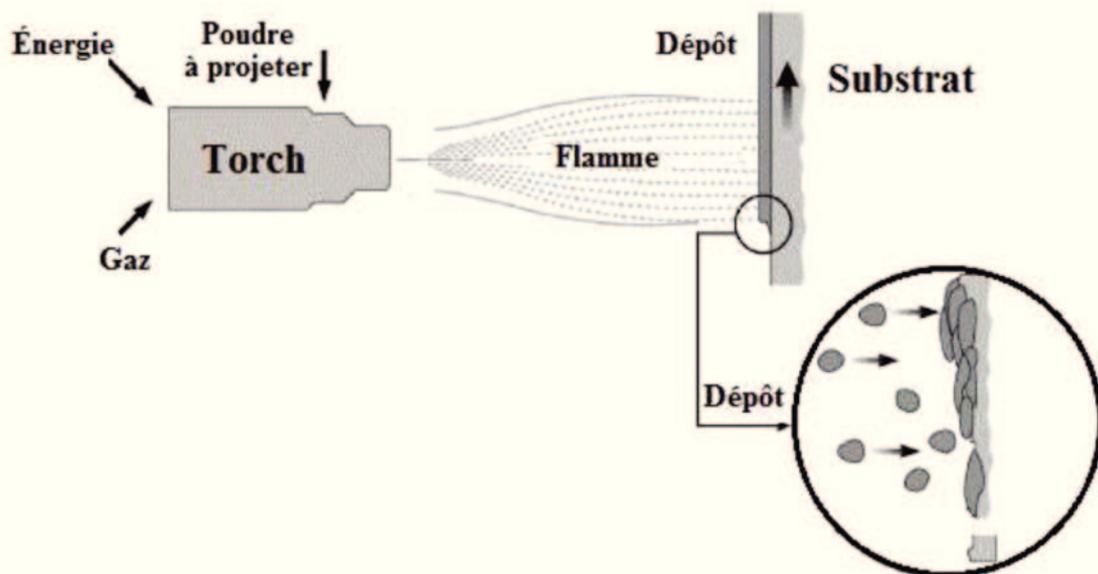


# I) REVUE BIBLIOGRAPHIQUE

## 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  $10^9 \text{ W/m}^2$ .

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  $\text{H}_2$  ou  $\text{N}_2$ , 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.

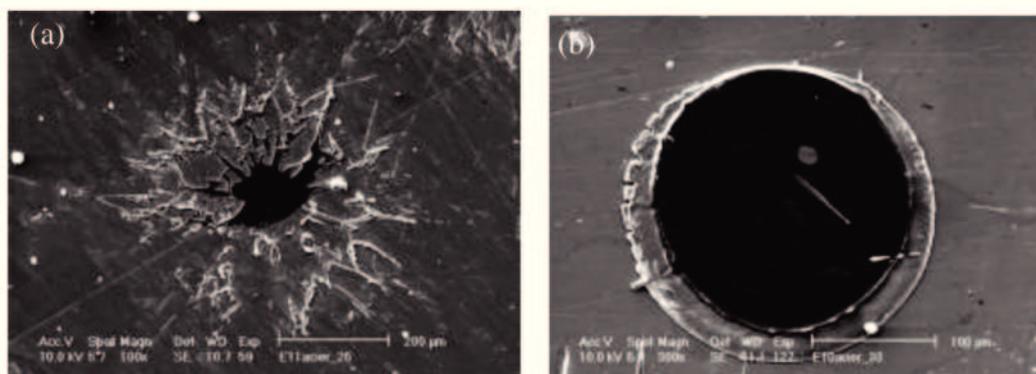
### I.1.2.4 Caractérisation *de l'état de surface*.

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].



