fragile : simulation numérique et étude d'échantillons industriels » - B. B. SAJID – Thèse de doctorat de l'Institut National Polytechnique de Lorraine – Juin 2000

[SCHLUND 1999-a] « Mechanical behaviour of PVD and CVD coated hard metals under cyclic loads » - P. SCHLUND, P. KINDERMANN, R. SCHULTE, H. G. SOCKEL, U. SCHLEINKOFER, K. GÖRTING, W. HEINRICH – International Journal of Refractory Metals and Hard Materials 17 (1999) – pp. 179-185

[SCHLUND 1999-b] « Mechanical behaviour of PVD and CVD coated hard metals under cyclic loads » - P. SCHLUND, P. KINDERMANN, R. SCHULTE, H. G. SOCKEL, U. SCHLEINKOFER, K. GÖRTING, W. HEINRICH – International Journal of Refractory Metals and Hard Materials 17 (1999) – pp. 193-199

[SEKKAL 2000] « Etude des transformations tribologiques de surface ou " TTS " induites par impacts à énergie contrôlée » - A. C. SEKKAL – Thèse de doctorat en Génie des Matériaux de l'Ecole Centrale de Lyon – N° d'ordre : 2000-31 – Décembre 2000

[SEKKAL 2005] « Tribologically transformed structure of titanium alloy (TiAl16V4) in surface fatigue induced by repeated impacts » - A. C. SEKKAL, C. LANGLADE, A. B. VANNES – Materials Science & Engineering A393 (2005) – pp. 140-146

[SKÅRE 2003] « Wear and frictional behaviour of high strength steel in stamping monitored by acoustic emission technique » - T. SKÅRE ; F. KRANTZ – Wear 255 (2003) – pp. 1471-1479

[STEINEBRUNNER 1996] « A novel impact tester operating at elevated temperatures for characterising hard coatings » - J. STEINEBRUNNER ; T. EMMERICH ; S. HECK ; I. MUNDER ; R. STEINBUCH – Surface and Coatings Technology 86-87 (1996) – pp. 748-752

[STOIBER 2001] « Fatigue properties of Ti-based hard coatings deposited onto tool steels » - J. STOIBER ; M. PANZENBÖCK ; C. MITTERER ; C. LUGMAIR – Surface and Coatings Technology 142-144 (2001) – pp. 117-124

[STRAWBRIDGE 1995] « Mechanical failure of thin brittle coatings » - A. STRAWBRIDGE ; H. E. EVANS – Engineering Failure Analysis 2 (1995) – pp. 85-103

[SU 1998-a] « Tension and fatigue behavior of a PVD TiN-coated material » - Y. L. SU, S. H. YAO, C. S. WEI, C. T. WU – Thin Solid Films 315 (1998) – pp. 153-158

[SU 1998-b] « Evaluation on the tension and fatigue behavior of various PVD coated materials » - Y. L. SU, S. H. YAO, C. S. WEI, C. T. WU – Thin Solid Films 322 (1998) – pp. 218-224

[SU 1999] « Influence of single and multilayer TiN films on the axial tension and fatigue performances of AISI 1045 steel » – Y. L. SU, S. H. YAO, C. S. WEI, W. H. KAO, C. T. WU – Thin Solid Films 338 (1999) – pp. 177-184

[SUBRAMANIAN 1993] « Influence of substrate roughness on the scratch adhesion of titanium nitride coatings » - C. SUBRAMANIAN ; K. N. STRAFFORD ; T. P. WILKS ; L. P. WARD ; W. Mc MILLAN – Surface and Coatings Technology 62 (1993) – pp. 529-535

[SUNDARARAJAN 1983] « An analysis of the localisation of deformation and weight loss during single-particle normal impact » - G. SUNDARARAJAN – Wear 84 n°2 (1983) – pp. 217-235

[TABOR 1951] « The Hardness of Metals » - D. TABOR – Oxford Classic Texts in the physical sciences – 1951.

[TAYLOR 1998] « Automobile engine tribology – design considerations for efficiency and durability » - C. M. TAYLOR – Wear 221 (1998)– pp. 1-8

[TRICOTEAUX 2003] « Fretting wear of CrN and Cr<sub>2</sub>N coatings » - A. TRICOTEAUX ; P. Y. JOUAN ; J. D. GUERIN ; J. MARTINEZ ; A. DJOUADI – Surface and Coatings Technology 174-175 (2003)– pp. 440-443

[TSUI 1995] « Nanoindentation and nanoscratching of hard carbon coatings for magnetic disks » - T. Y. TSUI, G. M. PHARR, W. C. OLIVER, C. S. BHATIA, R. L. WHITE, S. ANDERS, A. ANDERS, I. G. BROWN – Materials Research Society Symposium Proceedings Vol. 383 Mechanical Behavior of Diamond and other forms of carbon (1995)– pp. 447-452

[VINCENT 1992] « Mechanics and materials in fretting » - L. VINCENT, Y. BERTHIER, M. C. DUBOURG, M. GODET – Wear 153 (1992)– pp. 135-148

[VINGSBO 1993] « Gross slip criteria in fretting » - O. VINGSBO ; J. SCHÖN – Wear 163-164 (1993) – pp. 347-356

