



**HAL**  
open science

**Etude du comportement élastique et plastique de revêtements élaborés par projection plasma : Mise au point d'une méthode de caractérisation des propriétés mécaniques par perforation et comparaison avec les propriétés obtenues par indentation**

Claudia Palacio Espinosa

► **To cite this version:**

Claudia Palacio Espinosa. Etude du comportement élastique et plastique de revêtements élaborés par projection plasma : Mise au point d'une méthode de caractérisation des propriétés mécaniques par perforation et comparaison avec les propriétés obtenues par indentation. Matériaux. Université de Limoges, 2016. Français. NNT : 2016LIMO0129 . tel-01522635

**HAL Id: tel-01522635**

**<https://theses.hal.science/tel-01522635v1>**

Submitted on 15 May 2017

**HAL** is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

**UNIVERSITE DE LIMOGES**

ECOLE DOCTORALE Sciences et Ingénierie en Matériaux, Mécanique,  
Energie et Aéronautique - SIMMEA

Laboratoire Science des Procédés Céramiques et de Traitements de Surface –

UMR CNRS 7315

Thèse

pour obtenir le grade de

**DOCTEUR DE L'UNIVERSITÉ DE LIMOGES**

Discipline / Spécialité : Matériaux céramiques et traitements de surface

présentée et soutenue par

**Claudia Constanza PALACIO ESPINOSA**

le 15 décembre 2016

**Étude du comportement élastique et plastique de revêtements élaborés  
par projection thermique : Mise au point d'une méthode de  
caractérisation des propriétés mécaniques par perforation et  
comparaison avec les propriétés obtenues par indentation**

Thèse dirigée par Hélène AGEORGES et Didier CHICOT

JURY :

Président du jury

M. Joseph ABSI, Professeur, Université de Limoges

Rapporteurs

M. Hanlin LIAO, Professeur, Université de Technologie de Belfort Montbéliard

M. Gérard MAUVOISIN, Maître de Conférences HDR, IUT de Rennes 1

Examineurs

M. Joseph ABSI, Professeur, Université de Limoges

Mme Hélène AGEORGES, Maître de Conférences HDR, Université de Limoges

M. Didier CHICOT, Professeur, Université de Lille – Sciences et Technologies

Mme Mariana STAIA, Professeur, Escuela de Ingeniería Metalúrgica y Ciencia de los  
Materiales - Facultad de Ingeniería, Universidad Central de Venezuela

M. Fabio VARGAS, Professeur, Departamento de Ingeniería de Materiales – Facultad  
de Ingeniería, Universidad de Antioquia

Invité

M. Nicolas TESSIER DOYEN, Maître de Conférences, Université de Limoges



À mes amours : Susana et Fabio

À mes parents

– À Dieu –





## Remerciements

Aux membres du jury pour avoir accepté de lire mon manuscrit et participer au jury de ma thèse. J'adresse, mes remerciements à Monsieur Hanlin LIAO, professeur de l'Université de Technologie de Belfort Montbéliard (Belfort -France) et à Monsieur Gérard MAUVOISIN, professeur de l'IUT de Rennes 1 (Rennes-France), pour avoir accepté d'être rapporteurs de ce travail.

Je remercie également Madame Mariana STAIA, professeur de l'Universidad Central de Caracas (Caracas-Venezuela) ; Monsieur Fabio VARGAS, professeur de l'Universidad de Antioquia (Medellín-Colombie), Monsieur Joseph ABSI, professeur de l'Université de Limoges (Limoges-France) et Monsieur Nicolas TESSIER DOYEN, maître de conférences de l'Université de Limoges (Limoges-France), pour leur participation à mon jury de thèse.

Mes reconnaissances sincères vont à mes encadrants de thèse, Mme Ageorges et Mr Chicot, qui pleins de sagesse ont été assez patients avec moi et m'ont aidé à arriver au but sans abandonner ma recherche avec leurs mots d'encouragements qui plus d'une fois m'ont vraiment touchés.

Je remercie sincèrement le laboratoire SPCTS pour m'avoir accueilli et intégré aux activités scientifiques organisées ; les responsables des plateformes de caractérisation et tout le personnel qui ont toujours été disponibles pour m'aider lors de mes manip. Également, un grand merci aux groupes GYPIMME et GYMACIR de l'Université d'Antioquia à Medellín où j'ai pu réaliser une partie essentielle des manip et plus particulièrement un grand merci à Maria Esperanza LÓPEZ GÓMEZ et Fabio VARGAS GALVIS.

J'adresse mes sincères remerciements au doyen de l'École de Sciences Basiques et Humaines de l'Université Eafit Monsieur Jorge GIRALDO RAMÍREZ et à Madame Patricia GÓMEZ PALACIOS responsable du Département des Sciences qui ont contribué et m'ont motivé pour la réalisation de mes études doctorales. Je tiens également à remercier Ph.D. Felix LONDOÑO Directeur de la Recherche à l'Université

qui a autorisé le financement de cette thèse par des projets de recherche et a toujours été soutenu financièrement mes déplacements entre la Colombie et la France.

À Guillermo ANGARITA pour tout son soutien et appui logistique lors de la réalisation des manip, pour le traitement des données et les discussions autour du sujet de la thèse, mes mots de remerciements pour toutes ses contributions ne seront pas suffisants.

À Katherine ARISTIZABAL et Andrés Felipe DÍAZ pour la participation à l'étude d'une partie de mes échantillons lors de leurs stages d'Ingénierie et de Master qui a enrichi largement mes résultats finaux, je les remercie.

Merci également à Tatiana, Maria Isabel, Mariana et Anderson qui ont voulu s'initier dans le monde de la recherche en s'approchant de cette thèse, leurs travaux ont apporté une pierre à l'édifice et qui aujourd'hui ont décidé de poursuivre leurs rêves scientifiques à différents endroits en France.

À Lise et Seb, mes frères en France qui m'ont ouvert les portes chez eux et chez leurs familles pour m'accueillir et m'ont fait découvrir la culture française, je les remercie. Très spécialement à la mémoire de Monique et Daniel que je garderai toujours dans mon cœur comme mes parents en France (merci Lise et Seb pour avoir partagé vos parents avec moi).

Merci aux filles du labo à Limoges pour avoir toujours été le support de mes jours difficiles, nos discussions à la compagnie des vins à l'Esprit du Vin ont été l'abri pour recharger les batteries.

Merci à Daniela de Medellín pour m'encourager lors de la rédaction finale de cette thèse.

Je souhaiterais également dire un immense merci à toute ma famille qui m'a soutenu, réconforté et encouragé à tout moment, ainsi qu'à doña Carmen, qui, en s'occupant de garder ma petite Susana, m'a permis d'avoir du temps pour reprendre la thèse après mon congé de maternité.

Enfin, toute ma gratitude, ma reconnaissance et mon admiration vont à Fabio, qui m'a accompagné et a été très proche à chaque pas de cette aventure ; il m'a guidé et m'a fourni des conseils et son appui pour avancer et finir cette recherche et ce manuscrit. Et, pour terminer, merci à ma belle petite Susana qui est devenue le moteur de ma vie par son amour et ses sourires, les deux années de retard à la soutenance de ma thèse ne sont rien à côté du bonheur qu'elle nous apporte à son papa et à moi, bisous à mon rayon de soleil.



# Table des matières

Introduction .....	21
I) REVUE BIBLIOGRAPHIQUE.....	27
I.1) Elaboration de revêtements par projection plasma .....	27
I.1.1 Procédé de projection plasma à pression atmosphérique .....	28
I.1.2 Préparation de la surface à revêtir .....	30
I.1.2.1 Usinage des surfaces à revêtir. ....	30
I.1.2.2 Sablage. ....	30
I.1.2.3 Nettoyage des surfaces à revêtir.....	31
I.1.2.4 Caractérisation de l'état de surface. ....	31
I.1.2.5 Préchauffage du substrat à revêtir. ....	32
I.1.3 Formation du revêtement .....	33
I.1.4 Influence des paramètres de projection plasma sur la formation du dépôt ....	38
I.2) Matériaux et propriétés associées .....	39
I.2.1 L'alumine. ....	39
I.2.2 Le titane.....	40
I.2.3 La zircone.....	40
I.2.4 Les dépôts d'alumine-titane. ....	41
I.2.5 Les dépôts d'alumine-zircone. ....	42
I.3) Méthodes de caractérisation.....	42
I.3.1 La dureté.....	43
I.3.1.1 Les macro duretés Brinell et Meyer .....	44
I.3.1.2 La macro dureté Rockwell .....	46
I.3.1.3 La micro dureté Vickers .....	46
I.3.1.4 La micro dureté Knoop .....	49
I.3.1.5 La dureté Berkovich .....	50
I.3.1.6 La nano dureté.....	51
I.3.2 Le module d'Young .....	55
I.3.3 La ténacité à la fracture .....	56
I.3.4 Le perçage .....	60
I.3.4.1 La résistance à la perforation comme une méthode pour la détermination des propriétés mécaniques des matériaux céramiques .....	61
I.3.4.2 Types de perceuses mécaniques .....	63
I.3.4.3 Les forets .....	64
I.3.4.4 L'utilisation de la perforation à la mesure des propriétés mécaniques des matériaux .....	70
II) DESCRIPTION DES PROCÉDÉS DE PROJECTION, DE CARACTÉRISATION DES MATÉRIAUX DE DÉPART ET DES DÉPÔTS .....	73
II.1) Le dispositif de projection thermique .....	73
II.2) Les dispositifs de préparation et de caractérisation des matériaux.....	75
II.2.1 Préparation des échantillons .....	75
II.2.2 Caractérisation chimique des matériaux : composition et phases.....	76

II.2.3	Caractérisation physique des matériaux.....	77
II.2.3.1	Distribution granulométrique des poudres de départ.....	77
II.2.3.2	Morphologie des grains de poudre, structure et épaisseur des dépôts ...	77
II.2.4	Caractérisation mécanique des matériaux.....	78
II.2.4.1	Essais d'indentation .....	78
II.2.4.2	Essais de perforation .....	79
II.3)	Matériaux de départ et forets .....	82
II.3.1	Caractérisation des poudres de départ.....	83
II.3.2	Caractérisation et préparation des substrats .....	87
II.3.3	Composition chimique et dureté des forets.....	87
II.4)	Élaboration des dépôts.....	88
III)	RÉSULTATS DES DÉPÔTS ÉLABORÉS .....	91
III.1)	Caractéristiques physiques et structure des dépôts .....	91
III.2)	Phases cristallines des dépôts.....	95
III.3)	Propriétés mécaniques.....	102
III.3.1	Dureté .....	103
III.3.2	Module d'Young .....	108
III.3.3	Ténacité à la fracture .....	111
III.4)	Résistance à la perforation .....	113
III.4.1	Mode statique .....	114
III.4.1.1	Analyse de la dureté .....	115
III.4.1.2	Analyse de l'élasticité des dépôts.....	127
III.4.1.3	Analyse de la ténacité à la fracture des dépôts .....	130
III.4.2	Mode dynamique .....	135
	CONCLUSIONS .....	143

## Table des illustrations

<b>Figure 1.</b> Représentation de la projection thermique [28]. .....	27
<b>Figure 2.</b> Lamelle d'une particule composite acier/alumine sur un substrat d'acier inoxydable (a) non préchauffé, (b) préchauffé à 300 °C [38]. .....	32
<b>Figure 3.</b> Schéma de l'étalement d'une particule sur un substrat en présence d'adsorbats et de condensats [37]. .....	34
<b>Figure 4.</b> Schéma de la taille relative des rugosités par rapport à la taille des particules projetées [35], [37]. .....	35
<b>Figure 5.</b> (a) Schéma de la formation d'un dépôt par projection thermique [41], (b) micro structure réelle d'un dépôt en coupe, (c) micro structure réelle d'un dépôt en surface. ....	36
<b>Figure 6.</b> Schéma des différentes zones de contact à l'empilement des lamelles [37]. ...	37
<b>Figure 7.</b> Représentation de la formation des pores par: (a) effet d'ombre, (b) trous étroits entre lamelles et creux, (c) trous entre lamelles et particules non fondues, (d) particules explosées [37]. .....	37
<b>Figure 8.</b> Paramètres de projection influençant la formation des revêtements [37]. ....	39
<b>Figure 9.</b> Diagramme des phases du système $Al_2O_3$ - $TiO_2$ [47]. .....	41
<b>Figure 10.</b> Diagramme des phases du système $Al_2O_3$ - $ZrO_2$ [51]. .....	42
<b>Figure 11.</b> Schéma de l'indentation Brinell [55]. .....	45
<b>Figure 12.</b> Principe de l'indentation Vickers [54]. .....	48
<b>Figure 13.</b> (a) Indenteur Knoop; (b) forme de l'empreinte produite [60]. .....	49
<b>Figure 14.</b> Géométrie de l'indenteur Berkovich [59]. .....	50
<b>Figure 15.</b> Bord au sommet de l'indenteur Vickers [60]. .....	51
<b>Figure 16.</b> Courbe de charge-décharge typique des essais de nano indentation [3]. ...	52
<b>Figure 17.</b> Courbes de charge – décharge pour différents types et comportements de matériaux [59]. .....	53
<b>Figure 18.</b> Schéma de décharge lors d'un essai de nano indentation. ....	54
<b>Figure 19.</b> Types de fissures sur une surface indentée (vue en coupe) [5], [63], [67]. ...	57
<b>Figure 20.</b> Distances liées aux types de fissures formées lors d'une indentation Vickers : (a) fissure radiale – médiane, et (b) fissure Palmqvist [5]. .....	58
<b>Figure 21.</b> Foret hélicoïdal conventionnel à queue conique [94]. .....	65
<b>Figure 22.</b> Différents types de forets [96]. .....	66
<b>Figure 23.</b> Schéma du système de projection plasma MultiCoat® de Sulzer Metco utilisé pour l'élaboration des dépôts. ....	74
<b>Figure 24.</b> Perceuse à colonne instrumentée pour la détermination des propriétés mécaniques d'un revêtement sur une pièce. ....	80
<b>Figure 25.</b> Essai statique d'indentation avec un foret utilisé pour la perforation des verres, sur la surface d'un dépôt d' $Al_2O_3$ - 13% wt $TiO_2$ élaboré par projection plasma : .....	81
<b>Figure 26.</b> Comportement de la profondeur de perforation pendant le temps d'essai pour un dépôt d' $Al_2O_3$ – 13wt% $TiO_2$ élaboré par projection plasma à pression atmosphérique. ....	82
<b>Figure 27.</b> Morphologie des poudres de départ: (a) Medipure™, (b) Amperit 782™, ..	84
<b>Figure 28.</b> Diagrammes de diffraction des rayons X des poudres de départ : (a) Medipure™ (b) AMPERIT-782.054™ (c) SG-106™, (d) SG-109™, (e) AMPERIT-828.003™. ....	86
<b>Figure 29.</b> Structure de la surface du dépôt AT43 <sup>E</sup> élaboré par projection plasma. ....	93



<b>Figure 30.</b> Section transversale des dépôts élaborés par projection plasma: (a) A <sup>E</sup> , (b) T <sup>E</sup> , (c) AT15 <sup>E</sup> , (d) AT15 <sup>M</sup> , (e) AT15 <sup>F</sup> , (f) AT43 <sup>E</sup> , (g) Z <sup>F</sup> , (h) AZ <sup>F</sup> .....	94
<b>Figure 31.</b> Diagramme de diffraction des rayons X de la poudre d'alumine Medicoat et de son dépôt A <sup>E</sup> .....	97
<b>Figure 32.</b> Diagrammes de diffraction des rayons X de la poudre Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> /15 % TiO <sub>2</sub> de Saint Gobain 106 et des dépôts AT15.....	98
<b>Figure 33.</b> Diagrammes de diffraction des rayons X de la poudre Saint Gobain 109 et de son dépôt AT43. ....	99
<b>Figure 34.</b> Diagrammes de diffraction des rayons X de la poudre Amperit 782.....	100
<b>Figure 35.</b> Diagrammes de diffraction des rayons X de la poudre Amperit 828.....	101
<b>Figure 36.</b> Diagrammes de diffraction des rayons X pour des poudres Medicoat et Amperit 828 et le dépôt AZ <sup>F</sup> . ....	102
<b>Figure 37.</b> Microduretés en surface et en section transversale des dépôts élaborés par projection plasma : (a) valeurs mesurées, et (b) valeurs calculées. ....	104
<b>Figure 38.</b> Comparaison des duretés mesurées et calculées des dépôts élaborés par projection plasma: (a) surface des dépôts, (b) section transversale. ....	105
<b>Figure 39.</b> Modules d'Young en surface et en section transversale des dépôts élaborés par projection plasma : (a) valeurs mesurées et (b) valeurs calculées.....	108
<b>Figure 40.</b> Comparaison des modules d'Young mesurés et calculés des dépôts élaborés par projection plasma : (a) surface des dépôts, (b) section transversale. ....	111
<b>Figure 41.</b> Ténacité à la fracture sur la surface et la section transversale des dépôts élaborés par projection plasma.....	112
<b>Figure 42.</b> Pointes des forets et leurs empreintes respectives produites avec une charge de 150 N sur le dépôt Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> /15% TiO <sub>2</sub> (AT15 <sup>E</sup> ) : (a) et (b) foret HSS, (c) et (d) foret bétons et maçonnerie, (e) et (f) foret verre et carrelage. ....	115
<b>Figure 43.</b> Courbes de charge - décharge du dépôt A <sup>E</sup> pour les charges maximales de : (a) 150 N, (b) 215 N et (c) 275 N. ....	116
<b>Figure 44.</b> Courbes de charge – décharge réalisées sur la surface des dépôts : .....	118
<b>Figure 45.</b> Empreinte produite sur la surface du dépôt AT15 <sup>F</sup> à charge maximale de 275 N : (a) vue de l'empreinte au MEB, (b) reconstruction 3D de la géométrie de l'empreinte et mesures d'une profondeur résiduelle typique. ....	119
<b>Figure 46.</b> Géométrie de la pointe du foret pour la perforation de verre et carrelage. ....	121
<b>Figure 47.</b> Aires de contact et de la section transversale de la pointe du foret pour verre et carrelage en fonction de la profondeur ou hauteur de la pointe du foret.....	121
<b>Figure 48.</b> Indices de dureté des dépôts élaborés par projection plasma : (a) A <sup>E</sup> , (b) T <sup>E</sup> , (c) AT15 <sup>E</sup> , (d) AT15 <sup>M</sup> , (e) AT15 <sup>F</sup> , (f) AT43 <sup>E</sup> , (g) Z <sup>F</sup> , (h) AZ <sup>F</sup> .....	122
<b>Figure 49.</b> Évolution de la charge critique (P <sub>c</sub> ) par rapport aux macro et micro duretés Vickers des dépôts élaborés par projection plasma. ....	124
<b>Figure 50.</b> Comparaison de la macrodureté Vickers mesurée par indentations et des duretés équivalentes calculées à partir des indices de dureté (équation 33 et équation 34) pour des dépôts élaborés par projection plasma. ....	127
<b>Figure 51.</b> Comparaison de la microdureté Vickers mesurée par indentations et des duretés équivalentes calculées à partir des indices de dureté (équation 35 et équation 36) pour des dépôts élaborés par projection plasma. ....	127
<b>Figure 52.</b> Schéma des pentes pour le calcul de l'indice d'élasticité : .....	128
<b>Figure 53.</b> Évolution des indices d'élasticité i <sub>Ec</sub> et i <sub>Et</sub> par rapport au Module d'Young. ....	129

<b>Figure 54.</b> Modules d'élasticité équivalents (E <sub>cS</sub> et E <sub>tS</sub> ) calculés à partir de la résistance à la perforation et module d'élasticité mesuré par micro indentation <i>Knoop</i> des dépôts élaborés par projection plasma. ....	130
<b>Figure 55.</b> Comportement du dépôt AZ <sup>F</sup> à charge maximale de 275 N : (a) empreinte résiduelle sur la surface du dépôt, (b) courbe de charge – décharge en fonction de la profondeur d'indentation. ....	131
<b>Figure 56.</b> Comportement du dépôt AT43 <sup>E</sup> à charge maximale de 275 N : (a) empreinte résiduelle sur la surface du dépôt, (b) courbe de charge – décharge en fonction de la profondeur d'indentation. ....	132
<b>Figure 57.</b> Comportement du dépôt T <sup>E</sup> à charge maximale de 275 N : (a) empreinte résiduelle sur la surface du dépôt, (b) courbe de charge – décharge vs profondeur de l'indentation. ....	132
<b>Figure 58.</b> Comportement du dépôt Z <sup>F</sup> à charge maximale de 275 N : (a) empreinte résiduelle sur la surface du dépôt, (b) courbe de charge – décharge vs profondeur de l'indentation. ....	133
<b>Figure 59.</b> Comportement du dépôt AT15 <sup>F</sup> à charge maximale de 275 N : (a) empreinte résiduelle sur la surface du dépôt, (b) courbe de charge – décharge vs profondeur de l'indentation. ....	134
<b>Figure 60.</b> Comportement du dépôt A <sup>E</sup> à charge maximale de 275 N : (a) empreinte résiduelle sur la surface du dépôt, (b) courbe de charge – décharge vs profondeur de l'indentation. ....	134
<b>Figure 61.</b> Profondeur apparente de perforation en fonction du temps pour le dépôt A <sup>E</sup> sous une charge de 400 N : (a) avec un foret HSS, et (b) avec un foret pour la maçonnerie. ....	136
<b>Figure 62.</b> Trou produit sur la surface de l'échantillon AT43 <sup>E</sup> et couche de débris sur les parois lors de la perforation avec un foret HSS pendant 300 s sous une charge de 400 N. ....	137
<b>Figure 63.</b> Aires de contact et de la section transversale en fonction de la hauteur de la pointe du foret : (a) foret HSS, et (b) foret de béton. ....	139
<b>Figure 64.</b> Comparaison des Indices de Dureté dynamiques et duretés mesurées par indentation <i>Vickers</i> : (a) foret HSS à partir de l'aire A <sub>c</sub> , (b) foret HSS à partir de l'aire A <sub>t</sub> , (c) foret pour la maçonnerie à partir des aires A <sub>c</sub> et A <sub>t</sub> sous charge de 400 N. ....	141
<b>Figure 65.</b> Géométrie de l'indenteur <i>Vickers</i> [146]. ....	160
<b>Figure 66.</b> Géométrie de l'indenteur Berkovich: (a) Vue de dessus, (b) Vue en coupe [146]. ....	163



## Table des tableaux

<b>Tableau 1.</b> <i>Les différents types de macro dureté selon le type d'indenteur, la charge maximale et les applications typiques d'utilisation [54], [58], [60], [61]</i> .....	47
<b>Tableau 2.</b> Distribution en taille des poudres de départ. ....	83
<b>Tableau 3.</b> Composition chimique et des phases des poudres de départ.....	85
<b>Tableau 4.</b> Composition chimique de l'acier XC38 utilisé pour les substrats.....	87
<b>Tableau 5.</b> Codification et conditions de projection des dépôts élaborés.....	89
<b>Tableau 6.</b> Epaisseur et rugosité de la surface brute des dépôts élaborés par projection plasma.....	92
<b>Tableau 7.</b> Porosité en surface et en section transversale polies des dépôts élaborés par projection plasma. ....	95
<b>Tableau 8.</b> Phases cristallisées présentes dans les dépôts élaborés par projection plasma.....	96
<b>Tableau 9.</b> Propriétés physiques et mécaniques des matériaux polycristallins. ....	103
<b>Tableau 10.</b> Duretés mesurées et calculées des dépôts élaborés par projection plasma. ....	103
<b>Tableau 11.</b> <i>Modules d'Young mesurés et calculés des dépôts élaborés par projection plasma</i> .....	108
<b>Tableau 12.</b> Ténacité à la fracture des dépôts élaborés par projection plasma. ....	112
<b>Tableau 13.</b> Profondeurs maximale et résiduelle et taux de déformation élastique et plastique produits par un foret pour verre et carrelage, sous mode statique avec une charge de 275 N, pour des dépôts élaborés par projection plasma.....	120
<b>Tableau 14.</b> Charge critique et indices de dureté permanents obtenus par la méthode de perforation et duretés Vickers obtenus par indentations traditionnelles, des dépôts élaborés par projection plasma.....	123
<b>Tableau 15.</b> Coefficients de proportionnalité à partir des macroduretés Vickers. ....	125
<b>Tableau 16.</b> Coefficients de proportionnalité à partir des microduretés Vickers. ....	125
<b>Tableau 17.</b> Indices d'élasticité obtenus par la méthode de perforation et modules d'Young obtenus par indentations traditionnelles des dépôts élaborés par projection plasma.....	129
<b>Tableau 18.</b> Profondeurs des trous obtenus après des essais de perforation de 300 s pour différentes charges sur des dépôts élaborés par projection plasma.....	138
<b>Tableau 19.</b> Constantes de proportionnalité entre la microdureté Vickers et les indices de dureté dynamiques. ....	140



# Nomenclature

## Alphabet latin

a	rayon de l'empreinte Vickers, $\mu\text{m}$
$A_c$	aire de contact $A_c$ entre la pointe de l'indenteur – foret et le matériau, $\mu\text{m}^2$
$A_s$	aire réelle de la surface de l'empreinte, $\text{mm}^2$
$A_t$	aire de la section transversale de la pointe du foret, $\mu\text{m}^2$
BHN	dureté Brinell (Brinell Hardness Number), Pa
c	longueur de la fissure du type radiale ou la médiane, $\mu\text{m}$
D	diamètre de la bille de l'indenteur Brinell, mm
$D_i$	diamètre de l'empreinte Brinell
d1	diagonale 1 de l'empreinte résiduelle d'une indentation Vickers, mm
d2	diagonale 2 de l'empreinte résiduelle d'une indentation Vickers, mm
$d_v$	moyenne de la longueur des diagonales d1 et d2 d'une empreinte Vickers, mm
$d_k$	diagonale courte de l'indenteur Knoop, $\mu\text{m}$
$D_k$	diagonale longue de l'indenteur Knoop, $\mu\text{m}$
$d'$	diagonale courte de l'empreinte Knoop, $\mu\text{m}$
$D'$	diagonale longue de l'empreinte Knoop, $\mu\text{m}$
e	profondeur d'indentation Rockwell, mm
E	module d'Young, Pa
$E_{\text{eff}}$	module effectif, Pa
$E_i$	module d'Young de l'indenteur, Pa

$E^*$	module d'Young calculée par la loi des mélanges, GPa
$E_i$	module d'Young des phases constituant les dépôts, GPa
$E_c$	module d'Young calculé empiriquement, GPa
$E_c^S$	module d'Young équivalent par résistance à la perforation statique avec l'aire de contact de la pointe du foret, GPa
$E_t^S$	module d'Young équivalent par résistance à la perforation statique avec l'aire de la section transversale de la pointe du foret, GPa
$h_c$	profondeur de contact entre l'indenteur et le matériau, $\mu\text{m}$
$h_{fl}$	profondeur de la fissure du type latérale, $\mu\text{m}$
$h_{\text{max}}$	profondeur de pénétration maximale de l'indenteur, $\mu\text{m}$
$h_r$	profondeur de l'empreinte résiduelle, $\mu\text{m}$
$h_s$	profondeur de pénétration de l'indenteur dans le matériau, $\mu\text{m}$
H	dureté Berkovich, Pa
$HD_c^{S'}$	dureté par perforation statique des dépôts par l'aire de contact de la pointe du foret, GPa
$HD_t^{S'}$	dureté par perforation statique des dépôts par l'aire de la section transversale de la pointe du foret, GPa
HK	dureté Knoop, Pa
HMe	dureté Meyer, Pa
HR	dureté Rockwell
HV	dureté Vickers, Pa
$HV_c$	dureté Vickers calculée empiriquement, GPa
$HV_i$	dureté Vickers des phases constituant les dépôts, GPa
$HV_{\text{macro}}$	macrodureté Vickers, GPa
$HV_{\text{micro}}$	microdureté Vickers, GPa

HV*	dureté Vickers calculée par la loi des mélanges, GPa
$i_c$	indices de dureté pour l'aire de contact du foret, GPa
$i_t$	indices de dureté pour l'aire de section transversale du foret, GPa
$i_{Ec}$	indice d'élasticité par l'aire de contact de la pointe du foret, GPa
$i_{Et}$	indice d'élasticité par l'aire de la section transversale de la pointe du foret, GPa
ID <sub>dc</sub>	indice de dureté par résistance à la perforation dynamique par l'air de contact de la pointe du foret, GPa
ID <sub>dt</sub>	indice de dureté par résistance à la perforation dynamique par l'air de la section transversale de la pointe du foret, GPa
$k_1$	coefficient de proportionnalité entre les macroduretés Vickers et les indices de dureté des dépôts par l'air de contact de la pointe du foret
$k_2$	coefficient de proportionnalité entre les macroduretés Vickers et les indices de dureté des dépôts par l'air de la section transversale de la pointe du foret
$k_3$	coefficient de proportionnalité entre les microduretés Vickers et les indices de dureté des dépôts par l'air de contact de la pointe du foret
$k_4$	coefficient de proportionnalité entre les microduretés Vickers et les indices de dureté des dépôts par l'air de la section transversale de la pointe du foret
$k_5$	coefficient de proportionnalité entre les modules d'Young et les indices d'élasticité des dépôts par l'air de contact de la pointe du foret
$k_6$	coefficient de proportionnalité entre les modules d'Young et les indices d'élasticité des dépôts par l'air de la section transversale de la pointe du foret
$k_7$	coefficient de proportionnalité entre les microduretés et les indices de dureté dynamiques avec l'aire de contact de la pointe du foret
$k_8$	coefficient de proportionnalité entre les microduretés et les indices de dureté dynamiques avec l'aire de la section transversale de la pointe du foret
$K_{C(R-M)}$	ténacité à la fracture pour des fissures de type radial ou médian (R-M), MPa. $\sqrt{m}$
$K_{IC}$	ténacité à la fracture, MPa. $\sqrt{m}$
$K_P$	ténacité à la fracture pour des fissures de type Palmqvist, MPa. $\sqrt{m}$
$l$	longueur des fissures, $\mu m$
$P$	charge, N



$P_c$	charge critique pour la résistance à la perforation statique, N
$P_m$	pression moyenne de contact, N
$P_{max}$	charge maximale, N
$S$	rigidité de contact, N/ $\mu\text{m}$
$t$	profondeur de pénétration de l'empreinte, $\mu\text{m}$
$x_i$	pourcentage volumique des phases dans les dépôts
$x_p$	pourcentage de porosité présente dans les dépôts

### **Symboles grecs**

$\alpha$	angle entre les faces de l'indenteur Vickers
$\varepsilon$	constante de forme de l'indenteur Rockwell
$\epsilon$	constante adimensionnelle que dépend de la géométrie des indenteurs
$\theta$	angle entre les faces de l'indenteur Knoop
$\beta$	facteur de correction des déviations liées à la symétrie axiale des indenteurs
$\nu$	coefficient de Poisson
$\delta$	constante dépendante du système indenteur/échantillon

# Introduction

Les machines industrielles souffrent souvent de l'endommagement de leurs surfaces à cause des contraintes, des frottements et d'autres facteurs de fonctionnement qui peuvent conduire à des arrêts de productions ciblées, à vérifier son état de fonctionnement ou récupérer leur efficacité. Les coûts d'arrêt et d'entretien impliqués peuvent alors engager la compétitivité des entreprises par des frais de maintenance élevés qui se répercutent directement sur les prix des produits du marché. L'augmentation de la durée de vie des machines et de leurs fonctionnalités sont vivement souhaitées. Comme c'est la surface des pièces qui est exposée aux agressions chimiques et/ou aux sollicitations mécaniques, l'amélioration de la tenue des pièces en service passera nécessairement par une augmentation des propriétés de surface. Une des voies possibles est donc de recouvrir la pièce d'un matériau plus noble pour en augmenter ses performances. Parmi les différentes techniques envisageables, la projection thermique apparaît comme une solution intéressante pour modifier l'état des surfaces par l'ajout des revêtements de matériaux à haute performance et résistant contre des phénomènes d'endommagement comme l'usure, la corrosion, la fatigue thermique, etc. Ces dernières années la projection thermique a été largement utilisée pour la réalisation de revêtements notamment lorsque ces derniers devaient répondre à des propriétés mécaniques et tribologiques élevées.

Les dépôts élaborés par projection plasma peuvent être déposés à partir d'une large gamme de matériaux (de nature et de compositions chimiques diverses), de conditions de projection (gaz plasmagènes, paramètres énergétiques de la torche, du dispositif de projection, distance de tir, etc.), de morphologies et mises en forme des matières premières (poudres, fils ou cordons pour la projection) et de surfaces à revêtir. Cela amène à l'obtention de dépôts avec une grande variété de caractéristiques chimiques, physiques et mécaniques qui pilotent la performance des dépôts face aux différents types de sollicitations d'usage. De même, la variété de matériaux conjugués aux processus de projection interviennent dans la forme de croissance des dépôts sur le substrat (empilement des particules fondues ou partiellement fondues provenant de la matière première qui traversent le jet de plasma pour arriver sur le substrat) et conduisent à la formation des dépôts hétérogènes.

De par leur complexité due aux hétérogénéités de structure, les dépôts sont difficiles à caractériser. De nombreuses recherches portent sur la caractérisation des matériaux de départ et les effets des paramètres de projection thermique lors de la formation des revêtements dans le but de mieux contrôler leur performance et notamment leurs propriétés mécaniques qui sont d'un grand intérêt pour les différents types de sollicitations auxquelles ils sont soumis.

Généralement les propriétés mécaniques des dépôts élaborés par projection plasma sont déterminées par des essais d'indentation qui consistent à appliquer graduellement une charge sur la surface du matériau étudié soit pour mesurer l'empreinte résiduelle produite par le contact entre l'indenteur et la surface de l'échantillon après l'essai [1], [2], soit par l'analyse de la courbe de la profondeur de pénétration de l'indenteur en fonction de la charge par la méthode d'Oliver-Pharr [3]–[7]. Ces analyses conduisent principalement à la détermination de la dureté des dépôts mais ils peuvent aussi permettre d'identifier d'autres paramètres du comportement élastique et plastique des dépôts tels que le module d'Young et la ténacité à la fracture [5], [8]–[13]. De plus, ces essais sont très souvent utilisés car ils permettent une étude des propriétés élastiques et plastiques des dépôts à différentes échelles de mesure, de l'échelle nanométrique jusqu'à l'échelle macrométrique, cependant la précision des résultats est sensible aux hétérogénéités des dépôts selon l'échelle de mesure [14].

Les caractéristiques tribologiques des dépôts élaborés par projection plasma sont aussi d'un grand intérêt du fait des applications de ce type de dépôts pour la protection des surfaces contre l'usure. Ces caractéristiques, qui comprennent entre autres des phénomènes de frottement, d'usure par propagation de microfissures, des contacts de type abrasif glissant, de l'usure abrasive, sont déterminées par des essais tribologiques. Ces essais sont de type dynamique où la surface d'étude est soumise au contact relatif avec un pion ou une bille en rotation sur la surface d'essai sous une charge contrôlée. Les propriétés tribologiques sont donc déterminées par la mesure du coefficient de frottement et de la perte de matériau dans le sillon formé à la surface [15]–[17].

Les techniques classiques de caractérisation des propriétés mécaniques à partir des méthodes d'indentation et des essais tribologiques sur les surfaces des dépôts élaborés par projection thermique ont certains inconvénients telles que: (i) la réalisation d'essais différents pour chaque propriété à déterminer, (ii) la disponibilité de

l'équipement particulier spécialisé pour chaque type d'essai, (iii) la préparation de la surface des échantillons selon chaque essai spécifique, (iv) et la détermination des propriétés limitées à l'échelle des mesures. Tout cela implique des coûts pour les utilisateurs ayant besoin de caractériser des pièces avec des dépôts élaborés par projection plasma.

C'est sans doute pourquoi, certains auteurs ont développés des essais de perforation en utilisant des forets pour déterminer la dureté Vickers d'aciers traités thermiquement et trouver des rapports avec la ténacité, la ductilité et la microstructure de ces métaux par l'analyse des copeaux produits lors de la perforation [18]–[20]. D'autres auteurs ont utilisé la perforation pour caractériser les matériaux des façades des monuments architecturaux et établi des valeurs de résistance à la perforation en fonction de la profondeur perforée afin d'identifier les besoins d'entretien de ces édifices [21]–[25]. En ce qui concerne les dépôts élaborés par projection thermique, certaines études ont été réalisées pour déterminer le comportement tribologique par contact plastique produite par perforation avec un foret d'acier de haute résistance sur des dépôts d' $\text{Al}_2\text{O}_3 - 13\text{wt } \% \text{ TiO}_2$  et d' $\text{Al}_2\text{O}_3 - 45\text{wt } \% \text{ TiO}_2$  [16] et corrélé ce comportement aux propriétés mécaniques comme la dureté des dépôts.

Le but de ce travail de thèse a été focalisé sur l'étude de la résistance à la perforation pour déterminer les propriétés mécaniques des dépôts, de six compositions chimiques différentes, élaborés par projection plasma par des corrélations entre les paramètres de mesure des perforations avec les propriétés mécaniques des dépôts mesurés par les méthodes classiques d'indentation. La résistance à la perforation a été évaluée sous des conditions statiques par contact sous l'action d'une charge appliquée entre le foret et la surface des échantillons, pour trouver des relations mathématiques avec les résultats des essais d'indentation classique. En complément, la résistance à la perforation a aussi été évaluée sous mode statique-dynamique : le foret initialement en contact statique avec la surface de l'échantillon est ensuite mis en rotation pour faire un trou, dans le but d'étudier les paramètres d'usure permettant d'identifier des caractéristiques tribologiques du système foret-surface des dépôts.

Le premier chapitre du manuscrit présente la synthèse bibliographique des points clés concernant la projection plasma et les différentes compositions chimiques utilisées pour la fabrication des dépôts céramiques les plus utilisés. Par la suite, une revue des

méthodes de caractérisation des propriétés mécaniques des dépôts élaborés par projection thermique est présentée ainsi que les quelques travaux concernant la perforation. Enfin, différents types de forets utilisés habituellement pour percer des trous sont décrits.

Le deuxième chapitre du manuscrit présente le dispositif de projection plasma utilisé pour élaborer les dépôts céramiques et les techniques de caractérisation des matériaux de départ et des dépôts obtenus ainsi que la perceuse instrumentée pour réaliser les essais de perforation statique et dynamique. Les matériaux de départ sont ensuite présentés, six poudres de compositions chimiques différentes ont été utilisées pour la fabrication des dépôts : une poudre d'alumine, une poudre d'oxyde de titane, une poudre de zircone, deux poudres de mélanges chimiques d' $\text{Al}_2\text{O}_3 - \text{TiO}_2$ , l'une avec 15 % de  $\text{TiO}_2$  et l'autre avec 45 % et un mélange physique de poudres d'alumine et de zircone en proportions égales (50wt % chacune). Ces six compositions chimiques correspondent aux compositions de la plupart des utilisations pour l'élaboration des dépôts pour différentes applications industrielles, c'est pourquoi nous les avons choisies car elles présentent un intérêt pratique. Ce chapitre donne également les paramètres de projection plasma utilisés pour réaliser les dépôts étudiés par la suite.

Le dernier chapitre de ce manuscrit présente l'ensemble des résultats obtenus. Tout d'abord, les résultats des analyses physiques (épaisseur et rugosité) et chimiques (composition chimique et analyse des phases) réalisés sur les dépôts, puis les valeurs des propriétés mécaniques (dureté, module d'Young et ténacité à la fracture) sont donnés et discutés. La dernière partie de ce chapitre est consacrée à l'analyse des résultats obtenus sur la résistance à la perforation, tout d'abord sous des conditions statiques puis sous des conditions statiques-dynamiques. Les résultats obtenus ont conduit à des modèles mathématiques proposés comme synthèse de ce travail, qui permettent de déduire les propriétés mécaniques classiques à partir d'essais de résistance à la perforation.

L'ensemble de ces travaux a conduit à la publication de :

1. D. Chicot, H. Ageorges, M. Voda, G. Louis, M.A. Ben Dhia, C.C. Palacio, S. Kossman. Hardness of thermal sprayed coatings: Relevance of the scale of

measurement. *Surface and Coatings Technology*, ISSN: 0257-8972, 2015, vol. 268, pag. 173–179.

2. C.C. Palacio, H. Ageorges, F. Vargas, A.F. Díaz. Effect of the mechanical properties on drilling resistance of Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-TiO<sub>2</sub> coatings manufactured by atmospheric plasma spraying. *Surface and Coatings Technology*, ISSN: 0257-8972, 2013, vol. 220, pag. 144–148.
3. C.C. Palacio, T. Tabares, G. Angarita, F. Vargas, H. Ageorges, D. Chicot, M. Voda. Estudio de las propiedades mecánicas de un recubrimiento de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-TiO<sub>2</sub> a partir tres métodos de medida. *Revista Colombiana de Materiales*, 2014, N. 5 pp. 284-290.

Également les résultats de cette recherche ont été présentés à :

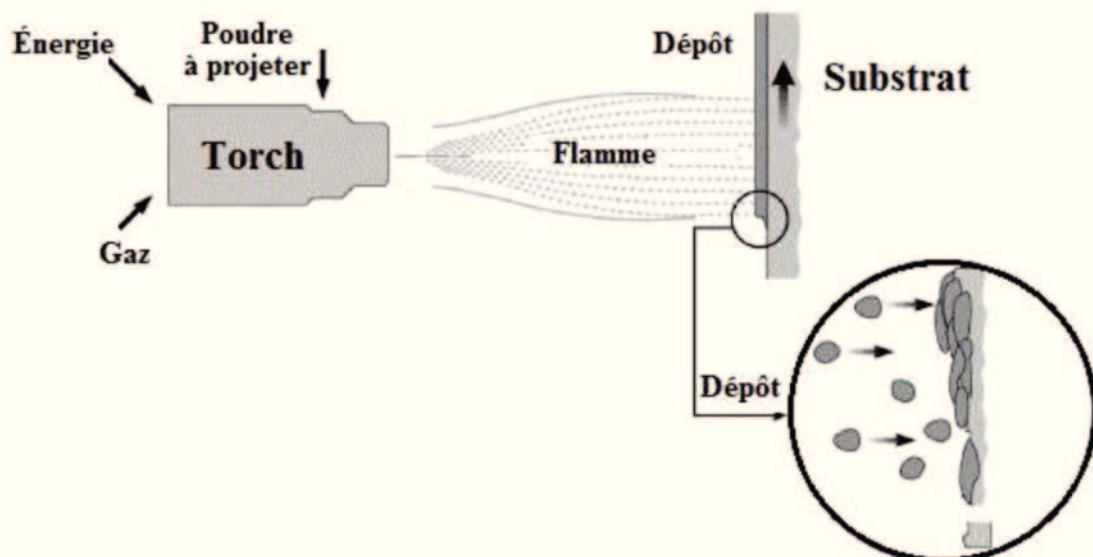
1. International Workshop in Advanced Ceramics - IWAC 07  
Limoges (France), September, 2016  
Drilling indent tests as a promising method to evaluate mechanical properties of coatings manufactured by thermal spraying process.  
C.C. Palacio, H. Ageorges, F. Vargas, D. Chicot, M. Voda, G. Angarita
2. 6th Rencontres Internationales de la Projection Thermique - RIPT  
Limoges (France), December, 2013  
Understanding the mechanisms produced during rotary drilling test of ceramic thermal spray coatings: an alternative to determine the mechanical resistance of these coatings.  
C. C. Palacio, F. Vargas, K. Aristizabal, H. Ageorges, O. Rojas, A.F. Díaz
3. 6th Rencontres Internationales de la Projection Thermique - RIPT  
Limoges (France), December, 2013  
Drilling resistance test as a method to determine mechanical properties of Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-TiO<sub>2</sub> plasma spray coatings.  
C. C. Palacio, H. Ageorges, F. Vargas, D. Chicot, M. Voda,

4. 6th Rencontres Internationales de la Projection Thermique - RIPT  
Limoges (France), December, 2013  
Mechanical properties of indentation of thermal sprayed coatings: relevance of the scale of measurement.  
D. Chicot, G. Louis. C. Palacio, H. Ageorges, M. Voda
  
5. VII Congreso Internacional de Materiales  
Medellín (Colombia), Octubre, 2013  
Estudio de las propiedades mecánicas de un recubrimiento de  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiO}_2$  a partir tres métodos de medida.  
C.C. Palacio, T. Tabares, G. Angarita, F. Vargas, H. Ageorges, D. Chicot, M. Voda
  
6. 5th Rencontres Internationales de la Projection Thermique - RIPT  
Limoges (France), December, 2011  
The effect of mechanical properties on drilling resistance of  $\text{Al}_2\text{O}_3 - \text{TiO}_2$  coatings  
C.C. Palacio, H. Ageorges, F. Vargas, A.F. Díaz

# I) REVUE BIBLIOGRAPHIQUE

## I.1) Elaboration de revêtements par projection plasma

La projection thermique regroupe différentes techniques ; elle met en jeu une source d'énergie en écoulement dans laquelle les matériaux à déposer sont introduits sous forme de poudres fines à l'aide d'un fluide porteur (gaz ou liquide). Les matériaux d'apport métalliques ou céramiques sont alors fondus et projetés vers la surface à revêtir préalablement préparée. Les particules s'écrasent sur le substrat pour former des lamelles qui se solidifient rapidement et s'empilent les unes sur les autres pour former le dépôt [26], [27] , comme le montre la **Figure 1** [28].



**Figure 1.** Représentation de la projection thermique [28].

La projection thermique permet de projeter tout type de matériaux, des métaux, des alliages, des matériaux à haut point de fusion comme les céramiques, des composites, des cermets, des matériaux qui se décomposent à haute température comme les carbures.

Le matériau à déposer peut être au départ sous forme de poudres, de cordons, de fils ou de tiges selon le type de procédé utilisé.



Différentes techniques de projection thermique peuvent être utilisées selon l'application visée et les matériaux à projeter :

- la flamme-poudre et la flamme-fil,
- la flamme à grande vitesse HVOF (High Velocity Oxygen Fuel) et HVAF (High Velocity Air Fuel),
- le canon à détonation,
- la torche à plasma d'arc et radiofréquence,
- l'arc-fil.

Chacune de ces techniques diffère principalement par la source d'énergie utilisée pour le traitement du matériau à déposer, énergie de combustion, énergie d'arc ou énergie cinétique.

A ces techniques peut être ajoutée la technique de projection à froid, communément appelée Cold Gas Spray (CGS) basée uniquement sur la densité de mouvement d'un jet gazeux et ne conduisant pas à la fusion du précurseur contrairement aux techniques de projection thermique.

La projection thermique peut être réalisée dans différentes atmosphères. Lorsqu'elle se fait dans l'air ambiant, on parle de projection plasma à pression atmosphérique (APS suivant l'appellation anglaise Atmospheric Plasma Spraying). Elle peut se faire également dans une atmosphère particulière comme la projection sous vide ou vide partiel (VPS pour Vacuum Plasma Spraying ou VPPS pour Vacuum Partial Plasma Spraying), ou en atmosphère contrôlée (CPS pour Controlled Atmosphere Plasma) comme la projection en atmosphère inerte ou au contraire en atmosphère réactif [29]–[32].

### **I.1.1 Procédé de projection plasma à pression atmosphérique**

Le principe de la projection plasma est basé sur l'ionisation d'un gaz plasmagène. Il consiste à faire éclater un arc électrique entre une cathode et une anode, de le souffler avec un gaz pour former un jet dans lequel on introduit le matériau à déposer. La cathode conique située à l'intérieur de l'anode cylindrique et l'anode cylindrique constituent les deux électrodes de la torche à plasma.

Le gaz plasmagène injecté est l'argon, mélangé éventuellement avec de l'hydrogène ou de l'hélium voire de l'azote. Il circule entre les deux électrodes où il est ionisé pour former un plasma généré par l'arc électrique. Le matériau à projeter est directement introduit dans le jet sous forme de poudre à l'aide d'un gaz porteur (généralement de l'argon ou de l'air comprimé) ou mis en suspension [33].

Une partie du gaz est fortement chauffée par effet joule; elle est partiellement ionisée et forme un volume de plasma appelé colonne d'arc. Dans cette colonne, le courant électrique circule entre la pointe de la cathode et un point de l'anode appelé pied d'arc. Autour de la colonne d'arc, une couche limite chaude de température supérieure à 6 000 K se développe en même temps qu'une partie du gaz plasmagène s'écoulant le long de l'anode et forme une couche limite froide. Celle-ci gaine la colonne d'arc et assure en grande partie sa stabilité. Son épaisseur est conditionnée par le débit et la nature du gaz, son mode d'injection, l'intensité du courant d'arc et la géométrie de la chambre d'arc. Le flux thermique transféré à la paroi de l'anode au point d'accrochage du pied d'arc peut être supérieur à  $10^9$  W/m<sup>2</sup>.

Remarquons que l'épaisseur de la gaine froide varie en sens opposé du rayon électrique de l'arc  $R_c$ . Ce dernier croît avec le courant d'arc, diminue fortement avec l'introduction d'un gaz diatomique comme H<sub>2</sub> ou N<sub>2</sub>, qui ont des conductivités thermiques élevées, et décroît de façon moins marquée avec le débit de gaz. Il dépend également du mode d'injection du gaz et de la géométrie de la tuyère.

L'ionisation du gaz dans l'arc électrique et la dissociation des gaz diatomiques génèrent des hautes enthalpies et donc des hautes températures du plasma (températures généralement entre 12 000 et 15 000 K). Les vitesses en sortie de tuyère caractéristiques des jets de plasma sont entre 500 et 800 m/s [26], [32], [34].

Les matériaux à projeter sont généralement sous forme de poudres, de solutions ou de suspensions [27], [35], [32]–[34] et sont injectés dans le jet plasma radialement, axialement ou selon un angle donné par rapport à l'axe du jet selon la configuration du dispositif de projection.

Le substrat à revêtir est placé devant le jet plasma fixe ou en mouvement, et peut être préchauffé avec le même jet.

## **I.1.2 Préparation de la surface à revêtir**

Avant de réaliser le revêtement par projection plasma, il est nécessaire de préparer la surface sur laquelle les particules du matériau d'apport vont être projetées afin d'assurer son adhérence. La nature des matériaux du substrat ainsi que la taille des particules projetées déterminent le type et le grade de préparation de la surface : propreté, rugosité et dans certains cas l'usinage [36].

En général, il est préférable de préparer la surface à revêtir juste avant la projection pour éviter la formation d'oxydes et avoir une adhérence maximale. Cette préparation se fait selon deux étapes : l'usinage ou/et le sablage et le nettoyage.

### **I.1.2.1 Usinage des surfaces à revêtir.**

Les opérations d'usinage concernées sont généralement le tournage et le fraisage. Le tournage est nécessaire pour préparer les bords de la surface à revêtir avec des chanfreins et éliminer les bords aigus qui favorisent la propagation des fissures tandis que le fraisage permet d'obtenir une texture de surface adaptée pour compenser les fortes contractions dues aux contraintes lors de la formation et de la solidification des lamelles [36].

### **I.1.2.2 Sablage.**

Le sablage peut être utilisé soit pour nettoyer une surface soit pour créer une rugosité afin d'obtenir une meilleure adhérence du revêtement.

Le sablage permet d'enlever les parties écaillées, la rouille ou la peinture de la surface de la pièce à revêtir. Il permet également de créer des aspérités sur lesquelles pourront s'accrocher les lamelles fondues du ou des matériaux d'apport.

Il est généralement réalisé par un jet de particules abrasives comme du sable ou du corindon dont la taille, la morphologie et la force d'impact des particules sur la surface ainsi que la durée du sablage sont ajustées en fonction de l'état de surface souhaitée.

### I.1.2.3 Nettoyage des surfaces à revêtir.

Avant de débiter la réalisation du revêtement, quel que soit le mode de préparation de la surface utilisée (usinage ou sablage), il est nécessaire d'éliminer toutes les substances polluantes demeurant à la surface : graisse, résidus de particules de sablage et humidité. Les opérations classiques utilisées sont :

- le dégraissage à la vapeur pour enlever les substances polluantes de nature organique,
- l'étuvage au four pour les substrats poreux pouvant retenir des polluants comme de l'huile dans les pores (il est recommandé d'étuver jusqu'à 315 °C),
- le nettoyage ultrasonique pour enlever les particules polluantes logées sur des surfaces difficiles d'accès. Le substrat est plongé dans une solution nettoyante (d'alcool) où il subit des vibrations avec des ondes ultrasoniques,
- le décapage à l'acide pour diluer divers polluants chimiques par immersion du substrat dans un bain d'une solution de décapage pendant un temps adapté.

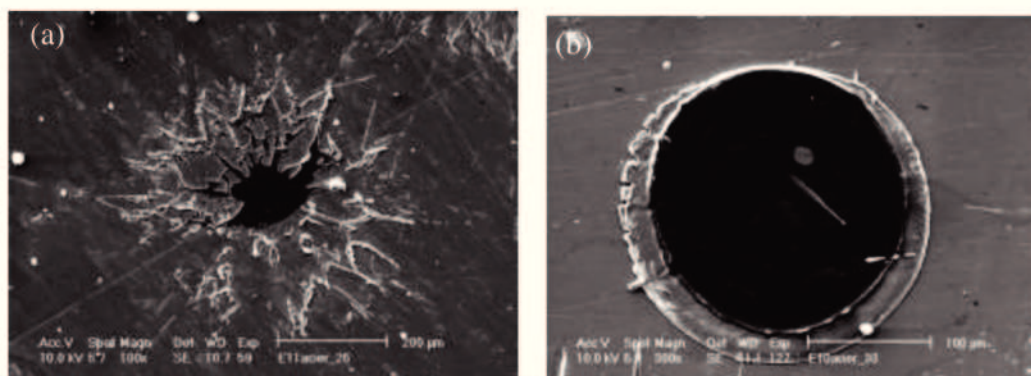
### I.1.2.4 Caractérisation *de l'état de surface*.