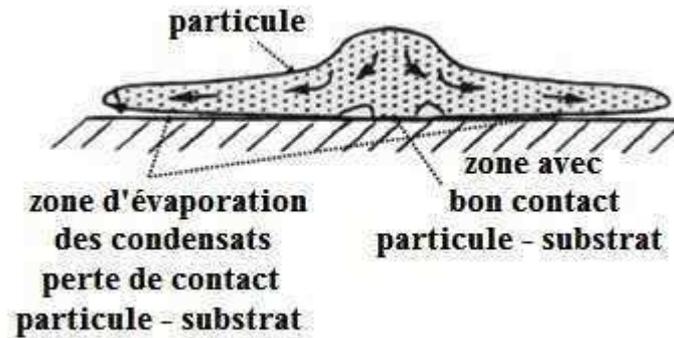
**Figure 2.** Lamelle d'une particule composite acier/alumine sur un substrat d'acier inoxydable (a) non préchauffé, (b) préchauffé à 300 °C [38].

### 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].

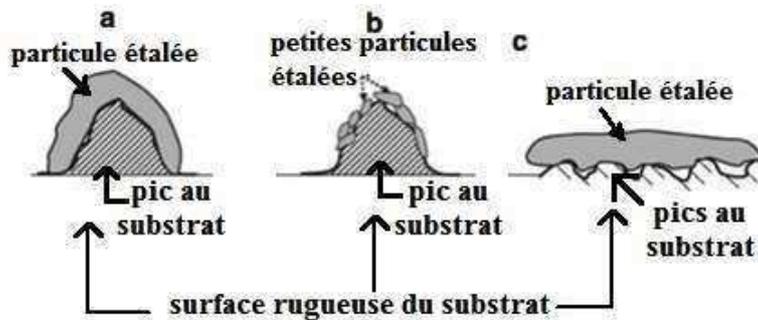


**Figure 3.** Schéma de l'étalement d'une particule sur un substrat en présence d'adsorbats et de condensats [37].

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 ( $T_1$ ) 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.



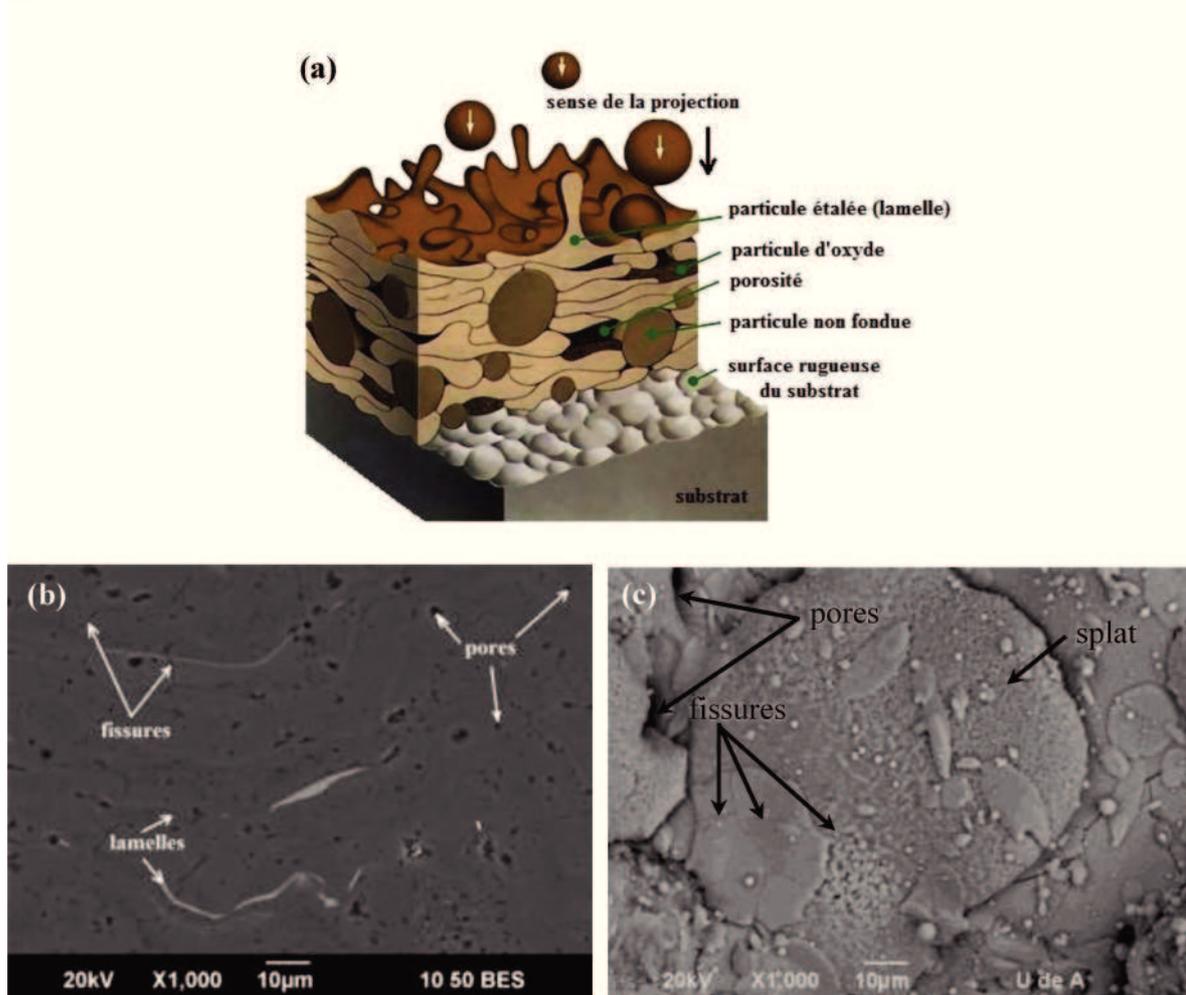
**Figure 4.** Schéma de la taille relative des rugosités par rapport à la taille des particules projetées [35], [37].