[VOEVODIN 1995] « Dynamic impact wear of TiC<sub>x</sub>N<sub>y</sub> and Ti-DLC composite coatings » - A. A. VOEVODIN ; A. BANTLE ; A. MATTHEWS – Wear 185 (1995) – pp. 151-157

[WARREN 1978] « Measurement of the fracture properties of brittle solids by hertzian indentation » - R. WARREN – Acta Metallurgica 26 (1978)– pp. 1759-1769

[WEPPELMANN 1996] « Investigation of the stresses and stress intensity factors responsible for fracture of thin protective films during ultra-micro indentation tests with spherical indenters » - E. WEPPELMANN ; M. V. SWAIN – Thin Solid Films 286 (1996)– pp. 111-121

[WIKLUND 1997] « Multilayer cracking resistance in bending » - U. WIKLUND ; P. HEDENQVIST ; S. HOGMARK – Surface and Coatings Technology 97 (1997)– pp. 773-778

[WIKLUND 1999] « Influence of residual stresses on fracture and delamination of thin hard coatings » - U. WIKLUND ; J. GUNNARS ; S. HOGMARK – Wear 232 (1999) – pp. 262-269

[XIE 2000] « A controlled scratch test for measuring the elastic property, yield stress and contact stress-strain relationship of a surface » - Y. XIE ; H. M. HAWTHORNE – Surface and Coatings Technology 127 (2000) – pp. 130-137

[YABUKI 1999] « Theoretical equation of the critical impact velocity in solid particles impact erosion » - A. YABUKI ; M. MATSUMURA – Wear 233-235 (1999) – pp. 476-483

[ZAMBELLI 1998] « Matériaux et contacts – Une approche tribologique » - G. ZAMBELLI, L. VINCENT – Presses Polytechniques et Universitaires Romandes – 1998

[ZANORIA 1998] « Effects of machined surface condition on the repeated impact behavior of silicon nitride » - E. S. ZANORIA ; P. J. BLAU – Wear 218 (1998) - pp. 66-77

[ZANORIA 2004] « Characterisation of thin metallurgical coating systems by repetitive inclined impact test in dry condition » - E. S. ZANORIA ; L. E. SEITZMAN – Surface and Coatings Technology 182 (2004) - pp. 161-170

[ZENG 1992-a] « The hertzian stress field and formation of cone cracks – I. Theoretical approach » - K. ZENG, K. BREDER, D. J. ROWCLIFFE – Acta Metallurgica et Materiala 40 n°10 (1992)– pp. 2595-2600

[ZENG 1992-b] « The hertzian stress field and formation of cone cracks – II. Determination of fracture toughness » - K. ZENG, K. BREDER, D. J. ROWCLIFFE – Acta Metallurgica et Materiala 40 n°10 (1992)– pp. 2601-2605

[ZHANG 1996] « A study on the behavior of adiabatic shear bands in impact wear » - B. ZHANG ; W. SHEN ; Y. LIU ; X. TANG ; Y. WANG – Wear 198 (1996) – pp. 287-292

[ZHANG 1997] « Microstructures of surface white layer and internal white adiabatic shear band » - B. ZHANG ; W. SHEN ; Y. LIU ; X. TANG ; Y. WANG – Wear 211 (1997) – pp. 164-168

[ZHANG 1998] « Some factors influencing adiabatic shear banding in impact wear » - B. ZHANG ; W. SHEN ; Y. LIU ; R. ZHANG – Wear 214 (1998) – pp. 259-263

**Internet :**

Société CemeCon - Allemagne  
<http://www.cemecon.de>

Cours vibro-acoustique et traitement du signal  
<http://www.etsmtl.ca>

Ecole Centrale de Lyon - France  
<http://www.ec-lyon.fr>

Société HEF - France  
<http://www.hef.fr>

Inist – France  
<http://www.inist.fr>

Science direct  
<http://www.science-direct.com>

**Colloques et congrès :**

Journées Francophones de Tribologie – Ecole des Mines de Nancy – mai 2003

14<sup>th</sup> International Colloquium Tribologie 2004 – Technische Akademie Esslingen – 13-15 janvier 2004

ATTT - Etats Généraux de l'Ingénierie des Matériaux – Palais des Congrès Lyon – 23-25 juin 2004

SF2M – 24<sup>èmes</sup> journées de Printemps : Fatigue et état de surface : du rôle des dégradations de surface à l'effet des traitements superficiels – Senlis – 10-11 mai 2005

**Articles publiés :**

Esslingen  
« Drawing of superficial fatigue behaviour map of PVD coatings for mechanical purpose » - C. Langlade, A. B. Vannes, F. Ledrappier, Y. Gachon – 14<sup>th</sup> international colloquium tribology – Tribology and Lubrication Engineering – Esslingen 13-15 janvier 2004 – pp. 599-604

ATTT  
« Etablissement de cartes de tenue à la fatigue superficielle de dépôts PVD pour applications mécaniques » - F. Ledrappier, Y. Gachon, C. Héau, C. Langlade, A. B. Vannes - Etats généraux de l'ingénierie des matériaux – ATTT – Lyon 23-25 juin 2004