La caractérisation de la rugosité d'une surface se fait par des méthodes sans contact ou par contact. Les méthodes sans contact sont basées sur l'utilisation de moyens optiques, ultrasonique ou de capacitance, qui offrent une haute précision des mesures mais qui sont limitées à la détection des irrégularités dans l'écart de la longueur d'onde de la technique employée.

Les méthodes par contact sont réalisées avec un rugosimètre ou un profilomètre muni d'une pointe, généralement en diamant d'environ 5  $\mu\text{m}$ , que l'on fait glisser sur la surface sur la distance de mesure  $l$ . L'état de surface est caractérisé par un ensemble de paramètres comme la rugosité moyenne ( $R_a$ ) qui permet de définir si la surface est rugueuse ou lisse, la hauteur et la profondeur maximales respectivement des pics ( $R_p$ ) et des creux ( $R_v$ ), la plus grande hauteur entre les pics et les creux ( $R_z$ ), le Skewness ( $R_{sk}$ ) qui permet de savoir si la surface contient plus de pics ( $R_{sk}>0$ ) ou si elle contient plus de creux ( $R_{sk}<0$ ), le Kurtosis ( $R_{ku}$ ) qui permet d'évaluer la courbure des pics et des creux ou encore la largeur moyenne des pics et des creux ( $R_{sm}$ ). L'état de surface doit être adapté à la taille moyenne des lamelles projetées. Il a été montré que  $R_z$ , par exemple, doit être 2,5 fois le diamètre moyen des lamelles [36].

### I.1.2.5 Préchauffage du substrat à revêtir.

Si l'ensemble des paramètres de la rugosité de la surface à revêtir est une caractéristique importante pour l'accrochage mécanique des lamelles et donc de l'adhérence des revêtements sur les substrats, le préchauffage de la surface des substrats est tout aussi important. Il permet d'éliminer les polluants tels que les adsorbats et les condensats. Les substrats métalliques sont couverts d'une couche protectrice d'oxyde qui influence la mouillabilité des gouttelettes sur le substrat. Le préchauffage des substrats est généralement réalisé avec la torche de projection juste avant l'injection du matériau d'apport. La température de préchauffage est choisie en fonction du type et de la quantité des adsorbats et des condensats à la surface du substrat, qui dépendent du type de substrat métallique et de la couche d'oxyde à la surface. Fauchais et al. [37] ont montré qu'elle pouvait être choisie de l'ordre de la température de transition ( $T_t$ ) qui correspond à la température critique du substrat sur laquelle plus de 50 % des lamelles s'étaient sous forme de disque. En effet, Ageorges et al. [38] ont montré que la forme et l'étalement des lamelles étaient très différents selon la température de préchauffage du substrat (cf. **Figure 2**) et influençaient fortement l'adhérence des revêtements sur le substrat. Pour le plus part des matériaux projetés sur les substrats communément utilisés,  $T_t$  est de l'ordre de  $0,3 T_m$ , où  $T_m$  est la température de fusion des particules. Dans ces conditions, l'étalement des particules fondues est favorisé et leur vitesse de refroidissement est moins affectée par la température du substrat [35]. Par contre, la température de préchauffage ne doit pas dépasser la température de transition car elle pourrait modifier l'épaisseur et la composition de la couche protectrice d'oxyde ainsi que le paramètre de Skewness ( $S_k$ ) de la rugosité qui affecte l'adhésion du dépôt [37], [39].



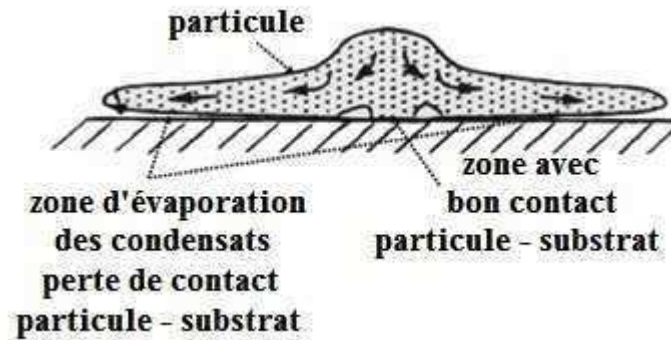
**Figure 2.** Lamelle d'une particule composite acier/alumine sur un substrat d'acier inoxydable (a) non préchauffé, (b) préchauffé à 300 °C [38].

### I.1.3 Formation du revêtement

Le principe de la formation d'un dépôt par projection thermique est basé sur l'empilement et la solidification de lamelles formées par l'étalement des particules fondues ou semi fondues projetées sur le substrat préalablement préparé. La construction du dépôt est une étape importante de la projection plasma car elle influe directement sur les propriétés du dépôt. La morphologie et la taille des lamelles gouvernent la qualité de la cohésion du dépôt, la microstructure, la taille et la distribution des pores ainsi que les contraintes résiduelles.

L'étalement des particules est directement lié à leur quantité de mouvement et leur état lors de leur impact sur le substrat ainsi qu'à l'état de surface de ce dernier. La température, la vitesse et l'angle d'impact des particules sur le substrat (les meilleurs résultats sont obtenus lorsque les particules arrivent perpendiculairement au substrat), l'oxydation des particules et le gradient de température dans la particule (particulièrement pour des particules à faible conductivité thermique) d'une part et la rugosité de surface, sa température de préchauffage, l'épaisseur et la composition chimique de la couche d'oxyde protectrice pour les substrats métalliques d'autre part, affectent directement la morphologie, le degrés d'étalement et l'adhérence des particules [40].

La plupart des études sur l'étalement des particules qui impactent sur directement le substrat ont été faites sur des substrats lisses compte tenu des difficultés d'observation sur les substrats rugueux. Au contact de la particule fondue à haute température, des adsorbats et des condensats s'évaporent très rapidement (en quelques centaines de nanosecondes) de la surface du substrat, entraînant une augmentation de la pression sous la particule qui s'étale, diminuant ainsi le contact avec le substrat (cf. **Figure 3**). Les extrémités de la lamelle s'en trouvent soulevées. Dans la zone centrale, la pression d'impact est la plus forte et peut contrebalancer la pression de la vapeur. On peut observer quelques points de contact entre la lamelle et le substrat comme le montre la **Figure 3** [37].



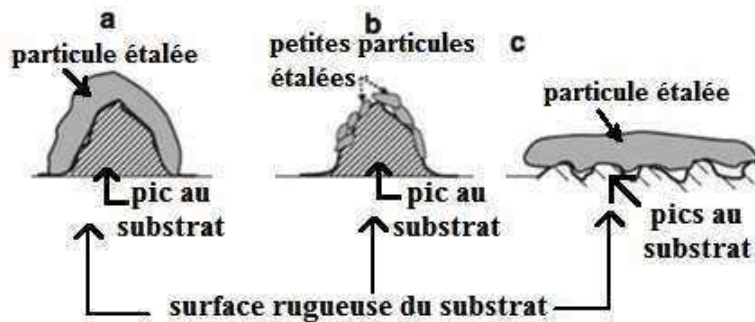
**Figure 3.** Schéma de l'étalement d'une particule sur un substrat en présence d'adsorbats et de condensats [37].

Il est donc préférable d'enlever les condensats et les adsorbats de la surface à revêtir avant de commencer la projection. Cette opération peut être réalisée en préchauffant la surface. Lorsque la surface du substrat est préchauffée à une température supérieure à la température de transition ( $T_i$ ) l'étalement régulier de la particule fondue est favorisée grâce à la désorption des adsorbats et des condensats, le contact de la particule sur le substrat est meilleur (cf. **Figure 3**). Au contraire si la surface du substrat n'est pas préchauffée, la particule fondue subit une fragmentation lors de l'impact sur le substrat, comme le montre la **Figure 2**, due à la pression de vapeur des adsorbats et des condensats qui s'évapore sous la particule fondue à température élevée. En préchauffant la surface du substrat, le contact effectif entre la lamelle et le substrat n'est que d'environ 60 % de la surface de la particule étalée mais c'est 3 fois plus que le contact effectif d'une particule projetée sur un substrat non préchauffé qui ne dépasse pas 20 %. L'adhérence s'en trouve directement affectée, elle est 3 à 4 fois plus élevée sur une surface préchauffée.

Par ailleurs, l'étalement des particules fondues dépend de la mouillabilité de la surface de contact (le substrat ou les lamelles formées antérieurement) où la rugosité, la couche protectrice d'oxyde et la conductivité thermique sont déterminants. Les substrats avec des rugosités importantes présentent une meilleure mouillabilité car ces dernières empêchent la formation d'éclaboussures et de ce fait le degré d'étalement des lamelles est plus faible que celui des lamelles sur un substrat du même matériau avec une surface lisse. Pour cette raison la rugosité doit être adaptée à la taille des particules projetés (cf. **Figure 4**) [35], [37]. Généralement pour avoir une bonne adhésion, la dimension de la lamelle doit être entre 1,5 et 3 fois la valeur du paramètre de rugosité  $R_z$  (**Figure 4-a**).



Si la lamelle est très petite (cas de la **Figure 4-b**) ou très grande par rapport à la rugosité (cf. **Figure 4-c**), l'adhésion est réduite.



**Figure 4.** Schéma de la taille relative des rugosités par rapport à la taille des particules projetées [35], [37].

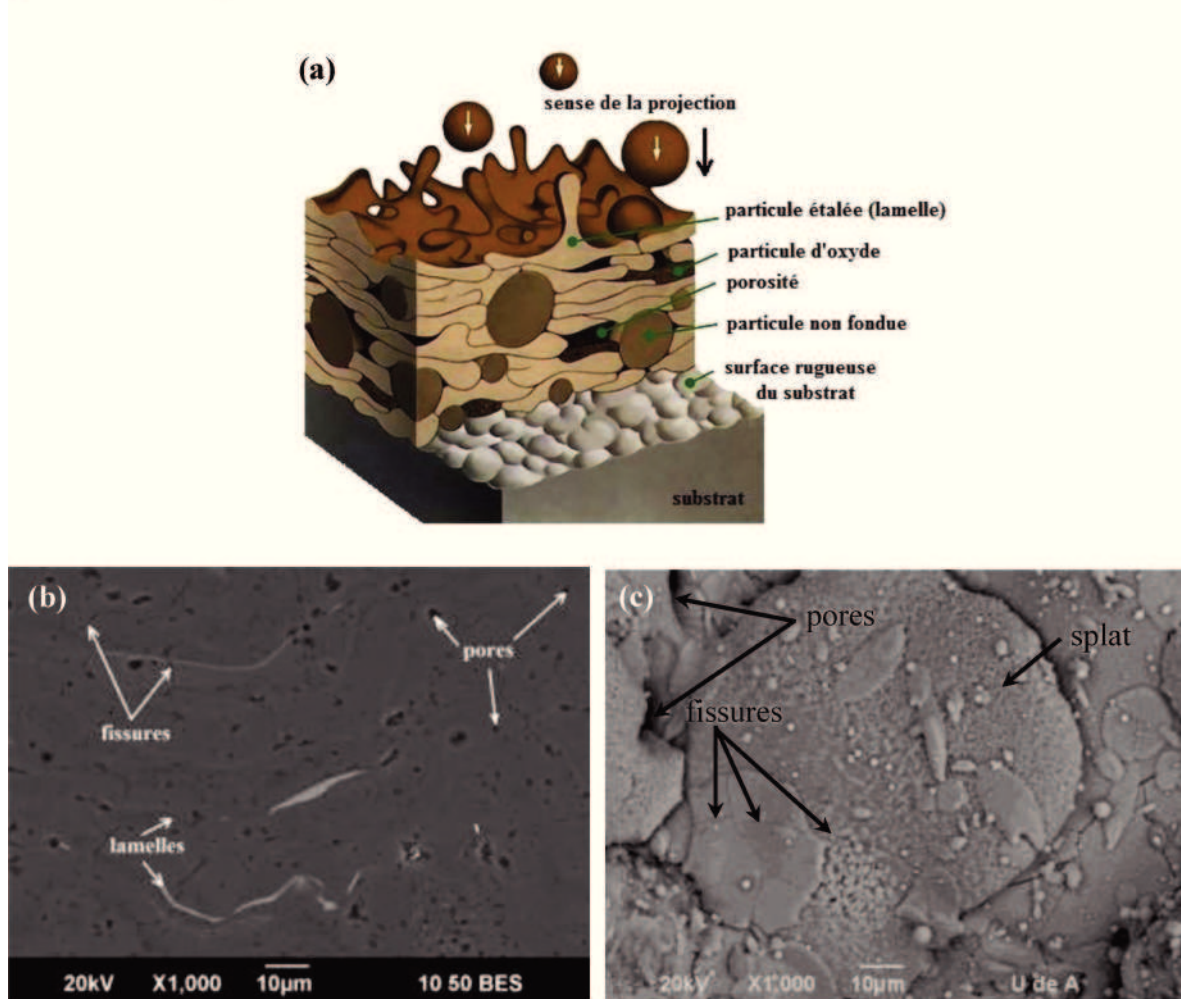
La composition, l'épaisseur et la morphologie de la couche d'oxyde protectrice du substrat déterminent sa température de préchauffage et aussi sa mouillabilité. Les substrats avec une haute conductivité thermique présente une mouillabilité réduite car des taux importants de transfert de chaleur vers l'intérieur du substrat réduisent la température à la surface où les particules fondues vont s'étaler. Dans le cas de la formation des lamelles sur d'autres lamelles préalablement formées, la mouillabilité est favorisée car les matériaux liquides ont la caractéristique de bien s'étaler sur des solides de même composition [27], [35], [37].

La qualité du contact à l'interface entre les particules étalées et le substrat est fonction de la pression d'impact qui dépend de la vitesse à laquelle les particules impactent le substrat : des hautes vitesses correspondent à des hautes pressions et donc des lamelles minces qui se solidifient plus rapidement. Le temps d'étalement est entre 5 et 10 fois plus important que le temps de solidification des lamelles car généralement la solidification débute avant que l'étalement soit fini [37]. Le temps entre deux impacts successifs est de l'ordre de quelques dizaines de microsecondes de telle manière qu'une particule impacte sur une autre déjà solidifiée.

Les dépôts sont construits par des passages successifs de la torche devant le substrat. Ainsi l'empilement des lamelles est donc piloté par le débit de poudre injectée, le rendement de la projection et la vitesse relative entre la torche et le substrat. Lorsqu'on observe le revêtement en coupe, il présente une microstructure constituée par des lamelles, des pores, des particules partiellement fondues ou non fondues, des

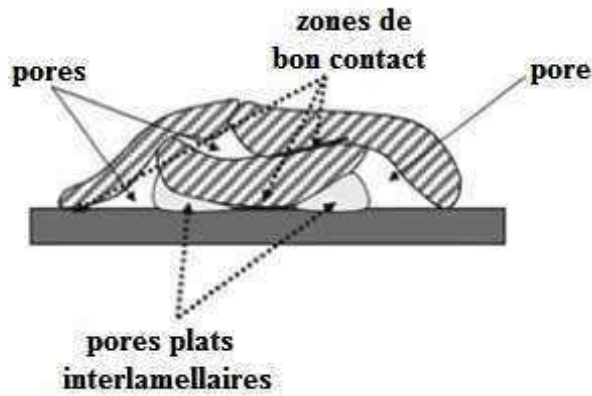


fissures et dans le cas de métaux, des particules d'oxydes peuvent également être présentes (cf. **Figure 5**).



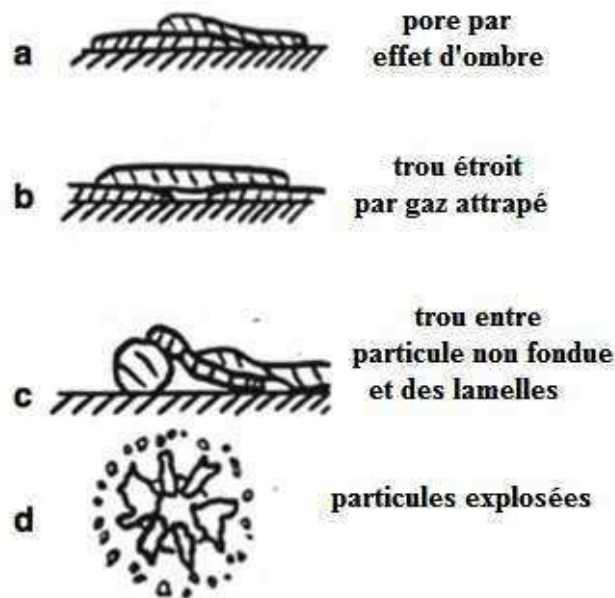
**Figure 5.** (a) Schéma de la formation d'un dépôt par projection thermique [41], (b) *micro structure réelle d'un dépôt en coupe*, (c) *micro structure réelle d'un dépôt en surface*.

L'empilement des lamelles entraîne des zones avec différents grades de contacts à l'intérieur du dépôt. Or le contact réel entre les lamelles détermine les propriétés du revêtement telles que sa conductivité thermique, sa dureté, son module d'Young, etc. Entre les lamelles empilées ou entre les premières lamelles et le substrat se forment des pores inter lamellaires comme le montre la **Figure 6**. Les pores inter lamellaires sont des pores plats orthogonaux à la direction de la projection et sont situés entre les lamelles.



**Figure 6.** Schéma des différentes zones de contact à l'empilement des lamelles [37].

Les pores se forment habituellement par l'effet d'ombre (cf. **Figure 7-a**), par des trous étroits entre les lamelles remplis de gaz (cf. **Figure 7-b**), par des trous entre les lamelles et les particules partiellement fondues ou non fondues (cf. **Figure 7-c**) ou par des particules qui ont explosées (cf. **Figure 7-d**). Les pores sont distribués uniformément dans le dépôt et ont tendance à diminuer les propriétés de ce dernier proportionnellement à leur taille.



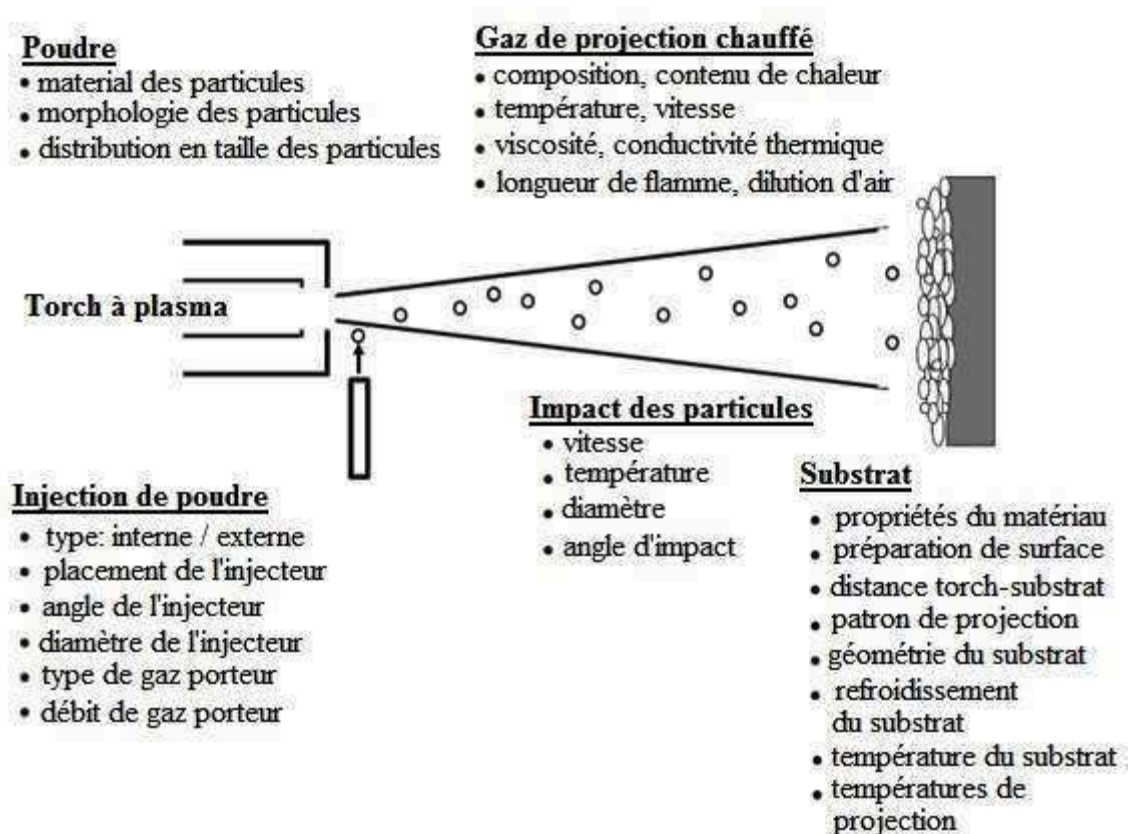
**Figure 7.** Représentation de la formation des pores par: (a) effet d'ombre, (b) trous étroits entre lamelles et creux, (c) trous entre lamelles et particules non fondues, (d) particules explosées [37].

Il est également possible d'observer dans la microstructure typique des dépôts élaborés par projection thermique la présence de fissures que se forment lors de la relaxation des contraintes. Les lamelles peuvent présenter des microfissures produites par la relaxation des contraintes de trempe et des macrofissures, orientées parallèlement aux lamelles, produites par la différence des coefficients de dilatation entre les particules et le substrat ce qui initie l'interconnexion des pores.

Malgré la formation des fissures dans la microstructure, ce qui allège les contraintes, elles peuvent partialement rester dans l'état final des contraintes du revêtement et dégrader ses propriétés mécaniques (dureté, module d'Young, ténacité à la fracture, etc.) selon que le dépôt reste sous des contraintes de traction après la projection. L'origine de telles contraintes peut se trouver dans la vitesse de refroidissement des particules lors de la projection, elles sont connues comme contraintes de trempe et portent le dépôt en traction. Les différences de coefficients de dilatation entre les particules projetées et le substrat apportent également des contraintes généralement en traction tout comme les transformations des phases qui peuvent avoir lieu lors du chauffage des particules pendant la projection et les solidifie sous des phases différentes de celles du matériau de départ. Par contre, dans des techniques de projection où les particules sont projetées à haute vitesse, telles que le D-Gun ou la HVOF. Des contraintes associées à l'impact des particules sur le substrat introduisent des contraintes en compression et agissent en faveur de l'adhérence du dépôt au substrat [35], [37].

#### **I.1.4 Influence des paramètres de projection plasma sur la formation du dépôt**

La microstructure du dépôt est complexe. On observe très souvent un comportement anisotrope liés à la quantité et à la taille des défauts tels que les porosités, les fissures et les particules partiellement fondues ou non fondues, lesquels dépendent fortement des conditions et paramètres de projection à différents niveaux, résumés sur le schéma de la **Figure 8** [37].



**Figure 8.** Paramètres de projection influençant la formation des revêtements [37].

## I.2) Matériaux et propriétés associées

Les oxydes typiquement projetés par APS sont :  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{TiO}_2$ ,  $\text{ZrO}_2$ ,  $\text{ZrSiO}_4$ ,  $\text{Cr}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Y}_2\text{O}_3$  et des mélanges, à base d'alumine ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ), de titane ( $\text{TiO}_2$ ) et de zircon ( $\text{ZrO}_2$ ).

### I.2.1 L'alumine.

L'alumine est largement utilisée pour fabriquer des catalyseurs, des revêtements ou comme particules abrasives. Sa phase la plus connue est le corindon ou l'alumine alpha ( $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ ), mais certaines applications technologiques requièrent d'autres structures connues comme les « alumines de transition » correspondant aux phases gamma ( $\gamma$ ), delta ( $\delta$ ), thêta ( $\theta$ ), kappa ( $\kappa$ ), chi ( $\chi$ ), êta ( $\eta$ ) et rho ( $\rho$ ) [42]–[44]. En projection thermique, l'alumine peut se solidifier sous la phase  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$  ou sous une alumine de transition ou métastable, la plus fréquente est la phase  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$  [42]. Celle-ci peut revenir sous la phase  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$  lorsqu'elle est chauffée au-delà de 950 °C [32]. Les applications technologiques des dépôts d' $\text{Al}_2\text{O}_3$  sont souvent liées à sa dureté, sa

résistance à l'usure abrasive, au glissement relative entre surfaces et à l'oxydation ainsi qu'à sa capacité diélectrique [5], [17], [43]–[47]. Néanmoins, la résistance à l'usure de ces revêtements ne dépend pas que de leur dureté mais aussi de leur ténacité à la fracture qui n'est pas très élevée pour les dépôts d' $\text{Al}_2\text{O}_3$  [5], [17], [45]–[47], entre 0,5 et  $2,5 \text{ MPa(m)}^{1/2}$  [48], mais peut toutefois être amélioré par l'addition d'autres oxydes comme le titane [5], [17], [46], [47].

### **I.2.2 Le titane.**

Le dioxyde de titane ( $\text{TiO}_2$ ), est caractérisé par ses propriétés de haute dureté, sa ductilité et son adhésion au substrat [5]. Ses applications sont très similaires à celles de l'alumine malgré ses plus faibles dureté, résistance diélectrique et résistance aux attaques chimiques de cette dernière [32]. Les phases les plus souvent utilisées sont le rutil, l'anatase et la brookite qui présentent la même stœchiométrie mais qui ont différentes structures cristallines. Une des particularités de sa phase anatase est sa capacité photocatalytique d'où son utilisation dans des applications pour la décontamination de l'eau et de l'air [49], [27]. L'utilisation du  $\text{TiO}_2$  la plus fréquente en projection thermique correspond à son mélange avec de l' $\text{Al}_2\text{O}_3$  pour revêtir des éléments que doivent résister à l'usure abrasive, à l'attaque galvanique et à la corrosion à haute température [5].

### **I.2.3 La zircon.**

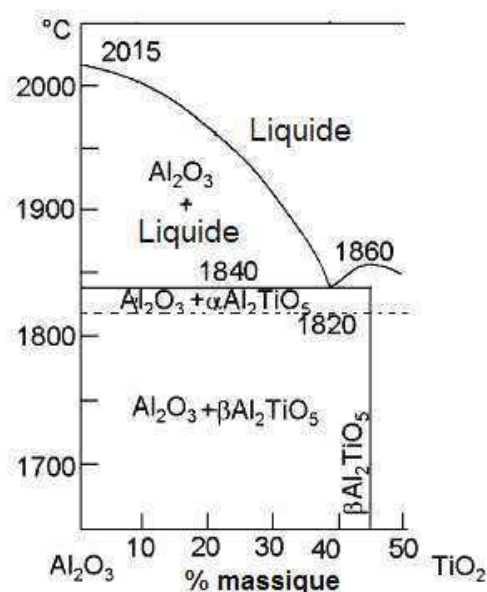
La zircon ( $\text{ZrO}_2$ ) a la caractéristique de pouvoir s'utiliser sous une large gamme de microstructures ce qui lui confère une gamme de propriétés physiques, chimiques et mécaniques de hautes performances [50]. L'application la plus développée du  $\text{ZrO}_2$  en projection thermique se trouve dans les barrières thermiques due à sa conductivité thermique réduite et à sa haute résistance aux chocs thermiques [27], [32], [33] ainsi que dans les piles à combustibles à oxydes solides (SOFC : Solid Oxide Fuel Cells) [5], [32]. Ses applications étant souvent à hautes températures, il est nécessaire d'éviter les transformations de phases indésirables, si bien que le  $\text{ZrO}_2$  est stabilisé généralement avec de l'oxyde d'yttrium ( $\text{Y}_2\text{O}_3$ ) d'où son appellation de zircon yttrée (YSZ) ou partiellement stabilisée (PYSZ), ou zircon tétragonale yttrée (Y-TZP), mais aussi avec de la cérine ( $\text{CeO}_2$ ) ou de l'oxyde de Magnésium ( $\text{MgO}$ ). La température de stabilisation la plus haute est avec la stabilisation à l'oxyde d'yttrium ou la cérine.

Cependant la température d'usage est limitée à 1 200 °C [32]. La zircone présente également un bon comportement à l'usure abrasive lorsqu'elle combinée avec d'autres céramiques oxydes telles que l'alumine [32], [50].

#### I.2.4 Les dépôts d'alumine-titane.

Le mélange de particules d'alumine et d'oxyde de titane est utilisé en projection thermique pour la réalisation de dépôts résistants à l'usure et aux attaques chimiques des acides et des alkalis due à la présence de différentes phases cristallines et de grades de cristallinité. Les transformations de phases du système  $\text{Al}_2\text{O}_3 - \text{TiO}_2$  sont schématisées sur la **Figure 9** [47]. Les compositions les plus utilisées sont :

- $\text{Al}_2\text{O}_3 - 3\text{wt } \% \text{ TiO}_2$ , que permet d'obtenir des dépôts moins fragiles mais avec une faible résistance diélectrique par rapport aux dépôts élaborés avec de l' $\text{Al}_2\text{O}_3$  pure.
- $\text{Al}_2\text{O}_3 - 13\text{wt } \% \text{ TiO}_2$ , qui a une dureté plus faible que les dépôts d' $\text{Al}_2\text{O}_3 - 3\text{wt } \% \text{ TiO}_2$  du fait de la présence de l'oxyde de titane (car la phase alumine gamma est aussi dans les dépôts purs) mais une meilleure ténacité à la fracture grâce à la contribution des propriétés du  $\text{TiO}_2$ .
- $\text{Al}_2\text{O}_3 - 45\text{wt } \% \text{ TiO}_2$  est une composition hyper-eutectique que présente une dureté et une résistance à l'usure moindre par rapport aux deux précédentes compositions hypo-eutectiques, dues à la présence des titanates  $\text{Al}_2\text{TiO}_5$  et  $\text{Al}_6\text{Ti}_2\text{O}_{13}$  qui ont de faibles dureté et ténacité.

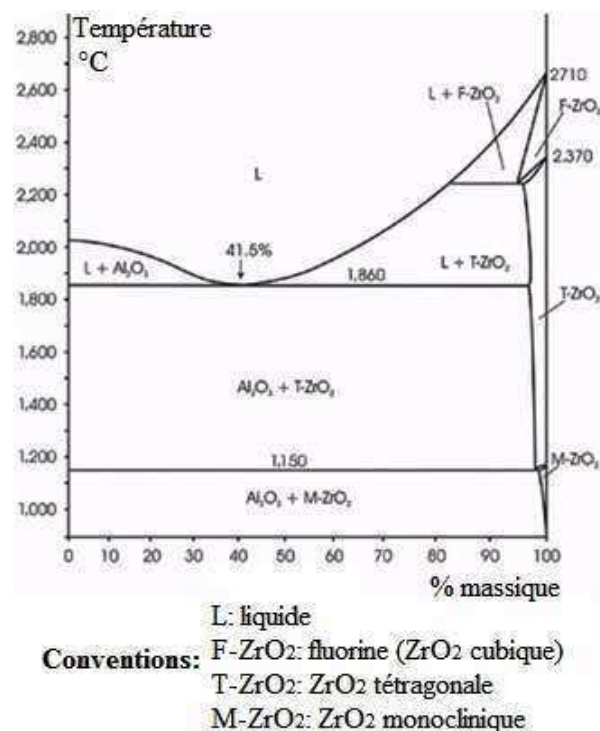


**Figure 9.** Diagramme des phases du système  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiO}_2$  [47].



### I.2.5 Les dépôts d'alumine-zircone.

L'addition d'alumine à la zircone permet de la stabiliser pour limiter sa transformation en phases indésirables sensibles à la fissuration et à la dégradation de ses propriétés [50]. Les diverses transformations de phases pour des compositions chimiques différentes d'alumine et de zircone en fonction de la température sont données par le diagramme de la **Figure 10** [51]. Ce mélange permet aussi d'obtenir des dépôts plus denses, avec des microstructures plus homogènes et une porosité plus faible [33], [50].



**Figure 10.** Diagramme des phases du système Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-ZrO<sub>2</sub> [51].

### I.3) Méthodes de caractérisation

La caractérisation de dépôts élaborés par projection thermique nécessite différentes méthodes pour déterminer les propriétés chimiques et physiques. L'étude des propriétés est ciblée en fonction de l'intérêt particulier lié à des applications spécifiques du dépôt afin de déterminer sa performance sous des conditions d'usage. Ainsi, on a recours à la microscopie (optique, électronique et à force atomique) pour connaître les principales caractéristiques de la surface et de la section des dépôts telles que la composition

structurale (lamelles, pores, fissures, cartographie des éléments). La diffraction et la fluorescence des rayons X sont utilisées pour identifier les différentes phases et les éléments chimiques contenus dans les dépôts. Les propriétés mécaniques, dureté, module d'Young, ténacité à la fracture sont évaluées par des méthodes de contact par indentation utilisant différents indenteurs (Vickers, Knoop, Berkovich) ou par des méthodes de non contact, ultrasons, essais thermiques. Quant aux propriétés tribologiques, résistance à l'usure et coefficient de frottement, elles sont déterminées par contact de type pion/disque.

L'intérêt de la recherche présentée est ciblé sur la détermination des propriétés mécaniques (dureté, module d'Young et ténacité à la fracture) par des méthodes de contact basées sur la formation d'une empreinte résiduelle sur la surface d'étude et la résistance à l'usure des dépôts lors de l'usinage avec des forets.

### **I.3.1 La dureté**

La dureté est une propriété de grand intérêt pour les chercheurs scientifiques, les professionnels et les fabricants qui travaillent dans le domaine des matériaux, car cette propriété est directement liée à la performance mécanique des pièces ou composants fabriqués.

Il n'existe pas une définition unique de la dureté car elle peut être représentée comme le comportement d'un matériau sous différentes conditions, par exemple :

- la résistance à la rayure produite par un matériau de référence dans le cas de la dureté Mohs utilisée pour les minéraux,
- la résistance à la pénétration d'un indenteur dans le cas des duretés Brinell, Rockwell, Vickers et Knoop utilisées pour la caractérisation mécanique des métaux et des céramiques,
- la résistance à la perforation produite par un foret, utilisée pour déterminer la dureté des roches et des grandes structures de béton [22], [23], [52],
- la réponse élastique ou résilience au choc produite par l'impact d'une sphère (ou d'un élément arrondi) avec le matériau, utilisé pour mesurer la dureté des bétons, métaux et polymères en utilisant un scléromètre.



Ces méthodes permettent de déterminer la dureté d'un matériau à partir de la résistance d'un solide à une déformation locale [53].

Différents types d'essais basés sur la résistance des matériaux à la pénétration d'un indenteur sont utilisés pour évaluer leur dureté.

Les indenteurs doivent être plus durs que le matériau sur lequel la dureté est mesurée et leurs géométries sont généralement sphériques, coniques à pointe hémisphérique, pyramidales à base carrée, triangulaires ou rhomboédriques [54].

Six types d'essais différents ont été mis en œuvre pour mesurer la macro, la micro et la nano dureté de matériaux métalliques, céramiques et polymériques. Les essais de micro dureté sont réalisés soit avec une pointe Vickers, soit avec une pointe Knoop. Pour les essais de nano dureté, l'indenteur utilisé est typiquement un indenteur du type Berkovich qui est en une pointe en diamant en forme de pyramide à trois faces. Selon le mode de déformation observée autour de l'empreinte (affaissement des faces de l'empreinte résiduelle ou formation d'un bourrelet), l'analyse des données se fait respectivement par la méthode Oliver & Pharr [55] pour par celle de Loubet et al. [56], [57]. Les essais de macro dureté sont généralement réalisés avec des indenteurs en forme de sphère (Dureté Brinell ou Meyer), pyramide à base carrée (Dureté Vickers) ou à pointe sphérique (Dureté Rockwell) en appliquant différentes charges selon le type d'essai [54], [58].

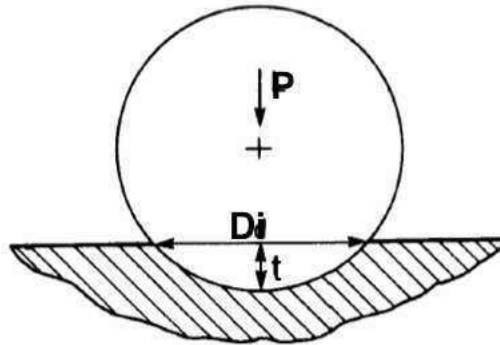
#### I.3.1.1 Les macro duretés Brinell et Meyer

La macro dureté Brinell et la macro dureté Meyer sont principalement utilisées pour la mesure de dureté des métaux. Elles sont déterminées avec un indenteur sphérique sur lequel on applique une charge  $P$  (pendant 30 à 60 s selon que le métal est dur ou doux) pour former une empreinte que l'on mesure [54], [58]. La valeur de la dureté Brinell BHN (Brinell Hardness Number) est calculée par l'équation 1 :

$$BHN = \frac{P}{\frac{\pi}{2} D \left( D - \sqrt{D^2 - D_i^2} \right)} = \frac{P}{\pi D t} \quad \text{équation 1}$$

où  $D$  est le diamètre de la bille de l'indenteur,  $D_i$  est le diamètre de l'empreinte produite lors de l'essai et  $t$  est la profondeur de pénétration de l'empreinte [29], [58] (cf. **Figure 11**).

Si la force est donnée en kgf et le diamètre de l'empreinte en mm, la dureté Brinell est en kgf/mm<sup>2</sup>. Cependant les unités du système international MPa ou GPa sont les plus utilisées.



**Figure 11.** Schéma de l'indentation Brinell [55].

La dureté Meyer  $HMe$  (Meyer Hardness Number) est déterminée par le même essai de dureté Brinell, mais sa valeur est calculée, à partir de la force appliquée et de l'aire projetée de l'empreinte formée selon l'équation 2 :

$$HMe = \frac{4P}{\pi D_i^2} = P_m \quad \text{équation 2}$$

$P_m$  est la pression moyenne de contact, c'est à dire la pression moyenne sous l'indenteur, laquelle est opposée à la force appliquée par unité de surface.

Selon la littérature, la dureté Meyer est la vraie représentation de la dureté d'un matériau [55], elle peut être reliée à la dureté Brinell par l'équation 3 :

$$\frac{BHN}{HMe} = \frac{\left(\frac{D_i}{D}\right)^2}{2 \left[1 - \sqrt{1 - \left(\frac{D_i}{D}\right)^2}\right]} \quad \text{équation 3}$$

Le rapport  $D_i/D$  est appelé la déformation de contact.

### I.3.1.2 La macro dureté Rockwell

L'essai de dureté Rockwell utilise deux types d'indenteur : un cône de diamant de 120° à pointe arrondie ou une bille en acier trempé ou en carbure de tungstène. La mesure s'effectue en 3 étapes. La première étape consiste à appliquer une charge initiale de 100 N (appelée force mineure) qui va donner l'origine de l'empreinte. Lorsque l'équilibre est atteint la surcharge est appliquée (force majeure) pour arriver à la profondeur maximale d'indentation qui va donner l'empreinte rémanente utilisée pour calculer la dureté. Lorsque le nouvel équilibre est atteint, la surcharge est supprimée de façon à revenir à la charge initiale. À chaque étape, les profondeurs d'indentation sont mesurées à l'aide d'un capteur. La valeur de la dureté Rockwell (HR) est calculée par l'équation 4 :

$$HR = \varepsilon - e \quad \text{équation 4}$$

où  $\varepsilon$  est une constante qui dépend de la forme de l'indenteur et  $e$  est la profondeur d'indentation enregistrée lors de l'application de la surcharge.

Il existe 15 types de dureté Rockwell différentes selon les combinaisons d'indenteur et de forces appliquées.

Les différents types de macro dureté selon les combinaisons du type d'indenteur et de la charge maximale sont résumés dans le **Tableau 1** ainsi que les applications typiques d'utilisation.

### I.3.1.3 La micro dureté Vickers

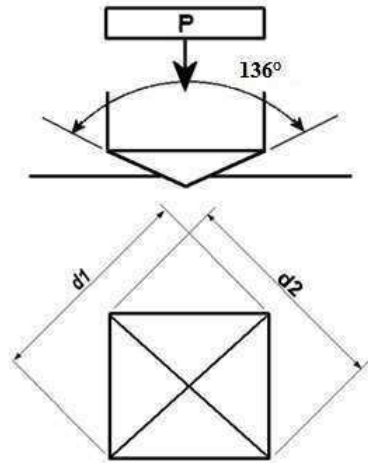
L'essai de dureté Vickers consiste à appliquer une charge  $P$  sur le matériau pendant 10 à 15 s avec un indenteur muni d'une pointe diamantée en forme de pyramide à base carrée (cf. **Figure 12**).

À l'échelle micrométrique, la charge appliquée lors de l'essai Vickers est entre  $9,807 \times 10^{-3}$  et 9,807 N et les diagonales de l'empreinte sont mesurées en micromètres ( $\mu\text{m}$ ). Le principe de fonctionnement pour la macro dureté Vickers est le même, la différence réside dans la gamme de force d'indentation appliquée (de 9,807 à 1176,8 N) [60].

**Tableau 1.** Les différents types de macro dureté selon le type d'indenteur, la charge maximale et les applications typiques d'utilisation [54], [58], [60], [61].

Essai	Symbol	Type d'indenteur	Charge maximale [N]	Applications typiques
Brinell	HB	Bille* de 10 mm de diamètre	29400	Fer et aciers produits par fusion
			4900	Alliages non ferreux
Vickers	HV	Pyramide à base carrée en diamant	9,8 – 980	Produits en acier trempé, céramiques techniques et des matériaux durs
Rockwell A	HRA	Cône à pointe sphérique en diamant	588	Carbures cémentés, pièces minces en acier et aciers durcis (couches peu profondes)
Rockwell B	HRB	Bille* de 1,588 mm de diamètre	980	Alliages de cuivre, aciers doux, alliages d'aluminium, fer malléable
Rockwell C	HRC	Cône à pointe sphérique en diamant	1470	Aciers, fers fondus durs, fers malléables perlitiques, titane, aciers durcis (couches profondes) et des matériaux de dureté supérieure à HRB 100
Rockwell D	HRD		980	Pièces minces en acier, aciers durcis (couches à profondeur moyenne) et fers malléables perlitiques
Rockwell E	HRE	Bille* de 3,175 mm de diamètre	980	Fers produits par fusion, alliages d'aluminium et de manganèse et métaux pour roulements
Rockwell F	HRF	Bille* de 1,588 mm de diamètre	588	Alliages en cuivre et métaux doux
Rockwell G	HRG		1470	Fers malléables, alliages en cuivre-nickel-zinc et cupro-nickels
Rockwell H	HRH	Bille* de 3,175 mm de diamètre	588	Aluminium, zinc et plomb
Rockwell K	HRK		1470	
Rockwell L	HRL	Bille* de 6,350 mm de diamètre	588	Métaux pour roulements et autres matériaux doux. Il est recommandé d'utiliser des petites billes et des charges élevées pour éviter l'effet d'enclume (effet par lequel une marque est visible sur la face contraire à celle de la mesure [61])
Rockwell M	HRM		980	
Rockwell P	HRP		1470	
Rockwell R	HRR	Bille* de 12,70 mm de diamètre	588	
Rockwell S	HRS		980	
Rockwell V	HRV		1470	

\* Bille en acier ou en carbure de tungstène.



**Figure 12.** Principe de l'indentation Vickers [54].

La valeur de la dureté Vickers HV est donnée par le rapport de la charge appliquée sur l'aire projetée de l'empreinte résiduelle. Elle est déduite des dimensions des diagonales de l'empreinte résiduelle produite sur la surface du matériau selon l'équation 5 :

$$HV = 1 \times 10^3 \times \frac{P}{A_s} = 2 \times 10^3 \frac{P \cdot \sin\left(\frac{\alpha}{2}\right)}{d_v^2} = 0,0018544 \times \frac{P}{d_v^2} \quad \text{équation 5}$$

Où P est la charge appliquée en N,  $A_s$  est l'aire réelle de la surface de l'empreinte en  $\text{mm}^2$ ,  $d_v$  est la moyenne de la longueur des diagonales d1 et d2 de l'empreinte en mm,  $\alpha$  est l'angle entre les faces de l'indenteur ( $136^\circ$ , cf. **Figure 12**) et HV est en GPa [1], [60].

La diagonale de l'empreinte Vickers étant sept fois sa profondeur ( $d = 7t$ ), la valeur de l'aire réelle  $A_s$  peut être calculée en fonction de la profondeur t selon l'équation 6 [55]. En considérant cette aire dans l'équation 5, on définit ainsi la dureté Martens, HM :

$$A_s = 26,43t^2 \quad \text{équation 6}$$

Avec un indenteur Vickers, il est également possible de définir une dureté de type Meyer en considérant la surface projetée au lieu de la surface réelle. Dans ces conditions, la dureté HMe est définie par la relation :

$$HMe = 0,002 \times \frac{P}{d^2} \quad \text{équation 7}$$

Il est alors possible de trouver une équivalence entre la dureté Vickers et la dureté Meyer à partir de l'équation 8 [59]:

$$HV=0,094495HMe \quad \text{équation 8}$$

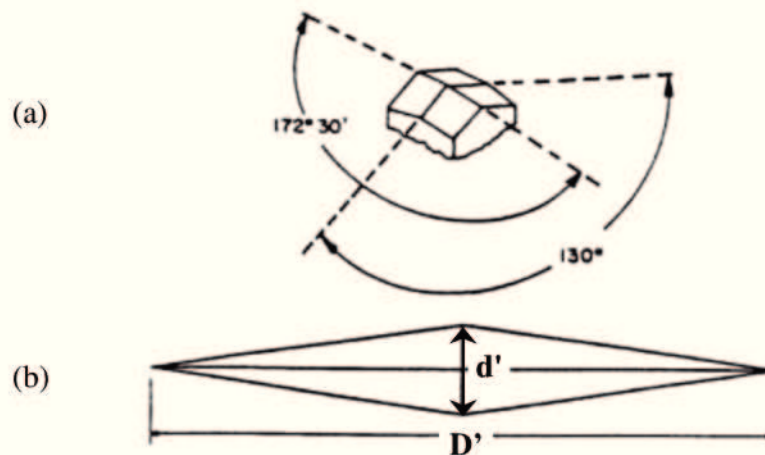
#### I.3.1.4 La micro dureté Knoop

La dureté Knoop, développée par le « National Bureau of Standards » NIST en 1939, est classée comme une micro dureté due à la charge utilisée lors de l'essai (entre 10 g et 1000 g). L'indenteur utilisé est rhomboédrique à pointe diamantée, avec des angles entre les faces opposées de  $172^{\circ}30'$  et  $130^{\circ}$  ce qui donne des indentations allongées (cf. **Figure 13**) [55]. La grande diagonale ( $D'$ ) est idéalement 7,114 fois la plus petite diagonale ( $d'$ ), selon la géométrie de l'indenteur, cependant ce rapport est affecté par la récupération élastique [60]. La profondeur d'indentation est environ 1/30 de la longueur de la grande diagonale [55].

La valeur de la dureté Knoop (HK) est calculée par la relation entre la charge appliquée (P) et l'aire projetée de l'empreinte selon l'équation 9 :

$$HK = \frac{2P}{D'^2 \left[ \cot \frac{172,5^{\circ}}{2} \times \tan \frac{130^{\circ}}{2} \right]} = 0,014229 \frac{P}{D'^2} \quad \text{équation 9}$$

Où HK est en GPa, P en N et  $D'$  en mm [60].

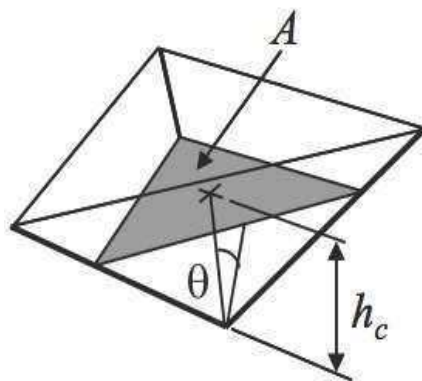


**Figure 13.** (a) Indenteur Knoop; (b) forme de l'empreinte produite [60].

Ce type de dureté est particulièrement utilisée pour l'étude des matériaux fragiles, d'une part du fait de la faible profondeur de pénétration la formation de fissures est limitée, d'autre part l'inégalité de deux diagonales permet d'évaluer des anisotropies à la surface des matériaux [55]. Elle permet d'évaluer des gradients de dureté et de déterminer la dureté de dépôts minces [60]. Toutefois, la comparaison de la dureté Knoop avec la dureté Vickers nécessite quelques précautions d'usage. En effet, les aires considérées dans les calculs ne sont pas les mêmes. Il s'agit de l'aire projetée pour la dureté Knoop et de l'aire réelle pour la dureté Vickers. Chicot et al. [62] ont proposé de recalculer le coefficient qui devient 0,01283 au lieu de 0,014229 pour considérer le calcul d'aire réelle de l'empreinte Knoop.

#### I.3.1.5 La dureté Berkovich

L'indenteur Berkovich est une pyramide à trois faces, dont la base est un triangle équilatéral, (cf. **Figure 14**) [59].



**Figure 14.** Géométrie de l'indenteur Berkovich [59].

La dureté Berkovich  $H$  (en GPa) utilisée spécialement en indentation instrumentée prend en compte la profondeur d'empreinte et l'aire de contact projetée. Elle se calcule à partir de l'équation 10 :

$$H = \frac{P}{24,5h_r} \quad \text{équation 10}$$

Où  $P$  est la charge appliquée en N et  $h_r$  la profondeur de l'empreinte résiduelle en  $\mu\text{m}$ . Cette profondeur très particulière est calculée à partir de la méthodologie proposée soit par Oliver and Pharr [3], [4] en cas d'affaissement des faces de l'empreinte ou soit par la méthode de Loubet et al. [56], [57] dans le cas de la formation de bourrelet.



La géométrie de l'indenteur Berkovich a été conçue de manière à être comparé à l'indentation Vickers. C'est pourquoi, si on se réfère à la notion de cône équivalent pour les indenteurs pyramidaux, le cône équivalent aux indenteurs Vickers et Berkovich a le même demi-angle au sommet, soit  $70,3^\circ$ . En d'autres termes, sous l'application d'une même charge, les surfaces projetées sont les mêmes que l'on utilise un indenteur Vickers ou un indenteur Berkovich, ce qui les rend tout à fait comparables en termes d'analyse de la dureté des matériaux.

Les indenteurs Berkovich ont la caractéristique d'être pointus du fait de ses trois faces convergentes en un seul point, alors que les indenteurs Vickers ont quatre faces ce qui à cause du procédé de façonnage, peut former un bord au sommet comme le montre la **Figure 15** [63], [60]. De ce fait, les indenteurs Berkovich sont souvent préférés pour des essais de nano indentation en raison du meilleur contrôle des paramètres d'indentation bien que la nano indentation ait été conçue à partir des indentations Vickers [59].

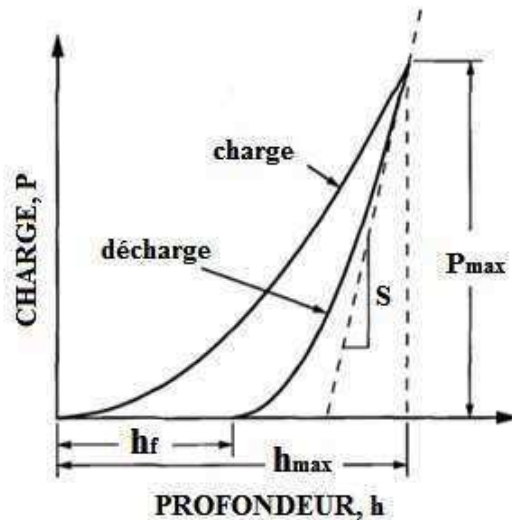


**Figure 15.** Bord au sommet de l'indenteur Vickers [60].

#### I.3.1.6 La nano dureté

La nano dureté est apparue par la nécessité de mesurer la dureté de dépôts minces. La mesure des diagonales de l'empreinte résiduelle, obtenues par l'application de charges très faibles pour éviter l'influence du substrat, était d'une grande complexité due à leurs petites tailles [59]. De nouvelles méthodes de mesures ont été développées pour mesurer la dureté basée sur la mesure de la profondeur d'indentation en fonction de la charge et décharge (cf. **Figure 16**). Cette méthode a pour avantage d'éviter l'imagerie des empreintes ainsi que de connaître le comportement élastique et les propriétés plastiques des matériaux en fonction du temps [64].