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.

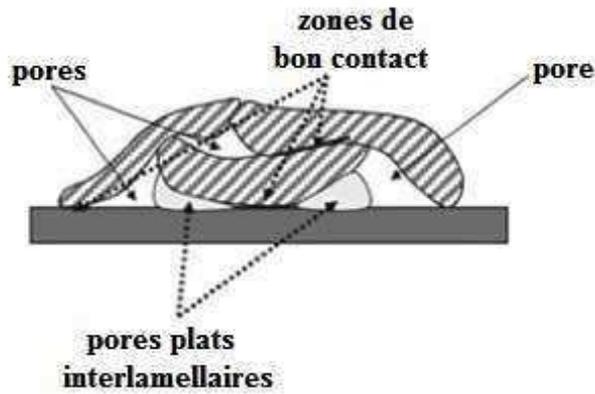
Les dépôts sont construits par des passages successifs de la torche devant le substrat. Ainsi l'empilement des lamelles est donc piloté par le débit de poudre injectée, le rendement de la projection et la vitesse relative entre la torche et le substrat. Lorsqu'on observe le revêtement en coupe, il présente 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**).



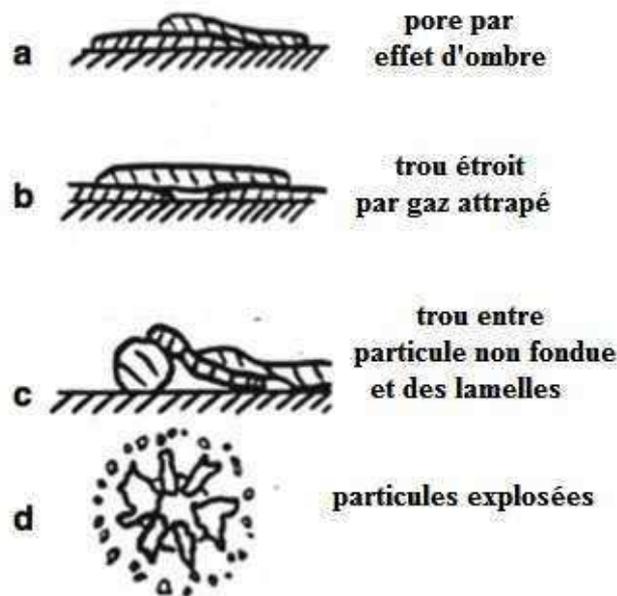
**Figure 5.** (a) Schéma de la formation d'un dépôt par projection thermique [41], (b) *micro structure réelle d'un dépôt en coupe*, (c) *micro structure réelle d'un dépôt en surface*.