SF2M

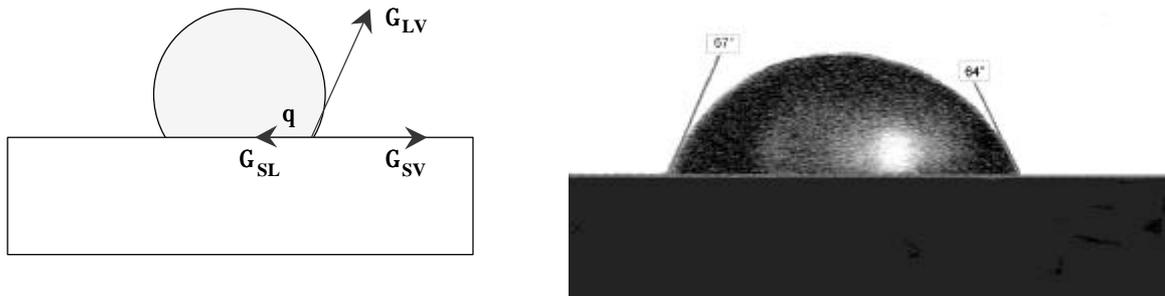
« Etude de la tenue en fatigue superficielle de dépôts PVD pour applications mécaniques » -  
F. Ledrappier, Y. Gachon, C. Héau, C. Langlade, A. B. Vannes – Recueil des  
communications des 24èmes Journées de Printemps de la Commission de Fatigue des  
Matériaux de la SF2M – Fatigue et état de surface : du rôle des dégradations de surface à  
l'effet des traitements superficiels – Senlis 10-11 mai 2005

# **ANNEXES**

## ANNEXE 1

### Mesure des énergies de surface par le test de la goutte

L'énergie de surface d'un matériau solide est déterminée à partir de mesures d'angle de goutte. La mesure de l'angle formé par une goutte d'un liquide donné déposée sur la surface du poussoir dépend de l'énergie des interfaces solide/air, solide/liquide et liquide/air. Le schéma de la Figure 85 illustre la mesure de l'angle de goutte.



**Figure 85** Mesure de l'angle de goutte

$\theta$  désigne l'angle mesuré de la goutte

$\Gamma_{LV}$  est l'énergie à la surface liquide/air

$\Gamma_{SV}$  est l'énergie à l'interface solide/air

$\Gamma_{SL}$  est l'énergie à l'interface solide/liquide

Les expressions mathématiques – basées sur le modèle d'Owens et Wendt – permettant de déterminer l'énergie des surfaces à partir des angles de gouttes sont données en annexes. Ces expressions supposent que les surfaces soient parfaitement polies. Les surfaces préparées industriellement, destinées aux poussoirs, n'étant pas parfaitement planes, les aspérités influencent l'étalement des gouttes – présence de bulles d'air dans les vallées, augmentation de la surface de contact réelle entre le liquide et le solide...

Les énergies de surface à chaque interface s'équilibrent selon la relation de Young :

$$(90) \quad \Gamma_s = \Gamma_{s-L} + \Gamma_L \cdot \cos\theta$$

Le modèle proposé par Owens et Wendt décompose l'énergie de surface totale en deux composantes : une polaire et une dispersive.

$$(91) \quad \Gamma_s = \Gamma_s^d + \Gamma_s^p$$

$$(92) \quad \Gamma_L \cdot (1 - \cos\theta) = 2 \cdot \sqrt{\Gamma_s^d \cdot \Gamma_L^d} + 2 \cdot \sqrt{\Gamma_s^p \cdot \Gamma_L^p}$$

Cette approche nécessite donc l'utilisation de deux liquides avec des énergies de surface différentes pour déterminer les deux composantes de l'énergie de surface d'un solide. L'eau et le diiodométhane sont couramment utilisés.

Pour l'eau :

$$\hookrightarrow \Gamma_{L1}^p = 51 \text{ mJ/m}^2$$

$$\hookrightarrow \Gamma_{L1}^d = 21,8 \text{ mJ/m}^2$$

Pour le diiodométhane :

$$\begin{aligned} \Rightarrow \Gamma_{L2}^p &= 2,3 \text{ mJ/m}^2 \\ \Rightarrow \Gamma_{L2}^d &= 48,5 \text{ mJ/m}^2 \end{aligned}$$

A partir de ces données, les composantes polaires et dispersives de l'énergie de surface d'un solide peuvent être déduites de la mesure des angles de goutte :

$$(93) \quad \Gamma_S^d = \frac{\Gamma_{L2} \cdot (1 + \cos \theta_2) - \Gamma_{L1} \cdot (1 + \cos \theta_1) \cdot \sqrt{\frac{\Gamma_{L2}^p}{\Gamma_{L1}^p}}}{2 \cdot \left( \sqrt{\Gamma_{L2}^d} - \sqrt{\Gamma_{L1}^d} \cdot \sqrt{\frac{\Gamma_{L2}^p}{\Gamma_{L1}^p}} \right)}$$

$$(94) \quad \text{Et : } \Gamma_S^p = \frac{(\Gamma_{Li} \cdot (1 + \cos \theta_i) - 2 \cdot \sqrt{\Gamma_S^d \cdot \Gamma_{Li}^d})^2}{4 \cdot \Gamma_{Li}^p}$$