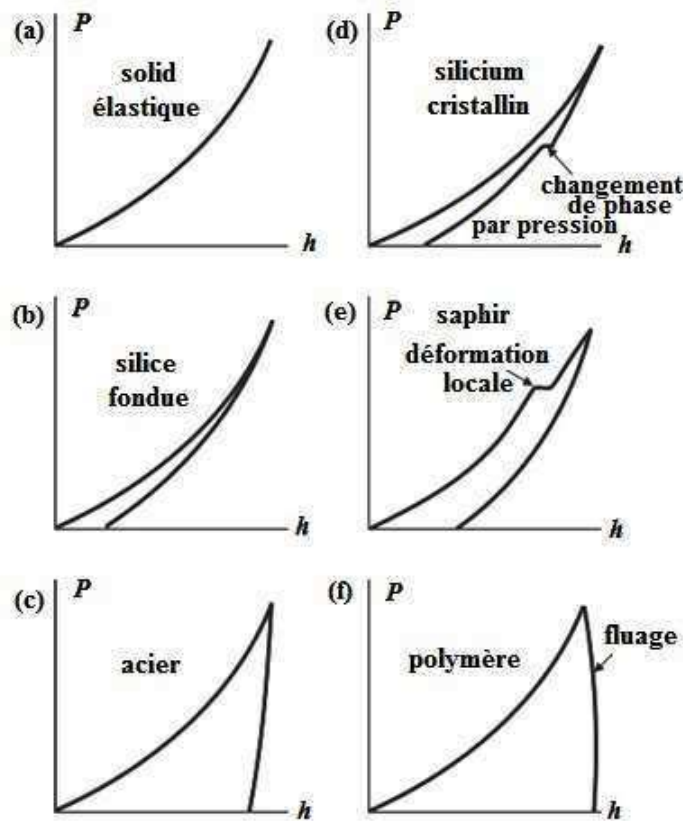
**Figure 16.** Courbe de charge–décharge typique des essais de nano indentation [3].

Initialement, cette méthode a été développée pour réaliser des essais de micro dureté avec des indenteurs du type Vickers, cependant actuellement, pour des mesures de nano dureté les indenteurs du type Berkovich sont souvent préférés du fait de leur forme simplifiée qui évite les effets de bord de la pointe de l'indenteur par rapport à l'indenteur Vickers [59].

L'essai de nano indentation consiste à réaliser une charge et une décharge complète pour obtenir une courbe comme celle présentée sur la **Figure 16** dans laquelle il y a quatre grandeurs importantes à remarquer :

- i) la charge maximale  $P_{max}$ ,
- ii) la profondeur maximale  $h_{max}$ ,
- iii) la rigidité élastique de la décharge  $S = dP/dh$  qui est définie comme la pente de la portion supérieure de la courbe de décharge et qui est aussi appelée « rigidité élastique de contact », et
- iv) la profondeur finale  $h_f$  qui représente la déformation résiduelle qui reste sur la surface de l'échantillon après la décharge [4].

La forme de la courbe charge–décharge est typique selon la nature du matériau sur lequel l'essai est conduit (cf. **Figure 17**) et fournit des informations sur le comportement non linéaire de phénomènes telles que la transformation de phases, la fissuration ou la délamination du dépôt.



**Figure 17.** Courbes de charge – décharge pour différents types et comportements de matériaux [59].

La nano indentation a pour principal but la détermination de la dureté et du module d'Young des matériaux à partir des essais de charge et de la profondeur de pénétration de l'indenteur dans le matériau. À la différence des essais d'empreintes résiduelles (normalement des essais macro et micrométriques), dans les essais de nano indentation l'empreinte obtenue a une taille très petite pour être mesurée avec des dispositifs optiques.

Dans ce cas, la dureté  $H$  est calculée à partir de l'équation 11, en utilisant l'aire de contact projetée  $A_c$  (calculée indirectement avec la profondeur de pénétration et la géométrie connue de l'indenteur) et la charge maximale  $P_{max}$  utilisée lors de l'essai :

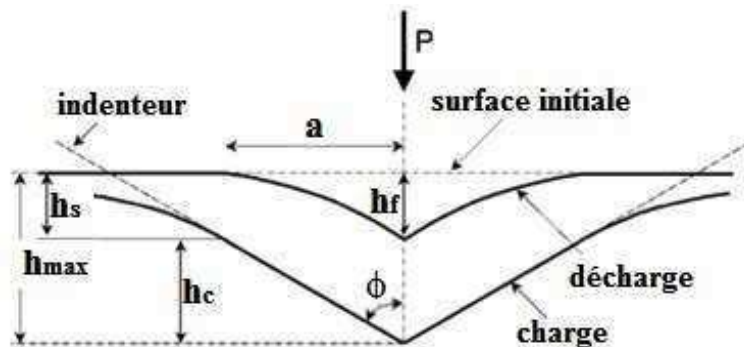
$$H = \frac{P_{max}}{A_c} \quad \text{équation 11}$$

Où l'aire de contact  $A_c$  est fonction de la profondeur de contact telle que :

$$A_c = f(h_c) \quad \text{équation 12}$$

$h_c$  est définie comme la profondeur sur laquelle il existe encore le contact entre le matériau et l'indenteur (cf. **Figure 18**) et est déterminée par l'équation 13 :

$$h_c = h_{max} - h_s \quad \text{équation 13}$$



**Figure 18.** Schéma de décharge lors d'un essai de nano indentation.

Dans cette équation,  $h_s$  représente la profondeur de pénétration de l'indenteur dans le matériau et peut être déterminée par l'équation 14 :

$$h_s = \epsilon \frac{P_{max}}{S} \quad \text{équation 14}$$

Où  $\epsilon$  est une constante que dépend de la géométrie de l'indenteur ( $\epsilon = 0,72$  pour des indenteurs coniques,  $\epsilon = 0,75$  pour des paraboloides de révolution et  $\epsilon = 1,00$  pour des indenteurs plats) et  $S$  est la rigidité élastique de la décharge. Cette relation est valable lorsque l'empilement ou la déformation plastique autour de la surface de l'empreinte est négligeable [4].

Dans le cas de la formation d'un bourrelet, l'équation 13 sous-estime la profondeur de contact. On utilise alors la relation de Loubet et al. [56], [57] qui propose d'exprimer  $h_c$  de la manière suivante :

$$h_c = 1,2 \left( h_{max} - \frac{P_{max}}{S} \right) \quad \text{équation 15}$$

D'autre part, à ce niveau d'échelle, le calcul de l'aire de contact doit absolument prendre en compte l'influence du défaut de pointe. Les travaux sur ce sujet de Chicot et al. [65] proposent différentes relations selon les profondeurs envisagées dans l'étude.

### I.3.2 Le module d'Young

Le module d'Young (E) peut être calculé soit à partir des résultats des essais d'indentation Knoop soit à partir des essais de nano indentation, selon l'échelle des mesures micrométrique ou nanométrique, respectivement.

Pour l'échelle micrométrique, la méthode de Marshall [66] est basée sur l'essai d'indentation Knoop. Un calcul géométrique simple de la tête de l'indenteur Knoop montre que le rapport grande diagonale sur petite diagonale,  $D_K/d_K$ , est égal à 7,11. Ce rapport est donc vrai lorsque l'indenteur est en contact avec le matériau. Mais lors de la décharge donc du retrait de l'indenteur, l'empreinte subit une récupération élastique qui entraîne la réduction de la taille de sa petite diagonale ( $d'$ ) et de la profondeur, tandis que la grande diagonale ( $D'$ ) reste relativement invariante. La récupération élastique dépend du rapport dureté / module d'Young ( $HK/E$ ) et est mise en évidence par la distorsion de l'empreinte résiduelle observée. Le rapport  $d'/D'$  est exprimé par l'équation 16 :

$$\frac{d'}{D'} = \frac{d_K}{D_K} - \theta \frac{HK}{E} \quad \text{équation 16}$$

Où  $d'$  et  $D'$  sont les diagonales de l'empreinte (petite et grande respectivement),  $d$  et  $D$  sont les diagonales de l'indenteur (petite et grande respectivement),  $\alpha$  est une constante d'ajustement des données équivalente à 0,45,  $HK$  est la dureté Knoop et  $E$  est le module d'Young [66].

À partir de l'essai de nano indentation, la détermination du module d'Young est possible en utilisant l'équation de la rigidité de contact  $S$  suivante :

$$S = \beta \frac{2}{\sqrt{\pi}} E_{eff} \sqrt{A_c} \quad \text{équation 17}$$

où  $\beta$  est un facteur de correction des déviations liées à la symétrie axiale des indenteurs,  $\beta=1$  pour des indenteurs axisymétriques de profil doux utilisés pour des petites déformations sur des matériaux élastiques, ce qui a lieu lorsque l'angle moyen  $\phi$  de l'indenteur est proche de  $90^\circ$ , ce qui est un cas idéal, mais en pratique les indenteurs ne sont pas axisymétriques et les déformations sont grandes (élasto – plastiques) alors  $\beta$  prend des valeurs différentes de l'unité :  $\beta = 1,012$  pour des indenteurs à base carrée (Vickers) et  $\beta = 1,034$  pour des indenteurs à base triangulaire (Berkovich). Par ailleurs,  $E_{eff}$  correspond au module effectif défini selon l'équation suivante :

$$\frac{1}{E_{eff}} = \frac{1 - \nu^2}{E} + \frac{1 - \nu_i^2}{E_i} \quad \text{équation 18}$$

où  $E$  et  $\nu$  sont respectivement le module d'Young et le coefficient de Poisson de l'échantillon et  $E_i$  et  $\nu_i$  de l'indenteur [4].

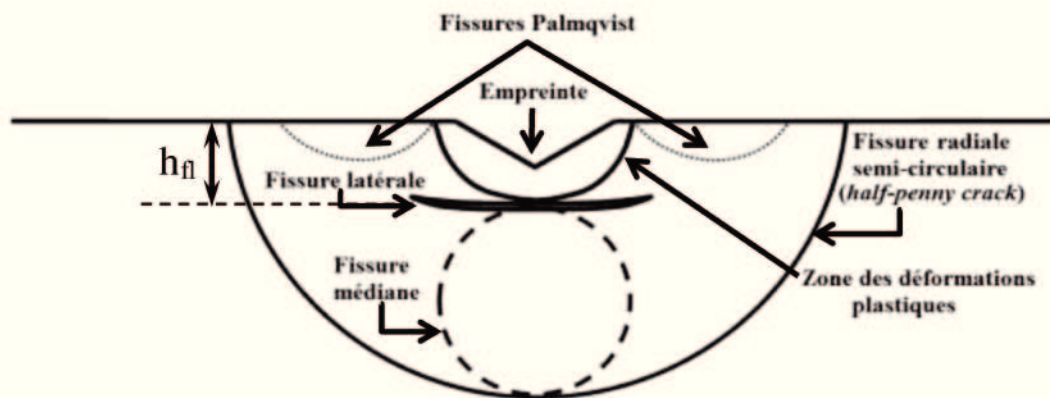
### **I.3.3 La ténacité à la fracture**

La ténacité à la fracture est définie comme le facteur d'intensité des contraintes critique pour faire propager des fissures dans un matériau et est dénotée par le symbole  $K_C$  [67].

La mesure de la ténacité à la fracture pour des matériaux fragiles, telles que les céramiques, est conventionnellement réalisée par des méthodes basées sur des essais de flexion standardisés [68], [69]: CNB (« Chevron Notch Bar »), SEPB (« Single-Edge Precracked Beam »), SENB («Single-Edge Notched Beam »), SEVNB («Single-Edge V Notched Beam »), DCB (« Double Cantilever Beam ») et ELS (« Edge Loaded Split ») [5], [70] y compris pour les dépôts fabriqués par projection thermique où l'application principale est ciblée sur la mesure de l'adhérence au substrat [71]. Il faut noter que l'usinage des échantillons pour l'application de ces différentes techniques nécessite un volume de matériau de départ assez important. Par ailleurs, la préparation du matériau pour la mesure ne doit pas générer la fracture totale, notamment pour les céramiques, il est difficile d'obtenir la géométrie nécessaire des échantillons pour avoir des essais standardisés, [72] et il en est de même pour les cas particuliers des dépôts céramiques élaborés par projection thermique [73]. La technique d'indentation Vickers est donc apparue comme une alternative possible. Elle est très utilisée pour déterminer la ténacité

à la fracture des céramiques et elle est applicable aux dépôts élaborés par projection thermique [5], [17], [73]. La méthode consiste à produire des empreintes Vickers sous une charge déterminée de manière à générer des fissures sur l'échantillon. La ténacité est ensuite calculée à partir de la charge appliquée, des longueurs de fissures et des diagonales de l'empreinte [5].

Lors de l'application de la charge et selon sa valeur, différents types de fissures peuvent se former selon la réponse du matériau testé (cf. **Figure 19**) :

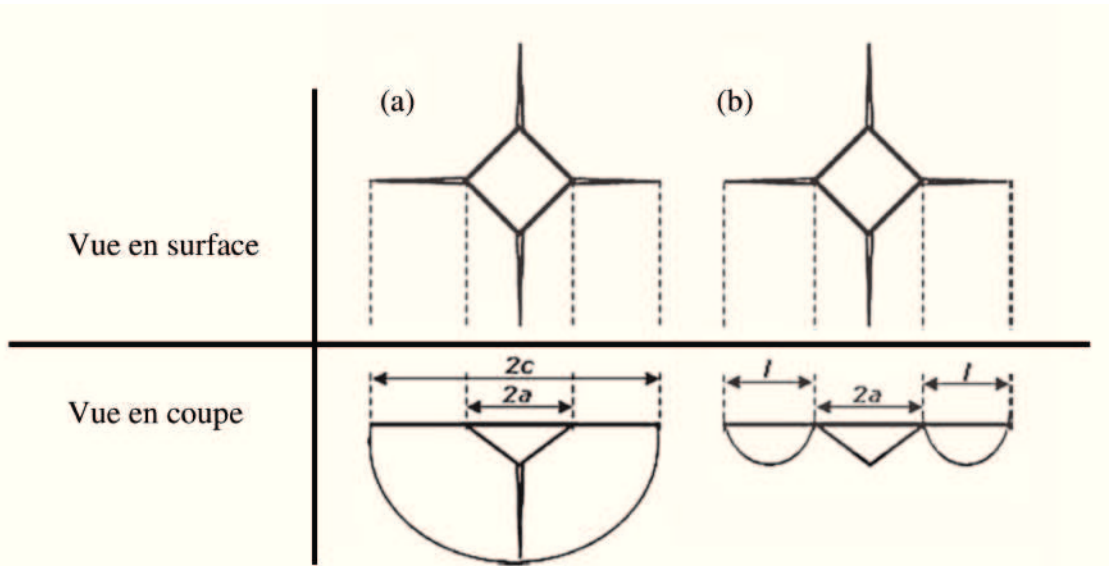


**Figure 19.** Types de fissures sur une surface indentée (vue en coupe) [5], [63], [67].

Lors de l'application de la charge sur l'indenteur, il se forme une zone de déformations plastique autour de l'empreinte qui servira à l'amorçage des fissures qui se forment suite à la décharge. Les fissures sont de type Palmqvist si la valeur de la charge appliquée est faible et de type médian et radial si la charge est élevée [5]. Des fissures du type latéral (cf. **Figure 19**) peuvent se former à l'interface entre le matériau déformé plastiquement et la zone de déformation élastique proche de l'indenteur. Elles apparaissent comme le résultat de la réponse du matériau aux composantes des contraintes qui dépassent la résistance du matériau et entraînent la propagation de fissures parallèles à la surface indentée [63].

Plusieurs auteurs ont proposé diverses équations semi empiriques pour calculer la ténacité à la fracture. Il est alors nécessaire de définir les termes liés à la longueur des fissures induites dans le matériau ainsi que le type de fissure formée au sein des indentations Vickers dont la diagonale de l'empreinte est  $2a$  (cf. **Figure 20**).





**Figure 20.** Distances liées aux types de fissures formées lors d'une indentation Vickers : (a) fissure radiale – médiane, et (b) fissure Palmqvist [5].

D'après la littérature, il est possible d'identifier différents groupes d'équations proposées par les auteurs. Ponton et al. [67] font la liste des équations disponibles. Chicot et al. [5] proposent de ne retenir que les équations qui conduisent à une valeur moyenne représentative de l'application de toutes les équations. Selon le type de fissuration qu'elles décrivent, ces auteurs proposent de distinguer deux groupes : i) un pour des systèmes ayant des fissures de type radial ou médian (R-M), et ii) un autre pour des systèmes ayant des fissures de type Palmqvist (P) [5] :

$$K_{C(R-M)} = 0.0154 \left( \frac{E}{HV} \right)^{1/2} \frac{P}{c^{3/2}} \quad \text{équation 19}$$

$$K_{C(P)} = 0.0089 \left( \frac{E}{HV} \right)^{2/5} \frac{P}{al^{1/2}} \quad \text{équation 20}$$

Mais selon Dub et al. [74], on peut classer les équations en trois groupes en fonction des paramètres du matériau et de fissuration. Pour le premier groupe, la détermination de la ténacité  $K_C$  en fonction de la charge « P » sur l'indenteur et de la longueur « c » de la fissure radiale induite est donnée par l'équation 21 :

$$K_C = \delta \left( \frac{P}{c^{3/2}} \right) \quad \text{équation 21}$$

Où  $\delta$  est une constante dépendante du système indenteur/échantillon [75].  $\alpha$  correspond à un facteur géométrique complexe des systèmes de fissures circulaires que prend en compte des effets dus à la présence de surface libre, configuration de fissures sur des plans multiples, etc. Cette constante est généralement déterminé par des calibrations expérimentales [12], [76]. Quelques auteurs ont proposé pour  $\alpha$  des valeurs de 0,0752 [77] ou 0,0726 [70], [78]–[80]. L'équation 21 donne des valeurs similaires à celles des matériaux en volume pour des fissures de type semi circulaires ou half-penny [74]. Notons que cette équation ne tient pas compte des propriétés élasto-plastiques du matériau comme le fait l'équation 19.

Pour le deuxième groupe, la détermination de  $K_C$  se fait en utilisant la dureté « H », la longueur « c » de la fissure radiale et le rayon de l'empreinte « a » à partir de l'équation 22 :

$$K_C = 0.203Ha^{1/2} \left( \frac{c}{a} \right)^{-3/2} \quad \text{équation 22}$$

Lorsque la dureté du matériau est indépendante de la charge appliquée, cette équation prend la forme de l'équation du premier groupe [74].

Pour le troisième groupe, la détermination de  $K_C$  est fonction de la dureté « H », de la longueur « c » de la fissure radiale, du rayon de l'empreinte « a » et du module d'Young « E » [74] selon l'équation 23 proposée par Lawn.

$$K_C = 0.028Ha^{1/2} \left( \frac{E}{H} \right)^{1/2} \left( \frac{c}{a} \right)^{-3/2} \quad \text{équation 23}$$

Dans le cas de la présence de fissures radiales courtes (faibles valeurs du rapport  $c/a$ ) Niihara a proposé l'équation 24 [81] en recalculant les puissances de l'équation de Lawn [76] :

$$K_{IC} = 0.067Ha^{1/2} \left( \frac{E}{H} \right)^{2/5} \left( \frac{c}{a} \right)^{-3/2} \quad \text{équation 24}$$



Pour les cas dont la dureté du matériau ne dépend pas de la charge sur l'indenteur, l'équation est celle proposée par Anstis [12] :

$$K_C = 0.016 \left( \frac{E}{H} \right)^{1/2} \frac{P}{c^{3/2}} \quad \text{équation 25}$$

Niihara et al. [82] ont indiqué que le rapport  $P/c^{3/2}$  qui est souvent constant lorsque les fissures semi circulaires sont bien formées (cf. **Figure 19**) n'était pas valable pour les cas où le rapport  $c/a \leq 3$ . Cela est dû à une transition du type de fissures de radial – médian ( $c/a \geq 3$ ) vers des fissures du type Palmqvist ( $c/a \leq 3$ ) [67], [82].

On peut remarquer, qu'en générale aucun des systèmes des équations proposées jusqu'ici ne prend en compte la fissure du type latérale. Néanmoins, Marshall et al. [83] ont proposé l'équation 26 de même forme que l'équation 21, valable pour des fissures du type radial – médian. La longueur « c » de la fissure radiale – médiane de l'équation 21 est remplacée par la profondeur «  $h_{fl}$  » du plan sur lequel la fissure latérale a son origine cf. **Figure 19** :

$$K_C = \delta \left( \frac{P}{h_{fl}^{3/2}} \right) \quad \text{équation 26}$$

### I.3.4 Le perçage

Les essais d'indentation jusqu'ici décrits sont utilisés pour déterminer les propriétés mécaniques de la nano (même ultra-nano) à l'échelle macro, en appliquant une charge sur l'échantillon de quelques milligrammes à plusieurs centaines de grammes. Pour les revêtements élaborés par projection thermique qui présentent une grande variété de paramètres géométriques (épaisseur, rugosité), différentes phases dans leur microstructure et des défauts structuraux (fissures, pores, particules partiellement fondues et oxydes), les résultats obtenus avec différents régimes de charge peuvent être les mêmes ou bien mener à des valeurs différentes des propriétés mécaniques. Les valeurs des propriétés mécaniques mesurées peuvent être complémentaires ou contradictoires selon l'influence des caractéristiques des dépôts sur les mesures effectuées [14], [15].

Des analyses statistiques sont souvent réalisées afin d'obtenir des valeurs reproductibles des propriétés mécaniques des dépôts [84], [85]. De la même façon des indentations localisées dans des zones spécifiques des revêtements et des variations de la taille de l'empreinte sont effectuées pour réduire l'effet des pores, des fissures, des particules partiellement fondues sur les propriétés mesurées. Néanmoins, lors que ces propriétés sont utilisées pour déterminer la performance des dépôts (par exemple la résistance à l'usure), il faut être vigilant car les valeurs moyennes des propriétés mécaniques ou celles calculées sans avoir pris en compte l'effet réel des défauts peuvent surestimer le comportement ou la résistance du dépôt.

Selon la littérature, il apparaît nécessaire de mettre en place une méthode de mesure des propriétés mécaniques, qui en plus d'être sensible à la composition chimique, aux phases cristallines et aux caractéristiques physiques, le soit aussi aux défauts structuraux des dépôts réalisés par projection thermique. Cette méthode doit être facile et souple et doit fournir des résultats qui représentent les caractéristiques réelles de la performance des dépôts céramiques, de manière à ce qu'ils soient reproductibles. La mesure réalisée ne doit affecter qu'un volume élémentaire représentatif (V.E.R.) du dépôt. En micromécanique pour l'étude du comportement des matériaux hétérogènes, un V.E.R. est une représentation statistique de l'ensemble des constituants du matériau. Le volume élémentaire représentatif doit être supérieur à la taille caractéristique des constituants afin que leur nombre soit suffisant pour permettre une représentation statistique correcte du matériau étudié, mais en même temps il doit être plus petit que la taille caractéristique du matériau ou de l'échantillon analysés [86].

#### I.3.4.1 La résistance à la perforation comme une méthode pour la détermination des propriétés mécaniques des matériaux céramiques

Le perçage est largement utilisé à plusieurs fins, depuis faire des trous sur de différents matériaux (métaux, bétons, carrelages, des verres, etc.) jusqu'à extraire des échantillons dans la surface de la terre et autres planètes du système solaire pour étudier leurs minéraux et le changement climatique. Le perçage peut être réalisé en utilisant des moyens physiques, chimiques et thermiques mais le perçage mécanique est le plus utilisé. Ce sera ce dernier type qui sera employé dans cette thèse [87], [88].

Jusqu'à maintenant, l'étude des mécanismes développés pendant le perçage mécanique de matériaux fragiles ou quasi fragiles s'est portée essentiellement sur les bétons et les roches [21], [52], [87], [89]. Cependant comme leur comportement élastique-plastique est similaire à celui des dépôts céramiques étudiés dans cette thèse, ces travaux serviront de référence pour comprendre le déroulement du perçage sur ces matériaux.

Le perçage est effectué avec un foret rotatif. Il se réalise en deux étapes : l'indentation et la fracture du matériau [21]. L'indentation est produite dans le matériau par le contact de la pointe du foret non rotative avec le matériau en produisant sous sa surface des contraintes compressives soit inférieures à sa limite élastique provoquant une déformation non permanente soit supérieures à cette limite occasionnant une déformation plastique à la surface de contact ou des fissures (si la contrainte produite sous la surface du matériau est supérieure à sa résistance à la fracture).

Puis, pendant la rotation du foret, celui-ci applique de contraintes de traction indirectes élevées ou de cisaillement sous la surface du matériau qui dépassent sa résistance mécanique et produit des fractures fragiles (dans les roches, le béton et les céramiques principalement) ou des fractures par déformation plastique dans les matériaux moins fragiles. Le niveau relatif des contraintes compressives, de cisaillement et de traction indirecte, produites à chaque étape du perçage, dépend autant de la géométrie du foret et du trou produit, que de la résistance du matériau percé [87]. De plus, l'effet produit sur le matériau par la rotation du foret peut être éventuellement accompagné par des forces de percussion provoquées par des impacts successifs de l'outil en générant un broyage dans le matériau percé. Toutefois, pour en limiter leurs effets, le perçage mécanique a été réalisé sans percussion dans notre travail.

On peut en déduire que la profondeur et/ou la taille de l'empreinte produite à la surface du matériau par contact avec la pointe du foret non rotative indique la résistance du matériau à l'indentation et sont liées à sa dureté. Tandis que la résistance du matériau aux contraintes de cisaillement et de traction indirecte produites pendant la rotation du foret sur le matériau peut être reliée à sa ténacité.

D'autre part, pour relever les défis proposés par les différents matériaux à percer, différents types de perceuses et de forets utilisés pour le perçage mécanique ont été développés, quelques-uns sont décrits dans le paragraphe suivant.

#### I.3.4.2 Types de perceuses mécaniques

Différents types de perceuses mécaniques sont utilisés pour le perçage de matériaux. Certaines fonctionnent manuellement, d'autres sont électriques, et d'autres, mais moins fréquentes, utilisent un mécanisme hydraulique ou pneumatique. Pour les perceuses électriques, les plus petites sont portables avec ou sans fil comme le DRMS (de l'anglais «Drilling Resistance Measurement System») [23], [90], [91], et les plus imposantes sont à colonne comme celle utilisée par Julius Hirschwald en 1908 pour étudier la résistance au perçage des roches [23], [92]. La perceuse sans fil est un outil équipé d'un moteur électrique fonctionnant sur une batterie, elle est utilisée pour mesurer la résistance des matériaux directement sur place. Sa puissance est inférieure à celle d'une perceuse à colonne, mais son utilité (en cas d'absence de courant) et sa maniabilité (pas de fil à traîner derrière soi) font de cette perceuse un outil indispensable.

La perceuse à colonne est constituée principalement d'un moteur électrique, de quelques centaines de watts, qui fait tourner une broche par l'intermédiaire d'une boîte de vitesses (souvent à courroies), d'un mandrin généralement à queue conique (dans lequel est placé le foret) fixé à l'extrémité de la broche et pouvant coulisser verticalement lorsque l'opérateur manœuvre un volant, un levier ou par le moteur, ainsi que d'une table sur laquelle le matériau à percer peut être clamée et que coulisse et pivote le long de la colonne supportant le moteur. Ce type de perceuses offre divers avantages par rapport aux perçages manuels. Outre la réduction de la pénibilité de l'opérateur, la précision de la position et la linéarité du trou percé sont mieux contrôlés. Les mouvements du mandrin et de la broche dans la perceuse à colonne sont réalisés par un levier ou un moteur qui fournit à l'opérateur un avantage mécanique considérable. La vitesse de la broche dépend du diamètre et de la nature des forets ainsi que de la nature de la lubrification utilisée et du matériau à percer.

### I.3.4.3 Les forets

Le foret ou mèche (le terme foret est le plus utilisé, néanmoins, le terme de mèche est habituellement employé pour les outils utilisés pour le perçage du bois ou des minéraux) est l'outil qui sert à percer les trous dans les matériaux. Il en existe plusieurs types de différentes formes avec des surfaces de coupe et des configurations et dimensions de pointes diverses, et avec différentes compositions chimiques de la tige et de la tête selon le matériau à percer.

Les forets sont caractérisés par leur extrémité (pointe du foret) qui permet d'assurer leur centrage pour obtenir une parfaite symétrie des arêtes et équilibrer les efforts de coupe. Les forets peuvent être classés en deux grandes catégories :

- les forets monoblocs (fabriqués en un seul matériau, généralement en acier trempé ou carbure de tungstène) ou brasés (avec un insert en matériau dur au niveau des parties actives brasées dans un corps en acier ou en carbure de tungstène). Ils peuvent être revêtus et ils sont réaffûtables.
- les forets à plaquettes indexables pour des trous de grand diamètre. Le corps du foret est en acier et les plaquettes en carbure de tungstène revêtues ou non.

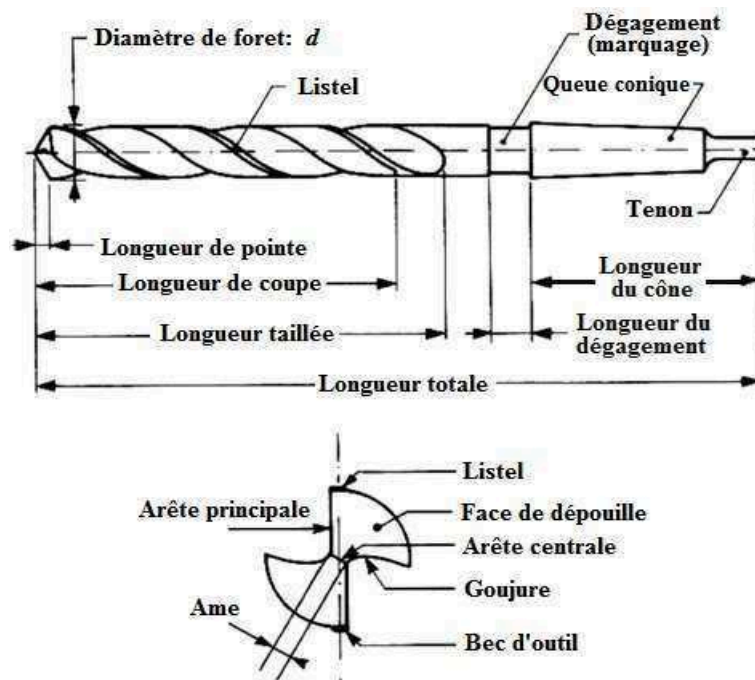
Les forets monoblocs du type hélicoïdal et ceux avec des inserts en matériau dur au niveau des parties actives brasées dans un corps en acier, ont été utilisés dans cette étude, par conséquent ils seront décrits plus en détails dans le paragraphe suivant.

#### Les forets hélicoïdaux

Les forets les plus employés sont ceux dont corps est hélicoïdal (cf. **Figure 21**) et sont utilisés pour percer des métaux, des roches, des plastiques et des bois. Ce type d'outil a été inventé à 1861 par Steven A. Moese aux États-Unis [93]. Ce foret a été obtenu en découpant deux rainures sur les côtés opposés d'une barre métallique et en lui appliquant une torsion pour créer des cannelures hélicoïdales.

Aujourd'hui, les forets hélicoïdaux sont produits par la rotation d'une barre tout en réduisant les pointes soit à la meule, soit à la fraise (de gros diamètre). Les goujures et les lèvres du foret sont taillées avec une grande précision et une parfaite symétrie. Cette technique permet d'obtenir des forets précis. Le sommet du foret est particulièrement tranchant et donne une très bonne performance de coupe liée à la géométrie et la forme

de ses arêtes de coupe. La géométrie d'un foret hélicoïdal est définie par sa spirale ou le taux de torsion, ainsi que par les angles au sommet et des lèvres. Ces caractéristiques déterminent les performances de forage. La spirale contrôle le taux d'enlèvement de débris qui peut être optimisé par un compromis entre l'enlèvement rapide des copeaux et la vitesse de perçage rapide. L'angle au sommet optimal est déterminé par la nature du matériau à forer. Les matériaux durs exigent un grand angle de pointe tandis que les matériaux doux nécessitent une pointe affûtée.



**Figure 21.** Foret hélicoïdal conventionnel à queue conique [94].

Un angle plus élevé provoque une coupe plus agressive sous une charge axiale donnée, mais elle peut conduire au soudage, à l'usure et la défaillance du foret. L'angle de coupe plus couramment utilisé est de  $118^\circ$  pour la plupart des matériaux. Pour percer les matériaux plastiques très doux, l'angle de coupe est proche de la verticale (environ  $90^\circ$ ). Au contraire, un angle large de  $160^\circ$  est utilisé pour percer des métaux de haute ténacité tels que des alliages d'acier pour lesquels la perforation nécessite un trou de départ.

Une grande variété de pointe des forets hélicoïdales existe afin d'insérer une plaquette en carbure ou autre matériau dur (cf. **Figure 22**) qui permet de percer le béton classique, le béton cellulaire, la pierre naturelle, le carrelage, la brique, les pavés et

autres types de pierre en appliquant des forces de percussion. La tête du foret soumise à un chargement transitoire se comporte comme un poinçon qui pénètre dans le matériau, provoquant un broyage et une fragmentation. La dissipation d'énergie pendant la perforation se traduit physiquement en broyage du matériau et par la formation de débris de percement sous la pointe de l'outil, suivie d'une étape pendant laquelle se forme un cratère, correspondant à la rupture fragile de la surface de la pièce percée [95].

Afin de forer dans du verre, il est conseillé d'employer un foret à pierre sans mécanisme de percussion ou d'employer une mèche à verre spéciale (cf. **Figure 22**). Celui-ci peut aussi être employé pour le carrelage ou la porcelaine.



**Figure 22.** Différents types de forets [96].

#### Les forets à tête en carbure

Les forets utilisés pour le perçage de béton, de carrelage et de verre ont une tête en carbure fixée à l'hélice (corps du foret). La tête du foret est fabriquée à partir d'un mélange de carbure de tungstène, de cobalt et d'additifs naturels. La longévité de la tête en carbure et sa résistance à l'usure sont d'autant plus grandes que le pourcentage de

carbure de tungstène est élevé et que les grains sont petits. La longévité du carbure dépend de deux paramètres :

- la concentration en carbure de tungstène dans le mélange des grains qui permet de définir la dureté de la tête.
- et la taille des grains de carbure qui définit la capacité de la résistance des arêtes de coupe. Plus les grains sont petits, plus la surface est dure.

Différents procédés sont utilisés pour l'assemblage de la tête à l'hélice du foret, les plus couramment employés sont les suivants :

- le brasage et la trempe dans un four continu, ce procédé est réalisé en une seule opération et par conséquent la température choisie pour effectuer simultanément le brasage et la trempe représente toujours un compromis au détriment de la qualité du produit.
- le brasage par induction, qui est un procédé de brasage simple, est utilisé pour assembler la tête en carbure et l'hélice. Cette opération doit être suivie d'une trempe dans un bain de sel particulièrement toxique pour l'environnement.
- le brasage sous vide, suivi d'une trempe, est spécialement conçu pour les gros diamètres. La trempe sert à réduire les sollicitations thermiques et améliorer ses propriétés.
- le brasage AWB, suivi d'une trempe, dont la technologie est optimisée en fonction du diamètre, permet d'améliorer la robustesse du foret et de réduire les vibrations pendant le perçage.
- Et la technologie d'assemblage par diffusion, au cours de laquelle une liaison moléculaire entre la tête en carbure massif et l'hélice du foret est créée, permet d'obtenir une liaison extrêmement résistante qui est capable de supporter les contraintes de perçage les plus élevées [97].

#### Matériaux utilisés pour la fabrication de forets

La performance, la durabilité, ainsi que le coût et les applications des forets pendant le perçage sont directement liés au matériau utilisé pour sa fabrication. Les matériaux employés pour les forets doivent satisfaire plusieurs critères :

- une stabilité mécanique, physique et chimique à hautes températures ;
- une résistance à l'usure ;



- une ténacité à la rupture fragile.

Malheureusement, ces trois critères ne peuvent être satisfaits en même temps. Par exemple plus le matériau est réfractaire plus il est fragile [94].

Le paragraphe suivant est dédié à la description des matériaux les plus utilisés pour la manufacture des forets.

Acier trempé (HSS) : Les aciers rapides (HSS de l'anglais High Speed Steel) sont des aciers spéciaux à haute performance de très grande ténacité et d'une dureté très élevée, ce que leurs confèrent une haute résistance à l'usure grâce à de fortes teneurs en éléments carburigènes (tungstène, molybdène, vanadium et chrome). Leur dureté, généralement élevée (> 60 HRC), est garantie jusqu'à une température de 600 °C. Pour améliorer leur dureté à chaud, du cobalt peut également être ajouté (5 à 10 % massique) [94].

Acier rapide revêtu : L'acier rapide revêtu avec un dépôt mince (allant de 1 à 4 microns) de nitrure de titane ou de carbonitrure de titane est de plus en plus utilisé dans la fabrication des outils. Bien que son principal inconvénient soit le renouvellement du dépôt après l'affûtage, il possède plusieurs avantages tels que :

- une durée de vie plus longue, donc moins de réaffûtages ;
- une amélioration des performances en diminuant les temps d'usinage et en obtenant de meilleures qualités de surfaces.

Les forets de cermets (aussi connus comme forets de carbure) : C'est un matériau issu de la métallurgie des poudres (pressé et fritté), constitué par du carbure de tungstène (60 à 97 % massique), des métaux de liaison, du titane et du tantale (1 à 35 %) et du cobalt ou du nickel (3 à 30 %). Les proportions du mélange donnent des qualités différentes. Par exemple, un faible pourcentage de cobalt (5 %) donne un cermet plus dur, fragile, mais plus résistant à l'usure. Par contre, une augmentation de cobalt confère au matériau une plus grande ténacité. Sa dureté de 850 à 2000 HV<sub>30</sub> est maintenue jusqu'à une température de 1 000 °C. Comme tous les matériaux frittés, la base de fabrication est une poudre comprimée, dont la taille des grains (de 2 à moins d'un micromètre) influe également sur les caractéristiques mécaniques. À la différence des outils en acier rapide, le module d'Young élevé des

carbures permet l'obtention d'une bonne précision de coupe et d'un bon état de surface. Ses différentes caractéristiques permettent d'utiliser des vitesses de coupe et des avances plus élevées que celles pratiquées avec les outils en acier rapide, néanmoins, il est important de tenir compte que les outils fabriqués avec des cermets ont une durée de vie de 2 à 5 fois inférieure en Usinage Grande Vitesse – UGV, qu'en usinage conventionnel. Ceci incite donc à l'application de revêtements de surface ou à l'utilisation d'autres matériaux d'outils. Les plaquettes de carbure sont montées sur un corps d'outil par brasage ou maintenues mécaniquement [94].

Les forets en céramique : Ce sont des composés d'oxyde d'alumine très durs agglomérés dans des oxydes de chrome comme liant, frittés à 1 800 °C. Dès 1955, date de leur invention, ces produits entrent en concurrence avec les carbures avec une dureté naturelle à chaud de 82 HRC, sans formation de copeau sur l'outil, avec des vitesses de coupe très élevées (100 à 800 m/min), ils sont sensibles aux chocs et aux vibrations. Les plaquettes de céramiques ne peuvent pas être brasées mais soigneusement ajustées et fixées mécaniquement sur le corps de l'outil. Ces forets sont dits « à jeter » car non affûtés, mais comme pour les carbures, ils présentent plusieurs arêtes de coupe à usage successif. La céramique est principalement utilisée pour l'usinage de la fonte, de la fonte trempée, des aciers de haute protection, des aciers trempés et des aciers réfractaires.

Le diamant polycristallin (PolyCristallin Diamond, PCD) : C'est un matériau synthétisé à partir de carbone pur, soit à haute température et haute pression (HPHT de l'anglais High Pressure-High Temperature), soit par un procédé chimique en phase vapeur, en obtenant des cristaux de très grande dureté agglomérés dans une matrice métallique puis frittés. Par sa nature, le diamant polycristallin présente un fort coefficient de dureté; il est aussi plus résistant à l'abrasion et aux chocs multidirectionnels. Ses propriétés physiques, de dureté, de résistance à la compression et de conductivité thermique lui confèrent une résistance à l'abrasion qui lui permet surtout d'usiner avec des vitesses de coupe plus importantes qu'avec des outils en carbures, tout en assurant des états de surface excellents pour des durées de vie plus élevées. Le diamant polycristallin est généralement serti à l'extrémité d'une tige d'acier, à partir de petits blocs prédécoupés à la forme (érosion fil) puis brasés dans une empreinte et enfin affûtés pour former une pointe

dures en PCD ou alors déposés par électrodéposition chimique (uniquement pour des forets à carotter pour le bâtiment et la construction). Les forets PCD sont utilisés pour le perçage des alliages non ferreux tels que le cuivre, le bronze et l'aluminium [94], [98].

#### I.3.4.4 *L'utilisation de la perforation à la mesure des propriétés mécaniques des matériaux*

La mesure de la résistance au perçage est une méthode utilisée dans le domaine de la conservation et la restauration des bâtiments. La force nécessaire pour percer les matériaux de construction des monuments permet aux spécialistes de détecter les formes de détérioration et d'entreprendre des actions de conservation adéquates. Cependant il existe peu de travaux réalisés dans ce domaine permettant d'établir une relation entre la résistance au perçage et les propriétés mécaniques des matériaux [23].

Julius Hirschwald en 1908 a évalué la résistance au perçage de roches sèches et humides en appliquant la même force sur l'échantillon. Ces essais ont été exécutés pour déterminer le point le plus faible des roches, en établissant un paramètre appelé le coefficient du ramollissement à partir du nombre de révolutions auxquelles on obtient la même profondeur de perçage sous conditions humides et sèches [23], [92].

La résistance au perçage des roches, des matériaux de construction et des monuments historiques fabriqués à partir de la pierre a été reliée avec leurs propriétés mécaniques comme la dureté Möhs, l'index de dureté par indentation et la valeur de dureté calculés à partir du test de Marteau de Schmidt, ainsi que la force compressive uni-axiale, permettant d'évaluer la dégradation de ces matériaux selon le changement de leurs propriétés [23], [99]. Deux types de test de perçage ont été rapportés : i) le premier a été conduit en appliquant une pression constante et en faisant tourner le foret à une vitesse spécifique pour déterminer le temps nécessaire pour percer une profondeur déterminée dans le matériau; ii) le deuxième appelé DRMS (de l'anglais « Drilling Resistance Measurement System ») a été mis en œuvre en appliquant une vitesse de rotation et un taux de pénétration constants sur le foret afin de déterminer la force nécessaire pour forer dans le matériau à une profondeur déterminée pendant un temps d'essai [21]–[23]. Dans ces travaux, il a été étudié l'effet de différents types de forets

ainsi que l'usure produite sur ces outils de perçage et les débris produits lors des tests [21], [22].

D'autre part, il a été étudié le lien entre la résistance au perçage et la dureté Vickers à la surface des aciers qui ont été traités thermiquement. Les résultats de ces études indiquent que ce lien peut être influencé par la microstructure, la ductilité et la ténacité du matériau et par conséquent la résistance au perçage des aciers ne peut être expliquée seulement par la dureté des matériaux [19], [20], [100].

Par ailleurs, il a été étudié la résistance au perçage des dépôts d'alumine-oxyde de titane (avec 13 et 45 % massique de  $\text{TiO}_2$ ) réalisés par projection thermique par plasma et par flamme, sur lesquels, une force constante de 390 N a été appliquée sur la surface des dépôts une force constante de 390 N avec la pointe d'un foret de haute résistance mécanique-HSS de 12,5 mm de diamètre à une vitesse de rotation de 360 rpm pendant 300 secondes. La profondeur de perçage a été mesurée et des corrélations entre les conditions de projection et les propriétés physico-chimiques et mécaniques des dépôts, puis entre ces propriétés et la résistance à la perforation des dépôts ont été faites. Les résultats obtenus indiquent que les dépôts d'alumine/ $\text{TiO}_2$ , AT-13 (13 %  $\text{TiO}_2$ ) sont constitués principalement d'alumine alpha et gamma, cependant que dans ceux référencés AT-45 (avec 45 %  $\text{TiO}_2$ ) les titanates de aluminium ( $\text{Al}_2\text{TiO}_5$  et  $\text{Al}_6\text{Ti}_2\text{O}_{13}$ ) sont les principales phases présentes. La résistance des dépôts avec 13 %  $\text{TiO}_2$  est supérieure à celle des dépôts contenant 45 % de  $\text{TiO}_2$ . De plus les dépôts élaborés par projection plasma étaient plus résistants que ceux réalisés par projection à la flamme oxyacétylénique. Par conséquent les dépôts à 13 % de  $\text{TiO}_2$  réalisés par projection plasma sont les plus résistants au perçage dans les conditions de perforation utilisées. La faible résistance à la perforation des dépôts avec 45 % de  $\text{TiO}_2$  a été reliée à la faible dureté et à la fragilité des phases  $\text{Al}_2\text{TiO}_5$  et  $\text{Al}_6\text{Ti}_2\text{O}_{13}$  qui les constituent, alors que, celle des dépôts élaborés par projection flamme est liée à la faible cohésion des lamelles. Lors de la perforation, les hautes contraintes de cisaillement qui sont appliquées entre ou sur les lamelles produisent une coupure plus importante dans les dépôts qui ont une faible résistance entre les lamelles [47].

En complément, la profondeur du perçage des dépôts d'alumine avec 13 et 45 % massique de  $\text{TiO}_2$  projetés par plasma a été décrite comme une fonction de : i) la dureté Vickers des revêtements, ii) la charge appliquée sur un foret d'acier de haute résistance

(HSS) en rotation et iii) du diamètre du foret. Il a été constaté que la profondeur du perçage diminue lorsque que la dureté des revêtements et le diamètre du foret augmentent, ainsi qu'avec la diminution de la charge appliquée [15].

#### Avantages et inconvénients de la méthode de perforation

Les avantages identifiés dans la mesure de la résistance à la perforation comme outil pour déterminer les propriétés ou le comportement mécanique des matériaux sont la fiabilité des résultats obtenus, la sensibilité à la composition chimique, aux phases cristallines et aux caractéristiques structurales, ainsi que le bas niveau destructif (à une échelle micrométrique), la rapidité pour la réalisation de mesures tant en laboratoire qu'in situ [20], [23], [47].

Les inconvénients résident dans la variabilité des résultats associée au type du foret et à l'usure qu'il subit, ainsi que dans les difficultés de la mesure que provoquent la génération de débris de perçage et aux données insuffisantes pour la comparaison des résistances à la perforation avec la résistance mécanique des matériaux [21], [23], [25].

Il a été montré que la résistance à la perforation des matériaux céramiques réalisés par projection thermique est sensible à la composition chimique et aux phases contenues dans les revêtements. Le volume de matériau affecté par la perforation représente une quantité significative de caractéristiques structurales de ces dépôts (des fissures, des pores et des interfaces entre autres) ce qui permet de dire que la méthode de perforation est appropriée pour décrire les propriétés mécaniques de ces revêtements, sans avoir de grandes variations dans les valeurs mesurées.

## II) DESCRIPTION DES PROCÉDÉS DE PROJECTION, DE CARACTÉRISATION DES MATÉRIAUX DE DÉPART ET DES DÉPÔTS

Ce chapitre présente tout d'abord le banc de projection thermique, utilisé pour réaliser les revêtements, et les différents dispositifs d'analyse et de caractérisation. Les matériaux de départ, ainsi que les paramètres d'élaboration des dépôts sont ensuite présentés.

Les poudres utilisées comme matière première ont été caractérisées afin d'optimiser les paramètres de projection pour réaliser les dépôts avec les caractéristiques appropriées pour l'étude des propriétés mécaniques en utilisant des méthodes d'indentation conventionnelles et la méthode du perçage.

### II.1) Le dispositif de projection thermique

Les dépôts ont été élaborés par projection thermique avec un banc de projection Sulzer Metco MultiCoat® équipé d'une torche à plasma à pression atmosphérique de type F4 MB, alimenté d'une source électrique TriStar IPS-1000 et muni d'un bureau de contrôle du procédé (gaz, échanges thermiques, puissance électrique) Spray Controller MultiCoat® Operator's Desk (cf. **Figure 23**).

La torche est constituée de deux électrodes (une cathode en cuivre munie d'une pointe en tungstène thorié et une anode en cuivre en forme de tuyère de 7 mm de diamètre interne). Elle est refroidie par circulation d'eau à haute pression. Un courant électrique est appliqué entre les électrodes par la source électrique et le débit des gaz plasmagènes est régulé par le centre de contrôle des gaz. Les paramètres de projection sont fournis au système en utilisant le bureau de contrôle de la projection.

La torche est montée sur un système de rails permettant un déplacement vertical et horizontal assuré par des moteurs « brushless ».

- |                           |  |                               |
|---------------------------|--|-------------------------------|
| 1. Bureau du contrôle     | 2. Centre de contrôle de la projection | 3. Centre de contrôle des gaz |
| 4. Source électrique      | 5. Échangeur de chaleur                | 6. Compresseur d'air          |
| 7. Distributeur de poudre | 8. Torche à plasma à pression          | 9. Porte-échantillon          |



**Figure 23.** Schéma du système de projection plasma MultiCoat® de Sulzer Metco utilisé pour l'élaboration des dépôts.

Les poudres sont introduites dans le jet plasma à l'aide d'un injecteur de 1,8 mm de diamètre interne alimenté par un distributeur à bol vibrante utilisant de l'argon comme gaz porteur. L'injecteur est situé à 3 mm de la sortie de la tuyère dans la direction axiale et à 8 mm dans la direction radiale de l'axe d'écoulement du plasma. Les particules entrent dans le jet de plasma en un point proche de la sortie de la tuyère. Les particules pénètrent radialement dans le jet plasma jusqu'à une profondeur qui dépend des caractéristiques physiques des particules (taille, forme et densité) et du débit du gaz porteur.

Afin de pouvoir réguler la température de l'ensemble substrat-dépôt, le dispositif est pourvu d'un système de refroidissement à air comprimé placé à 20 mm des échantillons et du côté opposé à la torche plasma.

Les températures des substrats et des dépôts en construction sont mesurées par un pyromètre infrarouge monochromatique Ircon minIRT permettant des mesures de températures comprises entre 0 et 600 °C.

Les échantillons sont disposés sur un porte-échantillon cylindrique, pouvant en recevoir huit. Le porte-échantillon est mis en rotation à 164 tours/min correspondant à une vitesse linéaire de 1 m/s et effectue un mouvement en translation de va-et-vient à une vitesse de 24 mm/s devant le jet plasma afin d'uniformiser l'épaisseur du dépôt et de diminuer les contraintes résiduelles dans les dépôts.

## **II.2) Les dispositifs de préparation et de caractérisation des matériaux**

### **II.2.1 Préparation des échantillons**

Pour caractériser les dépôts, ceux-ci ont été tronçonnés pour adapter la taille des échantillons aux dimensions requises par les appareils d'analyse, et pour certaines caractérisations comme l'observation microscopique ou la mesure de dureté, les échantillons ont été enrobés dans une résine et polis selon la norme ASTM E1920-03 [101].

Le tronçonnage a été effectué avec une tronçonneuse de précision de type Buëhler IsoMet 5000<sup>TM</sup> munie d'une lame diamantée Buëhler 15 HC. La vitesse de rotation de la coupe a été fixée à 3000 tours/min avec une avance de coupe de 6 mm/min pour les échantillons étudiés. Afin de minimiser les contraintes, les échantillons ont été tronçonnés en compression.

L'enrobage des échantillons coupés a été réalisé dans une résine Buëhler EpoThin<sup>TM</sup> sous un vide partiel de 25 mm Hg. La durée de la polymérisation de la résine était de 9 h à température ambiante.

Le pré-polissage et le polissage des échantillons enrobés dans la résine ont été réalisés avec une polisseuse du type Presi Mecatech 364<sup>TM</sup>. Le pré-polissage a été fait avec une vitesse de rotation de 300 tours/min à l'aide de papier SiC de différentes tailles de grains selon la séquence de grades P320, P600, P1000 et P2000. Puis le polissage a été effectué avec une vitesse de rotation de 200 tours/min en utilisant des particules diamantées dont la taille était de 6, 3 et 1  $\mu\text{m}$ , déposées sur un feutre. Le pré-polissage était réalisé sous eau et le polissage avec un lubrifiant liquide.



## II.2.2 Caractérisation chimique des matériaux : composition et phases

La composition chimique des poudres de départ a été déterminée par spectrométrie à Fluorescence de Rayons X (FRX) à dispersion en longueur d'onde, en utilisant un spectromètre Thermo Scientific ARL OPTIM'X™. Celui-ci est pourvu d'un tube à rayons X avec une anticathode de Rhodium (Rh), où est appliquée une tension comprise entre 20 et 50 kV et un courant électrique allant de 1 à 1,67 mA selon l'élément à détecter. Cet appareil détecte des éléments chimiques dont les numéros atomiques sont compris entre celui du Fluor (F) et celui de l'Uranium (U), avec une sensibilité de détection de 10 parties par million (ppm).

La composition chimique des substrats a été déterminée par spectrométrie d'émission optique en utilisant un spectromètre Shimadzu PDA 7000, en appliquant une tension de 20 kV.

La composition chimique de la tête des forets utilisés pour le perçage de verre ou carrelage ainsi que ceux pour les bétons et la maçonnerie a été déterminée par micro-analyse chimique par l'analyse dispersive en énergie en utilisant un microscope électronique à balayage de type JEOL JSM-7400F équipé d'un Spectromètre à Dispersion d'Énergie (EDS pour « energy dispersive spectrometry ») de type PGT (Princeton Gamma Tech). Pour les forets de type HSS, la composition chimique a été déterminée de la même manière que pour les substrats par spectroscopie d'émission optique.