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.



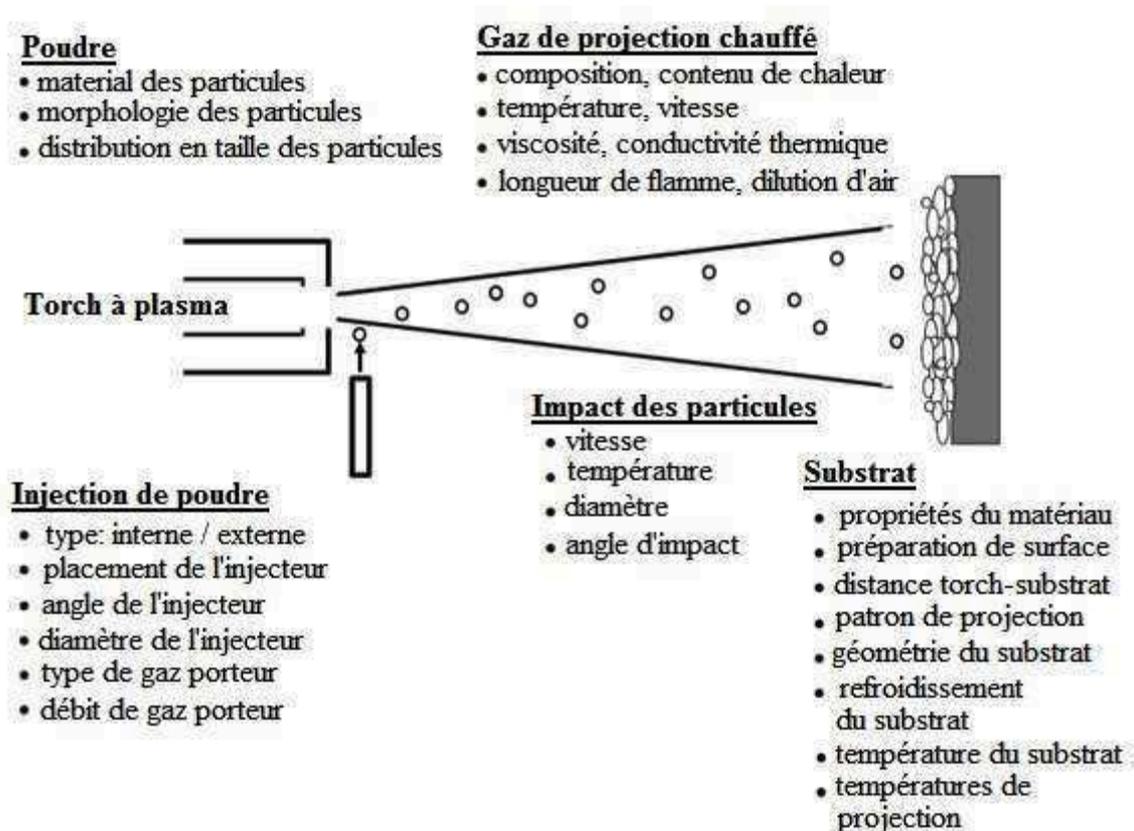
**Figure 7.** Représentation de la formation des pores par: (a) effet d'ombre, (b) trous étroits entre lamelles et creux, (c) trous entre lamelles et particules non fondues, (d) particules explosées [37].