Afin de garantir une qualité des résultats satisfaisante, quelques précautions doivent être prises avant de réaliser les mesures. Tout d'abord, les liquides utilisés, ainsi que la surface de l'échantillon doivent être propres. La surface de l'échantillon étudié doit être nettoyé soigneusement à l'acétone puis étuvée afin d'évacuer l'eau et le solvant utilisé pour le dégraissage adsorbé à la surface de l'échantillon. Après refroidissement de la pièce, seulement, la goutte peut être déposée délicatement sur l'échantillon en approchant doucement l'échantillon de la goutte formée à l'extrémité de la seringue. Ensuite, la mesure de l'angle de goutte doit être fait assez rapidement, en raison de l'évaporation de la goutte. Pour cela, une caméra CCD est utilisée pour acquérir des images de la goutte déposée. Les angles de goutte sont ensuite déterminés à l'aide d'un logiciel d'analyse d'image. Pour des raisons statistiques, il a été jugé utile de calculer un angle moyen sur quatre gouttes de chaque liquide et sur chaque échantillon. Sur chaque goutte, les deux angles opposés seront mesurés.

L'appréciation de l'angle de la goutte par l'utilisateur n'étant pas très précise, il est possible d'améliorer la précision des mesures par des considérations géométriques en faisant l'hypothèse que les gouttes sont des calottes sphériques. L'impact de l'incertitude sur la mesure de l'angle de goutte sur la valeur d'énergie de surface calculée étant faible, ces approches n'ont pas été jugées nécessaires.

Une analyse des expressions (92) et (93) suggère que lorsque le mouillage est parfait, *i.e.* l'angle de goutte tend vers 0, l'énergie de surface du solide dépend des liquides utilisés. En fait, ce cas de figure signifie que l'énergie de surface du liquide est négligeable devant celle du solide. C'est le cas pour les métaux dont l'énergie de surface dépasse 1 J/m<sup>2</sup> voir 2 J/m<sup>2</sup> comme le tungstène. Par conséquent, pour mesurer l'énergie de surface de tels solides, il est recommandé d'utiliser des liquides à très grande énergie de surface, comme du mercure.

## ANNEXE 2

### Théorie de Hertz et contacts élastoplastiques

#### 1. Contacts élastiques bille / plan : théorie de Hertz

Le champ de contraintes généré dans le matériau par ce contact peut être défini analytiquement mais par des expressions lourdes à exploiter. Cependant, lorsque le contact est sans frottement –  $\mu=0$  – des simplifications apparaissent sur l'axe de symétrie du contact –  $r=0$  – ou dans le plan contenant la surface de contact –  $z=0$  – et l'expression des contraintes dans ces conditions met en évidence des éléments importants dans la description des contacts de Hertz. Les équations (95) et (96) décrivent les contraintes dans le plan contenant la surface de contact respectivement dans la zone de contact –  $r < a$  – et autour de la zone de contact. Elle peuvent être déduites des équations proposées dans exprimées dans un repère cartésien. L'axisymétrie du contact permet de simplifier ces expressions en se plaçant en  $z = 0$  – surface – et en  $y = 0$ .

$$(95) \quad z = 0 ; r \in [0; a] :$$

$$\begin{aligned} s_{rr} &= p_0 \cdot (G(r) - \sqrt{1-r^2}) \\ s_{\theta\theta} &= p_0 \cdot (-G(r) - 2n\sqrt{1-r^2}) \\ s_{zz} &= p_0 \cdot (-\sqrt{1-r^2}) \end{aligned}$$

$$(96) \quad z = 0 ; r \geq a :$$

$$\begin{aligned} s_{rr} = -s_{\theta\theta} &= p_0 \cdot \left( \frac{1-2n}{3r^2} \right) \\ s_{zz} &= 0 \end{aligned}$$

$$\text{Avec : } G(r) = \frac{1-2n}{3r^2} \cdot \left[ 1 - (1-r^2)^{\frac{3}{2}} \right] \text{ et } r = \frac{r}{a}$$

Les contraintes sous la surface, le long de l'axe de symétrie du contact sont définies par la relation (97) :

$$(97) \quad z < 0; r = 0 \Rightarrow \begin{cases} s_{zz} = -p_0 \cdot \left( \frac{1}{1+z^2} \right) \\ s_{rr} = s_{\theta\theta} = p_0 \cdot \left[ -(1+n) \left( 1 - z \tan^{-1} \left( \frac{1}{z} \right) \right) + \frac{1}{2 \cdot (1+z^2)} \right] \end{cases}$$

$$\text{Avec : } z = \frac{z}{a}$$

Les contraintes de cisaillement étant nulles sur toute la surface ainsi que sur l'axe de symétrie du contact, ces contraintes radiales, tangentielles et normales ainsi définies sont des contraintes principales. Cette observation rend la définition des contraintes équivalentes au sens de Tresca particulièrement commode. Ainsi, sur l'axe de symétrie du contact :

$$(98) \quad s_{Tresca} = \frac{1}{2} \max \left( |s_{rr} - s_{\theta\theta}|, |s_{\theta\theta} - s_{zz}|, |s_{zz} - s_{rr}| \right) = \frac{s_{rr} - s_{zz}}{2}$$

Les graphiques de la Figure 86 présentent les profils des différentes composantes non nulles du tenseur des contraintes en surface – a – et sur l'axe de symétrie du contact – b – ainsi que les contraintes équivalentes au sens de Tresca.