Les phases présentes dans les poudres de départ et les dépôts réalisés ont été détectées par Diffraction des Rayons X (DRX), pour des angles de Bragg  $2\theta$  compris entre 20 et 70°, avec un appareil de type SIEMENS D5000™ équipé d'un tube à rayons X, avec une anticathode de cuivre et en appliquant une tension d'accélération de 40 kV et un courant de 30 mA. L'identification des phases a été faite avec le logiciel X'Pert HighScore qui compare les raies des diagrammes de diffraction des rayons X avec des fiches PDF (de l'anglais « Powder Diffraction File »). Le pourcentage des phases identifiées a été ensuite quantifié par la méthode de Rietveld en utilisant le logiciel MAUD (de l'anglais « Materials Analysis Using Diffraction ») avec des fiches standards COD (de l'anglais « Crystallography Open Database »).

Les analyses chimiques des dépôts ont été réalisées sur la surface brute des échantillons.

## **II.2.3 Caractérisation physique des matériaux**

### II.2.3.1 Distribution granulométrique des poudres de départ

La distribution en taille selon le volume des poudres de départ a été déterminée par diffraction laser en voie liquide en utilisant de l'eau comme dispersant dans un analyseur HORIBA Partica LA-950V2 Particle Size Distribution Analyzer. Les particules de poudre ont été préalablement dispersées par ultrasons dans un milieu liquide, puis ont été mises dans une cellule en verre éclairée par un faisceau laser. La lumière diffractée a été focalisée par des lentilles selon l'étendue de la gamme granulométrique couverte, sur un détecteur multiéléments constitué par d'anneaux concentriques.

### II.2.3.2 Morphologie des grains de poudre, structure et épaisseur des dépôts

La morphologie des matériaux de départ et la structure de la coupe et de la surface des dépôts ont été observées avec un Microscope Électronique à Balayage (MEB) du type Jeol JSM-6490LV. La tension d'accélération utilisée pour l'observation était de 20 kV. Pour cette analyse, les échantillons ont été préalablement métallisés à l'or pour faciliter la conduction des électrons ; les dépôts ayant été polis pour obtenir une surface polie miroir.

La porosité et l'épaisseur des dépôts ont été mesurées sur la section transversale polie.

La porosité a été quantifiée par analyse d'images prises par microscopie optique en accord avec la méthode B de la norme ASTM E2109. Une quinzaine de photos ont été prises avec un microscope optique de type Carl Zeiss Axiovert 40 MAT<sup>TM</sup> avec des grossissements de 200X et 500X avec l'aide du logiciel d'acquisition d'images Axiovision LE 4.8<sup>TM</sup>. Les images étaient ensuite analysées avec le logiciel Image J.

L'analyse de la structure, et donc de la porosité, des dépôts a également été déterminée sur leur surface polie, de rugosité résiduelle moyenne Ra de l'ordre de 0,1  $\mu\text{m}$ .

L'état de surface des dépôts bruts et polis a été mesuré en utilisant un profilomètre de type Mitutoyo SJ-201 ou un profilomètre du type Taylor Hobson Surtronic 25 et la rugosité a été déterminée à partir d'une dizaine de mesures avec l'aide du logiciel Mountain Surface 3D selon le procédé décrit par le standard ASTM D7127 [102].

## **II.2.4 Caractérisation mécanique des matériaux**

### *II.2.4.1 Essais d'indentation*

Les propriétés mécaniques ont été mesurées par les méthodes classiques d'indentation à la fois sur la coupe et sur la surface des dépôts, préalablement polis, afin d'évaluer les variations dues à l'anisotropie.

Des indentations à l'échelle micrométrique ont été réalisées sur la coupe et sur la surface des dépôts pour mesurer les propriétés mécaniques de dureté et évaluer le module d'Young.

Les essais de micro indentation réalisés pour déterminer la dureté, le module d'Young et la ténacité à la fracture, à partir de l'empreinte résiduelle, ont été réalisés avec un appareil de type Wilson Instruments Hardness Tester 401MVD<sup>TM</sup>, équipé d'une pointe Vickers et d'une pointe Knoop.

Une vingtaine d'indentations Vickers ont été réalisées pour la mesure de la dureté, en appliquant une charge de 3 N durant 15 secondes selon la norme ASTM C1327-08 [1]. La dureté a été calculée (cf. équation 5) à partir des empreintes résiduelles de caractéristiques physiques acceptables selon cette norme. Des essais préliminaires ont été réalisés afin d'établir la charge, pour laquelle les empreintes n'étaient pas affectées ni par la récupération élastique, ni par des fissures ou des détachements de matériau du dépôt excessives, et qui produiraient des changements significatifs dans les dimensions de l'empreinte obtenue.

Le module d'Young des dépôts a été déterminé par la méthode de Marshall en micro indentation Knoop à partir d'une vingtaine d'indentations en appliquant une charge de 5 N durant 15 secondes (cf. équation 14). Des essais préliminaires ont permis d'établir la charge pour laquelle la grandeur de l'empreinte était facilement mesurable par microscopie optique.

La ténacité à la fracture a été mesurée à partir d'une vingtaine d'indentations Vickers, en appliquant une charge de 5 N durant 15 secondes pour générer une fissure. La valeur a été calculée à partir de l'équation 23 étant donné que les fissures produites étaient de type radial – médian avec un rapport  $c/a \geq 3$ .

Par ailleurs, des essais de macro indentation Vickers ont été menés à la surface des dépôts avec un appareil de type Heckert en appliquant une charge de 50 N durant 20 secondes afin de comparer leur dureté aux échelles macrométrique et micrométrique. La dureté a été calculée à partir des empreintes résiduelles selon l'équation 5.

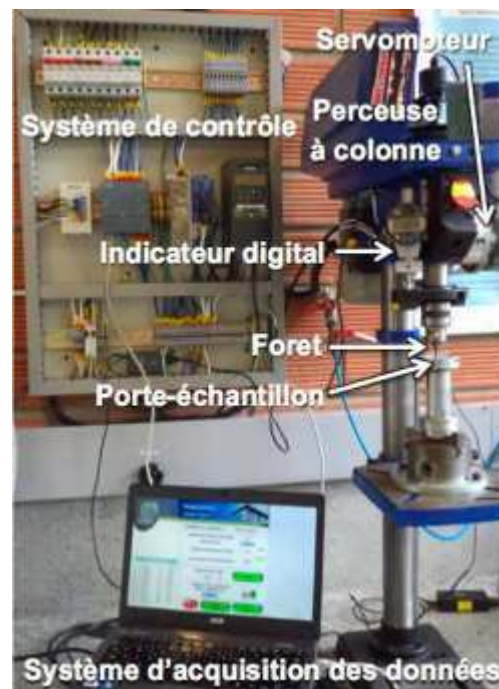
D'autre part, la dureté des têtes des forets a été déterminée par micro indentation Vickers avec un appareil Buöhler Micromet 6040 équipé du logiciel OmiMet® HMS, en appliquant une charge de 3N pendant 15 secondes.

#### II.2.4.2 Essais de perforation

Les essais de résistance à la pénétration par un foret ont été effectués avec une perceuse à colonne instrumentée pour les besoins de la thèse et présentée sur la **Figure 24**. Cette perceuse permet d'effectuer des essais statiques (sans rotation du foret) et des essais dynamiques (avec rotation du foret). Elle est équipée :

- d'un servomoteur pour appliquer la charge à vitesse contrôlée,
- d'une cellule de charge pour mesurer la charge appliquée,
- d'un indicateur digital qui affiche en temps réel la profondeur de pénétration du foret, sur la pièce ou l'échantillon, avec une sensibilité de 1  $\mu\text{m}$ ,
- d'un porte-échantillon,
- d'un mandrin pour serrer le foret
- et d'un système d'acquisition des données.

La durée de l'essai est mesurée par un capteur couplé à la cellule de charge. L'ensemble des capteurs sont reliés et pilotés par ordinateur. Le réglage des paramètres d'essai se fait à l'aide d'un logiciel conçu pour ce dispositif, il permet entre autres de choisir le mode d'essai (test statique ou test dynamique), la charge à appliquer, la vitesse d'application de la charge et la vitesse de rotation du foret (dans le cas des tests dynamiques).



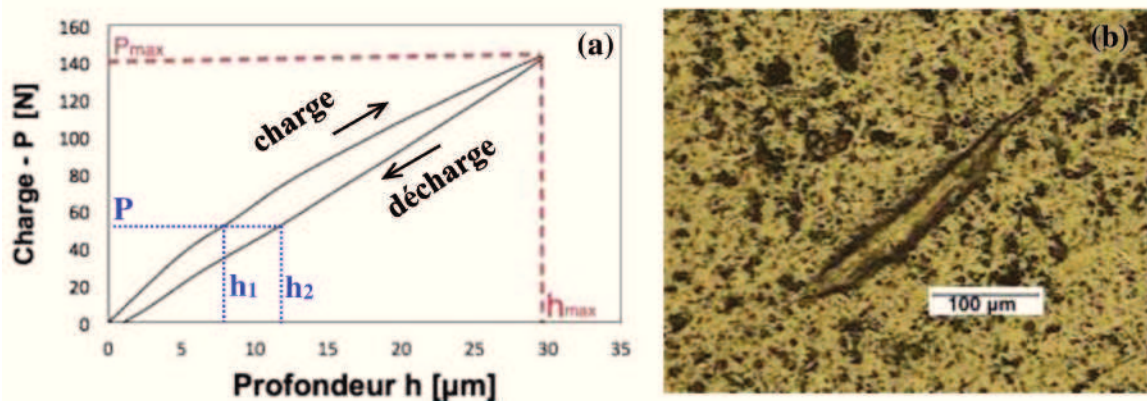
**Figure 24.** Perceuse à colonne instrumentée pour la détermination des propriétés mécaniques d'un revêtement sur une pièce.

Pour cette étude, trois types de forets commerciaux ont été utilisés comme indentateur pour appliquer la charge sur la surface des dépôts :

- un foret à tête d'ogive en carbure de tungstène<sup>1</sup> utilisés pour la perforation des verres et des carrelages (de diamètre 6,3 mm),
- un foret à tête en carbure de tungstène<sup>1</sup> utilisé pour le perçage des bétons et en maçonnerie (de diamètre 8,3 mm),
- et un foret HSS en acier trempé dit 'acier rapide' destiné à la découpe à haute vitesse - de l'anglais « High Speed Steel » - utilisé pour le perçage d'acier (de diamètre 8,3 mm).

<sup>1</sup> Les carbures utilisés sur les pointes des forets pour le perçage de verre ou de carrelage ainsi que pour les bétons et la maçonnerie sont un mélange de carbure de tungstène, de cobalt et des additifs naturels.

Les tests en mode statique sont basés sur le concept de dureté des matériaux qui peut se déterminer par l'application d'une charge ( $P$ ) sur un indenteur et la mesure de la profondeur de pénétration ( $h$ ) de l'indenteur<sup>2</sup> sur l'échantillon, mesure réalisée soit lors de l'application de la charge soit à partir de l'aire ( $A$ ) de l'empreinte résiduelle obtenue sur la surface d'essai après retrait de l'indenteur. Les charges maximales appliquées avec la perceuse, pour le mode statique, étaient 150 N, 215 N et 275 N. Ces charges, ont été appliquées par pas de 22 N toutes les 15 secondes pour les charges maximales de 150 N et 215 N, et avec un pas de 45 N pour la charge maximale de 275 N. Après l'application de la charge maximale sur l'échantillon, elle est retirée de la même façon qu'elle a été appliquée par pas avec une durée des pas de 15 secondes, afin d'obtenir une courbe de charge et décharge et une empreinte résiduelle sur l'échantillon (cf. **Figure 25**), similaires à celles de la méthode d'Oliver et Pharr.



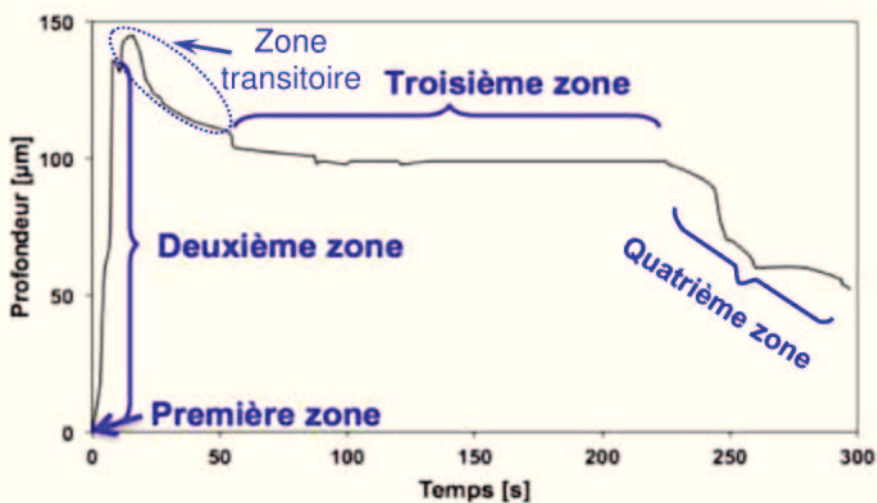
**Figure 25.** Essai statique d'indentation avec un foret utilisé pour la perforation des verres, sur la surface d'un dépôt d' $Al_2O_3$ -13wt %  $TiO_2$  élaboré par projection plasma : (a) Courbe de charge-décharge, (b) Empreinte résiduelle.

La composante dynamique de la perceuse à colonne instrumentée est obtenue par rotation du foret sur la surface d'essai en appliquant une charge de test permettant de construire un graphique de la profondeur de perforation en fonction de la durée de l'essai. La courbe met en évidence le comportement des corps en contact : foret et dépôt (cf. **Figure 26**) et montre des zones distinctes pouvant être reliées au comportement du système: (i) une première zone correspondant à l'indentation initiale produite par le contact statique entre le foret et la surface d'essai avant que le foret démarre sa rotation,

<sup>2</sup> Dans le cas de la perceuse à colonne instrumentée, l'indenteur correspond au foret, sur lequel est appliquée la charge. Pour cette étude, on a sélectionné un foret utilisé pour la perforation des verres. Compte tenu de la haute dureté de sa pointe, il permet d'obtenir des résultats fiables et reproductibles.



(ii) une deuxième zone, due au démarrage de la rotation du foret et qui est la conséquence de la découpe du matériau que produit le foret sur la surface d'essai, (iii) une troisième zone montrant un comportement asymptotique de la profondeur de perçage et mettant en évidence le contact abrasif par le mouvement relatif entre le foret et la surface d'essai, (iv) une quatrième zone dont la profondeur de perforation décroît sous l'effet des débris produits par l'usure du foret et du dépôt et qui a donné naissance à la formation d'une couche sur les parois du trou produit. Compte tenu du mouvement relatif entre les surfaces du foret et du matériau étudié, la découpe du matériau se produit avec, en même temps, des phénomènes d'abrasion ont lieu.



**Figure 26.** Comportement de la profondeur de perforation pendant le temps *d'essai* pour un dépôt d' $Al_2O_3 - 13wt\% TiO_2$  élaboré par projection plasma à pression atmosphérique.

Les essais dynamiques ont été réalisés avec un foret HSS d'acier rapide et un foret pour bétons pendant 300 secondes en appliquant des charges, fixées dès le début de l'essai, de 200, 300 et 400 N pour le foret HSS et 400 N pour le foret pour béton pour une vitesse de rotation du foret de 360 rpm. La profondeur de perforation du dépôt a été mesurée avec un capteur digital de sensibilité 1 μm. Pour réduire l'effet des débris, ces derniers ont été soufflés de la zone d'essai par un jet d'air comprimé.

### II.3) Matériaux de départ et forets

Afin d'obtenir des dépôts céramiques contenant différentes phases et différentes structures dans le but de corrélérer leurs propriétés mécaniques et leur résistance au

perçage (soit par des essais statiques soit par des essais dynamiques), cinq poudres de compositions chimiques différentes ont été choisis comme matériaux de départ. Une poudre d'alumine, une poudre d'oxyde de titane, deux poudres d'alumine/oxyde de titane avec des taux en oxyde de titane différents, et une poudre de zircone yttrée.

La dénomination commerciale et la température de fusion des poudres sont reportées dans le **Tableau 2**.

### II.3.1 Caractérisation des poudres de départ

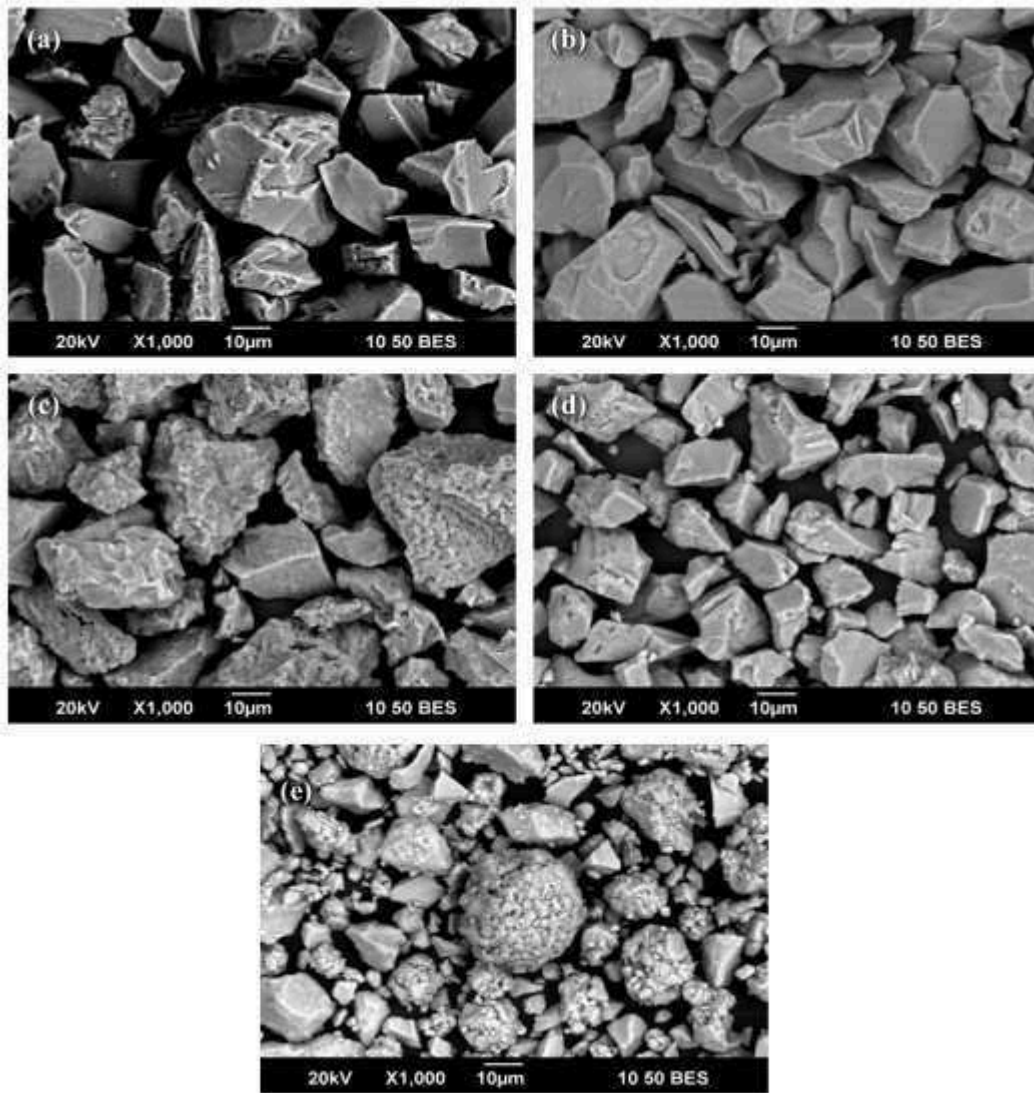
Les résultats de l'analyse granulométrique des particules des poudres de départ sont présentés dans le **Tableau 2**. Les cinq poudres sont de taille micrométrique avec un diamètre moyen allant de 15  $\mu\text{m}$  pour la poudre  $\text{Al}_2\text{O}_3$  - 43wt %  $\text{TiO}_2$  (SG-109), à 35  $\mu\text{m}$  pour la poudre d'alumine Medipure.

**Tableau 2.** Distribution en taille des poudres de départ.

Reference des poudres de départ	Taille des particules [ $\mu\text{m}$ ]				Température de fusion des particules [ $^{\circ}\text{C}$ ]
	d10%	d50%	d90%	d <sub>moyen</sub>	
Medicoat Medipure <sup>TM</sup>	21	33	51	35	2 072
Amperit 782.054 <sup>TM</sup>	17	26	39	27	1 843
SG-106 <sup>TM</sup>	13	29	41	28	1 980
SG-109 <sup>TM</sup>	9	16	22	15	1 840
Amperit 828.003 <sup>TM</sup>	4	11	64	27	2 715

La **Figure 27** montre la morphologie des particules des poudres de départ utilisées dans cette étude. Les particules des poudres d' $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{TiO}_2$  et  $\text{Al}_2\text{O}_3$  - 43wt %  $\text{TiO}_2$ , présentent une morphologie compacte avec des plans de fracture indiquant que ces poudres ont été obtenues par fusion et broyage. La poudre  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -15wt %  $\text{TiO}_2$  présente également des plans de fracture à la surface des particules mais avec une structure moins dense voire poreuse indiquant que cette poudre a été fabriquée par frittage et broyage. Tandis que la poudre  $\text{ZrO}_2$ - $\text{Y}_2\text{O}_3$  présente un mélange de deux types de particules de morphologies différentes, des particules micrométriques denses avec des plans de fracture et des particules micrométriques à tendance sphérique constituées de particules nanométriques agglomérées.





**Figure 27.** Morphologie des poudres de départ: (a) Medipure™, (b) Amperit 782™, (c) SG-106™, (d) SG-109™, (e) Amperit 828™.

Les résultats de la caractérisation physico-chimique des poudres de départ correspondent aux spécifications des fournisseurs, pour lesquelles ces matériaux ont été choisis pour l'élaboration de dépôts afin d'étudier les propriétés mécaniques et la résistance au perçage. En outre, les résultats de l'analyse des rayons X indiquent que ces poudres sont constituées par des phases différentes selon leur composition chimique ce qui permettra d'obtenir des dépôts avec des propriétés mécaniques différentes.

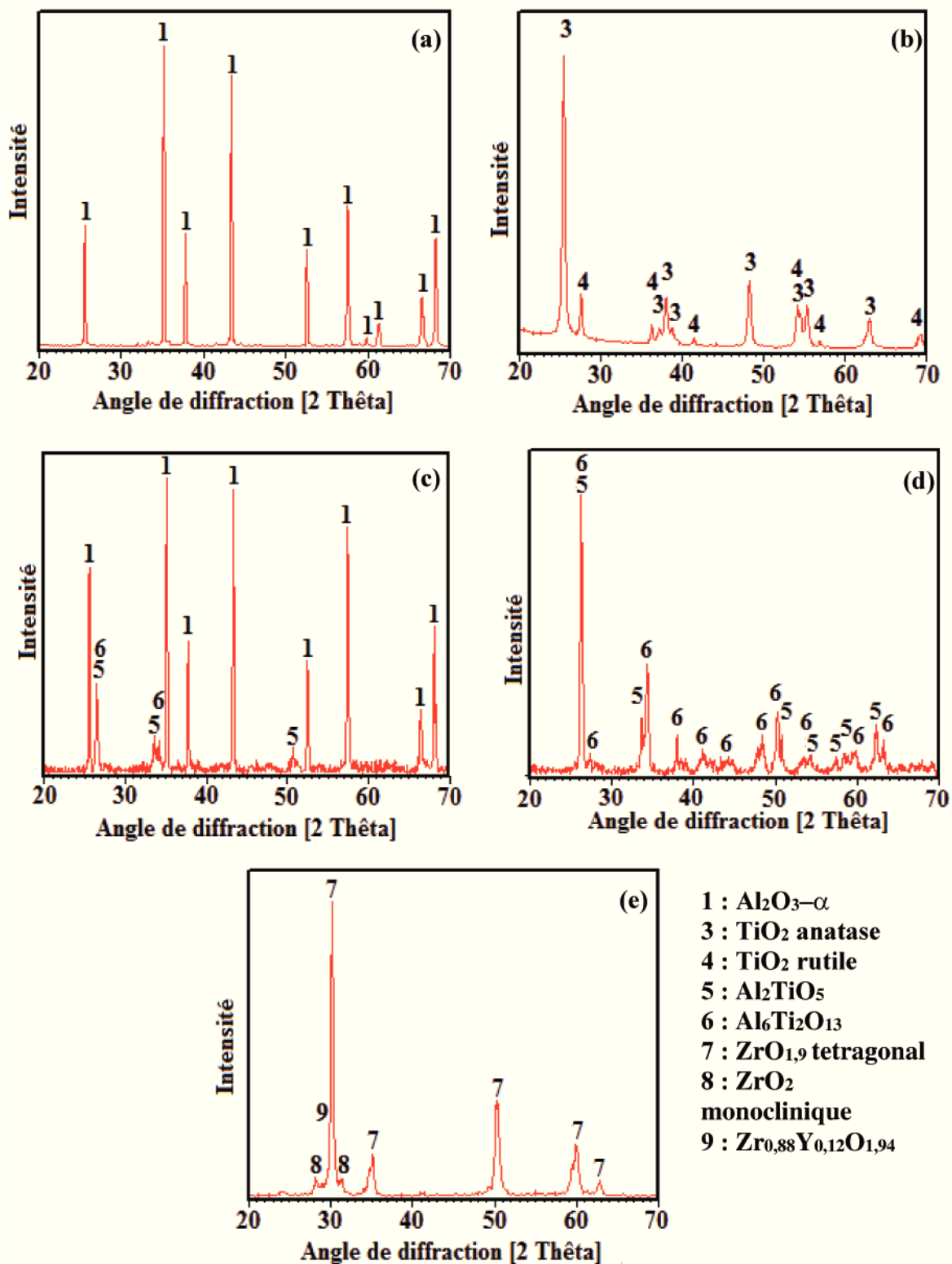
Le **Tableau 3** présente les résultats de l'analyse chimique et la composition des phases, réalisées respectivement, par fluorescence et diffraction des rayons X des cinq poudres de départ. Les phases ont été identifiées et quantifiées à partir des diagrammes de diffraction des rayons X de la **Figure 28** par comparaison des raies avec les standards PDF et COD présentés dans l'Annexe 2.

**Tableau 3.** Composition chimique et des phases des poudres de départ.

Poudre	Composition chimique [% massique]	Phases	% phases [massique]
Medicoat Medipure™	99,5 % Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 0,5 % autres*	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -alpha	100 ± 0,0
H.C. Starck AMPERIT-782.054™	98,9 % TiO <sub>2</sub> 1,1 % autres*	TiO <sub>2</sub> -anatase	88,4 ± 0,6
		TiO <sub>2</sub> -rutile	11,6 ± 0,3
Saint Gobain SG-106™	83,9 % Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 15,3 % TiO <sub>2</sub> 0,8 % autres*	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -alpha	79,7 ± 3,2
		Al <sub>2</sub> TiO <sub>5</sub>	19,5 ± 1,2
		Al <sub>6</sub> Ti <sub>2</sub> O <sub>13</sub>	0,9 ± 0,6
Saint Gobain SG-109™	55,2 % Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 43,1 % TiO <sub>2</sub> 1,7 % autres*	Al <sub>6</sub> Ti <sub>2</sub> O <sub>13</sub>	63,2 ± 2,4
		Al <sub>2</sub> TiO <sub>5</sub>	33,1 ± 1,8
		Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -alpha	2,8 ± 0,4
		TiO <sub>2</sub> -rutile	0,9 ± 0,2
H.C. Starck AMPERIT-828.003™	91,4 % ZrO <sub>2</sub> 6,8 % Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 1,2 % HfO <sub>2</sub> 0,6 % autres*	Zr <sub>0.88</sub> Y <sub>0.12</sub> O <sub>1.94</sub>	9,6 ± 0,9
		ZrO <sub>2</sub> -monoclinique	30,9 ± 3,9
		ZrO <sub>2</sub> -Tetragonal	59,5 ± 0,0

\* le terme « autres » correspond principalement aux oxydes SiO<sub>2</sub>, V<sub>2</sub>O<sub>5</sub>, CaO, Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub> en quantités inférieures à 0,5 % massique.

Notons que l'alumine contenue dans les poudres de départ est de type alpha. Pour les poudres Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/TiO<sub>2</sub> de Saint Gobain, les phases Al<sub>2</sub>TiO<sub>5</sub> et Al<sub>6</sub>Ti<sub>2</sub>O<sub>13</sub> ont été identifiées en plus des phases alpha de l'alumine et rutile de l'oxyde de titane. La poudre de TiO<sub>2</sub> pure contient les deux phases anatase et rutile (avec l'anatase comme phase majoritaire). La poudre de zircon ytriée contient les phases monoclinique et tétragonale de la zircon avec une phase minoritaire de Zr<sub>0.88</sub>Y<sub>0.12</sub>O<sub>1.94</sub>.



**Figure 28.** Diagrammes de diffraction des rayons X des poudres de départ : (a) Medipure™ (b) AMPERIT-782.054™ (c) SG-106™, (d) SG-109™, (e) AMPERIT-828.003™.

### II.3.2 Caractérisation et préparation des substrats

Les substrats utilisés pour réaliser les dépôts étaient en acier doux XC-38 avec une géométrie de disque d'épaisseur 6 mm et de diamètre 25 mm et 50 mm.

La composition chimique de l'acier doux XC38 est présentée dans le **Tableau 4**, les teneurs déterminées correspondent à celles indiquées dans la littérature.

**Tableau 4.** Composition chimique de l'acier XC38 utilisé pour les substrats.

Elements	Fe	C	Mn	Cr	Ni	Si	Cu	S	P	Mo	Al
Teneurs [% massique]	bilan	0,38	0,66	0,21	0,02	0,27	0,22	0,02	0,015	0,02	0,06

Avant la projection plasma, les substrats d'acier doux XC-38 ont été sablés avec du corindon de 425 à 600  $\mu\text{m}$  de diamètre afin d'obtenir une rugosité moyenne (Ra) de surface comprise entre 5 et 6  $\mu\text{m}$  et permettre un accrochage mécanique du dépôt.

Puis, ils ont été nettoyés dans un bain d'acétone sous ultrasons pour éliminer les résidus de sablage.

### II.3.3 Composition chimique et dureté des forets

Les analyses EDS réalisées sur les têtes des forets utilisés pour le perçage de verre ou de carrelage ainsi que ceux utilisés pour les bétons et la maçonnerie ont mis en évidence les éléments chimiques C, W et Co permettant d'indiquer que les pointes des forets sont constituées principalement d'un mélange de carbure de tungstène et de cobalt. La mesure de la micro dureté Vickers des pointes des forets est de  $17,6 \pm 0,4$  GPa (pour les forets de perçage de verre ou de carrelage) et  $13,6 \pm 0,7$  GPa (pour les forets pour les bétons et la maçonnerie).

Les résultats de spectrométrie d'émission optique indiquent que le foret HSS en acier rapide a été fabriqué avec un acier allié principalement avec 4,01 % massique de tungstène, 3,98 % de chrome, 3,0 % de molybdène et 0,99 % de vanadium. Sa dureté Vickers est de  $8,0 \pm 0,2$  GPa.

## II.4) Élaboration des dépôts

Le gaz plasmagène utilisé pour l'élaboration des dépôts était un mélange d'argon et d'hydrogène avec un débit de 45/15 L/min. L'intensité de courant utilisé était comprise entre 500 et 650 ampères selon les températures de fusion de chaque poudre, conduisant à une tension variant de 77 à 80 volts et une puissance électrique entre 39 et 51 kW.

Avant la projection, les substrats ont été préchauffés par le jet de plasma jusqu'à une température de surface de 300 °C, afin d'éliminer les adsorbats et condensats, et permettre une meilleure adhérence des dépôts sur les substrats. Cette température de 300 °C a été maintenue pendant la construction du dépôt pour obtenir une meilleure cohésion des lamelles des poudres. L'ensemble des dépôts élaborés a été réalisé avec un débit de poudre d'environ 30 g/min (22 à 37 g/min) injecté dans le jet plasma à la sortie de la tuyère. Le gaz porteur utilisé était l'argon avec un débit de 6 L/min. La distance de tir entre la sortie de tuyère et le substrat était fixée à 100 mm.

Les dépôts élaborés ont été codifiés en fonction des constituants chimiques majoritaires de la poudre de départ (cf. **Tableau 5**). L'appellation des échantillons est suivie d'un exposant représentant l'épaisseur du dépôt telle que :

- E : pour les dépôts épais ( $> 700 \mu\text{m}$ ),
- M : pour les dépôts d'épaisseur moyenne ( $350 \mu\text{m} < \text{épaisseur} < 700 \mu\text{m}$ ),
- F : pour les dépôts de faible épaisseur ( $< 350 \mu\text{m}$ ).

Pour la réalisation, l'épaisseur des dépôts souhaitée a été évaluée en fonction du débit de poudre, du temps de projection et du taux de dépôt des poudres.

Au total huit échantillons ont été élaborés et étudiés. Les cinq poudres sélectionnées ont été utilisées pour élaborer les dépôts, ce qui a conduit à l'obtention de cinq échantillons. De plus, trois échantillons supplémentaires ont été élaborés:

- deux dépôts supplémentaires ont été élaborés à partir de la poudre  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -15wt %  $\text{TiO}_2$  (SG-106) avec des temps de projection différents pour obtenir différentes épaisseurs et évaluer l'effet de l'épaisseur et de la composition chimique sur les propriétés mécaniques,
- un troisième dépôt supplémentaire a été élaboré par co-projection en quantités égales de poudres d'alumine Medipure et de zicône ytriée Amperit 828.003 pour

évaluer l'effet de la composition obtenue à partir d'un mélange physique de deux poudres différentes pendant la projection sur les propriétés mécaniques.

La nomenclature finale des dépôts et leurs conditions d'élaboration sont résumées dans le **Tableau 5**.

**Tableau 5.** Codification et conditions de projection des dépôts élaborés.

Poudre	Principaux constituants chimiques [% massique]	Temps de tir [min]	Débit de poudre [g/min]		Intensité de courant [A]	Codification des dépôts
			A	Z		
Medicoat Medipure™	99,5 % Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	5		34	600	A <sup>E</sup>
H.C. Starck AMPERIT-782.054™	98,9 % TiO <sub>2</sub>	5		27	500	T <sup>E</sup>
Saint Gobain SG-106™	83,9 % Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 15,3 % TiO <sub>2</sub>	5		34	600	AT15 <sup>E</sup>
		3		36		AT15 <sup>M</sup>
		1		37		AT15 <sup>F</sup>
Saint Gobain SG - 109™	55,2 % Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 43,1 % TiO <sub>2</sub>	5		28	500	AT43 <sup>E</sup>
H.C. Starck AMPERIT-828.003™	91,4 % ZrO <sub>2</sub> 6,8 % Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	6		22	650	Z <sup>F</sup>
Mélange Medicoat Medipure™ + AMPERIT-828.003™	Mélange 50/50 en masse des deux poudres	3	A	22	650	AZ <sup>F</sup>
			Z	28		



### III) RÉSULTATS DES DÉPÔTS ÉLABORÉS

Ce chapitre a pour but de présenter les résultats d'une nouvelle technique, par perçage, simple à mettre en œuvre, pour mesurer les propriétés mécaniques des dépôts élaborés par projection thermique.

Les performances des revêtements, notamment les performances mécaniques, sont fortement affectées par leur structure (morphologie et défauts) ainsi que par leur composition chimique (nature et type des phases). En prenant en compte ces observations, ce chapitre présente, d'une part, les résultats de l'étude des propriétés physico-chimiques (structure, composition chimique et phases) des revêtements élaborés par projection plasma et d'autre part, leurs effets sur les performances mécaniques tout en présentant les résultats obtenus avec la méthode du perçage (statique et dynamique) comme un moyen alternatif et facile à mettre en œuvre pour déterminer les propriétés mécaniques de ce type de matériaux. L'évaluation de la sensibilité de la méthode par perçage aux variations de la composition chimique et structurale est étudiée ainsi que l'effet de l'épaisseur et la porosité des dépôts sur les résultats de perçage.

Cette étude a été menée sur huit dépôts élaborés par projection plasma à partir de poudres micrométriques et de poudres nanométriques agglomérées de nature et composition chimique différentes. Quatre dépôts dits « épais » avec une épaisseur moyenne de 800  $\mu\text{m}$  ont été réalisés avec les poudres d'alumine ( $A^E$ ), d'oxyde de titane ( $T^E$ ), et d'alumine/oxyde de titane ( $AT15^E$  et  $AT45^E$ ). Trois dépôts de faible épaisseur entre 250 et 300  $\mu\text{m}$  ont été réalisés avec les poudres d'alumine/15wt % oxyde de titane ( $AT15^F$ ), de zircone yttrée ( $Z^F$ ) et un mélange 50/50 % en masse des poudres d'alumine et de zircone yttrée ( $AZ^F$ ). De plus un dépôt d'épaisseur intermédiaire, voisine de 550  $\mu\text{m}$ , a été réalisé avec la poudre d'alumine/15wt % oxyde de titane ( $AT15^M$ ).

#### III.1) Caractéristiques physiques et structure des dépôts

L'épaisseur moyenne et la rugosité moyenne de la surface brute de chaque dépôt sont reportées dans le **Tableau 6**. Les épaisseurs ont été mesurées à partir de



micrographies en différents endroits de la section transversale montrant une dispersion dans les valeurs (pouvant aller jusqu'à une cinquantaine de  $\mu\text{m}$ ), caractéristique du procédé plasma. L'analyse de l'état de surface des dépôts montre que la rugosité de surface de l'ensemble des dépôts varie entre 4,6 et 10,5  $\mu\text{m}$  selon la nature des matériaux projetés, la taille des particules et l'épaisseur des dépôts réalisés. Pour la même poudre projetée (AT15), on constate que la rugosité de surface augmente (de  $6,6 \pm 0,8 \mu\text{m}$  à  $8,9 \pm 1,6 \mu\text{m}$ ) lorsque l'épaisseur du dépôt augmente (de 230  $\mu\text{m}$  à 830  $\mu\text{m}$ ) de même que la dispersion des mesures, ce qui peut être expliqué par les défauts d'empilement des lamelles qui augmentent avec l'épaisseur du dépôt. Ces effets ont également été mis en évidence par Sarikaya [103]. De même, il a été constaté que d'une manière générale, pour une distribution granulométrie de particules similaires, la rugosité de surface des dépôts diminue lorsque la température de fusion du matériau projeté diminue. Les dépôts d'alumine et/ou d'oxyde de titane voient leur rugosité de surface diminuer lorsque le taux de  $\text{TiO}_2$  augmente du fait que la température de fusion du  $\text{TiO}_2$  (1 843 °C) est inférieure à celle de l'alumine (2 072 °C).

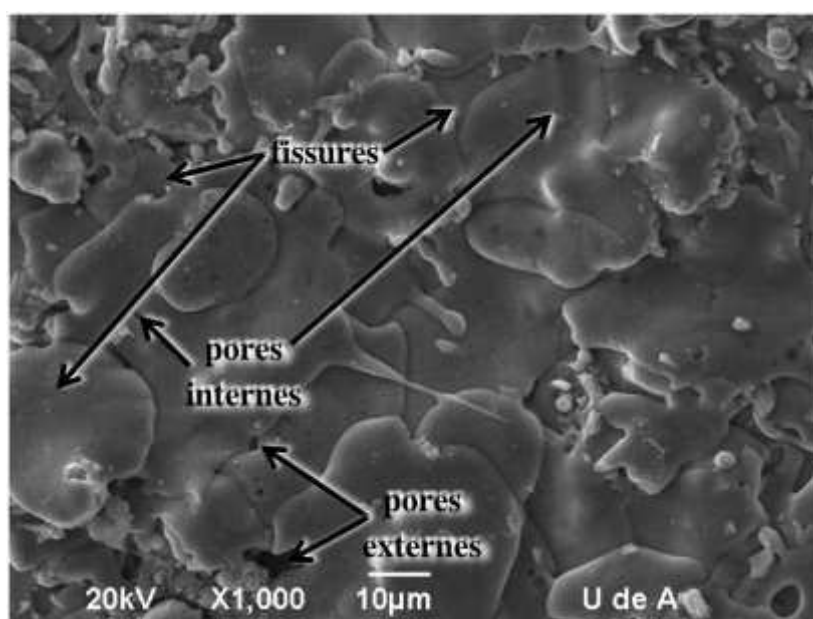
**Tableau 6.** Epaisseur et rugosité de la surface brute des dépôts élaborés par projection plasma.

Dépôt	Epaisseur moyenne [ $\mu\text{m}$ ]	Rugosité moyenne de la surface brute des dépôts, Ra [ $\mu\text{m}$ ]
A <sup>E</sup>	830 ± 30	10,5 ± 1,0
T <sup>E</sup>	770 ± 50	5,5 ± 0,9
AT <sub>15</sub> <sup>E</sup>	830 ± 10	8,9 ± 1,6
AT <sub>15</sub> <sup>M</sup>	550 ± 10	7,6 ± 1,1
AT <sub>15</sub> <sup>F</sup>	230 ± 10	6,6 ± 0,8
AT <sub>43</sub> <sup>E</sup>	810 ± 20	6,0 ± 1,2
Z <sup>F</sup>	310 ± 20	4,6 ± 0,3
AZ <sup>F</sup>	260 ± 20	7,7 ± 0,3

Cependant, bien que la température de fusion de la zircone (2 715 °C) soit largement supérieure à celle des autres poudres (voisine de 2 000 °C), la rugosité de surface du dépôt (Z<sup>E</sup>) est la plus faible ( $4,6 \pm 0,3 \mu\text{m}$ ). Ceci peut s'expliquer par la structure de la poudre de départ composée de particules nanométriques agglomérées plus faciles à fondre, de par leur faible taille.

La structure et la porosité des dépôts d'alumine, d'oxyde de titane, de zircon et des composites élaborés par projection plasma à pression atmosphérique ont été évaluées sur la surface et sur la coupe pour chaque dépôt.

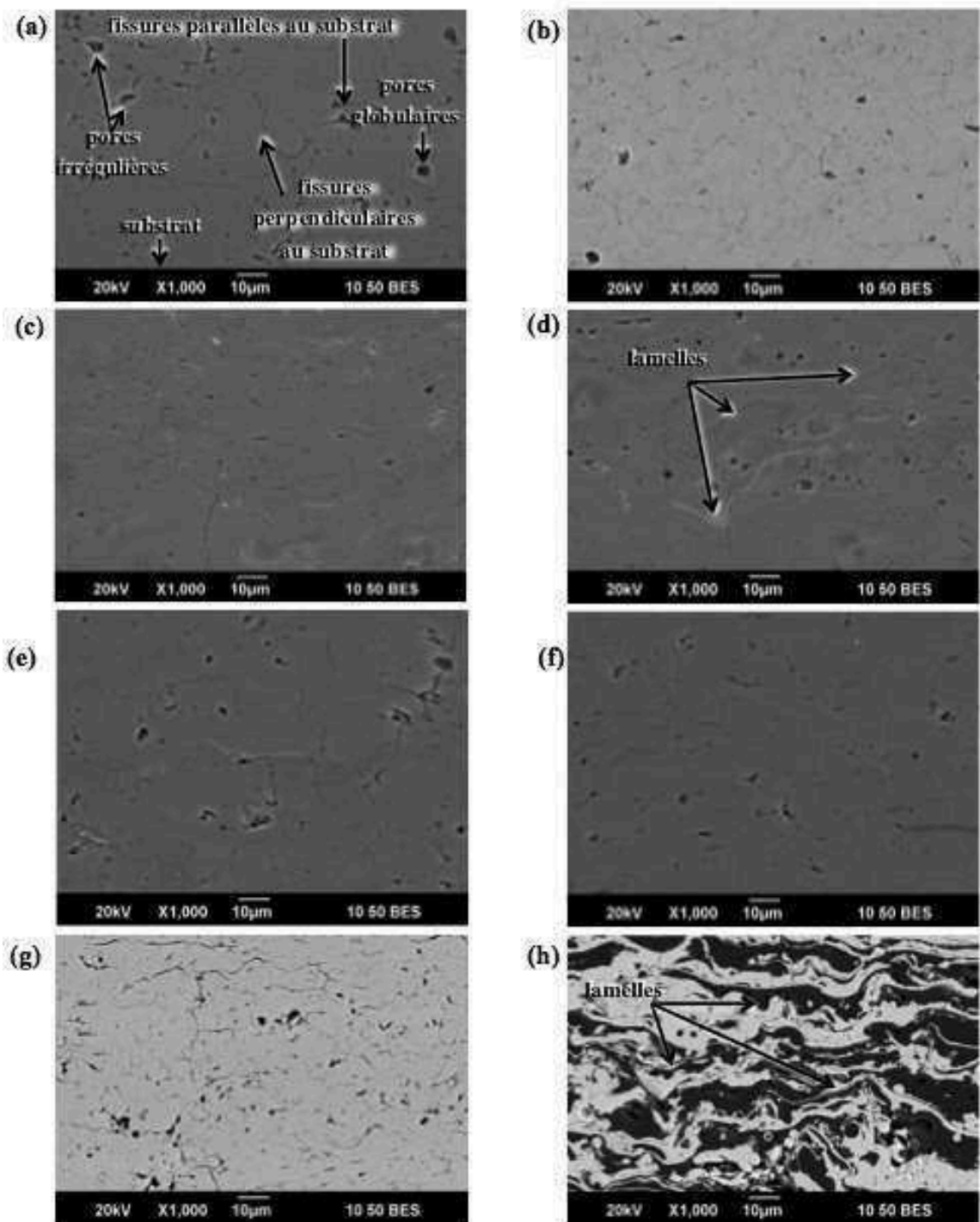
L'observation MEB montre que la surface de l'ensemble des dépôts présente une structure constituée de lamelles (correspondant aux particules écrasées et étalées) contenant des fissures et des pores inter- et extra-lamellaires. La **Figure 29** présente une surface type des dépôts.



**Figure 29.** Structure de la surface du dépôt AT43<sup>E</sup> élaboré par projection plasma.

La **Figure 30** présente la vue en coupe de chaque dépôt. Les micrographies ont été réalisées en mode rétrodiffusé permettant de mettre en évidence la structure et la répartition des composés chimiques à l'intérieur du dépôt, du fait de leurs poids moléculaires différents, des nuances de gris différentes sont observables (les composés chimiques les plus lourds sont en blanc, les plus légers sont en noir). Ce mode est intéressant notamment lorsqu'on est en présence de plusieurs phases comme pour le dépôt d'alumine/zircon (AZ<sup>F</sup>). D'une manière générale, la section transversale des dépôts présente une structure lamellaire, plus ou moins visible selon le type de matériaux, contenant des particules non-fondues ou partiellement fondues, des pores de

morphologie globulaire et irrégulière et des fissures perpendiculaires et parallèles à la surface du substrat.



**Figure 30.** Section transversale des dépôts élaborés par projection plasma: (a) A<sup>E</sup>, (b) T<sup>E</sup>, (c) AT15<sup>E</sup>, (d) AT15<sup>M</sup>, (e) AT15<sup>F</sup>, (f) AT43<sup>E</sup>, (g) Z<sup>F</sup>, (h) AZ<sup>F</sup>.

Les pores globulaires et ceux irréguliers sont dus respectivement à des bulles de gaz piégées à l'intérieur des lamelles lors de la solidification et aux défauts d'empilement

des lamelles. Par ailleurs, les fissures sont formées par des contraintes produites lors du refroidissement et de la solidification des lamelles. Ces caractéristiques, typiques des dépôts élaborés par projection plasma, dégradent la résistance mécanique des matériaux [104] et peuvent alors être considérées comme des défauts.

Le pourcentage de porosité a été mesuré par analyse d'images sur la surface et la section transversale polie des dépôts. Les valeurs présentées dans le **Tableau 7** montrent que la porosité est plus faible sur la surface, entre 15 et 45 % par rapport à la section transversale, ce qui met en évidence l'anisotropie des dépôts et peut influencer les propriétés et la performance des dépôts. On observe également que le taux de porosité suit les mêmes variations que la rugosité de surface (excepté pour le dépôt Z<sup>F</sup>), il augmente avec l'épaisseur du dépôt (dépôts AT15) et avec la température de fusion des poudres de départ. Ces effets ont également été observés par Sarikaya [103]. Cette porosité est directement liée aux défauts d'empilement des lamelles qui peuvent être dues à une fusion incomplète des particules qui n'auraient pas suivi la trajectoire optimale à l'intérieur du jet plasma, et seraient restées en périphérie du jet où la température et les échanges thermiques sont plus faibles. Des effets similaires ont été rapportés par Habib et al. [45].

**Tableau 7.** Porosité en surface et en section transversale polies des dépôts élaborés par projection plasma.

Dépôt	Porosité [%]	
	sur la surface	sur la section transversale
A <sup>E</sup>	3,0 ± 0,5	4,6 ± 1,6
T <sup>E</sup>	0,6 ± 0,2	0,7 ± 0,3
AT <sub>15</sub> <sup>E</sup>	2,0 ± 0,9	3,7 ± 0,6
AT <sub>15</sub> <sup>M</sup>	2,2 ± 0,4	3,7 ± 0,7
AT <sub>15</sub> <sup>F</sup>	1,4 ± 0,3	2,1 ± 0,5
AT <sub>43</sub> <sup>E</sup>	1,1 ± 0,3	1,8 ± 0,3
Z <sup>F</sup>	3,7 ± 0,7	5,7 ± 0,8
AZ <sup>F</sup>	2,8 ± 0,5	3,1 ± 0,4

### III.2) Phases cristallines des dépôts

Les processus de fusion et de solidification subis par les particules pendant l'élaboration des dépôts par projection thermique provoquent des transformations de

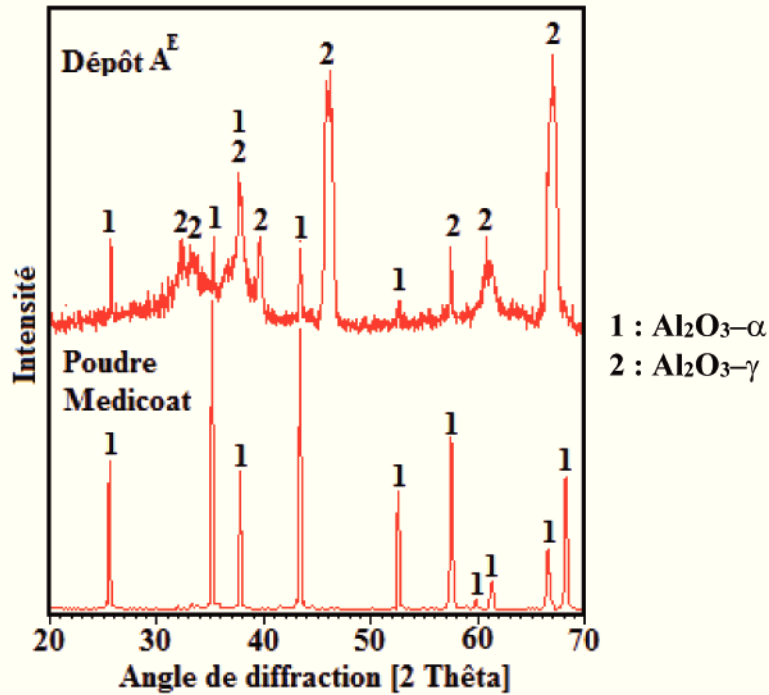
phases des poudres de départ. Les résultats de l'analyse des phases cristallines dans les dépôts élaborés sont présentés dans le **Tableau 8**.

L'analyse des phases réalisée sur le dépôt A<sup>E</sup> a mis en évidence une transformation importante, pratiquement 93 %, de la phase Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-α, seule phase identifiée dans la poudre de départ (cf. **Tableau 3**), vers la phase Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-γ (cf. **Figure 31** et **Tableau 8**).