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 zircone.**

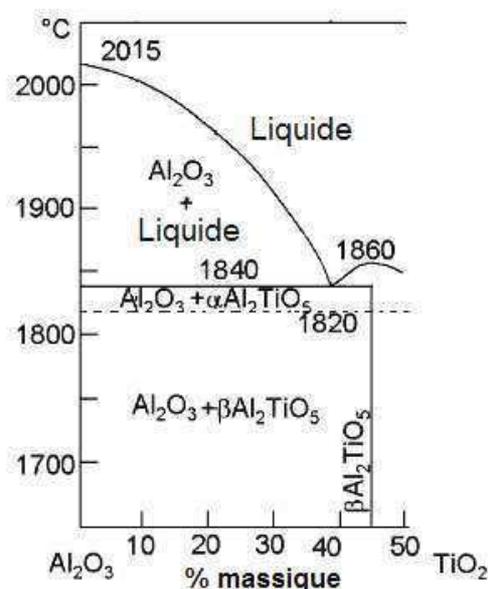
La zircone ( $\text{ZrO}_2$ ) a la caractéristique de pouvoir s'utiliser sous une large gamme de microstructures ce qui lui confère une gamme de propriétés physiques, chimiques et mécaniques de hautes performances [50]. L'application la plus développée du  $\text{ZrO}_2$  en projection thermique se trouve 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 zircone yttrée (YSZ) ou partiellement stabilisée (PYSZ), ou zircone 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 :

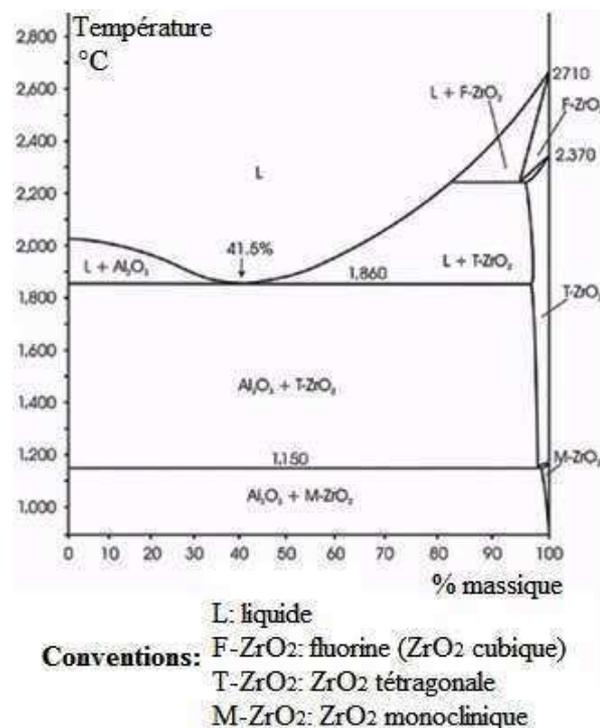
- $\text{Al}_2\text{O}_3 - 3\text{wt } \%$   $\text{TiO}_2$ , que permet d'obtenir des dépôts moins fragiles mais avec une faible résistance diélectrique par rapport aux dépôts élaborés avec de l' $\text{Al}_2\text{O}_3$  pure.
- $\text{Al}_2\text{O}_3 - 13\text{wt } \%$   $\text{TiO}_2$ , qui a une 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  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2$  [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].