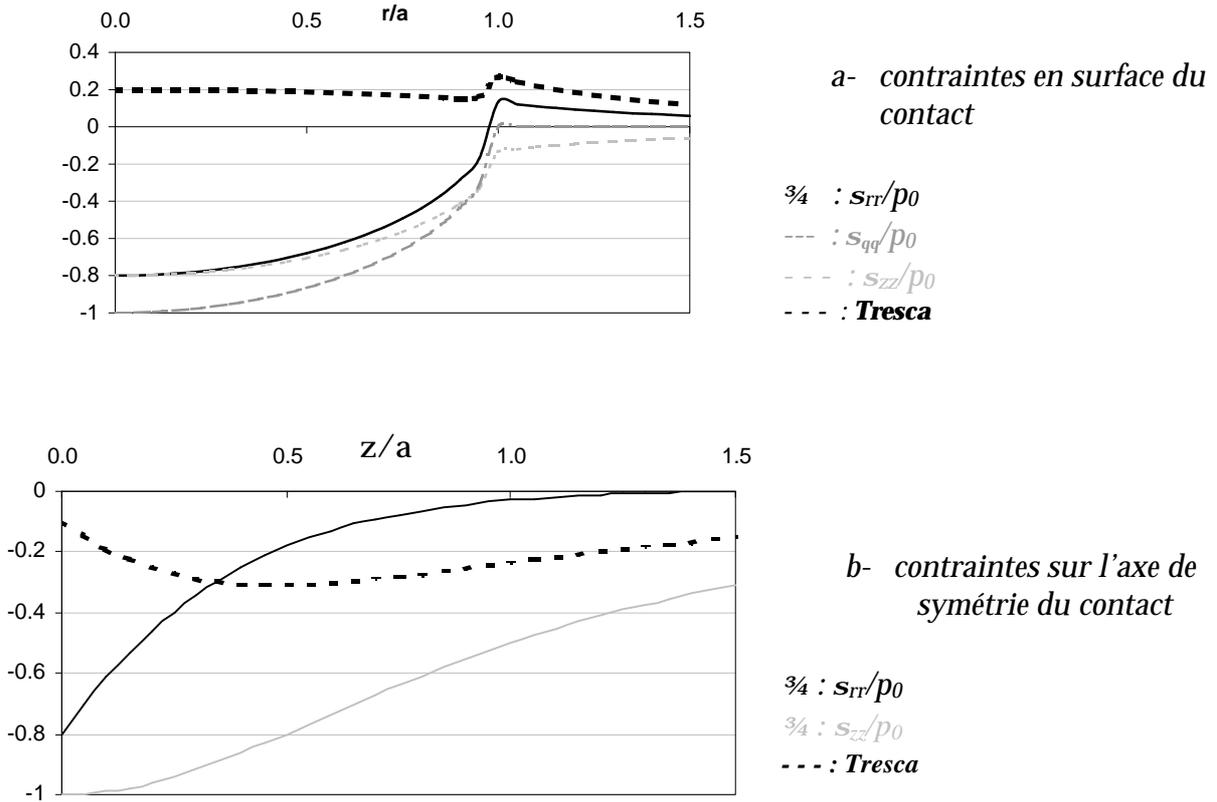


Figure 86 Profils de chargement.

## 2. Chocs élastoplastiques

Lorsque le rayon de courbure de l'indenteur  $R$  est grand devant le rayon du contact  $a$ , la pénétration  $h$  peu s'écrire :

$$(99) \quad h = \frac{a^2}{R}$$

Les termes de l'expression du travail d'indentation peuvent être calculés comme suit :

$$(100) \quad W_{\text{élastique}} = \frac{8}{15} \cdot \frac{E^*}{R} \cdot a^5 \text{ pour } a \leq a_y$$

$$(101) \quad W_{\text{élasto-plastique}} = \frac{1}{18} \cdot p^2 \cdot \left( \frac{Y}{E^*} \right) \cdot \left( \frac{a}{R} \right)^3 \left[ \frac{7}{9} + \frac{7}{3} \cdot \ln \left( \frac{aE^*}{3YR} \right) + \ln^2 \left( \frac{aE^*}{3YR} \right) \right]_{a_y}^a \text{ pour } a \in [a_y; a_p]$$

$$(102) \quad \text{Et : } W_{\text{plastique}} = \left[ \frac{2,8}{4} Y \cdot \frac{a^4}{R} + 5,9 \cdot \frac{Y}{E^*} a^3 \right]_{a_p}^a \text{ pour } a \geq a_p$$

Cette analyse énergétique des impacts permet de prévoir le rayon et la profondeur des empreintes laissées par le projectile, mais aussi l'énergie cinétique du projectile au rebond en calculant le travail élastique total lors de l'impact :

$$(103) \quad W_{\text{rebond}} = \frac{3p^2}{10} \cdot \frac{a^3}{E^*} \cdot p^2$$