**Tableau 8.** Phases cristallisées présentes dans les dépôts élaborés par projection plasma.

Dépôt	Phases	
	type	[% massique]
A <sup>E</sup>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -gamma	92,7 ± 0,1
	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -alpha	7,3 ± 0,8
T <sup>E</sup>	TiO <sub>2</sub> -Rutile	99,6 ± 0,0
	TiO <sub>2</sub> -Anatase	0,4 ± 0,0
AT15 <sup>E</sup>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -gamma	73,2 ± 0,0
	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -alpha	26,8 ± 1,2
AT15 <sup>M</sup>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -gamma	88,5 ± 0,0
	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -alpha	11,5 ± 1,0
AT15 <sup>F</sup>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -gamma	97,3 ± 0,0
	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -alpha	2,7 ± 0,6
AT43 <sup>E</sup>	Al <sub>6</sub> Ti <sub>2</sub> O <sub>13</sub>	64,1 ± 0,0
	Al <sub>2</sub> TiO <sub>5</sub>	35,9 ± 3,5
Z <sup>F</sup>	ZrO <sub>2</sub> -Tétraгонаle	100 ± 0,0
AZ <sup>F</sup>	ZrO <sub>2</sub> -Tétraгонаle	68,0 ± 0,0
	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -gamma	32,0 ± 0,1

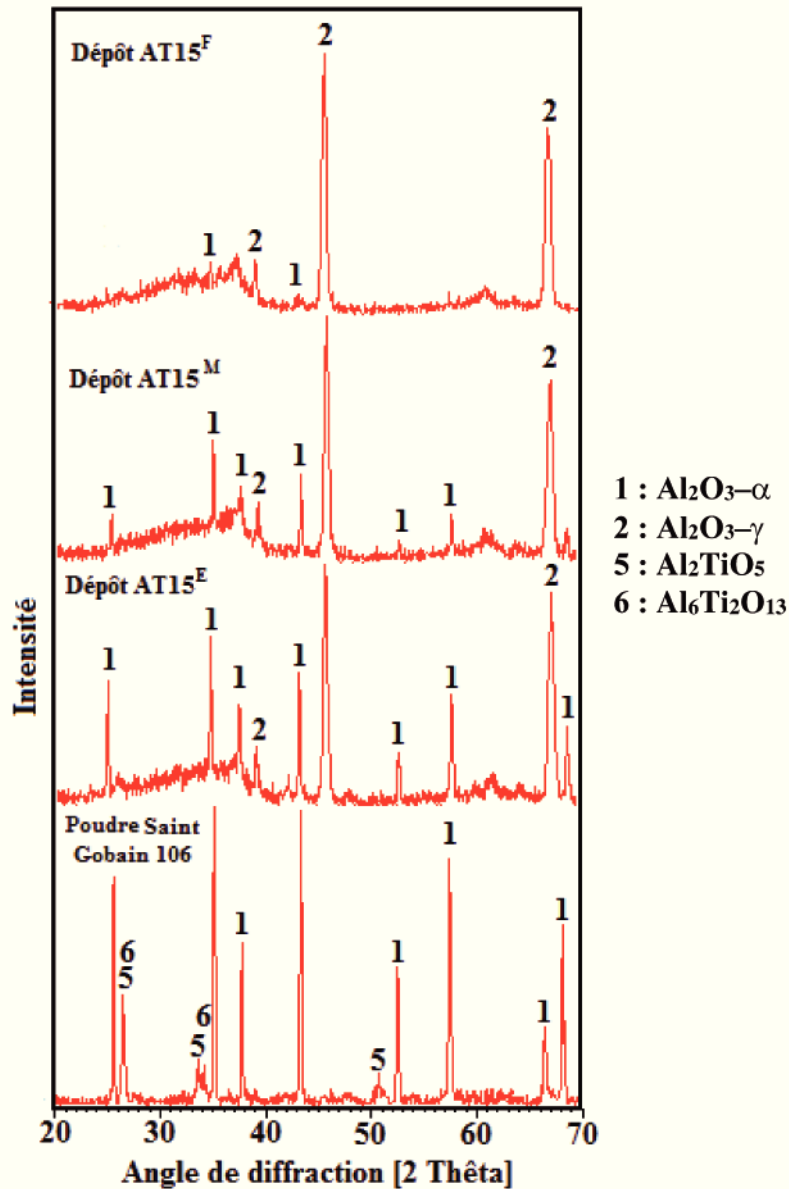
L'Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-γ est une phase métastable qui nécessite une faible énergie de nucléation par rapport à d'autres oxydes d'aluminium ; elle se forme donc plus facilement et se conserve dans le dépôt dû au refroidissement rapide des particules projetées lors de la formation des dépôts [105]–[107]. La présence de la phase α peut être liée aux particules de départ partiellement ou non fondues lors de la projection qui se retrouvent piégées dans le dépôt.



**Figure 31.** Diagramme de diffraction des rayons X de la poudre d'alumine Medicoat et de son dépôt A<sup>E</sup>.

La transformation de l' $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-}\alpha$  en  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-}\gamma$  a également été identifiée dans les échantillons AT15 (cf. **Tableau 8** et **Figure 32**). Cependant le pourcentage de l' $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-}\gamma$  décroît de 97 % à 73 %, dans les phases cristallisées, lorsque l'épaisseur du dépôt augmente de 230 à 830  $\mu\text{m}$ . Ceci peut s'expliquer par l'accumulation de la chaleur dans les dépôts lors de sa croissance, qui ne permettrait pas d'avoir un refroidissement assez rapide pour obtenir la phase métastable de l' $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-}\gamma$ .

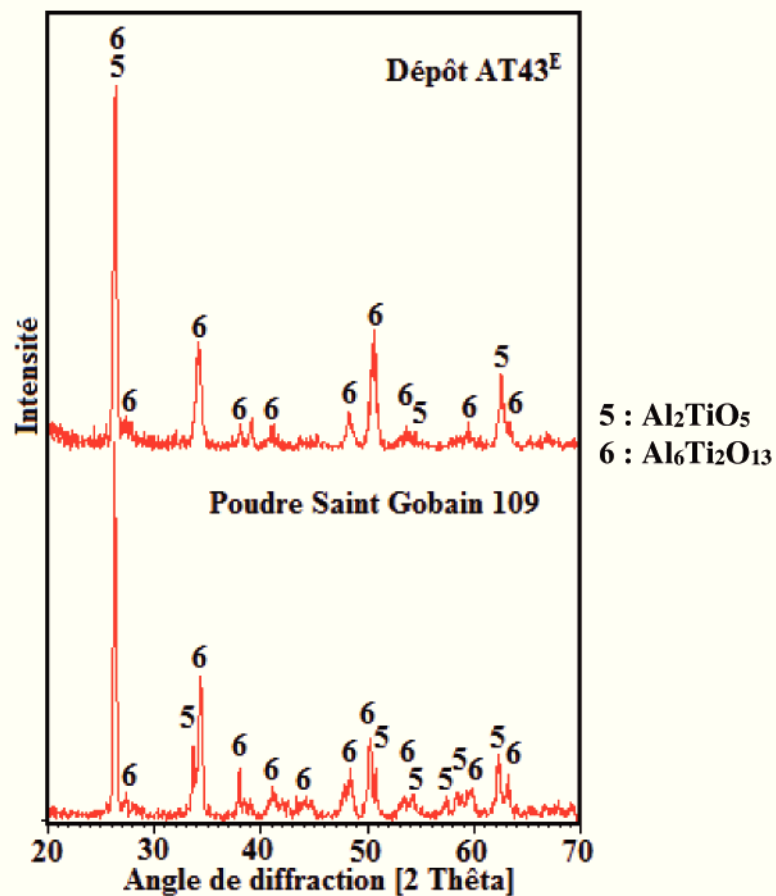
Remarquons que malgré la présence de  $\text{TiO}_2$  dans les poudres de départ, aucune présence de titanates ou de phases à base de titane n'a pas été détectée dans les dépôts AT15, ce qui est en accord avec la littérature pour ce type de matériaux [108], [109]. La faible quantité de  $\text{TiO}_2$  a été dissout dans la phase  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-}\gamma$  [17], [110]–[112].



**Figure 32.** Diagrammes de diffraction des rayons X de la poudre  $\text{Al}_2\text{O}_3/15\% \text{TiO}_2$  de Saint Gobain 106 et des dépôts AT15.

L'analyse du dépôt alumine/oxyde de titane (AT43<sup>E</sup>) a montré que les petites quantités d' $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-}\alpha$  et de rutile présentes dans la poudre de départ, ont été incorporées aux titanates d'alumine, seules phases identifiées dans le dépôt. Leurs quantités ont été maintenues constantes après la projection thermique car ces phases sont thermodynamiquement stables autour du point eutectique du système  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiO}_2$  pour des compositions similaires à celles du dépôt élaboré (cf. **Tableau 3**, **Tableau 8** et **Figure 33**). La coexistence de ces phases dans la poudre et les dépôts de composition

chimique eutectique ou après l'eutectique du système  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiO}_2$  a été également rapportée par d'autres auteurs [17], [113].



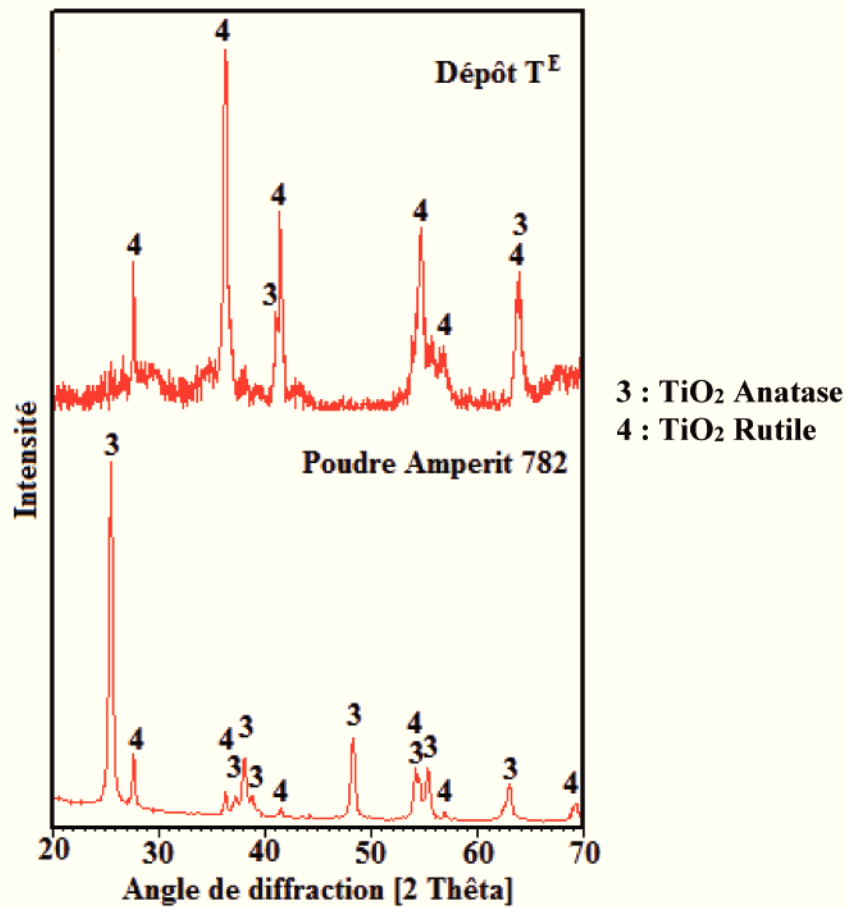
**Figure 33.** Diagrammes de diffraction des rayons X de la poudre Saint Gobain 109 et de son dépôt AT43.

Le dépôt de dioxyde de titane ( $\text{T}^E$ ) contient majoritairement la phase cristalline rutile du  $\text{TiO}_2$  (avec 99,6 % en masse), les 0,4 % restant correspondent à la phase cristalline anatase du  $\text{TiO}_2$ , bien que cette phase soit majoritairement présente dans les poudres de départ avec un taux de 88,4 % en masse (cf. **Tableau 3**, **Tableau 8** et **Figure 34**).

L'anatase est une phase métastable et sa transformation en rutile a lieu à des températures comprises entre 400 °C et 1 200 °C selon ses caractéristiques physicochimiques et les conditions d'exposition. En revanche, le rutile possède une énergie libre de Gibbs ( $\Delta G$ ) plus négative que l'anatase donc la transformation de l'anatase en rutile dans les conditions de projection devient irréversible [114], [115]. Pendant le processus de projection thermique par plasma à pression atmosphérique, les

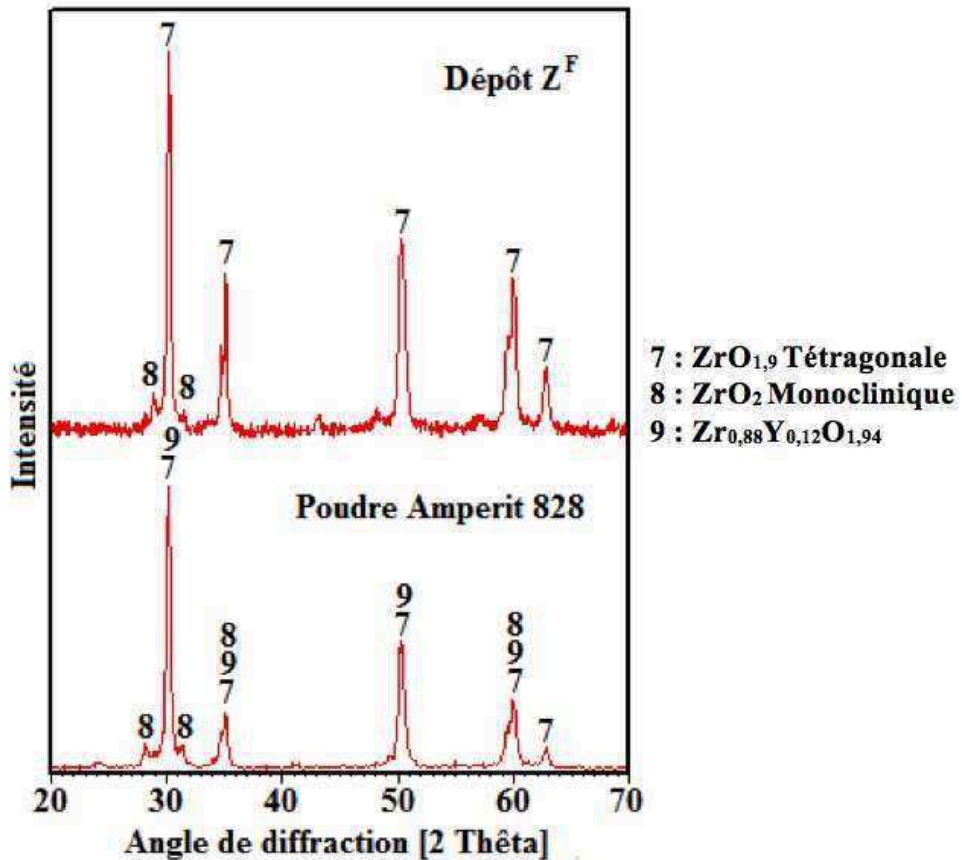


températures mises en jeu sont celles auxquelles la transformation de l'anatase en rutile intervient, comme il a été rapporté par Lee et al. et Toma et al. [116], [117].



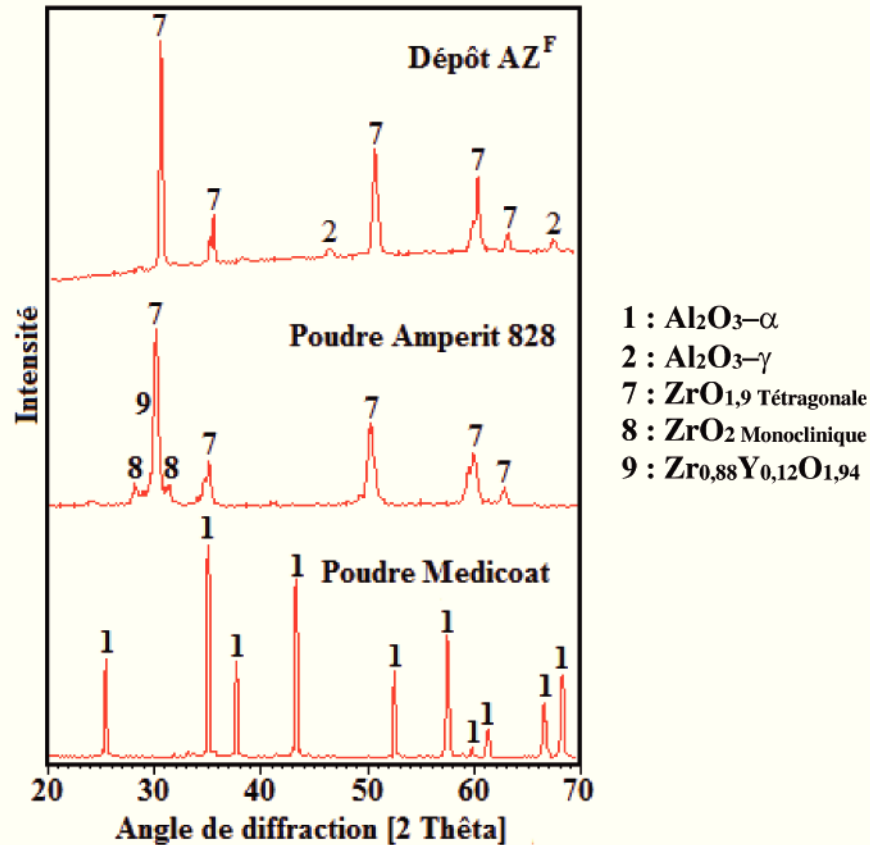
**Figure 34.** Diagrammes de diffraction des rayons X de la poudre Amperit 782 et son dépôt T<sup>E</sup>.

Dans le dépôt de zircone (Z<sup>F</sup>), les phases zircone tétragonale et monoclinique ont été identifiées. La phase monoclinique, présente en faible quantité, n'a pas été quantifiée du fait de la résolution de la méthode de Rietveld. L'yttrine utilisée pour stabiliser les poudres de zircone n'apparaît pas dans le diagramme de diffraction (cf. **Tableau 8** et **Figure 35**) indiquant la fusion complète et la solidification rapide des particules pendant la projection thermique [118].



**Figure 35.** Diagrammes de diffraction des rayons X de la poudre Amperit 828 et son dépôt Z<sup>E</sup>.

Dans le dépôt élaboré par co-projection de la poudre d'alumine et de la poudre de zircon (AZ<sup>F</sup>), comme on pouvait s'y attendre, les mêmes transformations de phases ont été observées comme dans les dépôts A<sup>E</sup> et Z<sup>F</sup> (cf. **Tableau 8** et **Figure 36**).



**Figure 36.** Diagrammes de diffraction des rayons X pour des poudres Medicoat et Amperit 828 et le dépôt AZ<sup>F</sup>.

### III.3) Propriétés mécaniques

Cette partie est dédiée à l’analyse des résultats des propriétés mécaniques des dépôts telles que la dureté, le module d’Young et la ténacité à la fracture. Cette étude a pour but de montrer que ces propriétés sont directement liées à la contribution et à la proportion de chaque phase constituant les dépôts et sont affectées par la présence des défauts (principalement les pores) qui réduit les contributions des propriétés mécaniques des phases individuelles. On s’intéresse également à montrer que la réponse est différente due à l’anisotropie des dépôts.

La microdureté Vickers, le module d’Young et la ténacité des dépôts ont été mesurés sur la surface et sur la section transversale polies des dépôts, avec des charges allant de 3 N à 5 N. La macrodureté a été mesurée uniquement sur la surface des dépôts polie avec une charge de 50 N. Afin de comparer les valeurs des propriétés mécaniques obtenues dans cette étude, le **Tableau 9** regroupe quelques valeurs trouvées dans la littérature sur des massifs et des couches élaborées par projection thermique.

Les résultats sont regroupés dans les **Tableau 10** au **Tableau 12**, ainsi que les valeurs calculées avec la méthode des mélanges à partir du pourcentage de chaque phase contenue dans les dépôts.

**Tableau 9.** Propriétés physiques et mécaniques des matériaux polycristallins.

Phase	Masse volumique [g/cm <sup>3</sup> ]	Propriétés mécaniques	
		Dureté Vickers, HV [GPa]	Module de Young, E [GPa]
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -α	4,04 [119], [120]	16 [45]	390 [107], [121]
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -γ	3,66 [122], [123]	14 [16]	253 [121], [124]
TiO <sub>2</sub> -Rutile	4,25 [125], [126]	11 [45]	230-284 [121]
Al <sub>2</sub> TiO <sub>5</sub>	3,7 [127]	7 [45]	20 [45], [128]
ZrO <sub>2</sub> (tétragonale)	6,05 [129], [130]	11,5 [131], [132]	200 [132]

### III.3.1 Dureté

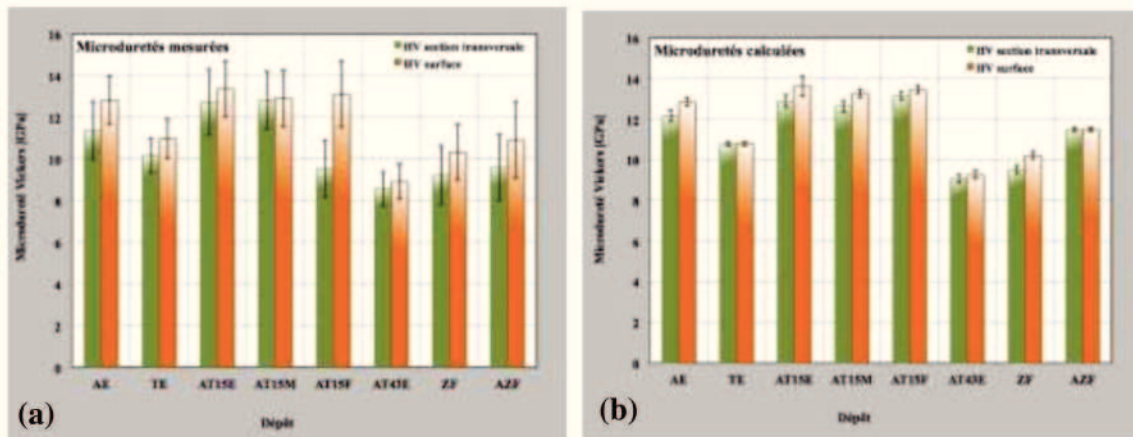
Les résultats des différentes duretés mesurées et calculées sont reportés dans le **Tableau 10**. Notons tout d'abord que l'ensemble des duretés obtenues est en accord avec les valeurs trouvées dans la littérature.

**Tableau 10.** Duretés mesurées et calculées des dépôts élaborés par projection plasma.

Dépôt	Microdureté Vickers mesurée, HV <sub>3N</sub> [GPa]		Dureté calculée, HV <sub>c</sub> [GPa]		Macro dureté Vickers en surface, HV <sub>50N</sub> [GPa]
	surface	coupe	surface	coupe	
A <sup>E</sup>	12,8 ± 1,1	11,4 ± 1,4	12,9 ± 0,2	12,2 ± 0,3	12,3 ± 0,2
T <sup>E</sup>	11,0 ± 0,9	10,2 ± 0,8	10,8 ± 0,1	10,8 ± 0,1	9,1 ± 0,3
AT15 <sup>E</sup>	13,4 ± 1,3	12,7 ± 1,6	13,6 ± 0,5	12,9 ± 0,3	10,6 ± 0,6
AT15 <sup>M</sup>	12,9 ± 1,4	12,8 ± 1,4	13,3 ± 0,2	12,6 ± 0,3	10,4 ± 0,4
AT15 <sup>F</sup>	13,1 ± 1,6	9,5 ± 1,4	13,5 ± 0,2	13,2 ± 0,2	11,1 ± 0,2
AT43 <sup>E</sup>	8,9 ± 0,8	8,6 ± 0,8	9,3 ± 0,2	9,1 ± 0,2	8,2 ± 0,1
Z <sup>F</sup>	10,3 ± 1,3	9,2 ± 1,4	10,2 ± 0,2	9,5 ± 0,2	6,6 ± 0,1
AZ <sup>F</sup>	10,9 ± 1,8	9,6 ± 1,6	11,5 ± 0,1	11,5 ± 0,1	8,2 ± 0,3

De façon générale, les valeurs de la microdureté Vickers mesurée sur la surface des dépôts sont supérieures à celles mesurées sur la section transversale (cf. **Figure 37** et **Tableau 10**). Cette différence s'explique d'une part à cause de la structure lamellaire des dépôts qui présente une plus grande porosité sur la section transversale et d'autre part, par la contrainte d'indentation qui est perpendiculaire aux lamelles lors des

indentations à la surface et parallèle aux lamelles lors de l'indentation sur la section transversale donc, dans ce dernier cas, davantage affectée par la cohésion des lamelles.

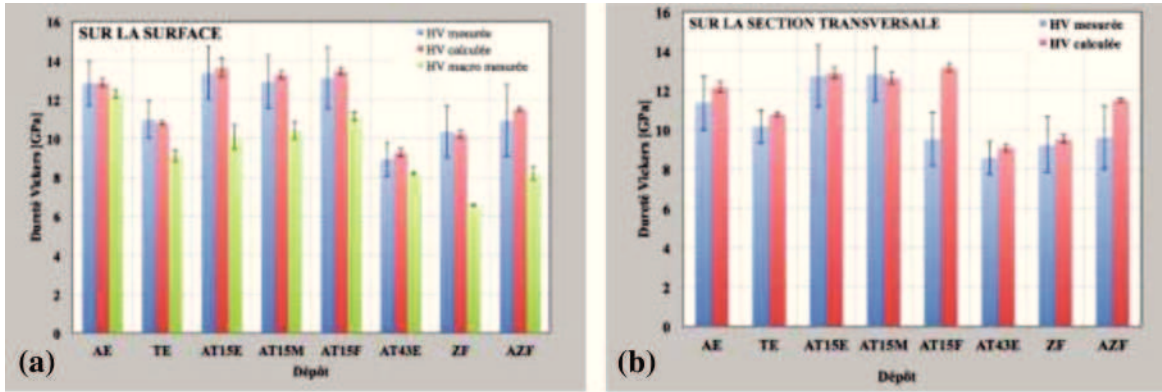


**Figure 37.** Microduretés en surface et en section transversale des dépôts élaborés par projection plasma : (a) valeurs mesurées, et (b) valeurs calculées.

Les écarts-types importants mesurés en microdureté mettent en évidence l'anisotropie des dépôts et l'influence de la porosité.

Comme on pouvait s'y attendre, la macrodureté Vickers mesurée sur la surface des dépôts en utilisant une charge de 50 N a donné des valeurs inférieures (entre 4 % et 36 % selon les dépôts) par rapport à celles mesurées sur le même matériau par microindentation Vickers avec une charge de 3 N (cf. **Figure 38-a**). Ce fait peut être expliqué par le taux de pores contenus sur la surface d'une indentation produite sous haute charge, plus important, ce qui affecte la dureté du matériau mesuré ; ce fait a déjà été rapporté par d'autres auteurs [47], [103]. De même il a été observé que les écarts-types de la microdureté présentaient des valeurs plus grandes que ceux de la macrodureté due également au taux de porosité très différent d'une empreinte à l'autre lorsque celles-ci sont de plus petite taille. La probabilité de trouver un taux de porosité similaire est faible, ce qui oblige à réaliser une quantité d'essais de microindentation plus importante pour obtenir des résultats représentatifs de la dureté du matériau.





**Figure 38.** Comparaison des duretés mesurées et calculées des dépôts élaborés par projection plasma: (a) surface des dépôts, (b) section transversale.

En conclusion, il est évident que la dureté des dépôts est directement liée non seulement à la composition des phases des dépôts mais aussi à leur taux de porosité. Pour mettre en évidence l'influence de ces deux paramètres, une valeur de la dureté Vickers ( $HV^*$ ) des dépôts a été calculée selon l'équation 27, par la méthode des mélanges en prenant en compte les duretés, les phases les constituant, données dans la littérature et regroupés dans le **Tableau 9**.

$$HV^* = \sum HV_i \frac{x_i}{100} \quad \text{équation 27}$$

Où  $HV_i$  est la dureté de chaque phase constituant les dépôts et  $x_i$  son pourcentage volumique déterminé à partir de la masse volumique trouvée dans la littérature (cf. **Tableau 9**) et du pourcentage massique mesuré à partir du diagramme des rayons X (cf. **Tableau 8**).

Pour tenir compte de l'effet de la porosité mesurée pour chaque dépôt étudié (cf. **Tableau 7**) sur la dureté calculée, un modèle empirique a été établi à partir du comportement des valeurs en introduisant un coefficient de porosité selon l'équation 28.

$$HV_c = HV^* \left(1 - 3 \frac{x_p}{100}\right) \quad \text{équation 28}$$

Où  $HV^*$  correspond à la valeur de la dureté Vickers calculée par l'équation 27 et  $x_p$  est le pourcentage de la porosité mesuré sur le dépôt considéré.

Les valeurs de la dureté Vickers ainsi calculées à partir de l'équation 28 ont été reportées dans le **Tableau 10** et sur la **Figure 38**.

Le modèle proposé donne, pour la majorité des valeurs, des duretés calculées proches mais légèrement supérieures (typiquement entre 3 et 6 %) aux valeurs de la microdureté mesurée, que ce soit sur la surface du dépôt ou sur sa section transversale. Cette surestimation de la valeur calculée peut s'expliquer, d'une part, par l'imprécision du pourcentage calculé des phases et, d'autre part, par le fait que le modèle empirique proposé ne prend pas en compte le taux de cristallinité des dépôts. Certains dépôts contiennent une quantité de matériau amorphe qui n'est pas prise en compte dans la dureté calculée. Or les matériaux amorphes ont une dureté plus faible par rapport aux matériaux cristallisés d'où la surestimation de la dureté calculée. De plus, le taux de porosité pris en compte dans le modèle empirique a été mesuré sur une aire et non pas en volume comme sont les porosités en réalité. Toutefois, il faut remarquer que les valeurs de la dureté calculées sur la section transversale des dépôts AT15<sup>F</sup> et AZ<sup>F</sup> excèdent largement, de 38 % et 20 % respectivement, celles mesurées. Ces deux résultats éloignés des valeurs mesurées peuvent s'expliquer par le fait que le modèle ne prend pas en compte, non plus, la cohésion des lamelles ni les fissures ce qui surestime la dureté surtout pour la dureté calculée sur la section transversale pour laquelle la contrainte d'indentation n'est pas la même que celle à la surface.

En comparant les valeurs des duretés des différents dépôts entre eux, selon le **Tableau 10** et la **Figure 38**, il apparaît évident que les dépôts A<sup>E</sup>, AT15<sup>E</sup>, AT15<sup>M</sup> et AT15<sup>F</sup> sont les plus durs avec des macroduretés comprises entre  $10,4 \pm 0,4$  et  $13,4 \pm 0,2$  GPa dues à la présence des phases  $\alpha$  et  $\gamma$  de l'alumine qui présentent d'excellentes propriétés mécaniques (cf. **Tableau 9**). Cependant les macroduretés mesurées sur la surface des échantillons AT15 (entre 10,6 et 11,1 GPa) sont beaucoup plus faibles que la microdureté (entre 12,9 et 13,4 GPa), ceci peut être expliqué par la présence de TiO<sub>2</sub> dont la dureté est plus faible ainsi que par l'effet de la porosité dans les échantillons. Ces résultats sont en accord avec ceux qui ont été rapportés par certains auteurs qui indiquent que les pores et les fissures sont les principaux facteurs responsables de la diminution de la dureté des dépôts élaborés par projection thermique [47], [103]. Les duretés mesurées sur les échantillons A<sup>E</sup> et AT15 sont proches des valeurs rapportées dans la littérature pour les dépôts d'Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> qui sont comprises entre 9,2 et 12,8 GPa [103], [133]–[135]. La littérature rapporte une dureté entre 8,4 et 10,9 GPa pour des dépôts d'Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> avec 13 % en masse de TiO<sub>2</sub> élaborés par projection plasma [108], [109], [134]–[136].

Par ailleurs, les valeurs de la dureté ( $11,0 \pm 0,9$  GPa) du dépôt de  $\text{TiO}_2$  ( $\text{T}^{\text{E}}$ ) sont proches de celles du rutile massif (11 GPa) qui est la principale phase ( $99,6 \pm 0,05$  %) constituant ce dépôt (cf. **Tableau 8**, **Tableau 9** et **Tableau 10**) et aussi du fait de la faible porosité ( $0,6 \pm 0,2$  % sur la surface et  $0,7 \pm 0,3$  % sur la section transversale) obtenue pour ce type de dépôt qui a une température de fusion plus faible. Des auteurs ont rapporté des valeurs de 8,5 GPa pour la dureté de ce type de dépôts [8], [11].

Pour le dépôt  $\text{AT43}^{\text{E}}$  constitué par des titanates  $\text{Al}_6\text{Ti}_2\text{O}_{13}$  et  $\text{Al}_2\text{TiO}_5$ , la macrodureté mesurée est  $8,2 \pm 0,1$  GPa et la microdureté est  $8,9 \pm 0,8$  GPa, valeurs qui sont comprises entre les duretés de 7 GPa de la phase  $\text{Al}_2\text{TiO}_5$  et de 11 GPa de la phase  $\text{TiO}_2$  (rutile) [45] qui sont les deux phases contenues dans le dépôt. Les mesures de dureté obtenues pour ce dépôt sont similaires à celles rapportées par la littérature qui sont comprises entre 7,1 et 8,0 GPa [17], [135], [137].

Pour le dépôt de zircone ( $\text{Z}^{\text{F}}$ ) constitué de la phase  $\text{ZrO}_2$  tétragonale, la dureté varie de  $6,6 \pm 0,1$  GPa pour la macrodureté à  $10,3 \pm 1,3$  GPa pour la microdureté, ces valeurs étant mesurées sur la surface. Cet écart important met en évidence l'influence de la porosité sur la valeur de la dureté. Certains auteurs ont rapporté des duretés allant de 11,5 GPa pour des matériaux denses et jusqu'à 2 GPa pour des matériaux qui contiennent environ 35 % de porosité [9], [132], [138], [139].

Pour le dépôt  $\text{AZ}^{\text{F}}$  composé de l' $\text{Al}_2\text{O}_3$ - $\gamma$  et la  $\text{ZrO}_2$ -tétragonale, environ 30 et 70 % massique respectivement, la dureté varie entre  $8,2 \pm 0,3$  GPa pour la macrodureté et  $10,9 \pm 1,8$  GPa pour la microdureté. La différence entre la macrodureté et la microdureté vient du fait de la porosité importante du dépôt ( $2,8 \pm 0,5$  % sur la surface et  $3,1 \pm 0,4$  % sur la section transversale) contenue dans ce dépôt. Notons que les valeurs mesurées sont supérieures de 5 GPa par rapport aux valeurs trouvées dans la littérature pour des dépôts à base d' $\text{Al}_2\text{O}_3$  avec 40 % en poids de  $\text{ZrO}_2$  [139]. Cette grande différence ne peut s'expliquer que par la différence de cristallinité, les dépôts sont indiqués amorphes dans la littérature, ce qui prouve l'importance de connaître le taux de cristallinité des dépôts pour évaluer leur dureté. Les valeurs mesurées sont en accord avec les résultats de Liang et al. [140] pour des dépôts de  $\text{ZrO}_2$  – 30wt %  $\text{Al}_2\text{O}_3$  qui a trouvé une dureté sur la section transversale de 9,11 GPa avec une porosité de 6 % qui est plus grande que celle trouvée dans cette étude pour le dépôt  $\text{AZ}^{\text{F}}$ .



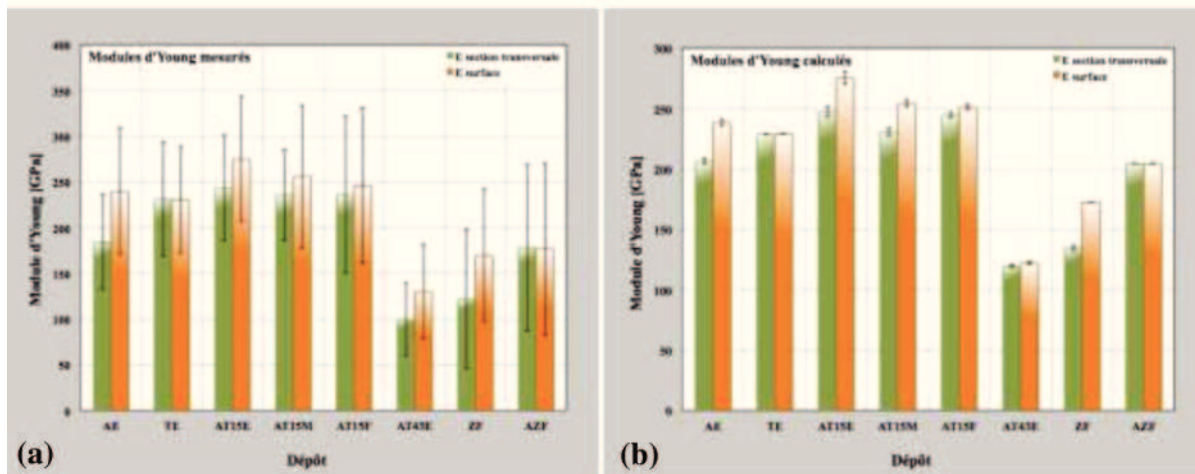
### III.3.2 Module d'Young

Les valeurs du module d'Young mesurées expérimentalement et calculées sur la surface et la section transversale des dépôts sont reportées dans le **Tableau 11**.

**Tableau 11.** Modules d'Young mesurés et calculés des dépôts élaborés par projection plasma.

Dépôt	Module d'Young mesuré [GPa]		Module d'Young calculé [GPa]	
	surface	coupe	surface	coupe
A <sup>E</sup>	239 ± 69	184 ± 52	238 ± 3	206 ± 2
T <sup>E</sup>	230 ± 58	231 ± 62	229 ± 0	228 ± 0
AT15 <sup>E</sup>	275 ± 68	243 ± 58	275 ± 5	247 ± 4
AT15 <sup>M</sup>	256 ± 78	236 ± 49	254 ± 3	230 ± 3
AT15 <sup>F</sup>	246 ± 85	236 ± 85	251 ± 2	245 ± 2
AT43 <sup>E</sup>	129 ± 51	99 ± 40	122 ± 1	119 ± 1
Z <sup>F</sup>	169 ± 72	121 ± 76	172 ± 0	135 ± 2
AZ <sup>F</sup>	176 ± 94	178 ± 91	204 ± 0	204 ± 0

Le module d'Young des dépôts, déterminé avec une charge de 5 N sur un micro-indenteur Knoop, montre également des valeurs supérieures sur la surface des dépôts par rapport à la section transversale (cf. **Figure 39**) pour les mêmes raisons que celles expliquées pour la dureté. En ce qui concerne l'écart-type il est également possible d'observer l'effet de la porosité sur la récupération élastique des empreintes Knoop comme il a aussi été mentionné par d'autres auteurs Chicot et al. [11], [14] mais aussi l'effet des fissures dues à la charge plus importante utilisée pour la mesure.



**Figure 39.** Modules d'Young en surface et en section transversale des dépôts élaborés par projection plasma : (a) valeurs mesurées et (b) valeurs calculées.

En observant les données du **Tableau 11**, il apparaît évident que les dépôts A<sup>E</sup>, AT15<sup>E</sup>, AT15<sup>M</sup> et AT15<sup>F</sup> ont les plus hauts modules d'Young entre  $184 \pm 52$  GPa et  $275 \pm 68$  GPa dû à la présence des phases  $\alpha$  et  $\gamma$  de l'alumine qui ont d'excellentes valeurs du module d'Young (cf. **Tableau 9**). Les modules d'Young mesurés sur les échantillons A<sup>E</sup> et AT15 sont proches des valeurs rapportées dans la littérature, entre 47 et 124 GPa [141], [142] pour des dépôts élaborés à base d'Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Pour des dépôts d'Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> avec 13 % en masse d'oxyde de titane élaborés par projection plasma, la littérature a rapporté un module d'Young compris 194 et 265 GPa [108], [109], [134]–[136].

Comme pour la dureté, le dépôt de TiO<sub>2</sub> (T<sup>E</sup>) présente des valeurs du module d'Young ( $230 \pm 58$  GPa sur la surface et  $231 \pm 62$  GPa sur la section transversale) qui sont proches de celles du rutile (entre 230 et 284 GPa), principale phase constituant ce dépôt (cf. **Tableau 8**, **Tableau 9**, **Tableau 10** et **Tableau 11**) du fait de la faible porosité de ce type de dépôt qui a une température de fusion plus faible. Des auteurs ont rapporté des valeurs du module d'Young de 120 GPa pour ce type de dépôts, soit un rapport d'environ 1 à 2 fois moins que les valeurs du module d'élasticité mesurées dans la présente étude. Cette différence peut être expliquée par un taux de fissures élevé dans les échantillons étudiés par Lima et al., ce qui a affecté la récupération élastique du matériau lors de l'enlèvement de la charge d'essai de leurs échantillons selon leurs hypothèses [8], [11]. Néanmoins, le module d'Young du dépôt de dioxyde de titane T<sup>E</sup> mesuré sur la surface ( $230 \pm 58$  GPa) du dépôt a une valeur similaire à celle mesurée sur la section transversale ( $231 \pm 62$  GPa), ce qui peut être expliqué par la faible porosité du dépôt ( $0,6 \pm 0,2$  % sur la surface et  $0,7 \pm 0,3$  % sur la section transversale). Ce phénomène a été décrit par Lima et al. [11] comme le comportement quasi isotropique des dépôts de TiO<sub>2</sub>.

Pour le dépôt AT43<sup>E</sup> constitué par des titanates Al<sub>6</sub>Ti<sub>2</sub>O<sub>13</sub> et Al<sub>2</sub>TiO<sub>5</sub> le module d'élasticité présente des valeurs mesurées entre  $100 \pm 40$  GPa et  $130 \pm 51$  GPa, qui sont compris entre la valeur de 20 GPa pour la phase Al<sub>2</sub>TiO<sub>5</sub> et 284 GPa pour la phase TiO<sub>2</sub> (rutile) [45], [121], [128] (cf. **Tableau 9**). Toutefois, ces comparaisons sont déduites de la phase Al<sub>6</sub>Ti<sub>2</sub>O<sub>13</sub>, récemment découverte et dont les propriétés mécaniques ne sont pas encore rapportées dans la littérature, et qui peut avoir des propriétés mécaniques proches de celles du rutile. Les mesures du module d'Young obtenues pour ce dépôt

sont similaires à celles rapportées par la littérature qui sont environ de 100 GPa [17], [135], [137].

Pour le dépôt de zircone ( $Z^F$ ) constitué de la phase  $ZrO_2$  tétragonale, le module d'élasticité présente des valeurs entre  $122 \pm 76$  GPa et  $170 \pm 72$  GPa éloignées des valeurs fournies par certains auteurs (comprises entre 40 et 103 GPa) mettant en évidence la forte influence de la présence de défauts dans la structure des dépôts [9], [104], [139], [142].

Pour le dépôt  $AZ^F$ , constitué d' $Al_2O_3-\gamma$  et de  $ZrO_2$ -tétragonale, la littérature rapporte un module d'Young de 185 GPa (pour des dépôts à base d'alumine avec 40 % en poids de  $ZrO_2$ ) [139]. Dans notre étude, la valeur obtenue est de  $178 \pm 91$  GPa, donc du même ordre de grandeur que la littérature.

Comme pour la dureté pour mettre en évidence l'influence des phases et de la porosité contenues dans les dépôts, une valeur du module d'Young ( $E^*$ ) des dépôts a été calculée selon l'équation 29 par la méthode des mélanges, à partir des valeurs contenues dans le **Tableau 9** et en prenant en compte les modules d'Young de chacune des phases constituant les dépôts.

$$E^* = \sum E_i \frac{x_i}{100} \quad \text{équation 29}$$

Où  $E_i$  est le module d'Young des phases constituant les dépôts et  $x_i$  leurs pourcentages volumiques.

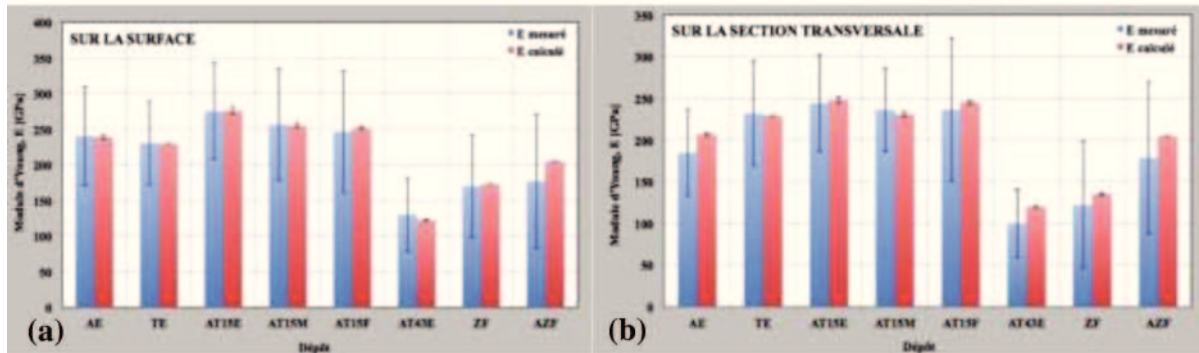
La porosité mesurée pour chaque dépôt (cf. **Tableau 7**) est prise en compte mathématiquement par l'équation 30 :

$$E_C = E^* \left( 1 - \frac{x_p^2}{100} \right) \quad \text{équation 30}$$

Où  $E^*$  correspond à la valeur du module d'Young, calculée par l'équation 29, et  $x_p$  est le pourcentage de porosité dans le dépôt.

Les équations proposées pour décrire le comportement de la dureté et le module d'Young sont des modèles construits à partir des résultats expérimentaux pour les dépôts étudiés et sont appropriés aux valeurs des pourcentages de porosité et propriétés mécaniques mesurées pour ces dépôts.

Les valeurs du module d'Young calculées par l'équation 30 sont rassemblées dans le **Tableau 11** et comparées dans la **Figure 40**. Les valeurs calculées du module d'Young sont en accord avec les résultats obtenus par les mesures expérimentales tant pour la surface que pour la section transversale des dépôts, la différence la plus grande entre les valeurs mesurées et calculées est de 20 % observée pour le module d'Young calculé sur la section transversale du dépôt AT43<sup>E</sup>.



**Figure 40.** Comparaison des modules d'Young mesurés et calculés des dépôts élaborés par projection plasma : (a) surface des dépôts, (b) section transversale.

Comme pour la dureté, les écarts entre les valeurs calculées à partir des équation 29 et équation 30 pour le module d'Young et celles mesurées expérimentalement peuvent être dus aux erreurs associées : i) au calcul du pourcentage de phases déterminé à partir de standards cristallins sans prendre en compte la partie amorphe contenue dans les dépôts, ii) au pourcentage de porosité mesuré sur la surface et dans la section transversale des dépôts qui a été évalué sur une aire et non en volume, et iii) aux valeurs des modules d'Young mesurées expérimentalement qui peuvent comporter des erreurs liées à la mesure des empreintes résiduelles.

### III.3.3 Ténacité à la fracture

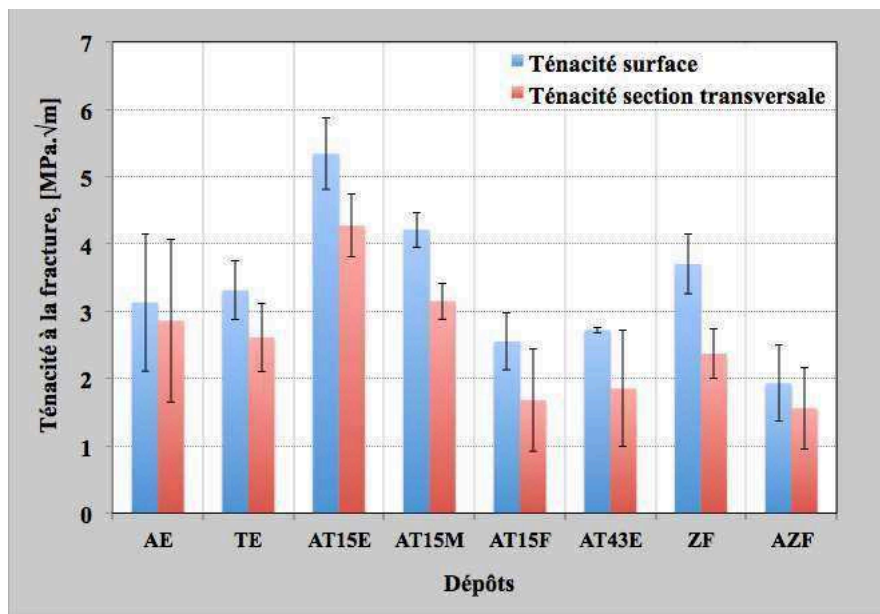
Le **Tableau 12** présente les valeurs de la ténacité,  $K_{IC}$ , des différents dépôts élaborés par projection plasma, mesurées sur la surface et sur la section transversale polies avec une charge de 5 N. De façon générale, les valeurs de la ténacité mesurées sur la surface des dépôts sont supérieures à celles mesurées sur la section transversale (cf. **Figure 41**) à cause de la structure lamellaire des dépôts qui présente une plus grande porosité sur la section transversale (cf. **Tableau 12**) et de l'orientation de la contrainte appliquée par rapport aux lamelles.



**Tableau 12.** Ténacité à la fracture des dépôts élaborés par projection plasma.

Dépôt	Ténacité à la fracture [MPa. $\sqrt{m}$ ]	
	surface	coupe
A <sup>E</sup>	3,1 ± 1,0	2,9 ± 1,2
T <sup>E</sup>	3,3 ± 0,4	2,6 ± 0,5
AT <sub>15</sub> <sup>E</sup>	5,3 ± 0,5	4,3 ± 0,5
AT <sub>15</sub> <sup>M</sup>	4,2 ± 0,3	3,1 ± 0,3
AT <sub>15</sub> <sup>F</sup>	2,5 ± 0,4	1,7 ± 0,8
AT <sub>43</sub> <sup>E</sup>	2,7 ± 0,1	1,8 ± 0,9
Z <sup>F</sup>	3,7 ± 0,4	2,4 ± 0,4
AZ <sup>F</sup>	1,9 ± 0,6	1,6 ± 0,6

Les valeurs de  $K_{IC}$  mesurées sur les échantillons A<sup>E</sup>, AT<sub>15</sub><sup>E</sup>, AT<sub>15</sub><sup>M</sup> et AT<sub>15</sub><sup>F</sup> sont comprises entre 2,5 ± 0,4 et 5,3 ± 0,5 MPa. $\sqrt{m}$  (cf. **Tableau 12**). Ces valeurs sont en accord avec la littérature (qui indique une ténacité entre 1,8 et 8 MPa. $\sqrt{m}$ ) pour des dépôts d'alumine et d'alumine avec 13 % en masse d'oxyde de titane élaborés par projection thermique, et qui ont été calculées avec l'équation d'Anstis et al. [12].



**Figure 41.** Ténacité à la fracture sur la surface et la section transversale des dépôts élaborés par projection plasma.

Pour les autres dépôts, il n'a pas été possible de comparer les valeurs de  $K_{IC}$  mesurées avec celles rapportées par d'autres auteurs du fait de l'existence de diverses équations pour calculer la ténacité à la fracture sous le mode I de propagation des fissures. Il est difficile de trouver des références avec l'équation d'Anstis utilisée dans cette étude pour les mesures réalisées, dans les mêmes conditions d'essais et sur des

matériaux similaires. D'autres auteurs ont souligné la difficulté liée au calcul de  $K_{IC}$  étant donné la grande dépendance de la valeur de ce paramètre avec l'équation utilisée pour la calculer [131].

La contribution de chaque phase sur la ténacité à la fracture a été observée dans quelques dépôts étudiés, étant donné que, par exemple pour des dépôts constitués par  $Al_2O_3-\gamma$  et  $Al_2O_3-\alpha$ ,  $K_{IC}$  augmente en fonction de la quantité de la phase  $\alpha$  (cf. **Tableau 8**). Néanmoins, il n'a pas été possible d'établir le même type de corrélation pour tous les dépôts ni de déterminer l'effet de la porosité ou d'autres types de défauts sur la ténacité à la fracture à cause de l'inexistence des valeurs théoriques et expérimentales pour cette propriété pour chacune des phases constituant les dépôts.

Pour ces raisons, aucun modèle empirique n'est proposé.

#### **III.4) Résistance à la perforation**

La résistance à la perforation aussi bien en mode statique que dynamique a été mesurée selon la méthode décrite dans le Chapitre II et les résultats obtenus ont été reliés aux propriétés mécaniques de chaque dépôt.

En tenant compte des caractéristiques des essais de résistance à la perforation et des dépôts céramiques élaborés par projection thermique, cette méthode d'essai n'est applicable que sur la surface des dépôts. L'épaisseur des dépôts (entre 200 et 900  $\mu m$ ) n'est pas suffisante pour appliquer sur la section transversale une charge avec un foret de taille millimétrique dont l'empreinte serait plus grande que l'épaisseur et conduirait à des valeurs erronées par l'influence des propriétés des matériaux autre que celui étudié (substrat ou résine de maintien de l'échantillon en coupe).