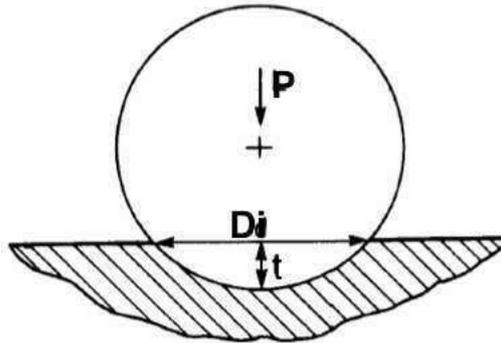
#### I.3.1.1 Les macro duretés Brinell et Meyer

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

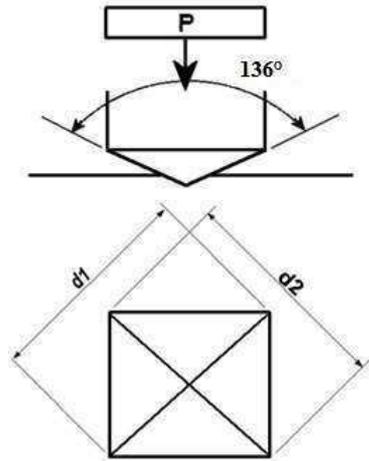
L'essai de dureté Vickers consiste à appliquer une charge  $P$  sur le matériau pendant 10 à 15 s avec un indenteur muni d'une pointe diamantée en forme de pyramide à base carrée (cf. **Figure 12**).

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]:

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

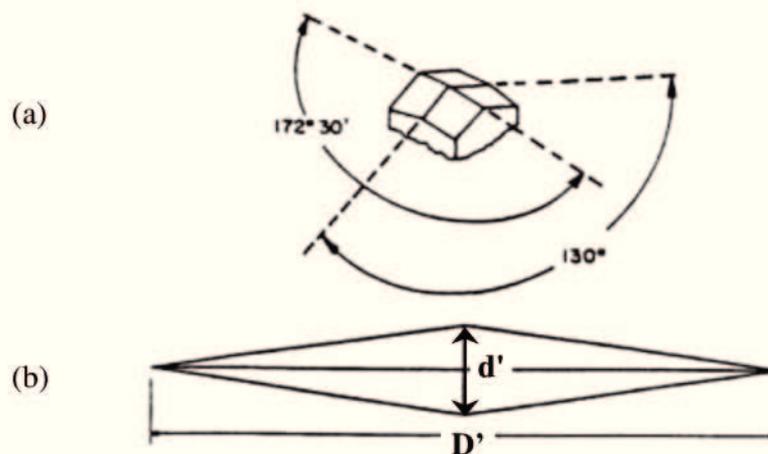
#### I.3.1.4 La micro dureté Knoop

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].

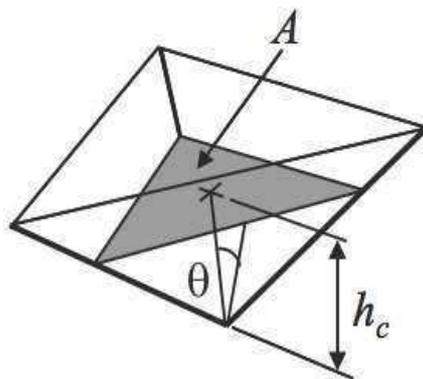


**Figure 13.** (a) Indenteur Knoop; (b) forme de l'empreinte produite [60].

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].

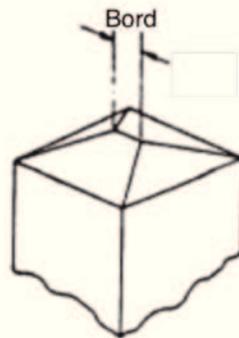
La dureté Berkovich  $H$  (en GPa) utilisée spécialement en indentation instrumentée prend en compte la profondeur d'empreinte et l'aire de contact projetée. Elle se calcule à partir de l'équation 10 :

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

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.