### ANNEXE 3

#### Détermination d'une fonction correctrice pour modéliser les dépôts épais

Dans le cas d'une indentation par un poinçon rigide, l'évolution de l'enfoncement d'un indenteur en fonction de l'épaisseur d'un revêtement peut être déterminée en assimilant les différentes couches à des raideurs montées en série. Si le rayon du poinçon est grand devant l'épaisseur du dépôt, la raideur équivalente s'écrit [GEORGES 2000] :

$$(104) \quad \frac{1}{K} = \frac{1}{K_d} + \frac{1}{K_s}$$

$K_{eq}$  désigne la raideur équivalente de l'ensemble dépôt + substrat

$K_d$  et  $K_s$  désignent respectivement la raideur apparente du dépôt et du substrat

Ces raideurs sont reliées aux modules de Young et à la géométrie du contact par les formules :

$$(105) \quad K_d = p \cdot a^2 \cdot \frac{E_d}{h} \quad \text{et} \quad K_s = 2 \cdot E_s \cdot a$$

$a$  est le rayon du contact

$h$  est l'épaisseur du dépôt

$E_d$  et  $E_s$  désignent respectivement le module de Young du dépôt et du substrat

Si l'épaisseur du dépôt n'est pas négligeable devant le rayon du poinçon, les rigidités apparentes du dépôt et du substrat peuvent être ajustés à l'aide d'une fonction correctrice multiplicative  $f(a)$ . Cette fonction correctrice peut être déterminée dans le cas du poinçon en considérant que la raideur équivalente du dépôt est une constante surfacique. Cette hypothèse donne la relation différentielle suivante :

$$(106) \quad K_d = p \cdot a^2 \cdot \frac{E_d}{h} \cdot f(a) = \iint_S \frac{E_d}{h} \cdot f(r) \cdot r \cdot dr \cdot dq$$

$S$  est la surface de contact

$r$  et  $q$  sont les coordonnées polaires d'un point appartenant à la surface de contact

La dérivation de la relation (106) donne :

$$(107) \quad \int_0^a f(r) \cdot r \cdot dr = f(a) \cdot a^2 \Leftrightarrow f(a) \cdot a \cdot da = \frac{df}{da} \cdot a^2 + 2a \cdot f(a) \Leftrightarrow f(a) + \frac{df}{da} \cdot a = 0$$

$$\Leftrightarrow \frac{df}{f} = -\frac{da}{a} \Leftrightarrow \ln(f) = -\ln(a) + A \Leftrightarrow f(a) = \frac{A}{a}$$

Ce qui donne, sans oublier la constante d'intégration perdue lors de la dérivation précédente :

$$(108) \quad f(r) = \frac{A}{r} + B$$

Où  $A$  et  $B$  sont des constantes d'intégration

Lorsque le rayon du contact tend vers l'infini, le dépôt peut être considéré comme infiniment mince. Cette condition à l'infini donne :

$$(109) \quad a \gg h \Rightarrow f(a) = 1 \Leftrightarrow B = 1$$

Lorsque le rayon du contact est très petit devant l'épaisseur du dépôt, le dépôt peut être considéré comme infiniment épais et l'influence du substrat est négligeable :

$$(110) \quad a \rightarrow 0 \Rightarrow K_d = 2 \cdot E_d \cdot a \Rightarrow A = \frac{2h}{p}$$

Lorsque le module de Young du dépôt est égal à celui du substrat, la raideur équivalente totale est égale à la raideur apparente du substrat seul. La fonction correctrice  $f$  doit donc également être appliquée à l'expression de  $K_s$  afin de vérifier cette condition limite. L'expression de la rigidité équivalente de l'ensemble est donc :

$$(111) \quad \frac{1}{K} = \left(1 + \frac{2h}{p \cdot a}\right) \left(\frac{h}{p \cdot a^2 \cdot E_d} + \frac{1}{2 \cdot E_s \cdot a}\right)$$

Ce raisonnement n'est pas directement applicable au cas bille / plan puisque le rayon du contact varie non linéairement avec la charge et la raideur apparente du contact n'est plus constante. Cependant, la fonction correctrice polynomiale  $f$  permet de décrire l'évolution des conditions de contact dans la zone d'ombre entre les hypothèses de dépôt infiniment mince et de dépôt infiniment épais. La pression maximale de contact et le rayon de la zone de contact évoluent avec l'épaisseur du dépôt de la manière suivante :