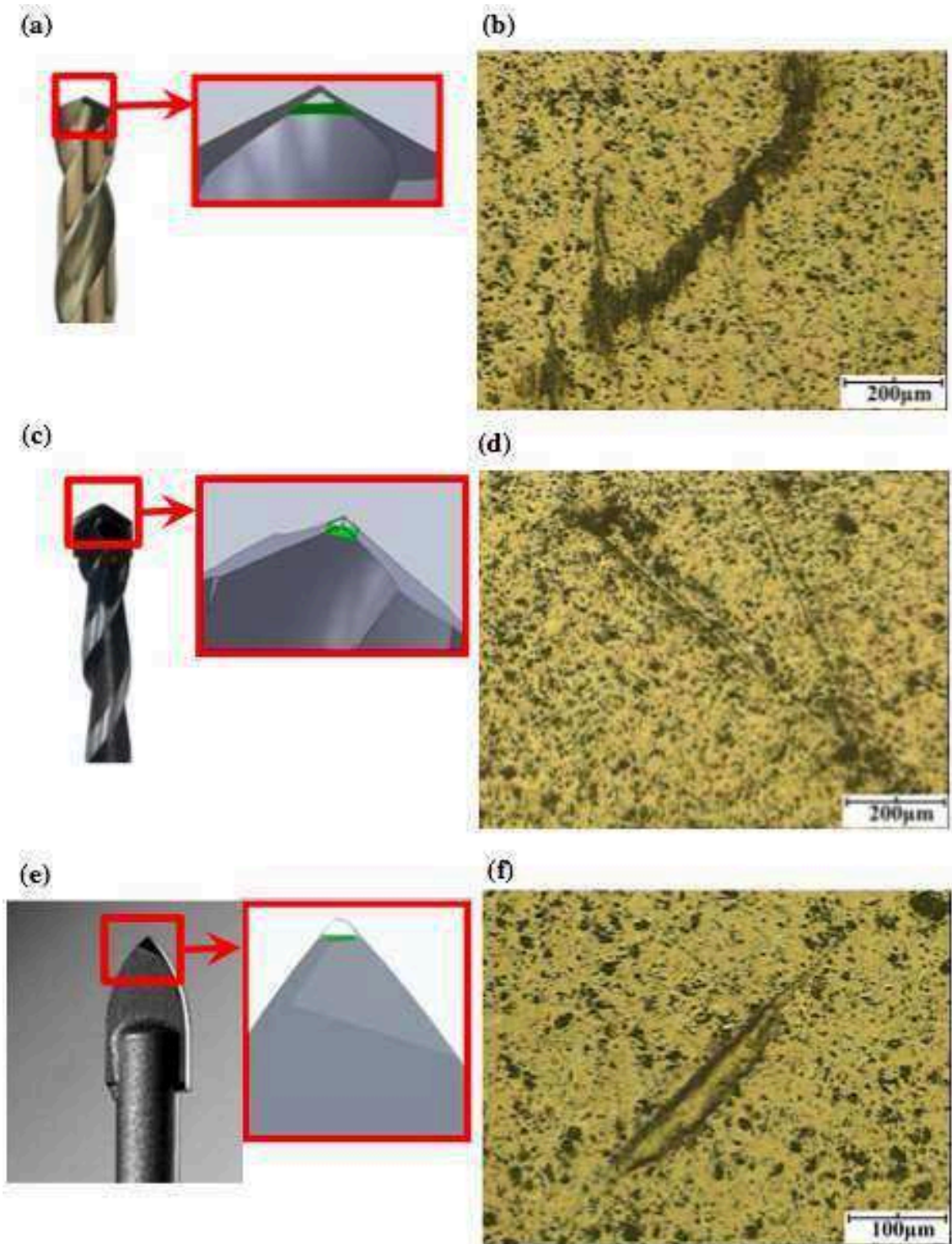
Les propriétés mécaniques, précédemment étudiées, ont mis en évidence l'anisotropie des dépôts avec des valeurs mesurées à la surface jusqu'à 30 % plus grandes que celles obtenues sur la section transversale, aussi les résultats de perforation réalisés sur la surface des dépôts ne peuvent représenter que les propriétés de surface des dépôts.

### III.4.1 Mode statique

Afin de sélectionner le type de pointe à utiliser pour les essais statiques, des essais d'indentation statique ont été menés avec chacun des trois forets décrits dans le Chapitre II : un foret en acier trempé fortement allié HSS (dit acier rapide), un foret à tête en carbure de tungstène utilisé pour le perçage des bétons et en maçonnerie, et un foret à tête d'ogive en carbure de tungstène utilisé pour la perforation de verre et de carrelage. Les tests ont été réalisés sur la surface du dépôt d'alumine/15 % d'oxyde de titane (AT15<sup>E</sup>), identifié comme le dépôt ayant la plus haute microdureté, en appliquant une charge de 150 N afin d'obtenir des empreintes résiduelles sur la surface d'essai comme le montre la **Figure 42**.

Les empreintes produites par les forets HSS sont larges, faiblement marquées et de forme irrégulière, les empreintes produites par les forets pour béton et maçonnerie sont des lignes plus fines (**Figure 42-b** et -d) mais les deux montrent de faibles profondeurs du fait de la dureté des forets insuffisante ( $8,0 \pm 0,2$  et  $13,6 \pm 0,7$  GPa respectivement) pour indenter des dépôts aussi durs que l'AT15<sup>E</sup> ( $13,4 \pm 1,3$  GPa).

Dans le cas de l'empreinte produite par le foret à tête d'ogive utilisé pour de verre et de carrelage, elle est bien visible sur la surface du dépôt due à la dureté élevée du foret ( $17,6 \pm 0,4$  GPa) supérieure à celle du dépôt. Par ailleurs, le diamètre de ce foret (6,3 mm) est plus faible que celui des deux autres forets (8,3 mm pour les deux), ce qui permet d'augmenter la contrainte sur le dépôt lors de l'essai en favorisant la déformation plastique nécessaire pour former une empreinte plus accentuée. Le foret pour verre et carrelage a donc été sélectionné pour les essais de résistance à la perforation en mode statique.



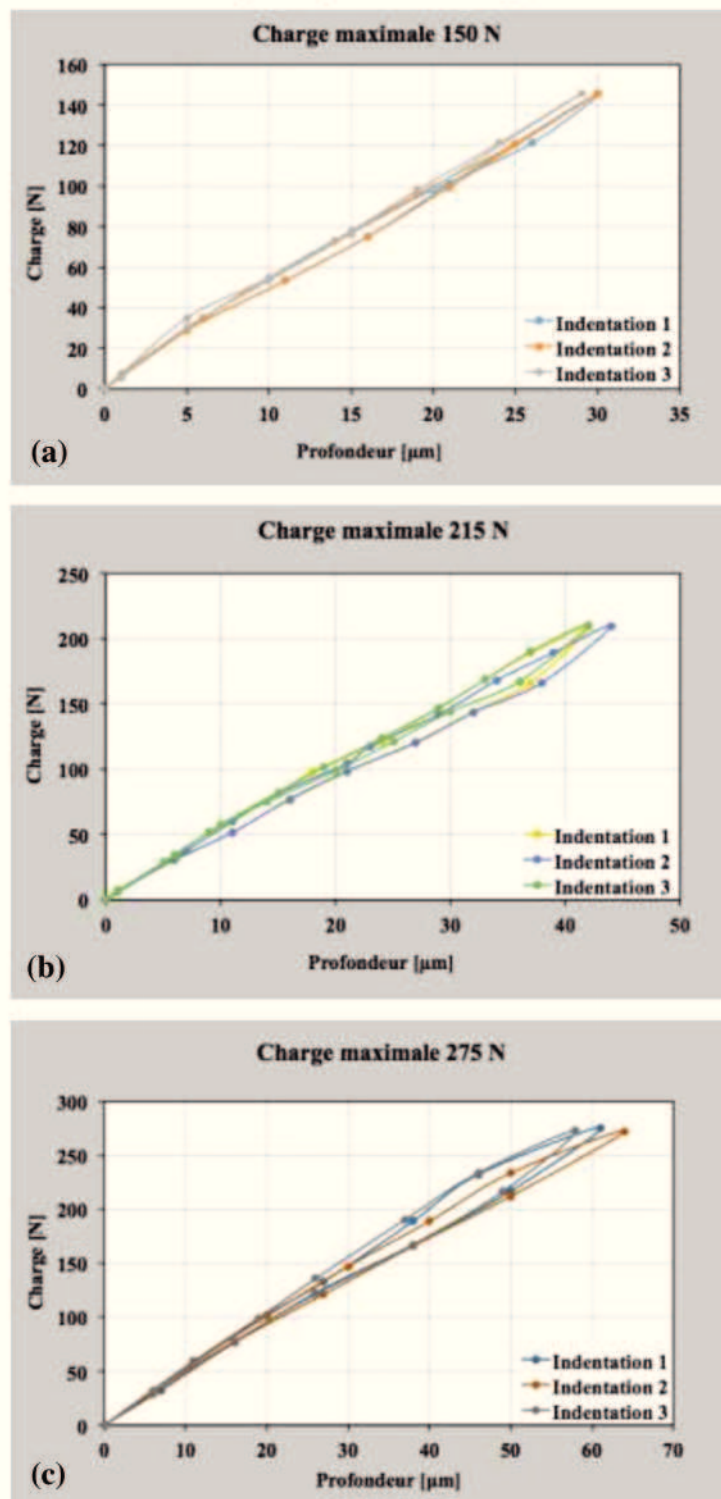
**Figure 42.** Pointes des forets et leurs empreintes respectives produites avec une charge de 150 N sur le dépôt  $\text{Al}_2\text{O}_3/15\text{wt } \%$   $\text{TiO}_2$  ( $\text{AT15}^{\text{E}}$ ) : (a) et (b) foret HSS, (c) et (d) foret bétons et maçonnerie, (e) et (f) foret verre et carrelage.

#### III.4.1.1 Analyse de la dureté

Les courbes de charge et décharge ont été réalisées, en suivant le protocole décrit dans le Chapitre II, pour trois charges maximales différentes (150 N, 215 N et



275 N) et répétées trois fois pour chaque dépôt à chaque charge maximale afin de vérifier la reproductibilité des résultats sur un même matériau (cf. **Figure 43**). La **Figure 43** présente les courbes typiquement obtenues de trois indentations quelconques pour les trois charges maximales pour le dépôt d'alumine A<sup>E</sup>. On peut observer une bonne reproductibilité des essais quelle que soit la charge maximale utilisée.

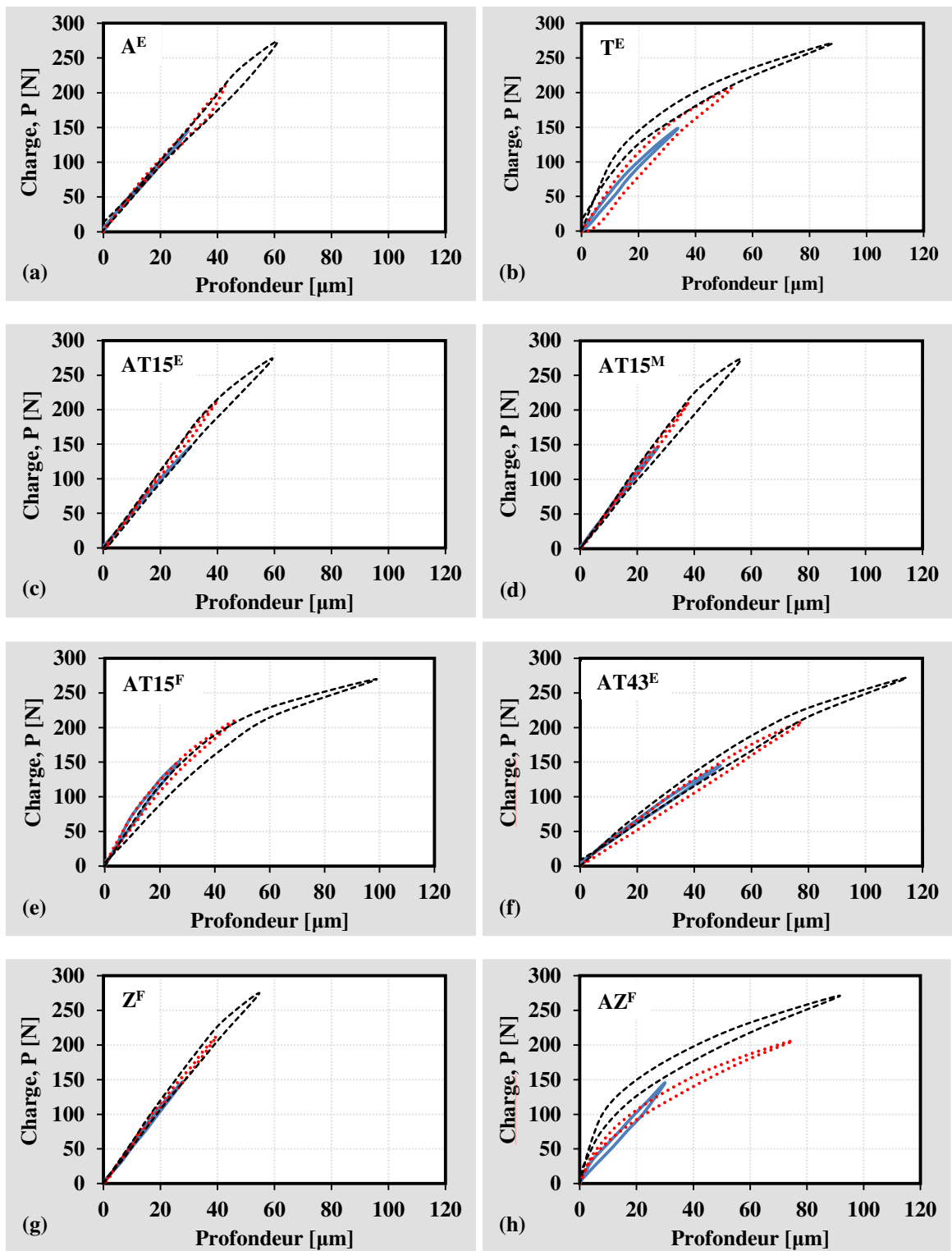


**Figure 43.** Courbes de charge - décharge du dépôt A<sup>E</sup> pour les charges maximales de :  
(a) 150 N, (b) 215 N et (c) 275 N.

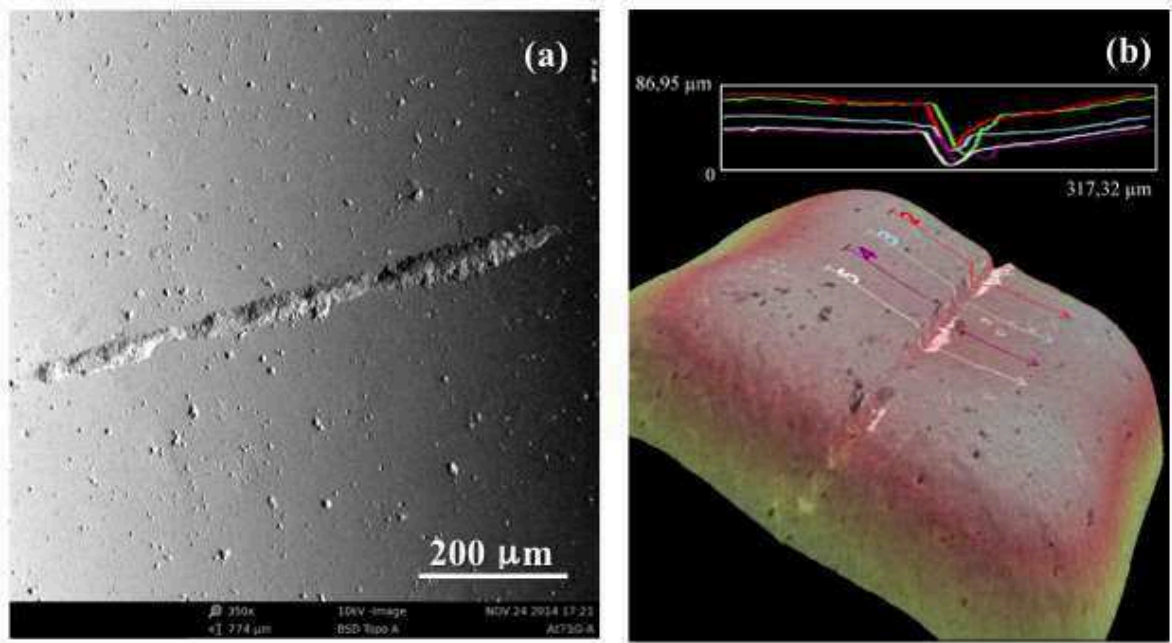
Aussi, pour alléger la lecture, seule la moyenne des trois courbes de charge-décharge réalisées à chaque charge maximale est présentée pour chaque dépôt sur la **Figure 44**. Tous les graphes montrent que la profondeur ( $h$ ) mesurée pour une charge ( $P$ ) donnée prend deux valeurs différentes  $h_1$  et  $h_2$  selon, respectivement, l'étape de charge ou l'étape de décharge (cf. **Figure 25-a**) permettant alors de calculer une valeur  $\Delta h$  pour chaque charge  $P$ . Lors de l'étape de charge, le matériau subit d'abord une déformation élastique et à partir d'une certaine charge (qui correspond à la limite élastique du matériau) il se produit une déformation plastique qui augmente jusqu'à la valeur maximale de la charge. Lors de la décharge le matériau présente une récupération élastique ; le  $\Delta h$  produit entre les étapes de charge et décharge représente la déformation plastique qui va donner la forme de l'empreinte générée pendant l'étape de charge.

Sur la **Figure 44**, on peut remarquer que d'une part, les courbes à faible charge se superposent relativement bien aux courbes à forte charge, exceptés pour les dépôts T<sup>E</sup> et AZ<sup>F</sup> où les écarts sont importants probablement dus à la fragilité des dépôts. D'autre part, les écarts  $\Delta h$  sont plus importants pour les courbes à plus fortes charges, ce qui indique des déformations plastiques plus marquées et par ailleurs, on peut observer plusieurs pentes sur les courbes lors de la charge avec une charge maximale de 275 N. Afin d'avoir le maximum d'informations sur le comportement des dépôts lors des indentations par perforation statique, sans toutefois alourdir le manuscrit pour la compréhension de la méthode, la suite de l'étude portera uniquement sur les courbes de charge et décharge obtenues avec la charge maximale de 275 N.

Afin de déterminer la récupération élastique après le retrait total de la charge appliquée, la profondeur résiduelle ( $h_r$ ) des empreintes, obtenues pour les essais réalisés avec la charge maximale de 275 N, a été mesurée à partir de l'observation de la surface de l'empreinte au MEB et de sa reconstruction 3D (cf. **Figure 45**). Cette dernière a été faite avec l'aide d'un microscope Phenom équipé avec le logiciel « 3D Roughness Reconstruction » capable de mesurer la rugosité des surfaces à partir des images MEB [143] et pouvant déterminer des paramètres de rugosité inférieurs de 1  $\mu\text{m}$ . La profondeur résiduelle des empreintes correspond à la moyenne de cinq mesures de la profondeur de chaque indentation comme le montre la **Figure 45-b** pour l'échantillon AT15<sup>F</sup>, où les courbes des mesures sont tracées avec différentes couleurs.



**Figure 44.** Courbes de charge – décharge réalisées sur la surface des dépôts :  
 (a)  $A^E$ , (b)  $T^E$ , (c)  $AT15^E$ , (d)  $AT15^M$ , (e)  $AT15^F$ , (f)  $AT43^E$ , (g)  $Z^F$ , (h)  $AZ^F$ .



**Figure 45.** Empreinte produite sur la surface du dépôt AT15<sup>F</sup> à charge maximale de 275 N : (a) vue de l’empreinte au MEB, (b) reconstruction 3D de la géométrie de l’empreinte et mesures d’une profondeur résiduelle typique.

Pour chaque échantillon, la profondeur des empreintes résiduelles ( $h_r$ ), mesurée par cette méthode, a été comparée avec la profondeur maximale ( $h_{max}$ ) obtenue lors de la réalisation des courbes de charge – décharge (cf. **Tableau 13**). Puis, le pourcentage de déformation élastique a été calculé par l’équation 31 et la déformation plastique a été déduite de l’équation 32 en supposant que la pointe du foret était complètement rigide compte tenu de son module d’élasticité ( $568 \pm 74$  GPa) supérieur de plus du double à celui des dépôts étudiés (130 à 275 GPa). Les résultats ont été regroupés dans le **Tableau 13** :

$$\% \text{ déformation élastique} = \left( \frac{h_{max} - h_r}{h_{max}} \right) \times 100 \quad \text{équation 31}$$

$$\% \text{ déformation plastique} = 100 - (\% \text{ déformation élastique}) \quad \text{équation 32}$$

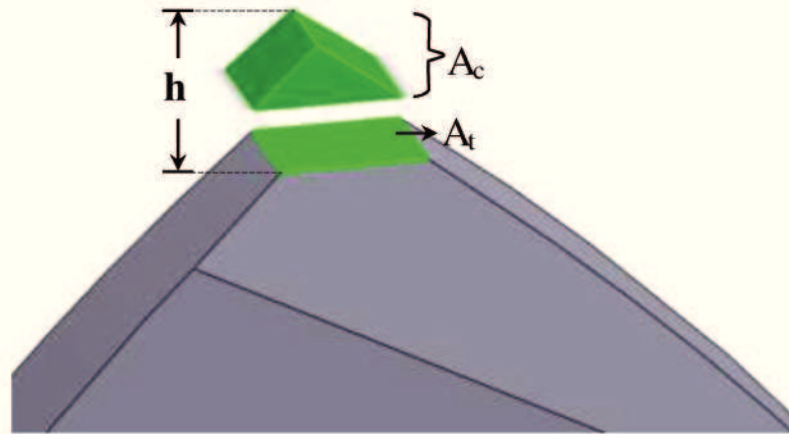
Les valeurs contenues dans le **Tableau 13** permettent de remarquer que la plupart des dépôts étudiés ont des déformations élastiques de l’ordre de 60 % à 70 % et donc une composante plastique d’environ 40 à 30 %, excepté pour les dépôts AT43<sup>E</sup> et Z<sup>F</sup> qui ont une déformation plastique d’environ 53 % et 85 % respectivement. Ceci peut être dû à de plus faibles limites élastiques par rapport aux autres dépôts. Pour l’échantillon Z<sup>F</sup> ce fait est aggravé par la présence d’une grande quantité de fissures

dans la structure de ce dépôt qui ne permettent pas la récupération élastique après le retrait de la charge.

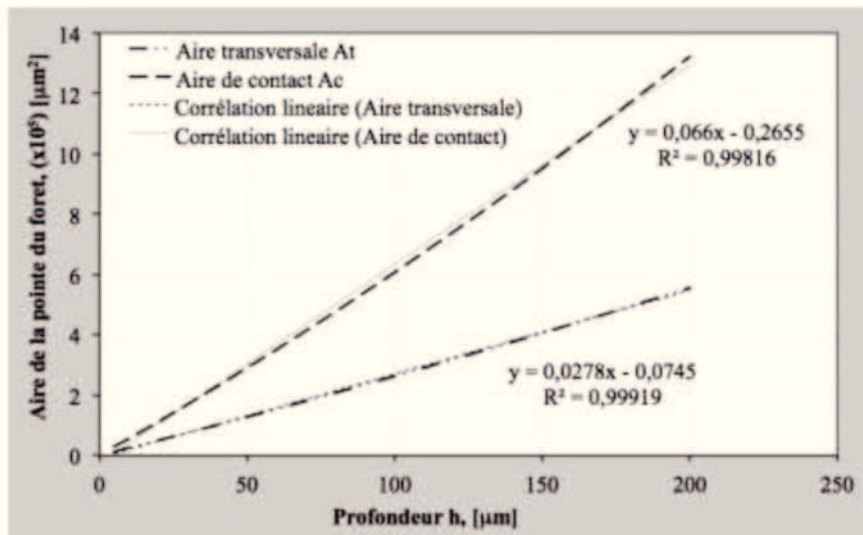
**Tableau 13.** Profondeurs maximale et résiduelle et taux de déformation élastique et plastique produits par un foret pour verre et carrelage, sous mode statique avec une charge de 275 N, pour des dépôts élaborés par projection plasma.

Dépôt	Profondeur de perforation [ $\mu\text{m}$ ]		$\Delta h$ [ $\mu\text{m}$ ]	% Déformation	
	$h_{\text{maximale}}$	$h_{\text{résiduelle}}$		Élastique	Plastique
A <sup>E</sup>	61,0 $\pm$ 3,0	22,2 $\pm$ 7,7	38,8 $\pm$ 8,3	63,7	36,3
T <sup>E</sup>	88,0 $\pm$ 2,6	26,6 $\pm$ 0,0	61,4 $\pm$ 2,6	69,7	30,3
AT15 <sup>F</sup>	99,0 $\pm$ 10,1	39,2 $\pm$ 8,0	59,8 $\pm$ 12,9	60,4	39,6
AT43 <sup>E</sup>	114,3 $\pm$ 5,1	61,0 $\pm$ 5,3	53,3 $\pm$ 7,3	46,6	53,4
Z <sup>F</sup>	54,7 $\pm$ 2,3	47,5 $\pm$ 6,2	7,2 $\pm$ 6,6	13,2	86,8
AZ <sup>F</sup>	91,7 $\pm$ 3,2	39,0 $\pm$ 5,2	52,7 $\pm$ 6,1	57,5	42,5

Afin de déterminer la résistance de chaque dépôt à la pénétration du foret, la charge appliquée a été corrélée avec l'aire de contact ( $A_c$ ) et l'aire de la section transversale ( $A_t$ ) de la pointe du foret sélectionné pour la profondeur correspondante. Pour ce faire, cela requiert de connaître les caractéristiques géométriques du foret, pour ces raisons des photos au MEB et au microscope stéréographique ont été prises pour construire un modèle géométrique de la pointe du foret pour verre et carrelage de la **Figure 42-e**, de diamètre 6,3 mm (cf. **Figure 46**). Puis une relation du type  $y = f(x)$  a été proposée pour relier la hauteur de la pointe ( $h$ ) et les aires de contact et de la section transversale ( $A_c$  et  $A_t$  respectivement) du foret par l'approximation des données du modèle et en ayant des facteurs de Pearson ( $R^2$ ) corrects. Les aires utilisées pour la détermination des propriétés mécaniques des dépôts par résistance à la perforation statique ont été calculées à partir des relations  $y = f(x)$ , assimilées à des droites, données par la **Figure 47** où les valeurs de  $x$  correspondent aux hauteurs  $h$  de la pointe du foret et les valeurs de  $y$  correspondent soit à l'aire de contact soit à l'aire de la section transversale.



**Figure 46.** Géométrie de la pointe du foret pour la perforation de verre et carrelage.



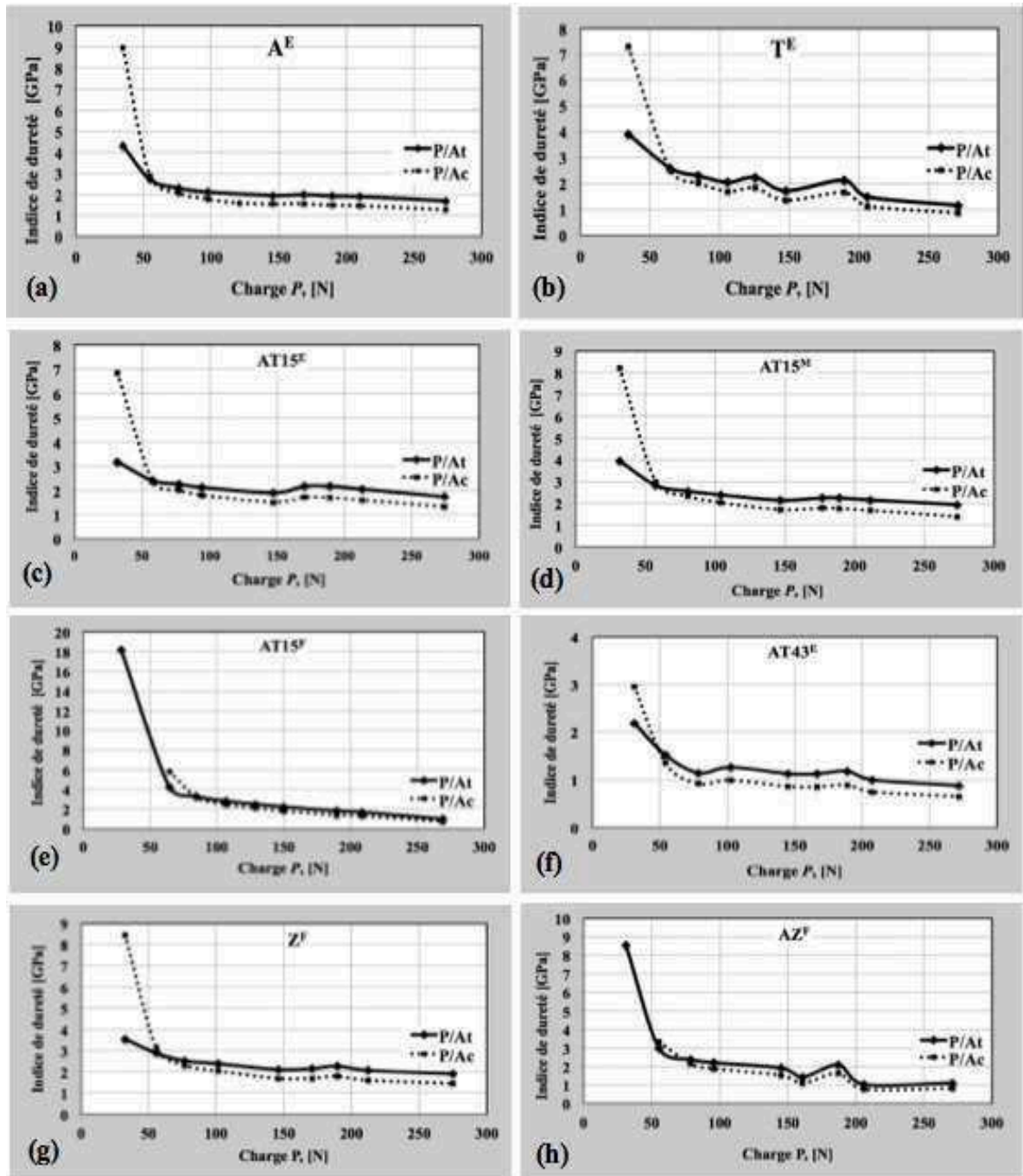
**Figure 47.** Aires de contact et de la section transversale de la pointe du foret pour verre et carrelage en fonction de la profondeur ou hauteur de la pointe du foret.

Lors de la phase de chargement, les rapports entre la force appliquée ( $P$ ) et les aires de contact ( $A_c$ ) et de la section transversale ( $A_t$ ),  $P/A_c$  et  $P/A_t$  respectivement, en fonction de la charge appliquée représentent des indices de la dureté des dépôts que l'on notera par la suite  $i_c$  et  $i_t$ .

La **Figure 48** représente ces courbes lors de la charge, pour chaque dépôt étudié, pour une charge maximale de 275 N appliquée. Pour tous les dépôts, l'indice de dureté  $i_c$  calculé à partir de l'aire de contact ( $A_c$ ) est similaire à  $i_t$  celui calculé à partir de l'aire de la section transversale ( $A_t$ ) sauf pour de faibles charges (de l'ordre de 30 N). On peut



remarquer (sur la **Figure 48**) que les indices de dureté atteignent des valeurs plus élevées lorsque la charge appliquée est faible correspondant au début de la pénétration du foret. Puis ils diminuent de manière monotone jusqu'à prendre des valeurs presque constantes indépendamment de la charge.



**Figure 48.** Indices de dureté des dépôts élaborés par projection plasma : (a)  $A^E$ , (b)  $T^E$ , (c)  $AT15^E$ , (d)  $AT15^M$ , (e)  $AT15^F$ , (f)  $AT43^E$ , (g)  $Z^F$ , (h)  $AZ^F$ .

Ces hautes valeurs des indices de dureté pour les faibles charges peuvent s'expliquer par le fait qu'au début de l'essai la charge appliquée est insuffisante pour que la pointe du foret pénètre dans le dépôt, ce qui donne un contact entre la pointe du foret et la surface du dépôt non uniforme.

En revanche, pour les charges appliquées importantes, les indices de dureté atteignent des valeurs quasi constantes, décrivant un comportement asymptotique directement lié à la résistance réelle du dépôt d'être pénétré par la pointe du foret. Ces indices de dureté seront appelés indices de dureté permanents du dépôt. Les petites variations observées sur cette partie asymptotique peuvent être reliées à la porosité des dépôts. La charge à laquelle le comportement devient constant a été appelée, dans cette étude, la « charge critique » ( $P_c$ ). Elle est utilisée, ensuite, pour la détermination des propriétés des dépôts à la résistance à la perforation.

Le **Tableau 14** rassemble, pour chaque dépôt étudié, la charge critique et les indices de dureté permanents obtenus par la méthode de perforation développée au cours de cette thèse et les valeurs de la micro et macroindentation obtenues sur la surface polie des dépôts par indentation classique avec un indenteur Vickers.

**Tableau 14.** Charge critique et indices de dureté permanents obtenus par la méthode de perforation et duretés Vickers obtenus par indentations traditionnelles, des dépôts élaborés par projection plasma.

Dépôt	Charge critique $P_c$ [N]	Indice de dureté permanent [GPa]		Duretés Vickers en surface [GPa]	
		$i_c = P_c/A_c$	$i_t = P_c/A_t$	macro indentations	micro indentations
A <sup>E</sup>	146 ± 0	1,54 ± 0,04	1,95 ± 0,04	12,3 ± 0,2	12,8 ± 1,2
T <sup>E</sup>	148 ± 1	1,35 ± 0,02	1,72 ± 0,03	9,1 ± 0,3	11,0 ± 1,0
AT15 <sup>E</sup>	213 ± 1	1,59 ± 0,04	2,06 ± 0,05	10,6 ± 0,6	13,4 ± 1,4
AT15 <sup>M</sup>	147 ± 2	1,72 ± 0,07	2,14 ± 0,07	10,4 ± 0,5	12,9 ± 1,4
AT15 <sup>F</sup>	190 ± 1	1,41 ± 0,09	1,82 ± 0,11	11,1 ± 0,2	13,1 ± 1,6
AT43 <sup>E</sup>	102 ± 0	0,99 ± 0,06	1,26 ± 0,07	8,2 ± 0,1	8,9 ± 0,9
Z <sup>F</sup>	146 ± 1	1,45 ± 0,08	1,91 ± 0,10	6,6 ± 0,1	10,3 ± 1,3
AZ <sup>F</sup>	153 ± 6	1,31 ± 0,07	1,67 ± 0,09	8,2 ± 0,3	10,9 ± 1,8

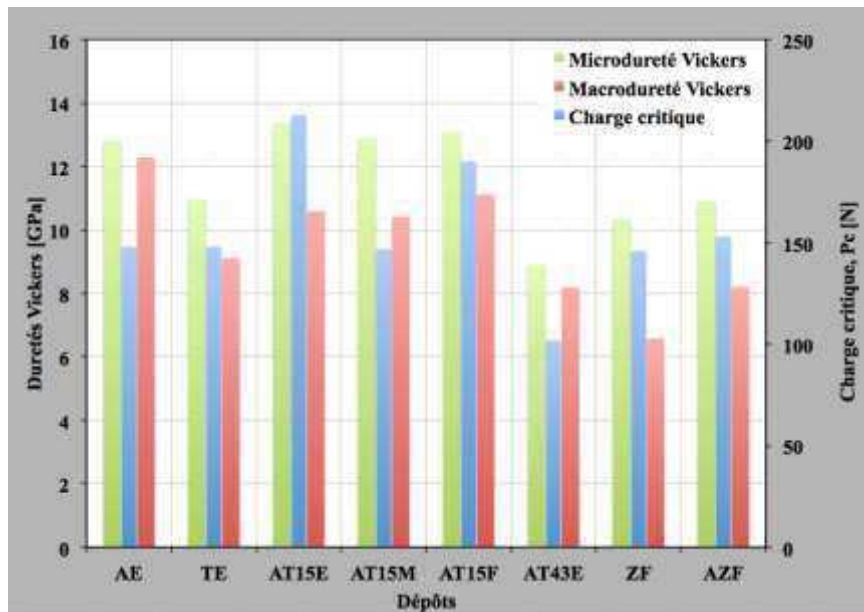
La **Figure 49** met en évidence que la charge critique ( $P_c$ ) suit le même comportement que la macro et la micro duretés Vickers mesurées sur la surface des dépôts, elle augmente lorsque les macro et micro duretés augmentent. Ce qui confirme l'hypothèse que les hautes valeurs de l'indice de dureté mesurées pour les charges



inférieures à la charge critique  $P_c$  sont liées au contact hétérogène entre la pointe du foret et la surface de l'échantillon dû à la charge appliquée insuffisante pour que la pointe du foret indente le dépôt.

Par ailleurs, les écarts-types les plus grands de l'indice de dureté, aussi bien calculés pour l'aire de contact que pour l'aire de la section transversale, ont été obtenues pour les dépôts les moins épais (AT15<sup>M</sup>, AT15<sup>F</sup>, Z<sup>F</sup> y AZ<sup>F</sup>) ce qui tend à démontrer un effet de l'épaisseur des dépôts sur ces résultats.

Pour les indices de dureté permanents, on constate que l'écart-type le plus grand correspond à celui de l'échantillon AT15<sup>F</sup> (6,38 % de la valeur de son indice de dureté  $P_c/A_c$ ) tandis que pour la dureté Vickers, l'écart-type le plus grand correspond à la valeur de microindentation de l'échantillon AZ<sup>F</sup> (16,8 % de la valeur de la micro dureté Vickers). L'écart-type le plus grand est 2,6 fois plus faible pour les indices de dureté que pour la microdureté Vickers, ce qui montre que les valeurs sont moins dispersées pour les essais d'indentation par perforation statique que par microindentation Vickers.



**Figure 49.** Évolution de la charge critique ( $P_c$ ) par rapport aux macro et micro duretés Vickers des dépôts élaborés par projection plasma.

À partir des résultats de l'indice de dureté permanent et de la dureté Vickers des dépôts, des coefficients de proportionnalité ont été établis selon les équation 33 à équation 36 :

$$HV_{macro} = k_1 \left( \frac{P_c}{A_c} \right) \quad \text{équation 33}$$

$$HV_{macro} = k_2 \left( \frac{P_c}{A_t} \right) \quad \text{équation 34}$$

$$HV_{micro} = k_3 \left( \frac{P_c}{A_c} \right) \quad \text{équation 35}$$

$$HV_{micro} = k_4 \left( \frac{P_c}{A_t} \right) \quad \text{équation 36}$$

Où les coefficients  $k_i$  correspondent aux coefficients de proportionnalité entre les macro et micro duretés Vickers et les indices de dureté permanents calculés pour chaque dépôt étudié comme le montrent les **Tableau 15** et **Tableau 16**. A partir de la moyenne des coefficients de proportionnalité pour l'ensemble des différents dépôts on obtient les constantes  $k_1$  à  $k_4$  qui, incorporées aux équation 33 à l'équation 36 permettent de définir les duretés par perforation statique par aire de contact et par aire de la section transversale avec un foret pour verre et carrelage comme  $HD_c^{S'}$  et  $HD_t^{S'}$  respectivement pour avoir des duretés liées à la macrodureté Vickers des dépôts et comme  $HD_c^S$  et  $HD_t^S$  pour avoir des duretés liées à la microdureté Vickers (équation 37 à équation 40).

**Tableau 15.** Coefficients de proportionnalité à partir des macroduretés Vickers.

Dépôt	Macro dureté Vickers en surface [GPa]	Indice de dureté permanent [GPa]		Proportionnalité (éq. 33 et éq. 34)	
		$i_c = P_c/A_c$	$i_t = P_c/A_t$	$HV_{macro} / i_c$	$HV_{macro} / i_t$
A <sup>E</sup>	12,3 ± 0,2	1,54 ± 0,04	1,95 ± 0,04	7,98	6,32
T <sup>E</sup>	9,1 ± 0,3	1,35 ± 0,02	1,72 ± 0,03	6,75	5,30
AT15 <sup>E</sup>	10,6 ± 0,6	1,59 ± 0,04	2,06 ± 0,05	6,33	4,88
AT15 <sup>M</sup>	10,4 ± 0,4	1,72 ± 0,07	2,14 ± 0,07	6,05	4,86
AT15 <sup>F</sup>	11,1 ± 0,2	1,41 ± 0,09	1,82 ± 0,11	7,89	6,11
AT43 <sup>E</sup>	8,2 ± 0,1	0,99 ± 0,06	1,26 ± 0,07	8,27	6,50
Z <sup>F</sup>	6,6 ± 0,1	1,45 ± 0,08	1,91 ± 0,10	4,54	3,45
AZ <sup>F</sup>	8,2 ± 0,3	1,31 ± 0,07	1,67 ± 0,09	6,27	4,92
<b>Moyenne</b>				6,76 = $k_1$	5,29 = $k_2$
<b>Écart type</b>				1,25	1,01

**Tableau 16.** Coefficients de proportionnalité à partir des microduretés Vickers.

Dépôt	Micro	Indice de dureté	Proportionnalité
-------	-------	------------------	------------------

	dureté Vickers en surface [GPa]	permanent [GPa]		(éq. 35 et éq. 36)	
		$i_c = P_c/A_c$	$i_t = P_c/A_t$	$HV_{micro} / i_c$	$HV_{micro} / i_t$
A <sup>E</sup>	12,8 ± 1,1	1,54 ± 0,04	1,95 ± 0,04	8,32	6,59
T <sup>E</sup>	11,0 ± 0,9	1,35 ± 0,02	1,72 ± 0,03	8,13	6,38
AT15 <sup>E</sup>	13,4 ± 1,3	1,59 ± 0,04	2,06 ± 0,05	8,40	6,49
AT15 <sup>M</sup>	12,9 ± 1,4	1,72 ± 0,07	2,14 ± 0,07	7,51	6,03
AT15 <sup>F</sup>	13,1 ± 1,6	1,41 ± 0,09	1,82 ± 0,11	9,29	7,20
AT43 <sup>E</sup>	8,9 ± 0,8	0,99 ± 0,06	1,26 ± 0,07	9,01	7,08
Z <sup>F</sup>	10,3 ± 1,3	1,45 ± 0,08	1,91 ± 0,10	7,13	5,41
AZ <sup>F</sup>	10,9 ± 1,8	1,31 ± 0,07	1,67 ± 0,09	8,33	6,53
<b>Moyenne</b>				8,27 = k <sub>3</sub>	6,46 = k <sub>4</sub>
<b>Écart type</b>				0,71	0,46

On peut noter que les écarts-types pour les constantes de proportionnalité à partir des microduretés Vickers (cf. **Tableau 16**) présentent des valeurs plus faibles que celles des macroduretés (cf. **Tableau 15**), ce qui met en évidence la meilleure reproductibilité des duretés  $HD_c^S$  et  $HD_t^S$ .

$$HD_c^{S'} = 6,8 \left( \frac{P_c}{A_c} \right) \quad \text{équation 37}$$

$$HD_t^{S'} = 5,3 \left( \frac{P_c}{A_t} \right) \quad \text{équation 38}$$

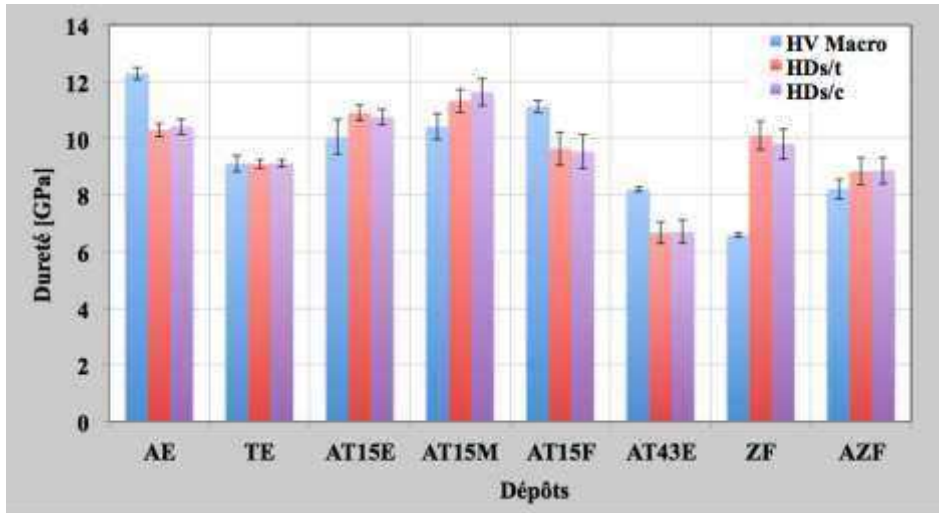
$$HD_c^S = 8,3 \left( \frac{P_c}{A_c} \right) \quad \text{équation 39}$$

$$HD_t^S = 6,5 \left( \frac{P_c}{A_t} \right) \quad \text{équation 40}$$

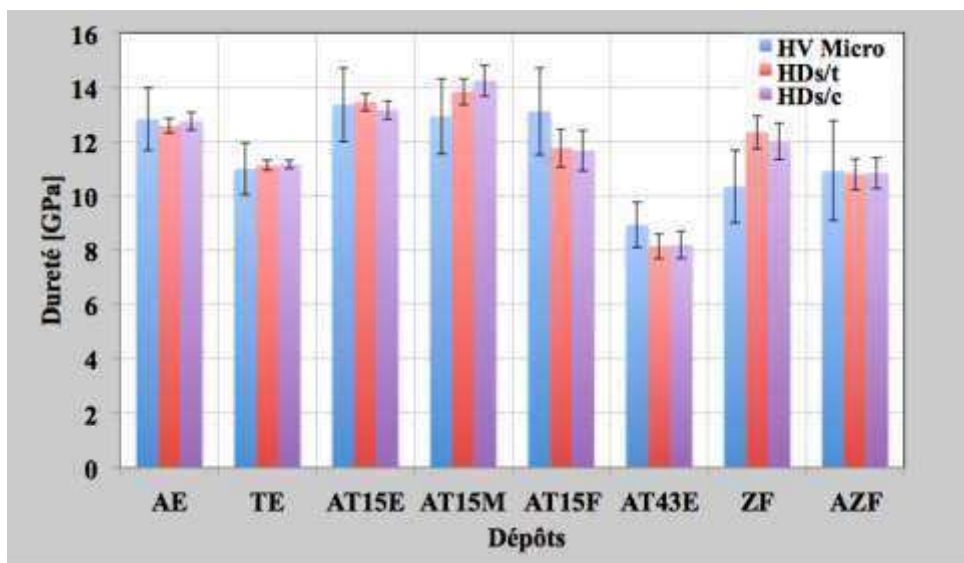
La **Figure 50** et la **Figure 51** montrent respectivement la comparaison entre les valeurs de la dureté Vickers mesurée par macroindentation à 50 N ( $HV_{50N}$ ) et par microindentation à 3 N ( $HV_{3N}$ ) avec les duretés calculées à partir des indices de dureté et des équation 33 à équation 36.

Les **Figure 50** et **Figure 51** mettent en évidence que les indices de dureté permanents ( $P/A_c$ ) et ( $P/A_t$ ) ont une meilleure corrélation avec la dureté Vickers mesurée par microindentation que par macroindentation. On peut en conclure que les

indices de dureté permanents calculés sont également sensibles, de façon similaire aux microduretés, au matériau du dépôt, aux propriétés des différentes phases, aux pores et autres défauts constituant la structure des dépôts.



**Figure 50.** Comparaison de la macrodureté Vickers mesurée par indentations et des duretés équivalentes calculées à partir des indices de dureté (équation 33 et équation 34) pour des dépôts élaborés par projection plasma.

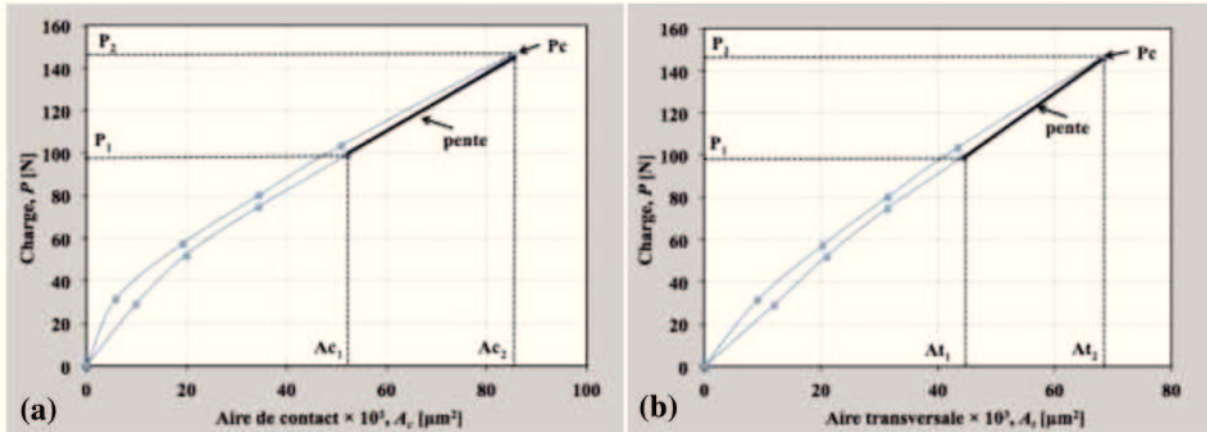


**Figure 51.** Comparaison de la microdureté Vickers mesurée par indentations et des duretés équivalentes calculées à partir des indices de dureté (équation 35 et équation 36) pour des dépôts élaborés par projection plasma.

#### III.4.1.2 Analyse de l'élasticité des dépôts

À partir de la récupération élastique subit par les dépôts lors de l'étape de la décharge (cf. **Tableau 13**) et prenant en compte que l'empreinte est produite par une

charge supérieure à la charge critique  $P_c$ , on peut calculer la pente de la partie droite de la courbe de décharge ( $\Delta P/\Delta A_c$  et  $\Delta P/\Delta A_t$ ) entre le point qui correspond à la charge critique et le suivant dans le sens de la décharge pour déterminer la réduction de l'aire de contact ( $A_c$ ) ou de l'aire de la section transversale ( $A_t$ ) par l'effet de la diminution de la charge appliquée (cf. **Figure 52**).



**Figure 52.** Schéma des pentes pour le calcul de l'indice d'élasticité :  
(a)  $i_{E_c}$ , et (b)  $i_{E_t}$ .

La réduction des aires (de contact ou de la section transversale) lors de la décharge est équivalente à la récupération élastique des dépôts en minimisant l'influence causée par la déformation plastique, qui s'est déjà produite à ce point. Par la suite, on assimilera la pente calculée à un « *indice d'élasticité* » que l'on notera  $i_E$ .

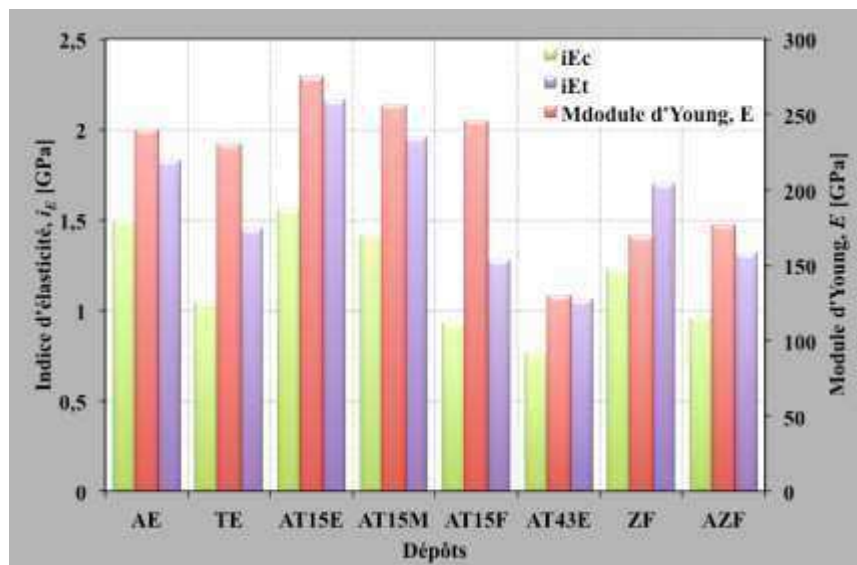
Le **Tableau 17** regroupe l'ensemble des indices d'élasticité calculés lors de la décharge à partir des aires de contact  $\Delta P/\Delta A_c$  et de la section transversale  $\Delta P/\Delta A_t$  par la méthode de la perforation et le module d'Young calculé par la méthode classique d'indentation sur la surface de chaque dépôt étudié.

Les résultats contenus dans le **Tableau 17** et la **Figure 53** montrent que les indices d'élasticité  $i_E$  calculés à partir des aires de contact ( $\Delta P/\Delta A_c$ ) et de la section transversale ( $\Delta P/\Delta A_t$ ) suivent les mêmes variations que le module d'Young des dépôts calculé par microindentation Knoop. Les pourcentages des écarts-types des indices d'élasticité sont notamment plus faibles (compris entre 3 et 21 %) que ceux du module d'Young déterminés par microindentation Knoop (entre 25 et 53 %). Ces faibles écarts-types des mesures des indices d'élasticité obtenus par résistance à la perforation avec un

foret pour verre et carrelage montrent que la méthode est plus reproductible que la méthode par indentation Knoop utilisée pour déterminer le module d'Young.

**Tableau 17.** Indices d'élasticité obtenus par la méthode de perforation et modules d'Young obtenus par indentations traditionnelles des dépôts élaborés par projection plasma.

Dépôt	Indice d'élasticité, $i_E$ [GPa]		Module d'Young E en surface [GPa]
	$i_{Ec} = \Delta P / \Delta A_c$	$i_{Et} = \Delta P / \Delta A_t$	
A <sup>E</sup>	1,50 ± 0,31	1,83 ± 0,03	239 ± 69
T <sup>E</sup>	1,05 ± 0,07	1,45 ± 0,10	230 ± 58
AT15 <sup>E</sup>	1,56 ± 0,18	2,16 ± 0,25	275 ± 68
AT15 <sup>M</sup>	1,42 ± 0,04	1,96 ± 0,06	256 ± 78
AT15 <sup>F</sup>	0,93 ± 0,06	1,28 ± 0,08	246 ± 85
AT43 <sup>E</sup>	0,77 ± 0,06	1,06 ± 0,04	129 ± 51
Z <sup>F</sup>	1,23 ± 0,12	1,70 ± 0,17	169 ± 72
AZ <sup>F</sup>	0,96 ± 0,16	1,32 ± 0,21	176 ± 94



**Figure 53.** Évolution des indices d'élasticité  $i_{Ec}$  et  $i_{Et}$  par rapport au Module d'Young.

Des corrélations ont été établies entre les indices d'élasticité mesurés par la méthode de perforation et le module d'Young mesuré par indentation Knoop qui ont donné lieu à l'équation 41 et l'équation 42.