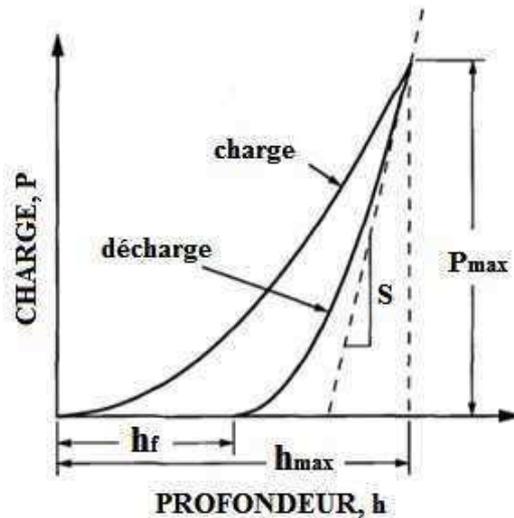
Les indenteurs Berkovich ont la caractéristique d'être pointus du fait de ses trois faces convergentes en un seul point, alors que les indenteurs Vickers ont quatre faces ce qui à cause du procédé de façonnage, peut former un bord au sommet comme le montre la **Figure 15** [63], [60]. De ce fait, les 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].



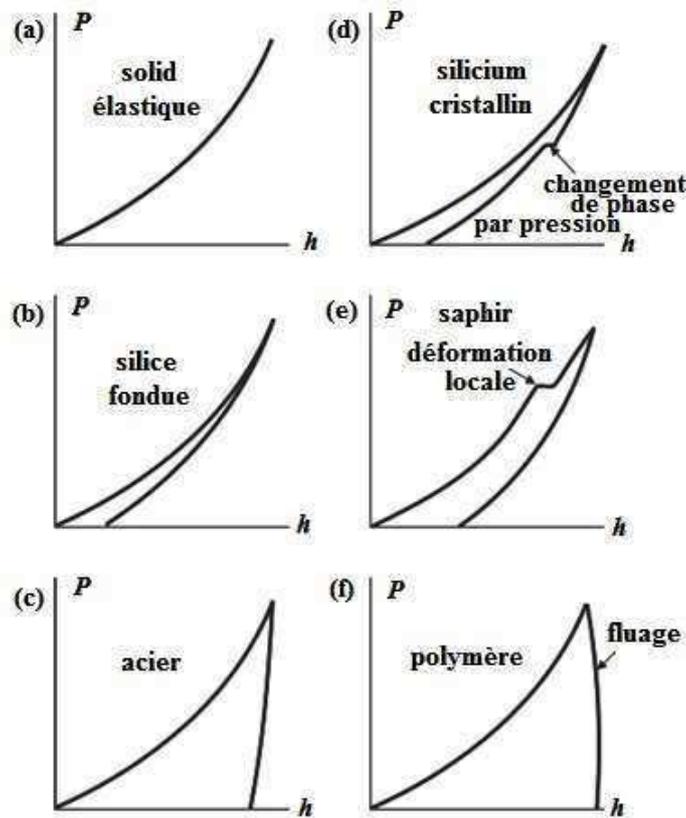
**Figure 16.** Courbe de charge–décharge typique des essais de nano indentation [3].

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 :

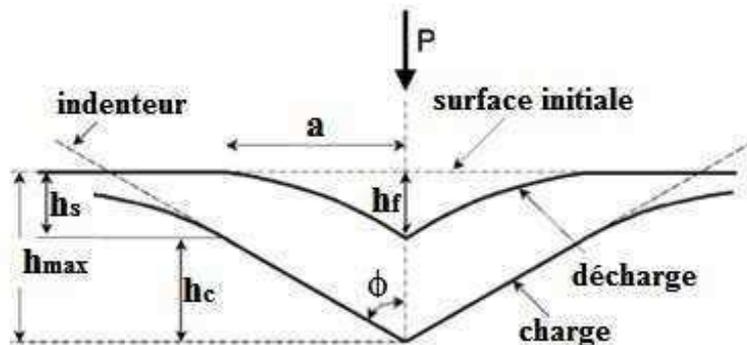
$$H = \frac{P_{max}}{A_c} \quad \text{équation 11}$$

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].