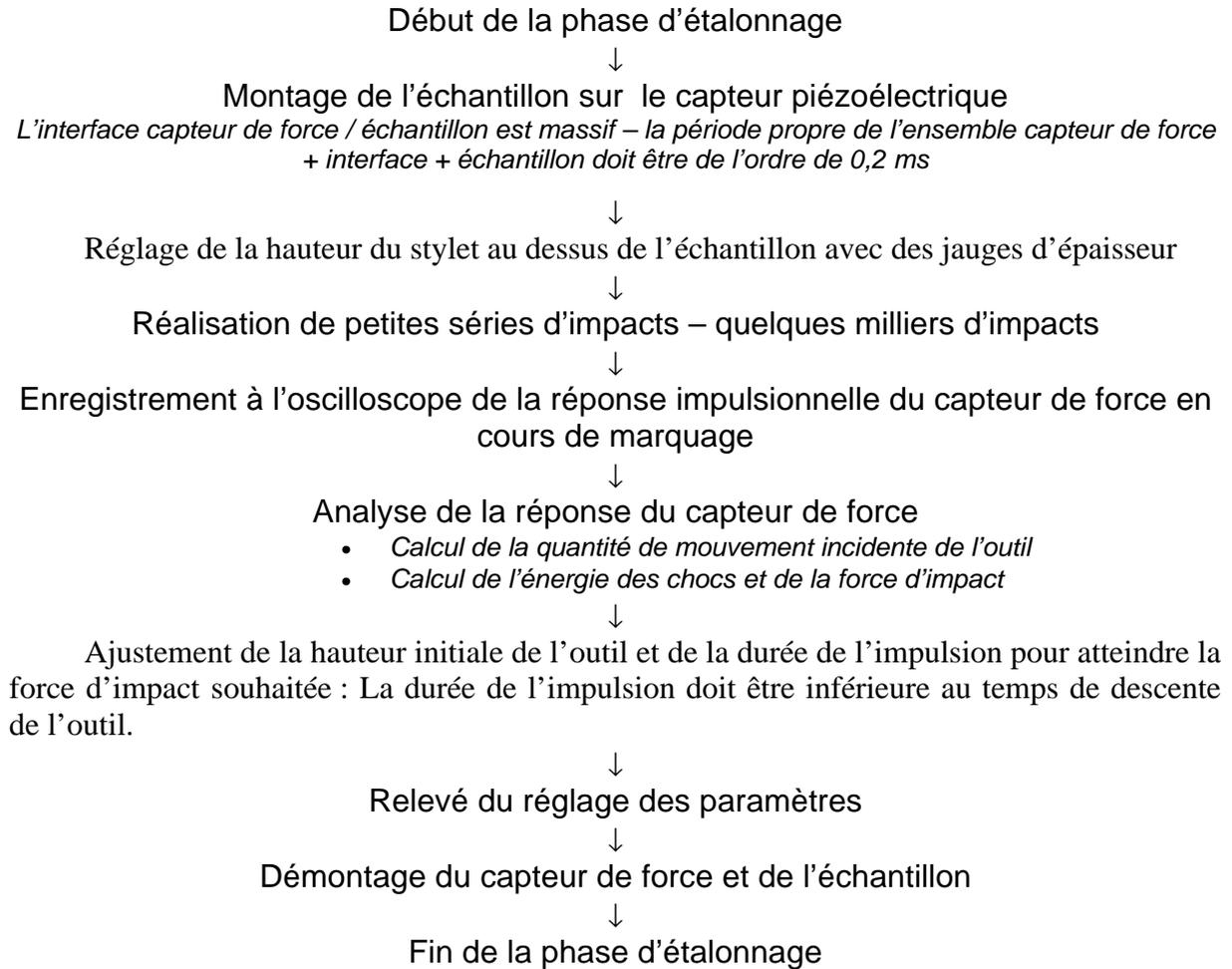
$$(112) \quad g(h) = g_a + \frac{1}{1 + \frac{2h}{p \cdot a}} \cdot (g_s - g_a)$$

Où  $g$ ,  $g_s$  et  $g_a$  désignent les valeurs prises par une grandeur – rayon de la zone de contact, pression de contact – respectivement pour un dépôt d'épaisseur  $h$ , pour un dépôt infiniment mince et dans le cas d'un dépôt infiniment épais.

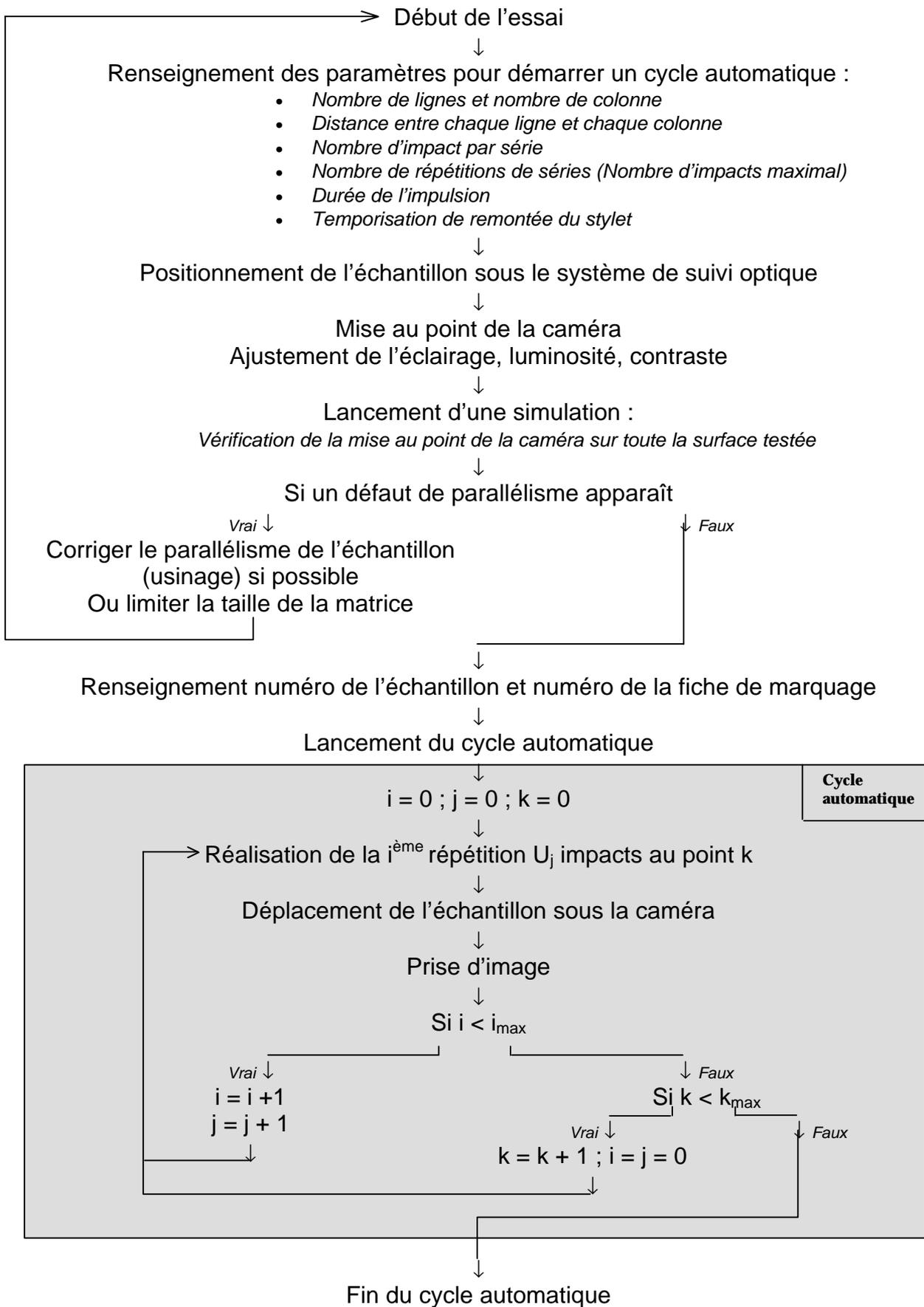
$a$  est le rayon du contact, en première approximation, le calcul peut être effectué en prenant sa valeur sur le substrat non revêtu.