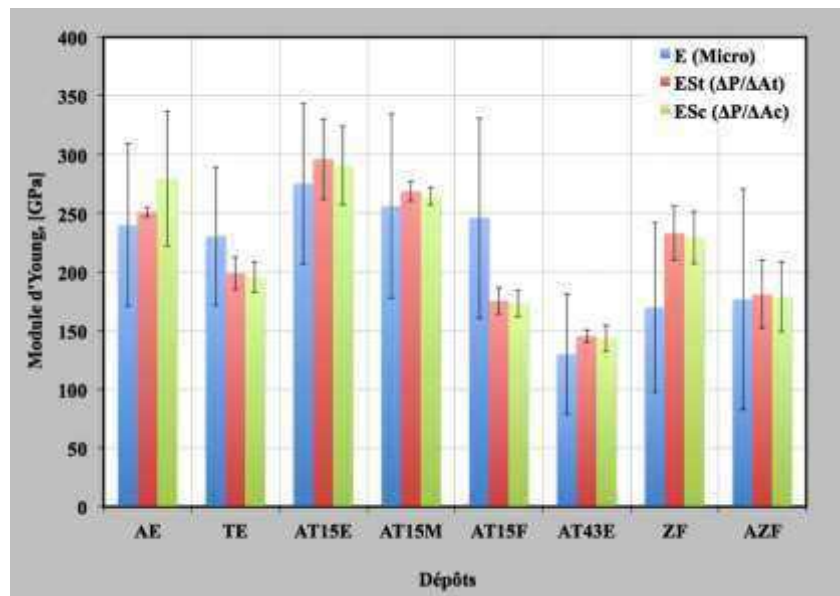
$$E_c^S = k_5 \left( \frac{\Delta P}{\Delta A_c} \right) \text{ avec } k_5 = 186,42 \quad \text{équation 41}$$

$$E_t^S = k_6 \left( \frac{\Delta P}{\Delta A_t} \right) \text{ avec } k_6 = 137,06 \quad \text{équation 42}$$



Où les coefficients  $k_5$  et  $k_6$  ont été déterminés comme les coefficients de proportionnalité entre la moyenne des indices d'élasticité et le module d'Young de chaque dépôt. Leurs valeurs sont indiquées dans le **Tableau 17**.

Les équation 41 et équation 42 ont permis de calculer des modules d'Young équivalents  $E_c^S$  et  $E_t^S$  représentés sur la **Figure 54**. Les modules d'Young équivalents calculés ( $E_c^S$  et  $E_t^S$ ) présentent un comportement similaire au module d'Young déterminé par microindentation Knoop pour chaque dépôt et montrent un comportement sensible aux matériaux des dépôts, aux propriétés des phases les constituant, à la porosité et autres défauts composant la structure des dépôts.



**Figure 54.** Modules d'élasticité équivalents ( $E_c^S$  et  $E_t^S$ ) calculés à partir de la résistance à la perforation et module d'élasticité mesuré par micro indentation Knoop des dépôts élaborés par projection plasma.

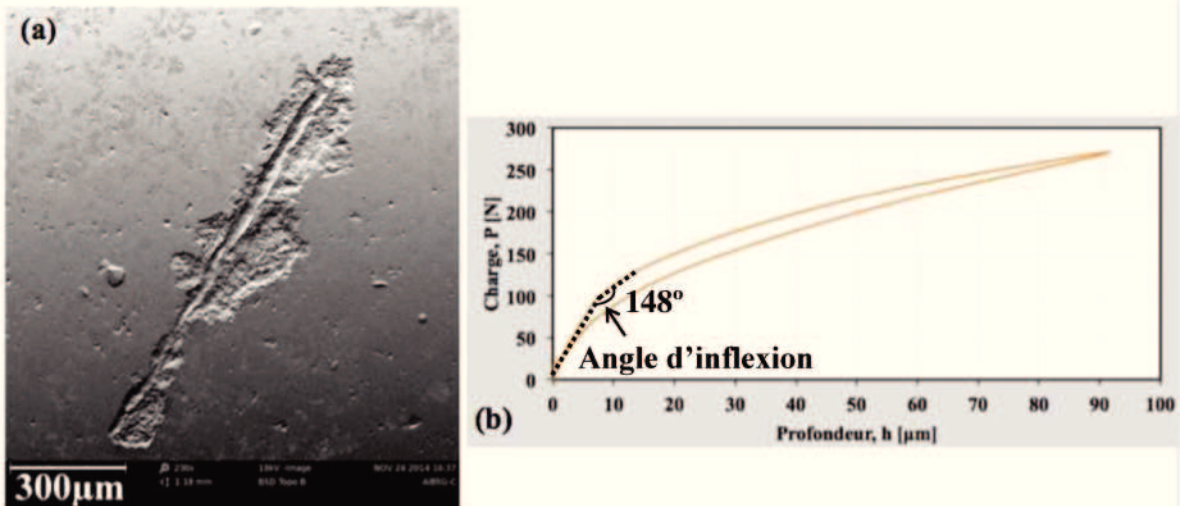
#### III.4.1.3 Analyse de la ténacité à la fracture des dépôts

Les courbes de charge – décharge réalisées à 275 N (cf. **Figure 44**) mettent en évidence un point d'inflexion lors de l'étape de charge pour tous les dépôts représentés sur la **Figure 55-b** pour le dépôt AZF. Ce comportement peut être dû à la présence de failles produites, comme réponse mécanique des matériaux, lors du contact entre la pointe du foret et la surface des échantillons ou lors de l'indentation. Il est important de souligner qu'à la charge maximale de 275 N, la montée en charge s'est faite par pas de 45 N, alors que pour les charges maximales de 150 N et 215 N le pas était de 22 N, en maintenant constant le temps d'application de la charge pour chaque pas, ce qui donne

une vitesse d'application de la force supérieure pour les essais réalisés jusqu'à 275 N. Une vitesse d'application d'une charge plus élevée peut promouvoir la génération de fissures et de même qu'à des charges plus faibles comme 150 N et 215 N, il peut y avoir apparition de fissures dues à la vitesse de l'essai. Cependant, pour les essais réalisés avec les charges maximales de 150 N et 215 N (par pas de 22 N) ni une inflexion de la courbe de charge – profondeur ni l'apparition de fissures autour de la zone indentée n'ont été détectées, contrairement à l'essai avec la charge maximale de 275 N.

L'observation des empreintes résiduelles de chaque échantillon après la charge et la décharge d'une charge maximale de 275 N a donné les résultats suivants.

Une analyse des empreintes résiduelles produites avec la charge maximale de 275 N a montré que sur la zone d'essai de l'échantillon AZ<sup>F</sup> le matériau a été écaillé (cf. **Figure 55-a**), probablement dû à la faible ténacité à la fracture de la surface de ce dépôt de  $1,9 \pm 0,6 \text{ MPa} \cdot \sqrt{\text{m}}$  (cf. **Tableau 12**). Sur le graphe de la **Figure 55-b**, on observe une réduction marquée de la pente de  $148^\circ$  lorsque la charge atteint environ 100 N.

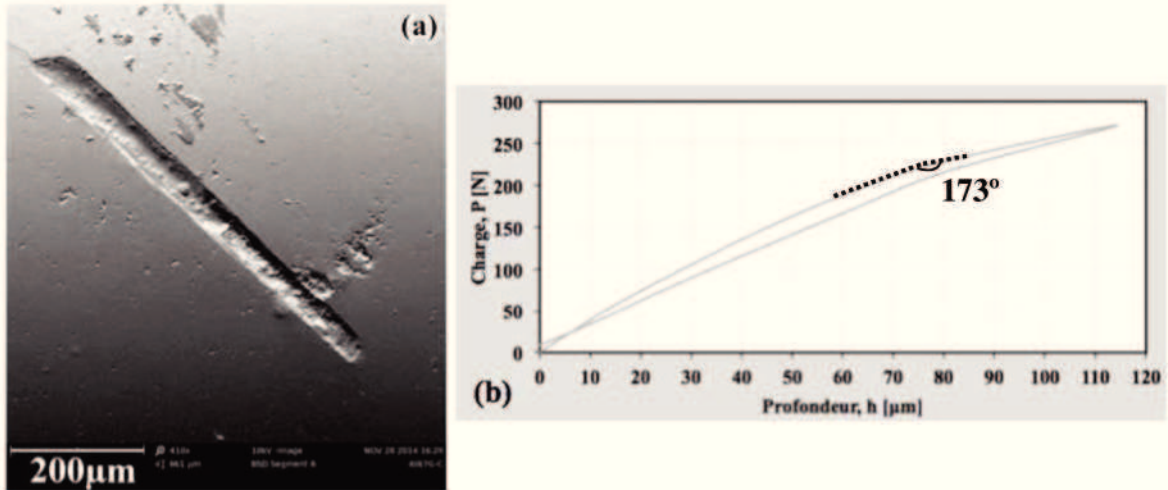


**Figure 55.** Comportement du dépôt AZ<sup>F</sup> à charge maximale de 275 N : (a) empreinte résiduelle sur la surface du dépôt, (b) courbe de charge – décharge en fonction de la profondeur d'indentation.

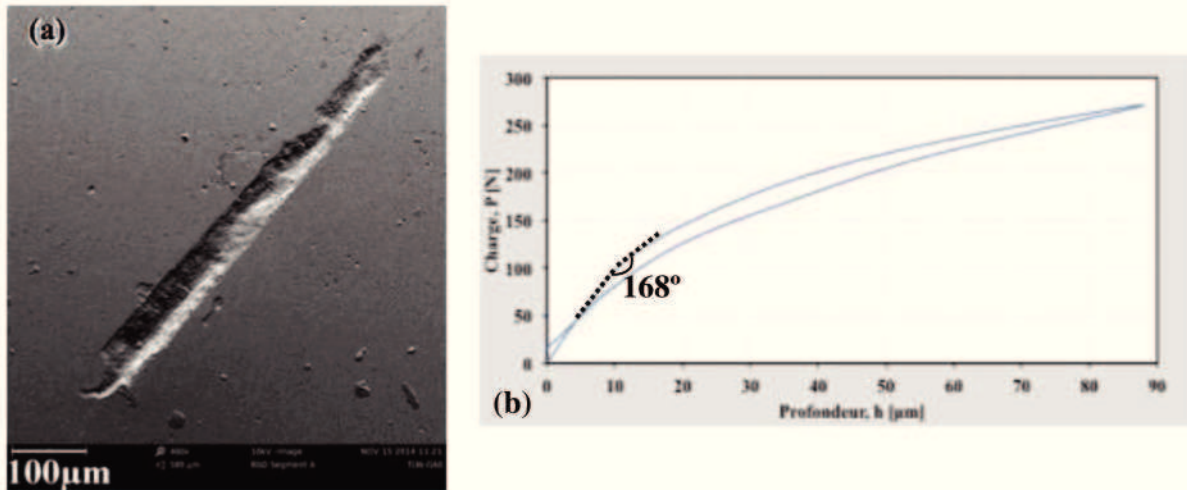
Les dépôts AT43<sup>E</sup> et T<sup>E</sup> ont des ténacités à la fracture de  $2,7 \pm 0,1 \text{ MPa} \cdot \sqrt{\text{m}}$  et  $3,3 \pm 0,4 \text{ MPa} \cdot \sqrt{\text{m}}$  respectivement (cf. **Tableau 12** et **Figure 41**) et leurs empreintes légèrement écaillées présentent des fissures aux sommets qui représentent environ 16 % et 12 % de leurs longueurs totales (cf. **Figure 56-a** et **Figure 57-a**), ce qui peut être



expliqué par leurs ténacités modérées. Les courbes de charge – décharge en fonction de la profondeur d’indentation de ces dépôts montrent une réduction modérée de la pente lors de l’étape de charge d’environ  $173^\circ$  à 230 N pour le dépôt AT43<sup>E</sup> et d’environ  $168^\circ$  à 100 N pour le T<sup>E</sup> (cf. **Figure 56-b** et **Figure 57-b**).

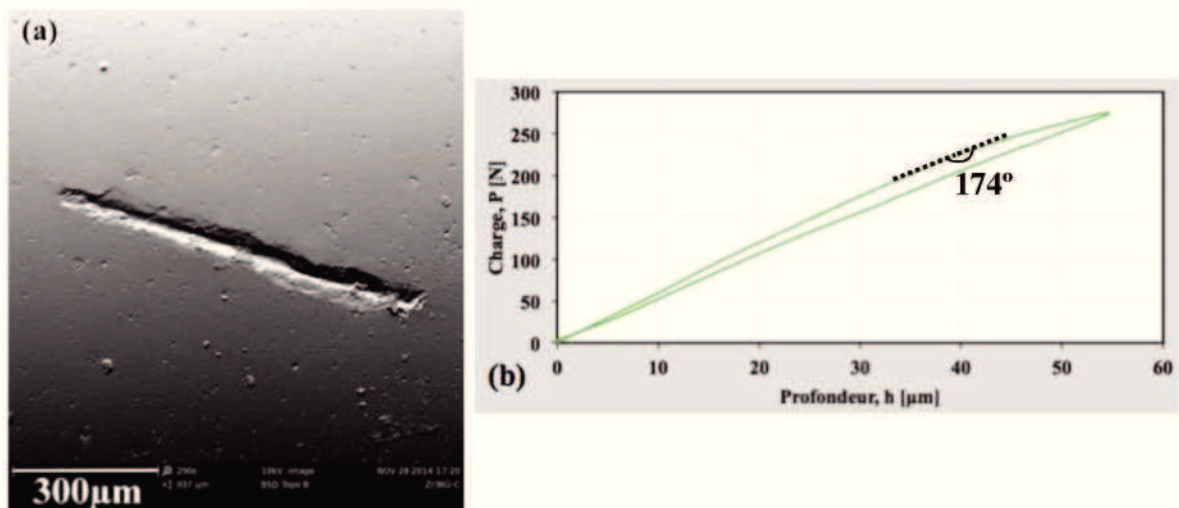


**Figure 56.** Comportement du dépôt AT43<sup>E</sup> à charge maximale de 275 N : (a) empreinte résiduelle sur la surface du dépôt, (b) courbe de charge – décharge en fonction de la profondeur d’indentation.



**Figure 57.** Comportement du dépôt T<sup>E</sup> à charge maximale de 275 N : (a) empreinte résiduelle sur la surface du dépôt, (b) courbe de charge – décharge vs profondeur de l’indentation.

L’empreinte résiduelle sur l’échantillon Z<sup>F</sup> a quelques fissures aux sommets dont la longueur est environ 11 % de la longueur totale des empreintes et la réduction de la pente à l’étape de charge de la courbe charge – décharge est de  $174^\circ$  à partir de 225 N (cf. **Figure 58**).

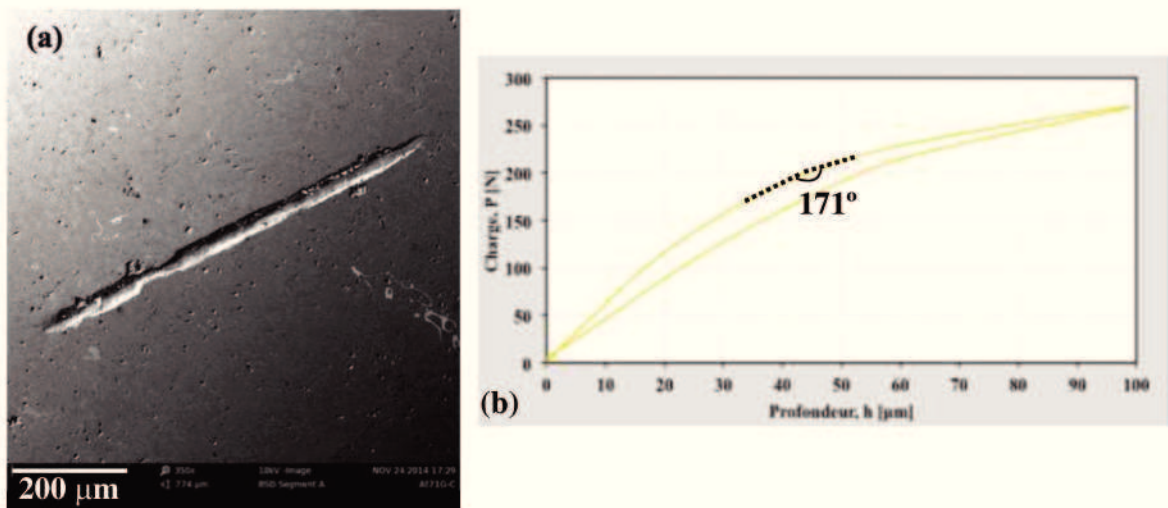


**Figure 58.** Comportement du dépôt  $Z^F$  à charge maximale de 275 N : (a) empreinte résiduelle sur la surface du dépôt, (b) courbe de charge – décharge vs profondeur de l'indentation.

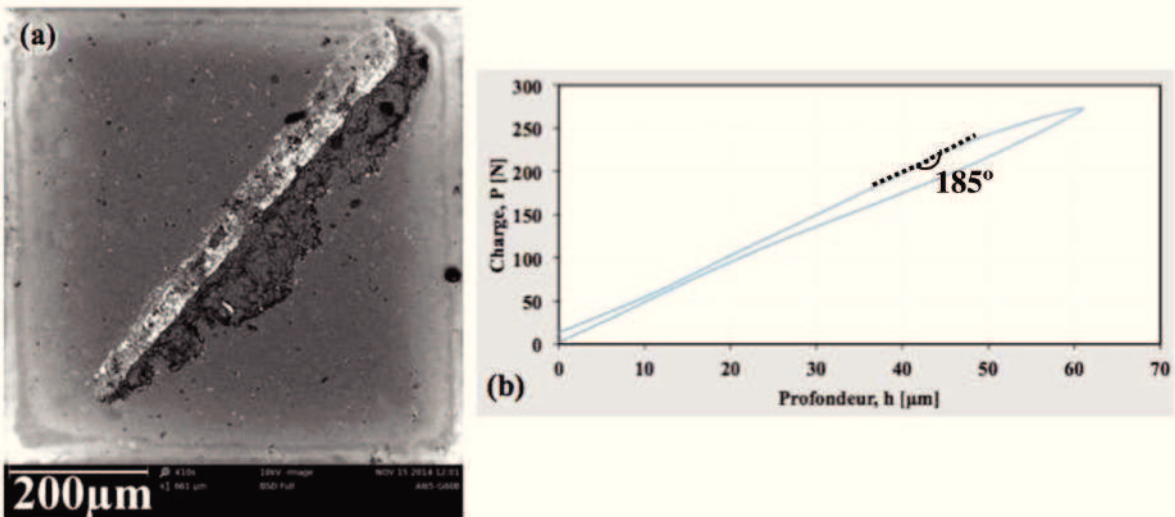
Par ailleurs, les fissures détectées sur les empreintes de l'échantillon  $AT15^F$  sont très fines et représentent environ 16 % de la longueur totale de chacune des empreintes. La réduction de la pente lors du chargement de la courbe de charge en fonction de la profondeur est de  $171^\circ$  à la charge d'environ 200 N (cf. **Figure 59**).

Finalement, l'échantillon  $A^E$  n'a pas présenté de fissures ni d'écaillage autour de l'empreinte, néanmoins un de ses cotés a mis en évidence quelques marques de glissement du foret sur la surface du dépôt, ce qui a produit une augmentation légère de la pente de la courbe de charge en fonction de la profondeur lors de l'étape de charge de  $185^\circ$  à 215 N (cf. **Figure 60**).





**Figure 59.** Comportement du dépôt AT15<sup>F</sup> à charge maximale de 275 N : (a) empreinte résiduelle sur la surface du dépôt, (b) courbe de charge – décharge vs profondeur de l'indentation.



**Figure 60.** Comportement du dépôt A<sup>E</sup> à charge maximale de 275 N : (a) empreinte résiduelle sur la surface du dépôt, (b) courbe de charge – décharge vs profondeur de l'indentation.

Les analyses précédentes permettent de dire que selon les essais réalisés, l'application de la charge avec un gradient de charge de 45 N, c'est à dire à grande vitesse, provoque une réduction de la pente de la courbe de charge – décharge en fonction de la profondeur à l'étape de charge qui est en relation avec l'apparition de fissures et l'écaillage des dépôts au voisinage de l'empreinte et qui pourrait être utilisée pour calculer la ténacité à la fracture des dépôts.

### III.4.2 Mode dynamique

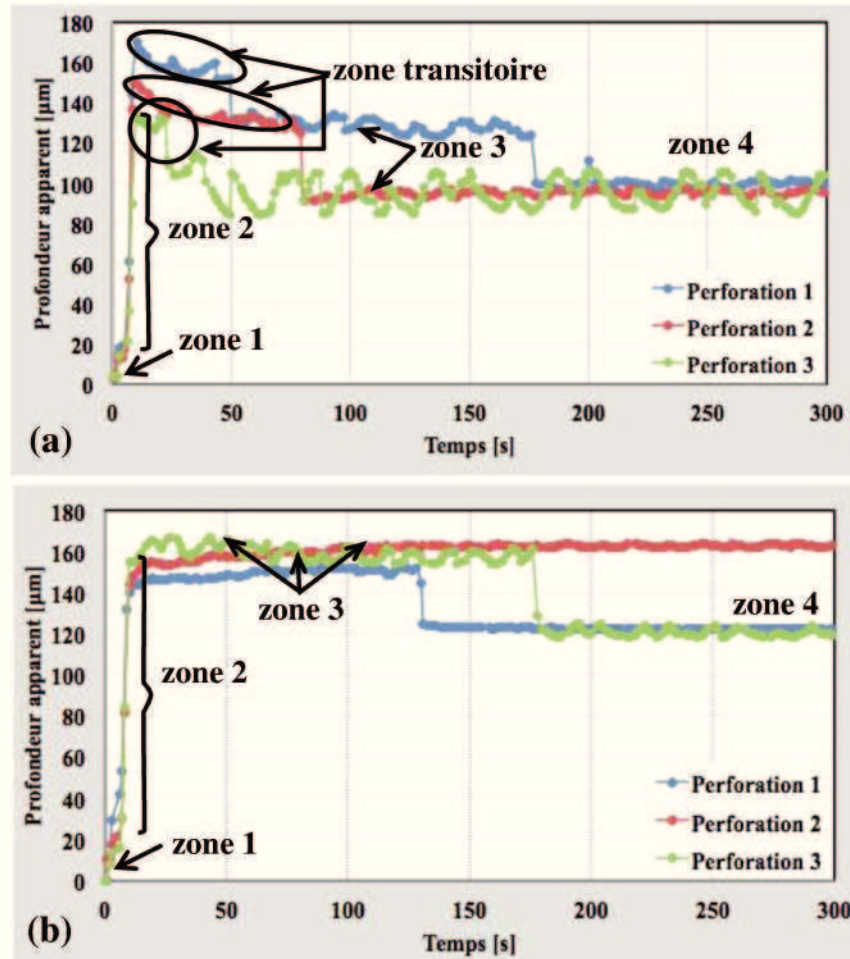
Des essais dynamiques préliminaires en utilisant le foret à tête d'ogive pour verre et carrelage ont montré que ce foret, du fait de sa haute dureté ( $17,6 \pm 0,4$  GPa) et sa géométrie aiguë, perforent complètement en des temps très courts ( $< 10$  secondes) l'épaisseur des dépôts épais de duretés faibles (comme le cas du dépôt AT43<sup>E</sup> qui a une dureté de  $8,9 \pm 0,8$  GPa). Tandis que pour les dépôts durs (cas du dépôt A<sup>E</sup> avec une dureté de  $12,8 \pm 1,1$  GPa) la profondeur perforée dans le même temps est négligeable, ce qui ne permet pas de comparer de manière objective les résultats obtenus avec ce foret.

Les essais de perforation sous mode dynamique ont donc été réalisés en utilisant des forets de diamètre 8,3 mm de deux types différents : des forets HSS en acier rapide (pour le perçage de métaux), et des forets en carbure de tungstène allié avec du cobalt (utilisés pour le perçage en maçonnerie) en appliquant trois charges différentes (200 N, 300 N et 400 N avec le foret HSS et 400 N avec le foret de béton). Chaque essai a été réalisé trois fois. Pour les essais dynamiques, les six dépôts de compositions chimiques différentes ont été choisis pour cette étude. Le dépôt AT15<sup>F</sup>, le moins épais des 3 dépôts AT15 a été retenu afin d'avoir 3 dépôts épais et 3 dépôts de plus faible épaisseur.

Tous les essais ont été réalisés sur la surface non polie des dépôts car sur les surfaces polies les forets ne s'accrochaient pas, ils dérapaient et produisaient des impacts empêchant la réalisation des perforations.

Le but des essais était d'analyser la résistance des dépôts élaborés par projection plasma, au contact dynamique avec un foret. Pour ce faire, l'évolution de la profondeur de pénétration du foret dans le dépôt à partir de la surface des échantillons a été étudiée en fonction du temps des essais. La **Figure 26** représente les courbes typiques obtenues pour un perçage de 300 s sous une charge de 400 N dans le dépôt d'alumine. Les courbes montrent une augmentation rapide de la profondeur de pénétration du foret dès les premières secondes qui est suivie par un régime transitoire de quelques dizaines de secondes puis une allure plus ou moins constante est observée. En général, la perforation d'un matériau qui entre en contact avec un foret en rotation se fait en deux étapes : d'abord le matériau est indenté par le foret, puis le foret coupe le matériau [21].

La **Figure 61** correspond à la perforation de la surface du dépôt A<sup>E</sup> réalisée avec une charge fixe de 400 N pour les essais avec de forets HSS et des forets pour béton et maçonnerie. Chaque condition a été testée trois fois pour chaque type de foret en utilisant à chaque fois un foret neuf.

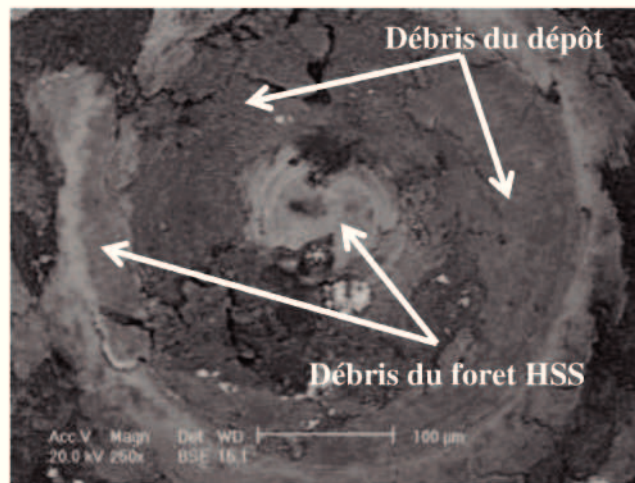


**Figure 61.** Profondeur apparente de perforation en fonction du temps pour le dépôt A<sup>E</sup> sous une charge de 400 N : (a) avec un foret HSS, et (b) avec un foret pour la maçonnerie.

Les courbes de la **Figure 61** sont typiques de tous les dépôts élaborés par projection plasma dans cette étude et montrent les mêmes comportements : (i) un premier point correspondant à l'indentation initiale du foret sur la surface du dépôt, (ii) une deuxième zone de croissance linéaire décrivant la coupe faite par le foret dans le dépôt, (iii) une troisième zone correspondant à un comportement constant de la profondeur à cause de la perte du fil du foret et donc de sa capacité à couper, ce qui génère des phénomènes d'usure par contact-glissement relatif entre les matériaux qui interviennent (foret et dépôt), (iv) une quatrième zone dont la profondeur de perforation décroît sous l'effet des débris produits par l'usure du foret et du dépôt et qui a donné



naissance à la formation d'une couche sur la paroi du trou produit. Cette couche de débris d'usure est d'autant plus importante sur les dépôts que la dureté du foret est plus faible que celle du dépôt. C'est le cas du dépôt AT43<sup>E</sup> (de dureté  $8,9 \pm 0,8$  GPa) perforé avec le foret HSS (de dureté égale à  $8,0 \pm 0,2$  GPa) produisant un trou partiellement colmaté par des débris d'usure du dépôt et du foret selon l'analyse par EDS couplé au MEB (cf. **Figure 62**). Par ailleurs, les courbes obtenues lors de la perforation des dépôts durs (cas du dépôt A<sup>E</sup> avec une dureté de  $12,8 \pm 1,1$  GPa) en utilisant des forets doux comme le HSS présentent une zone transitoire, entre les zones deux et trois, produite par l'usure sévère du foret du fait de sa dureté plus faible par rapport à celle du dépôt. Quelques uns de ces comportements ont été décrits par Mimoso et al. [21] et Díaz-Guarín [144].



**Figure 62.** Trou produit sur la surface de l'échantillon AT43<sup>E</sup> et couche de débris sur les parois lors de la perforation avec un foret HSS pendant 300 s sous une charge de 400 N.

Les déformations élastiques tant du foret que du dépôt ainsi que l'apparition de la couche de débris sur les parois du trou affectent la profondeur de perforation et conduisent à une profondeur de pénétration qu'on a appelé « profondeur apparente ».

En général, les courbes de perforation pour tous les essais réalisés pour chaque dépôt sous les mêmes conditions d'essai (charge et durée de l'essai) ont montré des valeurs de profondeurs similaires entre eux aussi bien pour la zone 1 que pour la zone 2, ce qui met en évidence une haute reproductibilité des mécanismes autant pour l'indentation que pour la coupe faite par le foret sur les dépôts. Pendant l'étape d'usure par contact-glissement et la formation de la couche de débris sur la surface du trou produit (zones 3 et 4) on observe des comportements différents selon la charge

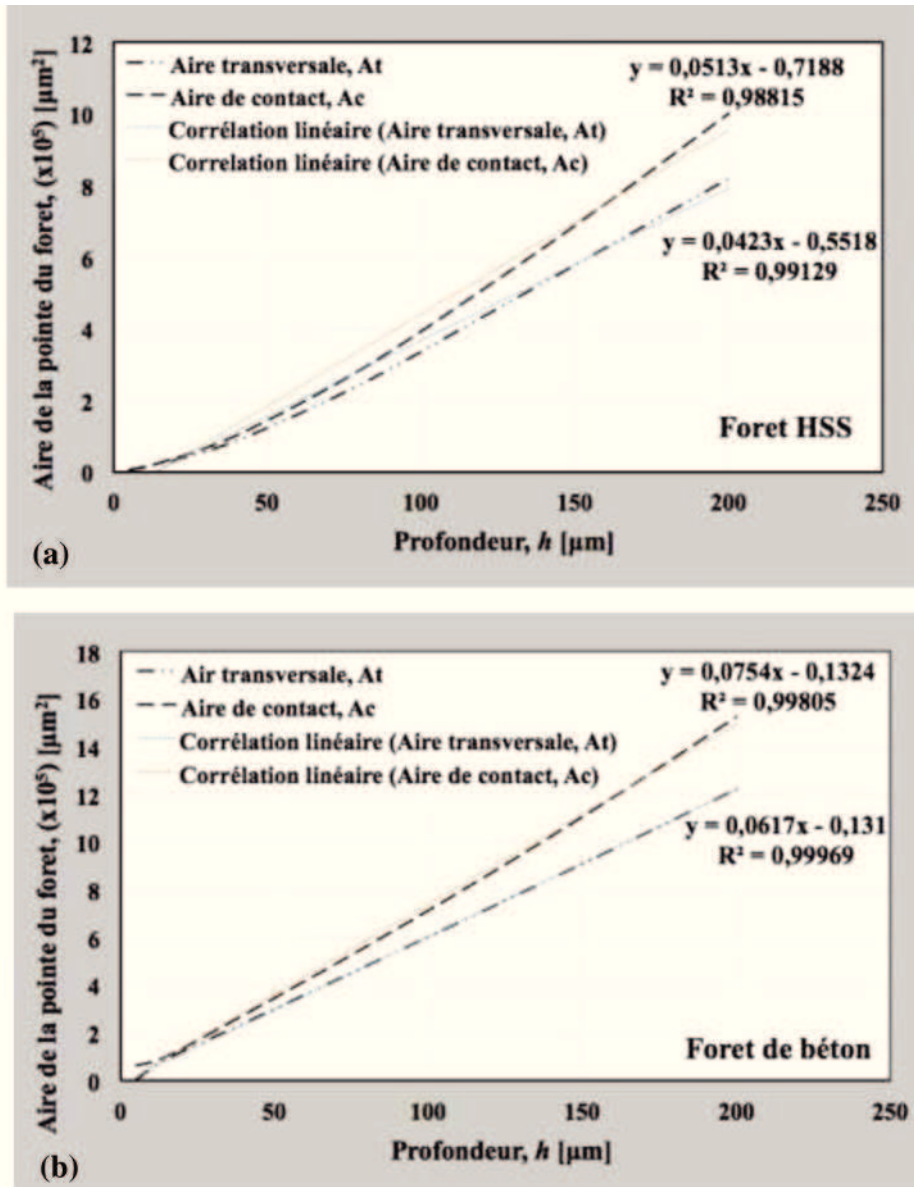
appliquée (200 N, 300 N et 400 N) et selon les duretés du dépôt et du foret. Ce phénomène peut être lié à la présence de débris produit et leur effet sur le régime de contact entre le foret et le dépôt qui à long terme se dissipe.

Afin de vérifier la profondeur réelle perforée, la profondeur des trous, obtenus après les essais de perforation pendant 300 s sous différentes charges, ont été mesurés après le retrait de la charge par contact avec une pointe couplée à un capteur digital. Les valeurs des profondeurs des trous de perforation pour les deux types de foret et pour les différents dépôts élaborés par projection plasma ont été regroupées dans le **Tableau 18**.

**Tableau 18.** Profondeurs des trous obtenus après des essais de perforation de 300 s pour différentes charges sur des dépôts élaborés par projection plasma.

Dépôt	Profondeur de perforation [ $\mu\text{m}$ ]			
	Foret HSS			Foret maçonnerie
	Charge appliquée			
	200 N	300 N	400 N	400 N
A <sup>E</sup>	74 ± 4	61 ± 4	65 ± 18	253 ± 87
T <sup>E</sup>	71 ± 7	108 ± 3	76 ± 38	376 ± 51
AT <sub>15</sub> <sup>F</sup>	31 ± 10	29 ± 5	46 ± 11	215 ± 101
AT <sub>43</sub> <sup>E</sup>	125 ± 57	168 ± 38	214 ± 21	395 ± 51
Z <sup>F</sup>	89 ± 18	141 ± 35	233 ± 36	383 ± 162
AZ <sup>F</sup>	98 ± 3	129 ± 12	131 ± 31	357 ± 84

Le contact initial correspondant à la première étape des essais de perforation (zone 1 des courbes de la profondeur de perforation apparente en fonction du temps, cf. **Figure 61**) s'apparente à l'indentation produite par le foret sur la surface du dépôt. Comme pour la méthode statique, on peut alors définir des « indices de dureté dynamique – ID<sub>d</sub> » à partir des rapports entre la charge appliquée et les aires, de contact et transversale des pointes des forets, P/A<sub>c</sub> et P/A<sub>t</sub> respectivement, ce qui donne des indices de dureté ID<sub>dc</sub> et ID<sub>dt</sub>. Une modélisation numérique de la géométrie des forets HSS et de maçonnerie a été réalisée pour déduire les rapports des aires de contact et transversale en fonction de la profondeur h (cf. **Figure 63**).



**Figure 63.** Aires de contact et de la section transversale en fonction de la hauteur de la pointe du foret : (a) foret HSS, et (b) foret de béton.

Les indices  $ID_{dc}$  et  $ID_{dt}$ , correspondant aux rapports  $P/A_c$  et  $P/A_t$  des essais dynamiques, ont été reliés aux microduretés Vickers  $HV_{3N}$  de la surface de chaque dépôt par l'équation 43 et l'équation 44 :

$$HV_{micro} = k_7 \left( \frac{P}{A_c} \right) \quad \text{équation 43}$$

$$HV_{micro} = k_8 \left( \frac{P}{A_t} \right) \quad \text{équation 44}$$

Où les constantes  $k_7$  et  $k_8$  correspondent à la moyenne des coefficients de proportionnalité calculés pour le rapport entre la microdureté Vickers (cf. **Tableau 10**)



et les indices de dureté dynamiques de chaque dépôt. Les valeurs de ces constantes en fonction de la charge appliquée sont reportées dans le **Tableau 19**.

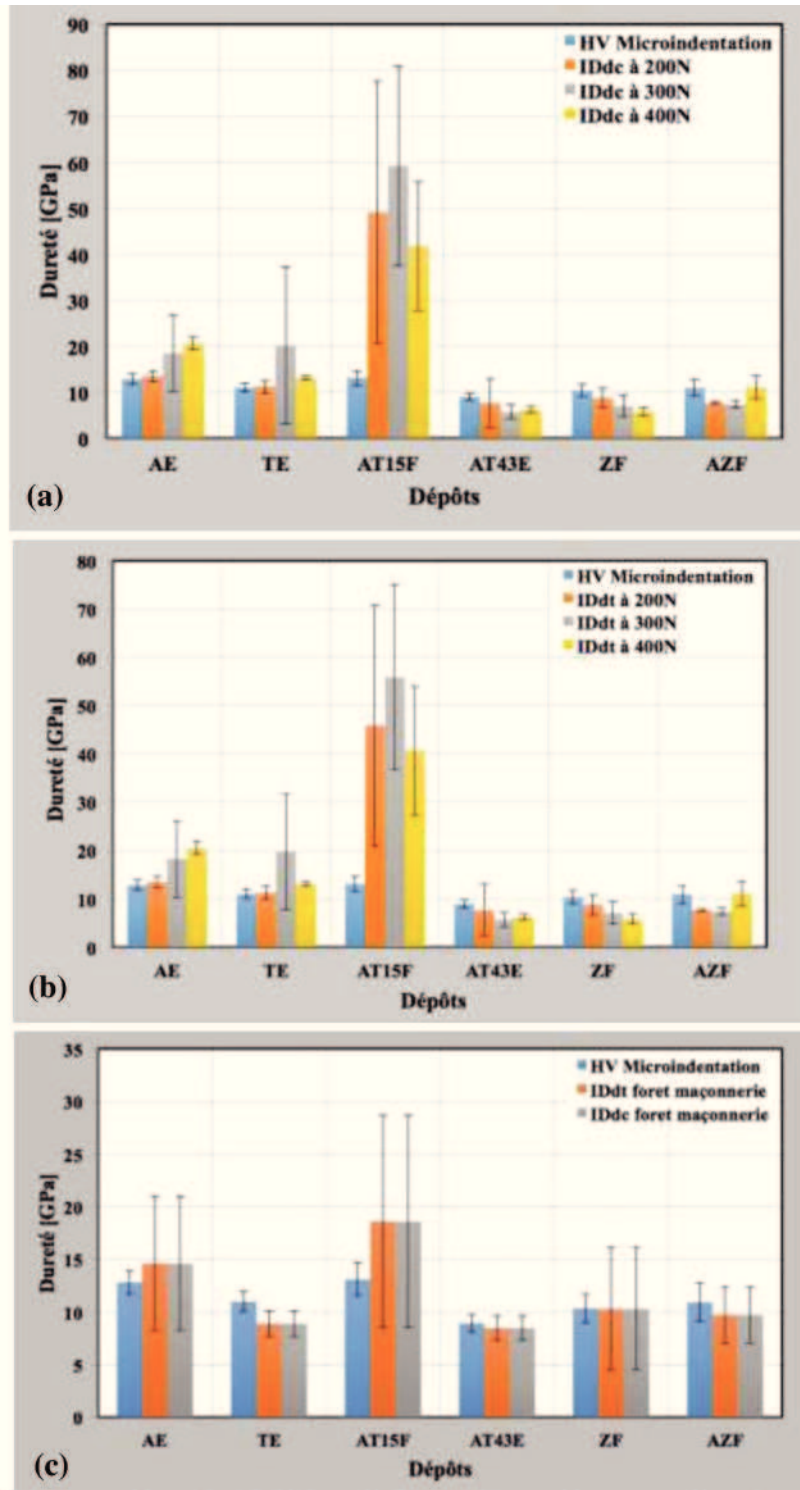
**Tableau 19.** Constantes de proportionnalité entre la microdureté Vickers et les indices de dureté dynamiques.

Foret	Charge, P [N]	k7	k8
HSS	200	16,3	13,7
	300	14,3	12,0
	400	15,8	13,2
Maçonnerie	400	62,1	50,7

La comparaison des indices de dureté dynamiques ainsi calculés et les microduretés Vickers des différents dépôts sont présentés dans la **Figure 64**.

La **Figure 64-a** et **-b** montre une bonne corrélation entre les microduretés Vickers mesurés pour les dépôts et les indices  $ID_{dc}$  et  $ID_{dt}$  sauf pour le dépôt AT15<sup>F</sup>. La différence pour ce dépôt peut s'expliquer par sa dureté supérieure aux autres dépôts étudiés et donc une usure excessive des forets HSS utilisés pour sa perforation, ce qui peut entraîner une profondeur de trou percé plus faible par rapport aux autres dépôts et conduire à la surestimation des indices de dureté dynamique  $ID_d$  calculés. D'autant plus que cette surestimation des  $ID_d$  de l'échantillon AT15<sup>F</sup> est moins marquée lorsque la charge appliquée de 400 N est plus importante, que ce soit avec le foret HSS ou avec le foret utilisé pour la maçonnerie (cf. **Figure 64-c**) étant donné que celui-ci a une dureté supérieure à celle du foret HSS et donc une résistance à l'usure abrasive supérieure qui est la principale cause de cette surestimation des indices  $ID_d$ .

La **Figure 64** montre que les écarts-types des indices de dureté dynamiques  $ID_d$  sont plus importants que ceux des microduretés Vickers, ce qui indique que la méthode de perforation dynamique ne peut être utilisée que pour déterminer des indices de dureté approximatifs du fait des hautes variations des résultats qui sont le résultat de phénomènes tribologiques entre la pointe des forets, les matériaux des dépôts et les débris produits.



**Figure 64.** Comparaison des Indices de Dureté dynamiques et duretés mesurées par indentation Vickers : (a) foret HSS à partir de l'aire  $A_c$ , (b) foret HSS à partir de l'aire  $A_q$ , (c) foret pour la maçonnerie à partir des aires  $A_c$  et  $A_q$  sous charge de 400 N.

Des études préalables de l'effet de l'épaisseur des dépôts sur leur résistance à la perforation mécanique ont mis en évidence qu'il existe une épaisseur minimum à partir de laquelle il n'y a pas d'effet significatif du substrat sur la résistance à la perforation et donc qu'il doit être pris en compte pour avoir des résultats valides. L'épaisseur

minimum doit être telle que le foret n'arrive pas au substrat ou à son voisinage où les propriétés mécaniques, et donc la résistance à la perforation, sont affectées par les propriétés du substrat. En ce sens, les dépôts élaborés à partir des poudres de composition chimique d' $\text{Al}_2\text{O}_3 - 43\text{wt } \% \text{ TiO}_2$  requièrent des épaisseurs plus importantes que ceux élaborés à partir des poudres d' $\text{Al}_2\text{O}_3 - 15\text{wt } \% \text{ TiO}_2$  compte tenu des meilleures propriétés mécaniques de ces derniers, qui entraînent des trous de perforation moins profonds, donc l'épaisseur minimum dépend de la composition chimique du dépôt [145].

## CONCLUSIONS

L'objectif de cette thèse portait sur la mise au point d'une nouvelle méthode par perforation pour mesurer les propriétés mécaniques de revêtements élaborés par projection plasma à pression atmosphérique. L'étude a été menée sur les dépôts céramiques les plus couramment utilisés. Pour cette étude, six compositions chimiques différentes ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{TiO}_2$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3 - 15\text{wt } \% \text{ TiO}_2$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3 - 43\text{wt } \% \text{ TiO}_2$ , YSZ et YSZ-50wt %  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) identifiées comme les compositions les plus utilisées au niveau industriel pour ce type de dépôts ont été élaborées et caractérisées.

Les propriétés physico-chimiques de tous les dépôts ont été dans un premier temps mesurées. Les dépôts élaborés avaient une épaisseur comprise entre 230 et 830  $\mu\text{m}$ . Les phases cristallines et la rugosité ont été déterminées sur les surfaces brutes des dépôts tandis que la porosité a été mesurée sur des surfaces polies aussi bien sur la surface de projection que sur les sections transversales.

Les propriétés mécaniques telles que la dureté, le module d'Young et la ténacité à la fracture des dépôts, ont été mesurées aussi bien sur la surface que sur les sections transversales, en utilisant des méthodes de microindentation Vickers et Knoop. La dureté de la surface des dépôts a également été mesurée par des essais de macroindentation Vickers. Les calculs réalisés pour déterminer les propriétés mécaniques ont été conduits à partir des empreintes résiduelles produites par les indentations. L'étude de l'effet des phases cristallographiques et de la porosité sur les propriétés mécaniques, tant en surface qu'en section transversale des dépôts, a montré que la dureté et le module d'Young sont le résultat de la contribution individuelle des propriétés de chaque phase constituant les dépôts et sont altérées négativement par le taux de porosité. Ce résultat a été validé par la méthode des mélanges où les duretés Vickers et les modules d'Young ont été calculés en fonction des pourcentages volumiques des phases et du taux de porosité de la structure des dépôts. Les résultats des calculs sont en accord avec les mesures expérimentales par indentation, ce qui confirme que les propriétés mécaniques sont sensibles aux caractéristiques physico-chimiques des dépôts.

L'influence de l'anisotropie des dépôts élaborés par projection plasma a également été étudiée au niveau des propriétés mécaniques, la dureté, le module d'Young et la ténacité à la

fracture. Il a été constaté que les propriétés mécaniques mesurées sur la surface des dépôts étaient plus élevées (entre 4 et 36 %) que celles mesurées sur les sections transversales.

Les résultats obtenus pour la caractérisation des phases cristallines et les propriétés physiques et mécaniques (dureté et module d'Young) des dépôts ont été comparés avec les travaux d'autres auteurs et sont similaires aux résultats obtenus pour des matériaux semblables.

L'effet des différentes phases et de la porosité contenues dans les dépôts, élaborés par projection plasma, sur leur ténacité à la fracture, déterminée par des essais de microindentation, n'a pas pu être évalué dans ce travail du fait de la connaissance insuffisante de la contribution de chaque phase cristalline sur la ténacité. Il n'a donc pas été possible de comparer les résultats obtenus avec la littérature, d'ailleurs assez pauvre sur ce sujet. De plus, du fait du grand nombre de modèles mathématiques existants pour calculer la ténacité à la fracture, les conditions d'essai sont très variées (différentes charges de l'essai pour différents types et tailles de fissures) il est alors très difficile de trouver dans la littérature des résultats sous des conditions identiques d'essais pour des matériaux tels que ceux étudiés dans ce travail et utilisant la même équation pour le calcul de la ténacité à la fracture.

Dans un deuxième temps, la résistance à la perforation de la surface des dépôts élaborés par projection plasma a été étudiée au moyen d'essais statiques (indentation par un foret sans rotation) et dynamiques (foret en rotation). Pour ce faire, une perceuse à colonne a été équipée avec des capteurs de mesure de charge, de vitesse de rotation du foret et de pénétration de la pointe du foret dans la surface des dépôts.

Les essais statiques ont permis d'établir que la résistance à la pénétration du foret, dans chaque dépôt élaboré par projection plasma, est directement liée à la charge appliquée et inversement proportionnelle à l'aire de contact de la pointe du foret ( $A_c$ ) avec la surface de l'échantillon et à l'aire de la section transversale du foret ( $A_t$ ) correspondant à la profondeur de pénétration du foret dans le dépôt. Les rapports entre la charge appliquée et l'aire de contact ( $P/A_c$ ), d'une part, et, entre la charge appliquée et l'aire de la section transversale ( $P/A_t$ ), d'autre part, peuvent être utilisés comme indices de dureté. Ils donnent des valeurs élevées lorsque la charge appliquée est faible et diminuent à mesure que celle-ci augmente, jusqu'à montrer une tendance asymptotique appelée dans cette étude « indice de dureté permanent » des dépôts. La valeur de la charge appliquée pour laquelle les rapports

P/A changent de comportement a été appelée « charge critique » et notée  $P_c$ . Cette dernière correspond à la charge à partir de laquelle il est possible de déterminer les propriétés mécaniques des dépôts et de les comparer avec les résultats des essais d'indentation Vickers. La valeur élevée des rapports P/A à faibles charges (< 70 N) est due aux charges insuffisantes pour que la pointe du foret indente de manière effective la surface du dépôt. Il est donc nécessaire d'appliquer une charge plus importante pour que le rapport P/A puisse devenir un indicateur de dureté du matériau. Au contraire, pour des charges plus faibles que la charge critique, le comportement des dépôts correspond à la réponse élastique du matériau et non pas à leur résistance à la pénétration.

Les valeurs des indices de dureté permanents, ainsi calculés pour tous les dépôts, ont montré qu'il existait une relation avec les valeurs de macrodureté et de microdureté Vickers. Des constantes de proportionnalité ont pu alors être calculées entre les différentes duretés mesurées (macro et micro) sur la surface des dépôts et les indices de duretés calculées. Les constantes obtenues ont des valeurs similaires pour les différents dépôts, ce qui a permis de conclure que ces constantes étaient indépendantes du matériau, dans le cas des matériaux étudiés. Il a donc été proposé une seule valeur de chaque constante qui a été déduite à partir de la moyenne des constantes de chaque dépôt.

Le produit des indices de dureté des dépôts par leurs constantes de proportionnalité ont permis de définir la « dureté par perforation statique », notée  $HD^S$ . Deux duretés par perforation statique ont ainsi été définies  $HD_c^S$  et  $HD_t^S$ , selon que le calcul a été fait, respectivement, à partir du rapport P/A<sub>c</sub> ou P/A<sub>t</sub> respectivement. Pour les deux types de dureté par perforation calculés, des valeurs similaires ont été trouvées. Par ailleurs, les résultats de cette dureté par perforation étaient plus proches des valeurs de la microdureté Vickers que de celles de la macrodureté, ce qui met en évidence la sensibilité de la dureté déterminée par la résistance à la perforation aux mêmes facteurs que la microdureté Vickers, c'est-à-dire aux phases et à la porosité présentes dans les dépôts.

Les écarts-types de la dureté par perforation statique,  $HD^S$ , calculés sont plus faibles que ceux des microduretés Vickers mesurées. En revanche, ils présentent des valeurs similaires par rapport à ceux de la macrodureté Vickers, ce qui peut indiquer que la dureté par perforation statique  $HD^S$ , en plus d'être sensible aux mêmes facteurs que la microdureté Vickers, présente une reproductibilité similaire à celle de la macrodureté Vickers. Ce fait peut être expliqué par des indentations réalisées avec des forets qui affectent un volume de

matériau similaire à celui affecté lors de la macroindentation, d'une part, et par l'échelle de l'indentation plus importante que l'échelle de la structure des dépôts, d'autre part, ce qui confirme le fait que le matériau montre un comportement homogène à l'échelle de la macrodureté.

La profondeur des empreintes résiduelles produites lors des essais de résistance à la perforation statique a été déterminée et a donné des valeurs entre 13 et 70 % plus faibles que les profondeurs mesurées lors des essais de perforation, directement liées à la récupération élastique que subissent les dépôts après le retrait de la charge appliquée. En prenant en compte que l'application de charges inférieures à la charge critique de chaque dépôt mène à un contact insuffisant entre la pointe du foret et la surface des dépôts pour indenter le matériau et produire une déformation plastique, il a été observé que lors de cette étape le comportement mécanique du matériau était piloté par la déformation élastique des dépôts. En conséquence, par analogie avec les indices de dureté, deux indices d'élasticité, notés  $i_{Ec}$  et  $i_{Et}$ , ont été définis pour chaque dépôt, respectivement, à partir des rapports  $\Delta P/\Delta A_c$  et  $\Delta P/\Delta A_t$ , respectivement.

Les valeurs des indices d'élasticité,  $i_{Ec}$  et  $i_{Et}$ , des dépôts élaborés par projection plasma ont mis en évidence une relation avec les valeurs du module d'Young calculés à partir des résultats de microindentation Knoop réalisée sur la surface des dépôts et ont permis de déterminer des constantes de proportionnalité. Toutes les valeurs des constantes  $k_c$  et  $k_t$  étaient similaires, montrant qu'elles ne dépendaient pas du matériau pour lequel elles ont été calculées. Il a donc été proposé une valeur unique de  $k_c$  et une valeur unique de  $k_t$  calculées en considérant de la moyenne des constantes de tous les dépôts.

Le produit des indices d'élasticité des dépôts par les constantes de proportionnalité ont permis de définir un « *module d'élasticité par perforation statique* »  $E_c^S$  ou  $E_t^S$  en fonction du calcul à partir respectivement de l'aire de contact ou de l'aire transversale respectivement. Les valeurs de  $E^S$  calculées à partir du rapport  $\Delta P/\Delta A_c$  étaient proches de celles calculées à partir de  $\Delta P/\Delta A_t$ . Il a été également observé que les valeurs des  $E^S$  étaient similaires aux valeurs du module d'Young déterminées à partir des microindentations Knoop, ce qui met en évidence que ces indices sont aussi sensibles aux contributions des propriétés des phases et à l'effet négatif des pores sur les propriétés mécaniques des dépôts, comme cela a été observé pour les essais de microindentation.