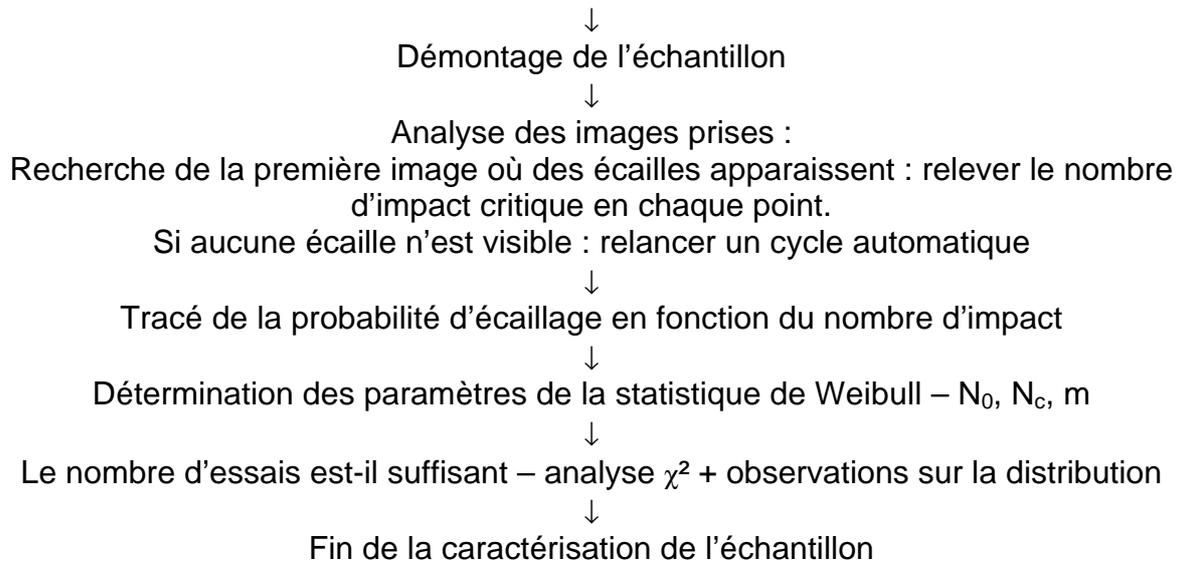
## ANNEXE 4

### Mode opératoire pour l'étalonnage du banc de chocs répétés :



## Mode opératoire pour la caractérisation d'un dépôt par chocs répétés





## AUTORISATION DE SOUTENANCE

Vu les dispositions de l'arrêté du 25 avril 2002,

Vu la demande du Directeur de Thèse

Madame C. LANGLADE

et les rapports de

Monsieur G. INGLEBERT  
Professeur des Universités - LISMM EA2336 - Supméca - 3, rue Fernand Hainaut - 93407 SAINT-OUEN  
cedex

et de

Monsieur J. VON STEBUT  
Directeur de Recherche CNRS - LSGS - INPL - Parc de Saurupt - 54042 NANCY cedex

**Monsieur LEDRAPPIER Florent**

est autorisé à soutenir une thèse pour l'obtention du grade de **DOCTEUR**

**Ecole doctorale MATERIAUX**

Fait à Ecully, le 22 septembre 2005



P/Le Directeur de l'E.C.L.  
Le Directeur des Etudes

A handwritten signature in black ink, appearing to be "F. Leboeuf".

F. LEBOEUF