Les écarts-types des résultats obtenus pour  $E^S$  sont inférieurs à ceux des valeurs du module d'Young déterminées par microindentation Knoop. Ce résultat a été expliqué par des indentations, réalisées avec un foret, qui affectent un volume de matériau supérieur à celui affecté lors des essais de microindentation et donc le résultat est moins sensible aux variations ponctuelles de la surface du dépôt.

D'autre part, l'application d'une charge d'environ 45 N à chaque pas lors de l'étape de charge a produit des fissures et, pour certains cas, des écaillages et des zones de glissement au point de contact entre le foret et la surface de l'échantillon. Ce phénomène a été également observé avec des charges plus faibles que la charge critique ou avec la charge maximale lors de la réalisation des essais avec des pas de charge de 22 N. Les fissures, les écaillages et les points de glissement du matériau semblent avoir une relation avec le changement de l'inclination de la pente de la courbe charge – profondeur. Les fissures et les écaillages ont tendance à diminuer la capacité du matériau à résister à l'application de la charge par le foret ce qui réduit la pente de la courbe charge – décharge, alors que le glissement est produit par une haute résistance du matériau à l'indentation ce qui se traduit par l'augmentation de la pente de la courbe.

Les résultats des essais de perforation dynamique ont mis en évidence 4 étapes lors de la perforation, qui se développent à partir du moment où a lieu le contact entre la pointe du foret et la surface du dépôt. La première étape correspond à l'indentation, avant que le foret ne soit mis en rotation à la surface de l'échantillon. La deuxième étape correspond au moment où le foret commence la rotation et coupe le matériau du dépôt pour produire un trou jusqu'à la perte du fil du foret. La troisième étape correspond à l'usure conjointe du foret et de la surface de l'échantillon à cause des phénomènes de contact – glissement qui a lieu entre eux. Et dans la quatrième étape, les débris générés par l'usure du foret et de la surface du dépôt produisent une couche qui croît et éloigne la pointe du foret de la surface du trou perforé. Il a été observé que la croissance de cette couche de débris était plus importante dans les trous perforés sur des dépôts plus doux (comme c'était le cas pour le dépôt AT43<sup>E</sup> qui a une dureté de  $8,9 \pm 0,8$  GPa) avec le foret HSS (qui a une dureté de  $8,0 \pm 0,2$  GPa). La profondeur finale du trou perforé est principalement affectée par la résistance du dépôt aussi bien à l'indentation qu'au coupage par la pointe du foret.

La résistance des dépôts à l'indentation et au coupage par le foret est directement proportionnelle à leurs duretés et donc, la profondeur du trou perforé peut être reliée aux propriétés des dépôts.

Les essais de perforation dynamique réalisés en appliquant des charges de 200 et 300 N avec un foret HSS sur la surface des échantillons ont montré que pour les dépôts plus durs (dépôts d'alumine A<sup>E</sup> et alumine/oxyde de titane AT15<sup>F</sup>, avec des microduretés Vickers en surface de  $12,8 \pm 1,1$  GPa et  $13,1 \pm 1,6$  GPa respectivement) la charge n'a pas été suffisante pour avoir une indentation et un coupage effectif de ces dépôts. Au contraire, ces matériaux, plus durs que le foret, ont provoqué une usure excessive du foret et ont donné des trous peu profonds qui peuvent conduire à une surestimation de la dureté des dépôts. La surestimation de la dureté se voit réduite lorsque la charge appliquée est plus importante (400 N) aussi bien en utilisant des forets en acier HSS que des forets pour la maçonnerie. Par ailleurs, pour les dépôts moins durs (AT43<sup>E</sup>) perforés avec un foret HSS, la méthode utilisée pour calculer les constantes de proportionnalité entre les indices  $i_c$  et  $i_t$  et la microdureté Vickers sur la surface de l'échantillon ont conduit généralement à une sous estimation de la dureté calculée à partir des résultats de perforation dynamique.

La faible usure subit par le foret de maçonnerie lors de l'indentation et le coupage des échantillons pendant les essais dynamiques est due à leur dureté ( $13,6 \pm 0,7$  GPa) supérieure à la dureté des dépôts, ce qui permet d'avoir une meilleure corrélation entre la dureté par perforation statique HD<sup>S</sup> des dépôts et la microdureté Vickers mesurée sur la surface.

## PERSPECTIVES

Les travaux de recherche réalisés au cours de cette thèse ont montré qu'il était possible d'utiliser des essais de perforation pour mesurer les propriétés mécaniques des dépôts céramiques élaborés par projection plasma. Néanmoins, ces travaux pionniers, dans ce domaine, nécessiteraient d'être complétés, il serait intéressant de :

- déterminer la quantité de fissures pour évaluer leur effet sur les propriétés mécaniques et donc sur les propriétés déterminées par la résistance à la perforation statique et dynamique.
- étudier la ténacité à la fracture par la résistance à la perforation et proposer un modèle mathématique.
- étendre l'application de la méthode de la résistance à la perforation pour déterminer les propriétés mécaniques d'autres compositions chimiques de dépôts élaborés par projection thermique.
- étudier les phénomènes tribologiques impliqués lors de la perforation dynamique pour proposer un modèle mathématique pour le frottement, l'usure abrasive et d'autres paramètres d'usure.
- valider la méthode de résistance à la perforation pour la détermination de propriétés mécaniques pour des matériaux céramiques massifs.

## RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [1] ASTM C28 Committee, “ASTM C1327-Test Method for Vickers Indentation Hardness of Advanced Ceramics,” 2008.
- [2] ASTM C28 Committee and A. C. Committee, “ASTM C1326-Standard Test Method for Knoop Indentation Hardness of Advanced Ceramics,” 2013.
- [3] W. C. Oliver and G. M. Pharr, “Improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments,” *J. Mater. Res.*, vol. 7, no. 6, pp. 1564–1583, 1992.
- [4] W. C. Oliver and G. M. Pharr, “Measurement of hardness and elastic modulus by instrumented indentation: Advances in understanding and refinements to methodology,” *J. Mater. Res.*, vol. 19, no. 1, pp. 3–20, 2004.
- [5] D. Chicot, G. Duarte, A. Tricoteaux, B. Jorgowski, A. Leriche, and J. Lesage, “Vickers Indentation Fracture (VIF) modeling to analyze multi-cracking toughness of titania, alumina and zirconia plasma sprayed coatings,” *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 527, no. 1–2, pp. 65–76, Dec. 2009.
- [6] D. Chicot and A. Tricoteaux, “Mechanical properties of ceramics by indentation: principle and applications,” *Ceram. Mater.*, pp. 115–153, 2010.
- [7] P. Araujo, D. Chicot, M. Staia, and J. Lesage, “Residual stresses and adhesion of thermal spray coatings,” *Surf. Eng.*, vol. 21, no. 1, pp. 35–40, 2005.
- [8] R. S. Lima and B. R. Marple, “From APS to HVOF spraying of conventional and nanostructured titania feedstock powders: A study on the enhancement of the mechanical properties,” *Surf. Coatings Technol.*, vol. 200, no. 11, pp. 3428–3437, 2006.
- [9] R. S. Lima, A. Kucuk, and C. C. Berndt, “Evaluation of microhardness and elastic modulus of thermally sprayed nanostructured zirconia coatings,” *Surf. Coatings Technol.*, vol. 135, no. 2–3, pp. 166–172, 2001.
- [10] J.-J. L. Ju-Wan Lima H. Ahn, K.-T. Rie, “Mechanical properties of TiNyTiB2 multilayers deposited by plasma enhanced chemical vapor deposition,” *Surf. Coatings Technol.*, vol. 174–175, pp. 720–724, 2003.
- [11] R. S. Lima, S. E. Kruger, G. Lamouche, and B. R. Marple, “Elastic Modulus Measurements via Laser-Ultrasonic and Knoop Indentation Techniques in Thermally Sprayed Coatings,” *J. Therm. Spray Technol.*, vol. 14, no. March, pp. 52–60, Mar. 2005.
- [12] G. R. Anstis, P. Chantikul, B. R. Lawn, and D. B. Marshall, “A critical evaluation of indentation techniques for measuring fracture toughness: I, direct crack measurements,” *J. Am. Ceram. Soc.*, vol. 64, no. 9, pp. 533–538, 1981.
- [13] D. Chicot, I. Hage, P. Demarecaux, and J. Lesage, “Elastic properties determination from indentation tests,” *Surf. Coatings Technol.*, vol. 81, no. 2, pp. 269–274, 1996.
- [14] D. Chicot, H. Ageorges, M. Voda, G. Louis, M. A. Ben Dhia, C. C. Palacio, and S. Kossman, “Hardness of thermal sprayed coatings: Relevance of the scale of measurement,” *Surf. Coatings Technol.*, vol. 268, pp. 173–179, 2015.
- [15] C. C. Palacio, H. Ageorges, F. Vargas, and A. F. Díaz, “Effect of the mechanical properties on drilling resistance of Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>–TiO<sub>2</sub> coatings manufactured by atmospheric plasma spraying,” *Surf. Coatings Technol.*, vol. 220, Apr. 2013.
- [16] F. Vargas, “Élaboration de couches céramiques épaisses à structures micrométriques et nanométriques par projections thermiques pour des applications tribologiques,” Limoges, 2010.

- [17] F. Vargas, H. Ageorges, P. Fournier, P. Fauchais, and M. E. Lopez, "Mechanical and tribological performance of Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-TiO<sub>2</sub> coatings elaborated by flame and plasma spraying," *Surf. Coatings Technol.*, vol. 205, no. 4, pp. 1132–1136, Nov. 2010.
- [18] G. Mauvoisin, O. Bartier, A. Nayebi, and R. El Abdi, "Mesure du profil de dureté par perçage des aciers traités en surface : principe, applications et limitations," *Mécanique Ind.*, vol. 4, no. 5, pp. 525–530, Oct. 2003.
- [19] G. Mauvoisin and F. Chagneau, "De l'analyse de la résistance interne par perçage à la détermination du profil de dureté des aciers traités en surface," *Comptes Rendus l'Académie des Sci. - Ser. IIB - Mech.*, vol. 327, no. 1, pp. 19–24, Jan. 1999.
- [20] G. Mauvoisin, O. Bartier, R. El Abdi, and A. Nayebi, "Influence of material properties on the drilling thrust to hardness ratio," *Int. J. Mach. Tools Manuf.*, vol. 43, no. 8, pp. 825–832, Jun. 2003.
- [21] J.-M. Mimoso and D. M. Rodrigues Costa, "New DRMS drilling technique for the laboratory," 2005.
- [22] J.-M. Mimoso and D. R. Costa, "A new technique for using the DRMS in hard materials. Application to the study of the consolidation action," Jan. 2014.
- [23] M. Pamplona, M. Kocher, R. Snethlage, and L. A. Barros, "Drilling resistance: overview and outlook," *Zeitschrift der Dtsch. Gesellschaft für Geowissenschaften*, vol. 158, no. 3, Sep. 2007.
- [24] J. Delgado Rodrigues, A. Ferreira Pinto, and D. Rodrigues da Costa, "Tracing of decay profiles and evaluation of stone treatments by means of microdrilling techniques," *J. Cult. Herit.*, vol. 3, no. 2, pp. 117–125, 2002.
- [25] J. Delgado Rodrigues and D. Costa, "A new method for data correction in drill resistance tests for the effect of drill bit wear," *Int. J. Restor. Build. Monum.*, vol. 10, pp. 219–236, 2004.
- [26] P. Fauchais and A. Vardelle, "Thermal Sprayed Coatings Used Against Corrosion and Corrosive Wear," *Adv. Plasma Spray Appl.*, pp. 3–38, 2012.
- [27] L. Pawlowski, *The science and engineering of thermal spray coatings*, Second. Chichester: Wiley, 2008.
- [28] Glass Canada magazine, *Thermal spray as a sputter target production method*. 2007.
- [29] S. Beauvais, V. Guipont, F. Borit, M. Jeandin, M. Espanol, K. A. Khor, A. Robisson, and R. Saenger, "Process-microstructure-property relationships in controlled atmosphere plasma spraying of ceramics," *Surf. Coatings Technol.*, vol. 183, no. 2–3, pp. 204–211, 2004.
- [30] H. Gruner, "Vacuum plasma spray quality control," *Thin Solid Films*, vol. 118, no. 4, pp. 409–420, 1984.
- [31] C. I. Sarafoglou, D. I. Pantelis, S. Beauvais, and M. Jeandin, "Study of Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> coatings on AISI 316 stainless steel obtained by controlled atmosphere plasma spraying (CAPS)," *Surf. Coatings Technol.*, vol. 202, no. 1, pp. 155–161, 2007.
- [32] P. Fauchais, J. R. Heberlein, and M. Boulos, "D.C. Plasma Spraying," Springer US, 2014.
- [33] R. B. Heimann, *Plasma-spray coating*. Wiley. com, 2008.
- [34] P. Fauchais, J. R. Heberlein, and M. Boulos, "Fundamentals of Combustion and Thermal Plasma," Springer US, 2014.
- [35] P. L. Fauchais, J. R. V. R. R. Heberlein, and M. I. Boulos, "Overview of Thermal Spray," in *Thermal Spray Fundamentals*, Boston, MA, MA: Springer US, 2014, pp. 17–72.
- [36] P. Fauchais, J. R. Heberlein, and M. Boulos, "Surface Preparation," Springer US, 2014.
- [37] P. Fauchais, J. R. Heberlein, and M. Boulos, "Conventional Coating Formation," Springer US, 2014.

- [38] H. Ageorges and P. Fauchais, "Plasma spraying of stainless-steel particles coated with an alumina shell," *Thin Solid Films*, vol. 370, no. 1–2, Jul. 2000.
- [39] J. Cedelle, M. Vardelle, and P. Fauchais, "Influence of stainless steel substrate preheating on surface topography and on millimeter- and micrometer-sized splat formation," *Surf. Coatings Technol.*, vol. 201, no. 3–4, Oct. 2006.
- [40] P. L. Fauchais, J. V. R. Heberlein, and M. I. Boulos, "Overview of Thermal Spray," in *Thermal Spray Fundamentals*, Boston, MA: Springer US, 2014, pp. 17–72.
- [41] M. Metallizing, "Arc Metallizing."
- [42] P. S. Santos, H. S. Santos, and S. P. Toledo, "Standard transition aluminas. Electron microscopy studies," *Mater. Res.*, vol. 3, 2000.
- [43] M. Sridharan, M. Sillassen, J. Böttiger, J. Chevallier, and H. Birkedal, "Pulsed DC magnetron sputtered Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> films and their hardness," *Surf. Coatings Technol.*, vol. 202, no. 4–7, Dec. 2007.
- [44] P. P. Bandyopadhyay, D. Chicot, B. Venkateshwarlu, V. Racherla, X. Decoopman, and J. Lesage, "Mechanical properties of conventional and nanostructured plasma sprayed alumina coatings," *Mech. Mater.*, vol. 53, Oct. 2012.
- [45] K. A. Habib, J. J. Saura, C. Ferrer, M. S. Damra, E. Gimenez, and L. Cabedo, "Comparison of flame sprayed Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/TiO<sub>2</sub> coatings: Their microstructure, mechanical properties and tribology behavior," *Surf. Coatings Technol.*, vol. 201, no. 3–4, pp. 1436–1443, Oct. 2006.
- [46] R. Yılmaz, A. O. Kurt, A. Demir, and Z. Tatlı, "Effects of TiO<sub>2</sub> on the mechanical properties of the Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>–TiO<sub>2</sub> plasma sprayed coating," *J. Eur. Ceram. Soc.*, vol. 27, no. 2–3, Jan. 2007.
- [47] F. Vargas, "Élaboration de couches céramiques épaisses à structures micrométriques et nanométriques par projections thermiques pour des applications tribologiques," Limoges, 2010.
- [48] Y. Xing, Q. Wei, and J. Hao, "The fracture toughness of alumina coatings plasma-sprayed at different in situ temperatures," *Ceram. Int.*, vol. 38, no. 6, pp. 4661–4667, 2012.
- [49] P. Fauchais, J. R. Heberlein, and M. Boulos, "Plasma-Transferred Arc," Springer US, 2014.
- [50] K. Brinkiene, R. Keželis, J. Česniene, V. Mečius, K. Brinkienė, R. Kėzelis, J. Cėsnienė, V. Mėcius, K. Brinkiene, R. Keželis, J. Česniene, V. Mečius, K. Brinkienė, R. Kėzelis, J. Cėsnienė, V. Mėcius, K. Brinkiene, R. Keželis, J. Česniene, and V. Mečius, "Evaluation of wear resistance of plasma sprayed ceramic coatings," *Medziagotyra*, vol. 15, no. 4, pp. 1392–1320, 2009.
- [51] J. Wilkes, Y.-C. Hagedorn, W. Meiners, and K. Wissenbach, "Additive manufacturing of ZrO<sub>2</sub>-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ceramic components by selective laser melting," *Rapid Prototyp. J.*, vol. 19, no. Iss: 1, 2013.
- [52] R. Felicetti, "The drilling resistance test for the assessment of fire damaged concrete," *Cem. Concr. Compos.*, vol. 28, no. 4, Apr. 2006.
- [53] D. Tabor, "The hardness of solids," *Rev. Phys. Technol.*, vol. 1, no. 3, p. 145, 1970.
- [54] GORDON ENGLAND, *Hardness Testing*. 1999.
- [55] M. M. Yovanovich, "Micro and macro hardness measurements, correlations, and contact models," 2006, pp. 1–28.
- [56] J. L. Loubet, M. Bauer, A. Tonck, S. Bec, and B. Gauthier-Manuel, "Nanoindentation with a Surface Force Apparatus," in *Mechanical Properties and Deformation Behavior of Materials Having Ultra-Fine Microstructures*, M. Nastasi, D. M. Parkin, and H. Gleiter, Eds. Dordrecht: Springer Netherlands, 1993, pp. 429–447.
- [57] G. Hochstetter, A. Jimenez, and J. L. Loubet, "Strain-rate effects on hardness of glassy

- polymers in the nanoscale range. Comparison between quasi-static and continuous stiffness measurements,” *J. Macromol. Sci. Part B*, vol. 38, no. 5–6, pp. 681–692, 1999.
- [58] S. R. Low, NIST SP - 960-5 Practice Guide Rockwell Hardness Measurement of Metallic Materials. NIST National Institute of Standards and Technology, 2001.
- [59] A. C. Fischer-Cripps, “Nanoindentation Testing,” vol. 1, New York, NY: Springer New York, 2011, pp. 21–37.
- [60] ASTM International, ASTM E384-11 Standard Test Method for Knoop and Vickers Hardness of Materials. 2011.
- [61] M. M. Dhaigude, “Anvil effect in spherical indentation testing on sheet metal,” 2006.
- [62] D. Chicot, D. Mercier, F. Roudet, K. Silva, M. H. Staia, and J. Lesage, “Comparison of instrumented Knoop and Vickers hardness measurements on various soft materials and hard ceramics,” *J. Eur. Ceram. Soc.*, vol. 27, no. 4, pp. 1905–1911, 2007.
- [63] I. J. McColm, *Ceramic Hardness*. New York, NY: Plenum Press, 1990.
- [64] M. F. Doerner and W. D. Nix, “A method for interpreting the data from depth-sensing indentation instruments,” *J. Mater. Res.*, vol. 1, no. 4, pp. 601–609, 1986.
- [65] D. Chicot, M. Yetna N’Jock, E. S. Puchi-Cabrera, A. Iost, M. H. Staia, G. Louis, G. Bouscarrat, and R. Aumaitre, “A contact area function for Berkovich nanoindentation: Application to hardness determination of a TiHfCN thin film,” *Thin Solid Films*, vol. 558, pp. 259–266, 2014.
- [66] D. B. Marshall, T. Noma, and A. G. Evans, “A Simple Method for Determining Elastic-Modulus-to-Hardness Ratios using Knoop Indentation Measurements,” *J. Am. Ceram. Soc.*, vol. 65, no. 10, pp. c175–c176, 1982.
- [67] C. B. Ponton and R. D. Rawlings, “Vickers indentation fracture toughness test Part 1 Review of literature and formulation of standardised indentation toughness equations,” *Mater. Sci. Technol.*, vol. 5, no. 9, pp. 865–872, 1989.
- [68] A. I. ASTM C28 Committee, “ASTM C1368-10, Standard Test Method for Determination of Slow Crack Growth Parameters of Advanced Ceramics by Constant Stress-Rate Strength Testing at Ambient Temperature,” West Conshohocken, PA, 2010.
- [69] A. I. ASTM C28 Committee, “ASTM C1421-15, Standard Test Methods for Determination of Fracture Toughness of Advanced Ceramics at Ambient Temperature, ASTM International,” West Conshohocken, PA, 2015.
- [70] A. Moradkhani, H. Baharvandi, M. Tajdari, H. Latifi, and J. Martikainen, “Determination of fracture toughness using the area of micro-crack tracks left in brittle materials by Vickers indentation test,” *J. Adv. Ceram.*, vol. 2, no. 1, Apr. 2013.
- [71] C. C. Berndt, “Fracture toughness tests on plasma-sprayed coatings,” 1984.
- [72] J. J. Kruzic, D. K. Kim, K. J. Koester, and R. O. Ritchie, “Indentation techniques for evaluating the fracture toughness of biomaterials and hard tissues,” *J. Mech. Behav. Biomed. Mater.*, vol. 2, no. 4, Aug. 2009.
- [73] G. K. Beshish, C. W. Florey, F. J. Worzala, and W. J. Lenling, “Fracture toughness of thermal spray ceramic coatings determined by the indentation technique,” *J. Therm. Spray Technol.*, vol. 2, no. 1, pp. 35–38, 1993.
- [74] S. N. Dub and A. L. Maistrenko, “Reliability of Ceramic Fracture Toughness Measurements by Indentation,” vol. 10, New York, NY: Springer Science+Business Media, 1992.
- [75] B. R. Lawn, A. G. Evans, and D. B. Marshall, “Elastic/Plastic Indentation Damage in Ceramics: The Median/Radial Crack System,” *J. Am. Ceram. Soc.*, vol. 63, no. 9–10, pp. 574–581, 1980.
- [76] E. Rocha-Rangel, Fracture toughness determinations by means of indentation fracture.

INTECH Open Access Publisher, 2011.

- [77] A. G. Evans and E. A. Charles, "Fracture toughness determinations by indentation," *J. Am. Ceram. Soc.*, vol. 59.
- [78] B. R. Lawn and E. R. Fuller, "Equilibrium penny-like cracks in indentation fracture," *J. Mater. Sci.*, vol. 10, 1975.
- [79] K. Tanaka, "Elastic/Plastic Indentation Hardness and Indentation Fracture Toughness: The Inclusion Core Model," *J. Mater. Sci.*, vol. 22, no. 4, Jan. 1987.
- [80] B. R. LAWN and D. B. MARSHALL, "Hardness, Toughness, and Brittleness: An Indentation Analysis," *J. Am. Ceram. Soc.*, vol. 62, no. 7–8, pp. 347–350, Jul. 1979.
- [81] K. Niihara, "A fracture mechanics analysis of indentation-induced Palmqvist crack in ceramics," *J. Mater. Sci. Lett.*, vol. 2, no. 5, May 1983.
- [82] K. Niihara, R. Morena, and D. P. H. Hasselman, "Evaluation of KIC of brittle solids by the indentation method with low crack-to-indent ratios," *J. Mater. Sci. Lett.*, vol. 1, no. 1, pp. 13 – 16, Jan. 1982.
- [83] D. B. Marshall, B. R. Lawn, and A. G. Evans, "Elastic/Plastic Indentation Damage in Ceramics: The Lateral Crack System," *J. Am. Ceram. Soc.*, vol. 65, no. 11, Nov. 1982.
- [84] T. Nakamura, G. Qian, and C. C. Berndt, "Effects of Pores on Mechanical Properties of Plasma-Sprayed Ceramic Coatings," *J. Am. Ceram. Soc.*, vol. 83, no. 3, pp. 578–584, 2000.
- [85] C. K. Lin and C. C. Berndt, "Statistical analysis of microhardness variations in thermal spray coatings," *J. Mater. Sci.*, vol. 30, no. 1, pp. 111–117, 1995.
- [86] S. Nemat-Nasser and M. Hori, *Micromechanics: overall properties of heterogeneous materials*. Amsterdam: North Holland, 1993.
- [87] Y. Bar-Cohen and K. Zacny, *Drilling in extreme environments penetration and sampling on Earth and other planets*. Weinheim: Wiley-VCH, 2009.
- [88] N. B. Dahotre and S. Harimkar, *Laser Fabrication and Machining of Materials*. Springer Science & Business Media, 2008.
- [89] R. Nogueira, A. P. Ferreira Pinto, and A. Gomes, "Assessing mechanical behavior and heterogeneity of low-strength mortars by the drilling resistance method," *Constr. Build. Mater.*, vol. 68, pp. 757–768, Oct. 2014.
- [90] G. Exadaktylos, P. Tiano, and C. Filareto, "Validation of a model of rotary drilling of rocks with the drilling force measurement system," *Int. J. Restor. Build. Monum.*, vol. 6, no. 3, pp. 307–340, 2000.
- [91] E. Valentini, A. Benincasa, P. Tiano, F. Fratini, and S. Rescic, "ON SITE DRILLING RESISTANCE PROFILES OF NATURAL STONES," Jan. 2014.
- [92] J. P. (Germany). M. der Ö. A. Hirschwald, *Die Prüfung der natürlichen Bausteine auf ihre Wetterfeständigkeit*. Berlin: W. Ernst & Sohn, 1908.
- [93] S. A. Morse, "Improvement in drill-bits, US 38119 A; Patent," 38, 119.
- [94] M. Jrad, "Modélisation du perçage à grande vitesse: approches analytique, numérique et expérimentale," 2007.
- [95] F. Braymand, *Etude de la perforation par percussion de bétons: approche expérimentale et numérique*. 1996.
- [96] Home-Dzine.co.za, "HOME DZINE Home DIY | Use the right Drill Bit." [Online]. Available: <http://www.home-dzine.co.za/diy/tip-3.htm>. [Accessed: 12-Dec-2015].
- [97] Bosch, "Bosch : des solutions pour un perçage plus rapide." *Werbedruck GmbH Horst Schreckhase, Dörnbach 22, 34286 Spangenberg, Allemagne*, p. 83, 2013.
- [98] M. . Cook and P. . Bossom, "Trends and recent developments in the material manufacture and cutting tool application of polycrystalline diamond and polycrystalline cubic boron nitride," *Int. J. Refract. Met. Hard Mater.*, vol. 18, no. 2–3, pp. 147–152, Mar. 2000.



- [99] S. H. H. Hoseinie, M. Ataei, and R. Mikaiel, "Comparison of Some Rock Hardness Scales Applied in Drillability Studies," *Arab. J. Sci. Eng.*, vol. 37, no. 5, pp. 1451–1458, Apr. 2012.
- [100] G. Mauvoisin, O. Bartier, A. Nayebi, and R. El Abdi, "Determination of the Hardness Profile on Heat Treated Steels by Hole Drilling and Indentation Methods," *J. Mech. Behav. Mater.*, vol. 11, no. 6, pp. 437–456, Jan. 2000.
- [101] ASTM E04 Committee, "ASTM E1920-Guide for Metallographic Preparation of Thermal Sprayed Coatings," 2008.
- [102] ASTM, "D7127-13, Standard Test Method for Measurement of Surface Roughness of Abrasive Blast Cleaned Metal Surfaces Using a Portable Stylus Instrument," 2014.
- [103] O. Sarikaya, "Effect of some parameters on microstructure and hardness of alumina coatings prepared by the air plasma spraying process," *Surf. Coatings Technol.*, vol. 190, no. 2–3, pp. 388–393, 2005.
- [104] R. McPherson, "A review of microstructure and properties of plasma sprayed ceramic coatings," *Surf. Coatings Technol.*, vol. 39–40, no. C, pp. 173–181, 1989.
- [105] J. Ilavsky, C. C. Berndt, H. Herman, P. Chraska, and J. Dubsy, "Alumina-base plasma-sprayed materials—Part II: Phase transformations in aluminas," *J. Therm. Spray Technol.*, vol. 6, no. 4, pp. 439–444, 1997.
- [106] A. M. Rajendran, S. (Program, A. N. Science, and T. Organisation, "Production of ultrafine alpha alumina powders and fabrication of fine grained strong ceramics," *J. Mater. Sci.*, vol. 29, pp. 5664–5672, 1994.
- [107] C. LI, A. OHMORI, and R. MCPHERSON, "The relationship between microstructure and Young's modulus of thermally sprayed ceramic coatings," *J. Mater. Sci.*, vol. 32, no. 4, Feb. 1997.
- [108] D. Chuanxian, R. A. Zatorski, H. Herman, and D. Ott, "Oxide powders for plasma spraying-the relationship between powder characteristics and coating properties," *Thin Solid Films*, vol. 118, no. 4, pp. 467–475, 1984.
- [109] A. Ibrahim, Z. A. Hamid, and A. A. Aal, "Investigation of nanostructured and conventional alumina-titania coatings prepared by air plasma spray process," *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 527, no. 3, pp. 663–668, 2010.
- [110] D. Goberman, Y. H. Sohn, L. Shaw, E. Jordan, and M. Gell, "Microstructure development of Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> – 13wt .% TiO<sub>2</sub> plasma sprayed coatings derived from nanocrystalline powders," vol. 50, pp. 1141–1152, 2002.
- [111] E. H. Jordan, M. Gell, Y. H. Sohn, D. Goberman, L. Shaw, and S. Jiang, "Fabrication and evaluation of plasma sprayed nanostructured alumina – titania coatings with superior properties," vol. 301, pp. 80–89, 2001.
- [112] R. Yilmaz, A. O. Kurt, A. Demir, and Z. Tatli, "Effects of TiO<sub>2</sub> on the mechanical properties of the Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-TiO<sub>2</sub> plasma sprayed coating," *J. Eur. Ceram. Soc.*, vol. 27, no. 2–3, pp. 1319–1323, 2007.
- [113] M. H. Berger and A. Sayir, "Directional solidification of Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Al<sub>2</sub>TiO<sub>5</sub> system," *J. Eur. Ceram. Soc.*, vol. 28, no. 12, pp. 2411–2419, 2008.
- [114] M. Hirano, C. Nakahara, K. Ota, O. Tanaike, and M. Inagaki, "Photoactivity and phase stability of ZrO<sub>2</sub> -doped anatase-type TiO<sub>2</sub> directly formed as nanometer-sized particles by hydrolysis under hydrothermal conditions," *J. Solid State Chem.*, vol. 170, pp. 39–47, 2003.
- [115] D. A. H. Hanaor and C. C. Sorrell, "Review of the anatase to rutile phase transformation," *J. Mater. Sci.*, vol. 46, no. 4, pp. 855–874, 2011.
- [116] C. Lee, H. Choi, C. Lee, and H. Kim, "Photocatalytic properties of nano-structured TiO<sub>2</sub> plasma sprayed coating," *Surf. Coatings Technol.*, vol. 173, no. 2–3, pp. 192–200, 2003.

- [117] F.-L. Toma, D. Sokolov, G. Bertrand, D. Klein, C. Coddet, and C. Meunier, "Comparison of the Photocatalytic Behavior of TiO<sub>2</sub> Coatings Elaborated by Different Thermal Spraying Processes," *J. Therm. Spray Technol.*, vol. 15, no. 4, pp. 576–581, 2006.
- [118] A. Kucuk, C. C. Berndt, U. Senturk, R. S. Lima, and C. R. C. Lima, "Influence of plasma spray parameters on mechanical properties of yttria stabilized zirconia coatings. I: Four point bend test," *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 284, no. 1–2, pp. 29–40, 2000.
- [119] H. D'Amour, D. Schiferl, W. Denner, H. Schulz, and W. B. Holzapfel, "High-pressure single-crystal structure determinations for ruby up to 90 kbar using an automatic diffractometer," *J. Appl. Phys.*, vol. 49, no. 8, pp. 4411–4416, 1978.
- [120] Crystallographic Open Database, "Corundum, reference code 96-900-9674, COD database code 9009673," 2010.
- [121] D. H. Chung and W. R. Buessem, "The Voigt-Reuss-Hill (vrh) approximation and the elastic moduli of polycrystalline ZnO, TiO<sub>2</sub> (rutile) and  $\alpha$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>," *J. Appl. Phys.*, vol. 39, no. 6, pp. 2777–2782, 1968.
- [122] E. J. W. Verwey, "The Structure of the electrolytical oxide Layer on Aluminium," *Zeitschrift für Krist. - Cryst. Mater.*, vol. 91, no. 1, pp. 319–323, 1935.
- [123] Crystallographic Open Database, "Aluminium oxide - gamma, reference code 96-101-0462, COD database code 1010461," 2010.
- [124] M. R. Gallas and G. J. Piermarini, "Bulk Modulus and Young's Modulus of Nanocrystalline  $\gamma$ -Alumina," *J. Am. Ceram. Soc.*, vol. 77, no. 11, pp. 2917–2920, 1994.
- [125] Crystallographic Open Database, "Rutile, reference code 96-900-4142, COD database code 9004141," 2010.
- [126] E. P. Meagher and G. A. Lager, "Polyhedral thermal expansion in the TiO<sub>2</sub> polymorphs: refinement of the crystal structures of rutile and brookite at high temperature," *Can. Mineral.*, vol. 17, pp. 77–85, 1979.
- [127] P. Villars and K. Cenzual, Eds., "Al<sub>2</sub>TiO<sub>5</sub> (TiAl<sub>2</sub>O<sub>5</sub> ht1) Crystal Structure: Datasheet from 'LINUS PAULING FILE Multinaries Edition – 2012' in SpringerMaterials ([http://materials.springer.com/isp/crystallographic/docs/sd\\_0313714](http://materials.springer.com/isp/crystallographic/docs/sd_0313714))." Springer-Verlag Berlin Heidelberg & Material Phases Data System (MPDS), Switzerland & National Institute for Materials Science (NIMS), Japan.
- [128] D. Munz and T. Fett, *Ceramics / Mechanical properties, failure behaviour / Materials selection*, 1st editio. Berlin, 1999.
- [129] Crystallographic Open Database, "ZrO<sub>2</sub>, reference code 96-900-9920, COD database code 9009919," 2010.
- [130] E. Kisi, C. Howard, and R. Hill, "Crystal Structure of Orthorhombic Zirconia in Partially Stabilized Zircona," vol. 72, no. 9, pp. 1757–1760, 1989.
- [131] J. Lin and J. Duh, "Fracture toughness and hardness of ceria-and yttria-doped tetragonal zirconia ceramics," *Mater. Chem. Phys.*, vol. 78, pp. 253–261, 2003.
- [132] J. Luo and R. Stevens, "Porosity-dependence of elastic moduli and hardness of 3Y-TZP ceramics," *Ceram. Int.*, vol. 25, no. 3, pp. 281–286, 1999.
- [133] G. Di Girolamo, A. Brentari, C. Blasi, and E. Serra, "Microstructure and mechanical properties of plasma sprayed alumina-based coatings," *Ceram. Int.*, vol. 40, no. 8 PART B, pp. 12861–12867, 2014.
- [134] V. Matikainen, K. Niemi, H. Koivuluoto, and P. Vuoristo, "Abrasion, Erosion and Cavitation Erosion Wear Properties of Thermally Sprayed Alumina Based Coatings," *Coatings*, vol. 4, no. 1, pp. 18–36, 2014.
- [135] V. Fervel, B. Normand, and C. Coddet, "Tribological Behaviour of Plasma Sprayed Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> -based cermet coatings," *Wear*, pp. 70–77, 1999.
- [136] T. J. Steeper, D. J. Varacalle, G. C. Wilson, W. L. Riggs, A. J. Rotolico, and J. E. Nerz,

- “A design of experiment study of plasma sprayed alumina-titania coatings,” *Therm. spray Int. Adv. coatings Technol.*, vol. 2, no. September, pp. 415–420, 1992.
- [137] B. Normand, V. Fervel, C. Coddet, and V. Nikitine, “Tribological properties of plasma sprayed alumina–titania coatings: role and control of the microstructure,” *Surf. Coatings Technol.*, vol. 123, no. 2, pp. 278–287, 2000.
- [138] O. Iting and A. Kobayashi, “Formation of high hardness zirconia coatings by gas tunnel type plasma spraying,” vol. 90, pp. 197–202, 1997.
- [139] H. J. Kim and Y. G. Kweon, “Elastic modulus of plasma-sprayed coatings determined by indentation and bend tests,” *Thin Solid Films*, vol. 342, no. 1, pp. 201–206, 1999.
- [140] B. Liang, G. Zhang, H. Liao, C. Coddet, and C. Ding, “Friction and wear behavior of ZrO<sub>2</sub>-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> composite coatings deposited by air plasma spraying: Correlation with physical and mechanical properties,” *Surf. Coatings Technol.*, vol. 203, no. 20–21, pp. 3235–3242, 2009.
- [141] E.-J. Yang, C.-J. Li, G.-J. Yang, C.-X. Li, and M. Takahashi, “Effect of intersplat interface bonding on the microstructure of plasma-sprayed Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> coating,” *IOP Conf. Ser. Mater. Sci. Eng.*, vol. 61, p. 12022, 2014.
- [142] S.-H. Leigh, C.-K. Lin, and C. C. Berndt, “Elastic Response of Thermal Spray Deposits under Indentation Test,” *J. Am. Ceram. Soc.*, vol. 80, no. 8, pp. 2093–2099, 1997.
- [143] Lambda Photometrics Limited, “3D Roughness Reconstruction Software,” 1998.
- [144] A. F. Díaz Guarín, “Evolución del desgaste producido mediante perforación mecánica en recubrimientos de alúmina/óxido de titanio obtenidos mediante proyección térmica por plasma sobre sustratos de aluminio.,” Medellín, Colombia, 2014.
- [145] K. Aristizábal Álvarez, “Evaluación del efecto del tipo de broca y de algunas características físicas de recubrimientos de alúmina-óxido de titanio obtenidos por proyección térmica sobre su resistencia al desgaste utilizando el método de perforación mecánica.,” Medellín, Colombia, 2013.
- [146] Institute Numerique, *Annexe 1. Calcul de la fonction d'aire de contact*. 2013.

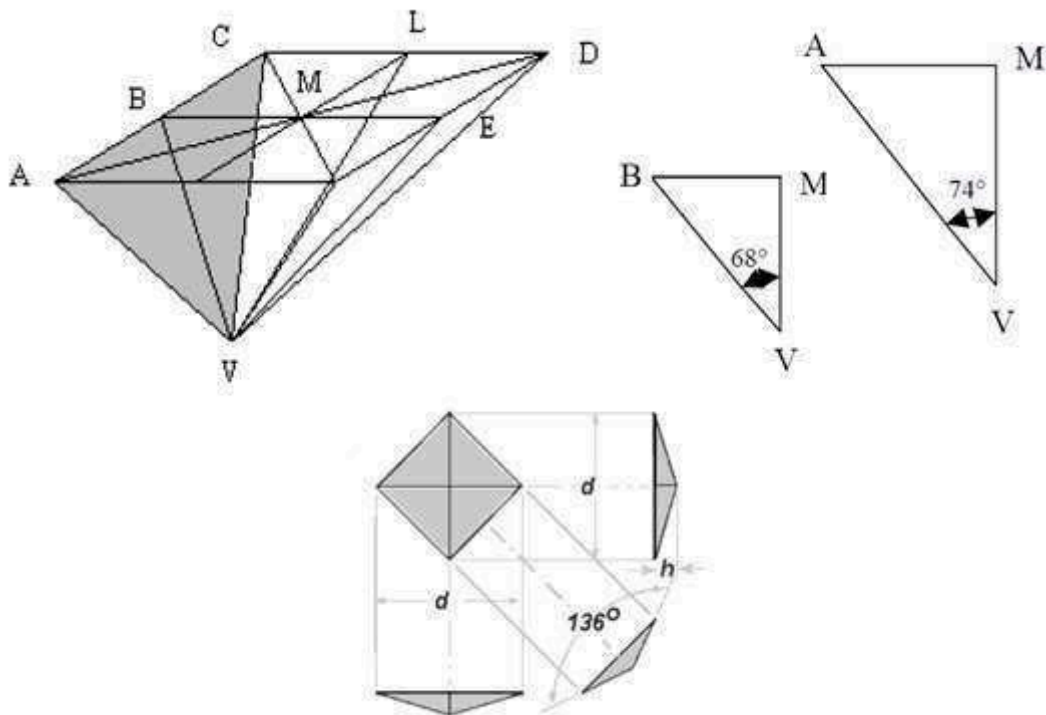


# ANNEXES

# Annexe 1

## L'indenteur Vickers

L'indenteur Vickers est une pyramide à base carrée. Les angles sont de  $136^\circ$  entre les deux faces triangulaires opposées et de  $148^\circ$  entre les deux arêtes opposées est (cf. **Figure 65**).



**Figure 65.** Géométrie de l'indenteur Vickers [146].

Après la pénétration de l'indenteur dans la surface d'un matériau, l'empreinte résiduelle est de forme idéalement carrée. L'aire réelle du contact de la pyramide avec le matériau représente quatre fois l'aire du triangle représenté en grisé sur la **Figure 65**. Ainsi, la fonction d'aire  $A(h)$  peut être calculée, géométriquement, comme suit :

$$l = \sqrt{VB} \quad \text{équation 45}$$

On prend :

$$A(h) = 4 \frac{a^2}{2} \quad \text{équation 46}$$

La relation entre  $a$  et  $h$  d'après la **Figure 65** peut être déterminée à partir de l'équation suivante :

$$\frac{a}{2} = l \times \sin(68^\circ) \quad \text{équation 47}$$

Avec ce qui donne la fonction d'aire suivante :

$$A(h) = 4 \times \frac{a \times \frac{a}{2 \times \sin(68^\circ)}}{2} = \frac{a^2}{\sin(68^\circ)} \quad \text{équation 48}$$

La **Figure 65** montre que l'on peut également écrire :

$$d = \sqrt{2} \times a \quad \text{équation 49}$$

Ce qui donne donc :

$$a = \frac{d}{\sqrt{2}} \quad \text{équation 50}$$

En remplaçant « a » dans la fonction d'aire on obtient alors :

$$A(h) = \frac{d^2}{2 \times \sin(68^\circ)} \quad \text{équation 51}$$

Or, la vue en coupe de l'indenteur montré sur la **Figure 65** montre qu'il est possible de relier « b » à « d ». Cette relation s'obtient de la manière suivante :

$$\cos(68^\circ) = \frac{\overline{MV}}{\overline{VB}} = \frac{h}{l} = \frac{h}{\frac{\sqrt{2} \times d}{4 \times \sin(68^\circ)}} \quad \text{équation 52}$$

$$h = \frac{\sqrt{2}}{4} \times d \times \cot(68^\circ) \quad \text{équation 53}$$

Par conséquent :

$$d = \frac{4 \times h}{\sqrt{2} \times \cot(68^\circ)} \quad \text{équation 54}$$

Ce qui donne finalement, en substituant « d » dans l'équation de la fonction d'aire on obtient :

$$A(h) = \frac{\frac{4 \times h}{\sqrt{2} \times \cot(68^\circ)}^2}{2 \times \sin(68^\circ)} = \frac{4 \times h^2}{\sin(68^\circ) \times \cot^2(68^\circ)} = 26,428 \times h^2 \quad \text{équation 55}$$

## L'indenteur Berkovich.

L'indenteur Berkovich est une pyramide à trois faces, dont la base est un triangle équilatéral. Les faces ont une inclinaison de  $65,3^\circ$  par rapport à l'axe vertical comme le montre la **Figure 66**. La fonction d'aire  $A(h)$  d'un indenteur Berkovich parfait, c'est-à-dire l'aire projetée en fonction de la distance « h » depuis la pointe, peut être calculée, géométriquement selon l'équation 56 :

$$A(h) = \frac{al}{2} \quad \text{équation 56}$$

La vue de dessus de l'indenteur, **Figure 66-a** montre qu'il existe la relation suivante :

$$l = \frac{a}{2} \tan(60^\circ) = \frac{a}{2} \sqrt{3} \quad \text{Équation 57}$$

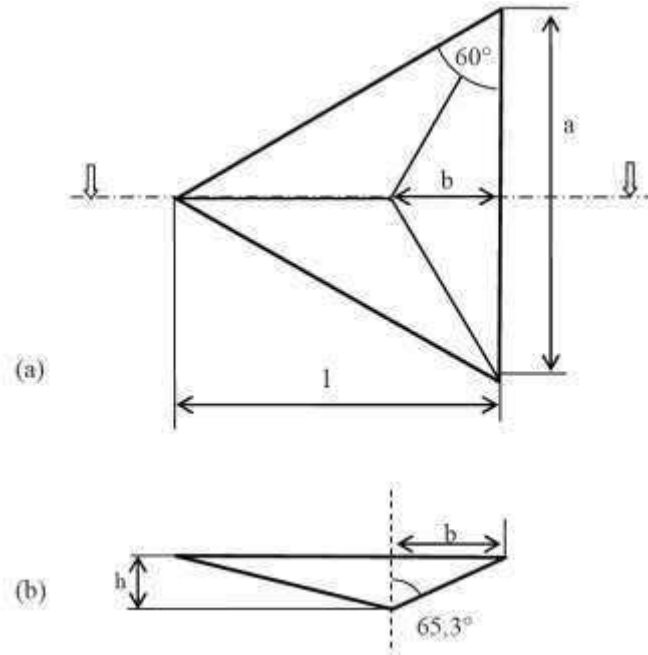
Ce qui donne, en remplaçant dans l'équation de la fonction d'aire :

$$A(h) = \frac{a^2 \sqrt{3}}{4} \quad \text{Équation 58}$$

La **Figure 66-a** montre que l'on peut également écrire :

$$b = \frac{a}{2} \tan(30^\circ) = \frac{a}{2\sqrt{3}} \quad \text{équation 59}$$





**Figure 66.** Géométrie de l'indenteur Berkovich: (a) Vue de dessus, (b) Vue en coupe [146].

Ce qui donne donc :

$$a = 2\sqrt{3}b \quad \text{équation 60}$$

En remplaçant « a » dans l'équation de la fonction d'aire on obtient l'équation 61 :

$$A(h) = 3b^2\sqrt{3} \quad \text{équation 61}$$

Or, la vue en coupe de l'indenteur de la **Figure 66-b** montre qu'il est possible de relier à suivant la relation :

$$b = h \cdot \tan(65,3^\circ) \quad \text{équation 62}$$

Ce qui donne finalement, en substituant dans l'équation 61 la fonction d'aire suivante [146] :

$$A(h) = 3\sqrt{3} \cdot \tan^2(65,3^\circ) \cdot h^2 = 24,56 \cdot h^2 \quad \text{équation 63}$$

PHASE	STANDARDS JCPDS UTILISÉS POUR L'ANALYSE DES POUDRES						
	Medicoat-Medipure™	Saint Gobain SG-106™	Saint Gobain SG-107™	Saint Gobain SG-108™	Saint Gobain SG-109™	H.C. Starck Amperit 782.054™	H.C. Starck Amperit 828.003™
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -α	01-071-1123	00-043-1484	01-071-1123	01-075-0782			
Al <sub>2</sub> TiO <sub>5</sub>		01-070-1434	01-070-1435	00-026-0040	00-026-0040		
Al <sub>6</sub> Ti <sub>2</sub> O <sub>13</sub> <sup>1</sup>		96-201-4754	96-201-4754	96-201-4754	96-201-4754		
TiO <sub>2</sub> anatase						01-073-1764	
TiO <sub>2</sub> rutile						01-078-1510	
Zr <sub>0.88</sub> Y <sub>0.12</sub> O <sub>1.94</sub>							01-082-1242
ZrO <sub>2</sub> -monoclinique							01-083-0943
ZrO <sub>2</sub> tétragonale							01-079-1766

<sup>1</sup> standard COD (Cristallography Open Database).



## **Résumé :**

Les dépôts élaborés par projection thermique sont largement utilisés pour des applications de hautes performances grâce à leurs propriétés mécaniques élevées (dureté et module d'Young). La détermination de ces propriétés est donc importante. Elles sont habituellement mesurées par des méthodes d'indentation en utilisant des indenteurs Vickers, Knoop et Berkovich. Mais ces méthodes de mesure nécessitent des équipements sophistiqués, une préparation rigoureuse des surfaces et la réalisation qui les rend coûteuse et difficile à mettre en œuvre. Les travaux de cette thèse portent sur l'étude de la résistance à la perforation comme méthode alternative pour déterminer les propriétés mécaniques de dépôts céramiques élaborés par projection plasma. Pour ce faire, six poudres de compositions chimiques les plus souvent utilisées au niveau de l'industrie ont été sélectionnées pour élaborer les dépôts par projection plasma :  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{TiO}_2$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -15wt %  $\text{TiO}_2$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -43wt %  $\text{TiO}_2$ , YSZ et  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -YSZ. Les propriétés physico-chimiques et mécaniques des dépôts ont été déterminées. Les macro et microduretés ont été déterminées par des indentations Vickers, le module d'Young a été calculé à partir des mesures de la microdureté Knoop et la ténacité à la fracture a été déterminée à partir des résultats de microdureté Vickers. La résistance à la perforation en mode statique a été conduite en utilisant des forets pour le perçage de verre et en traçant des courbes de charges (P) en fonction de la profondeur (h) d'enfoncement de la pointe du foret dans la surface du dépôt. Des rapports entre la charge et les aires de contact et de la section transversale de la pointe du foret (P/Ac et P/At respectivement), correspondant à la profondeur de pénétration du foret, ont été établis, permettant de définir la dureté par perforation statique ( $\text{HD}^s$ ). A partir des pentes  $\Delta P/\Delta \text{Ac}$  et  $\Delta P/\Delta \text{At}$  lors de la décharge des courbes P-h, le module d'élasticité par perforation statique ( $\text{E}^s$ ) a été déterminé.  $\text{HD}^s$  et  $\text{E}^s$  ont montré une bonne correspondance avec la microdureté et le module d'Young déterminés par les méthodes classiques d'indentation et une haute reproductibilité des résultats. L'apparition de fissures et d'écaillage sur la surface des dépôts lors de l'étape de charge a mis en évidence une réduction de la pente des courbes P-h qui pourrait être utilisée pour trouver des corrélations avec la ténacité à la fracture. Sous le mode dynamique, les essais de résistance à la perforation ont été conduits en utilisant des forets pour le perçage des métaux (de type HSS) et pour la maçonnerie. Les rapports entre la charge appliquée et les aires de contact et de la section transversale (P/Ac et P/At respectivement) pour une profondeur h de la pointe du foret dans la surface des dépôts ont été utilisés pour calculer la dureté par perforation dynamique ( $\text{HD}^D$ ). Les résultats ont montré une bonne correspondance avec la microdureté Vickers malgré la plus faible reproductibilité que ceux obtenus en mode statique.

**Mots clés :** dépôts par projection plasma, propriétés mécaniques, dureté, module d'Young, ténacité à fracture, perforation, résistance à la perforation.

## **Elastic and plastic behavior of thermal spray coatings: characterization method development for mechanical properties and comparisons with properties determined by indentations tests**

### **Abstract:**

Thermal sprayed ceramic coatings are highly used in application where high performance regarding to mechanical properties are required. Thus it is essential to determine the coatings' mechanical properties (hardness, Young modulus and fracture toughness), which is made by classical indentation methods using Vickers, Knoop and Berkovich indenters. Those methods use sophisticated devices, rigorous sample preparation and demanding time processes in execution and data analysis that make them expensive and complicated in implementation. This research is focused to study the drilling resistance as an alternative method to measure the mechanical properties of atmospheric plasma spray ceramic coatings. For these purpose powders of six chemical compositions most widely used in industrial applications were employed as feedstock powders to manufacture coatings by atmospheric plasma spraying:  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{TiO}_2$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -15wt %  $\text{TiO}_2$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -43wt %  $\text{TiO}_2$ , YSZ and  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -YSZ. Physical, chemical and mechanical properties have been determined. Macro and micro hardnesses were determined by Vickers indentations, the Young's modules were calculated from Knoop micro hardness measurements and fracture toughness from Vickers micro hardness. Static drilling resistance tests were carried out with commercial drill bits used to perforate glass plotting the applied force (P) against the drill bit depth (h). Relationships between the applied force and the bit's contact or cross sectional areas (P/Ac and P/At respectively) corresponding to the drilled depth (h) were used to set the Static Drilling Hardness ( $\text{HD}^s$ ). Furthermore, the slopes in the unloading stage corresponding to  $\Delta P/\Delta \text{Ac}$  or  $\Delta P/\Delta \text{At}$  were used to calculate the Static Drilling Elastic Modulus ( $\text{E}^s$ ). The  $\text{HD}^s$  and  $\text{E}^s$  results exhibit both well fit with the micro-hardness and Young modulus measurements made by classical methods and high reproducibility in the results. It was observed that cracks and spalling produced on the coatings surfaces during loading reduce the slope of the P vs h plot which could be used in future studies to correlate to the toughness of coatings. Dynamic drilling tests using bits to perforate metals (HSS) and masonry were also carried out. The ratios between applied load and contact or cross sectional areas (P/Ac and P/At respectively) corresponding to the depth (h) of the hole drilled on each coating were used to calculate the Dynamic Drilling Hardness  $\text{HD}^D$  which shows a good fit with the measured hardness on the surface of coatings realized by micro-indentation Vickers but lower reproducibility than those obtained with static drilling hardness results.

**Keywords:** plasma spray coatings, mechanical properties, hardness, Young modulus, fracture toughness, drilling, drilling resistance.