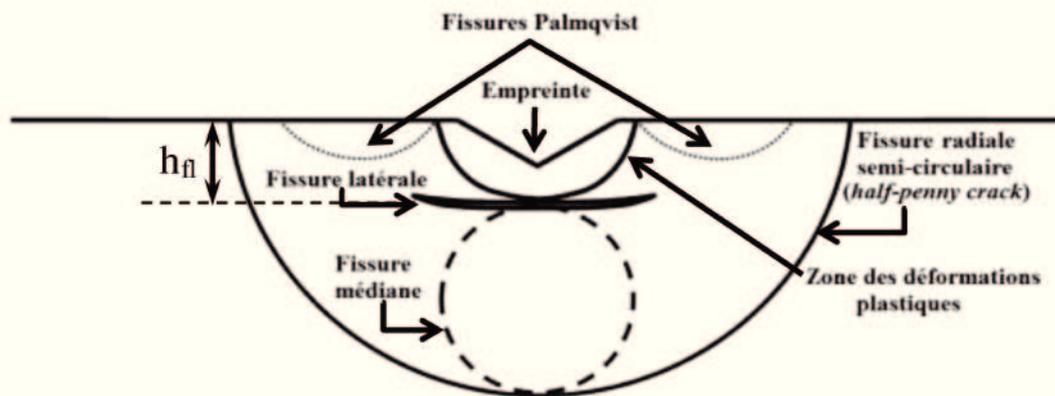
### **I.3.3 La ténacité à la fracture**

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].

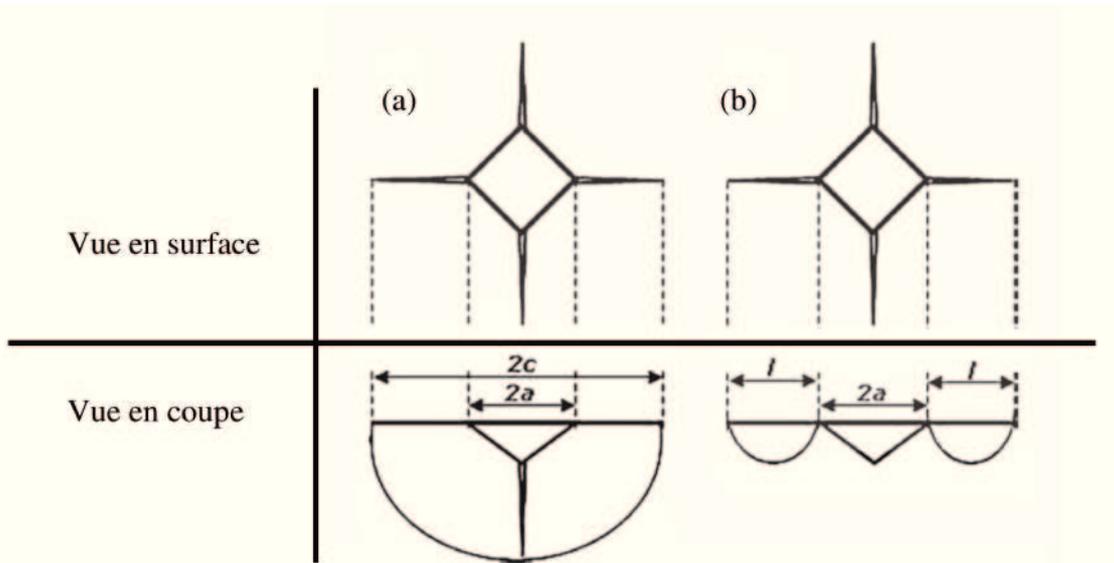
Lors de l'application de la charge et selon sa valeur, différents types de fissures peuvent se former selon la réponse du matériau testé (cf. **Figure 19**) :



**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.

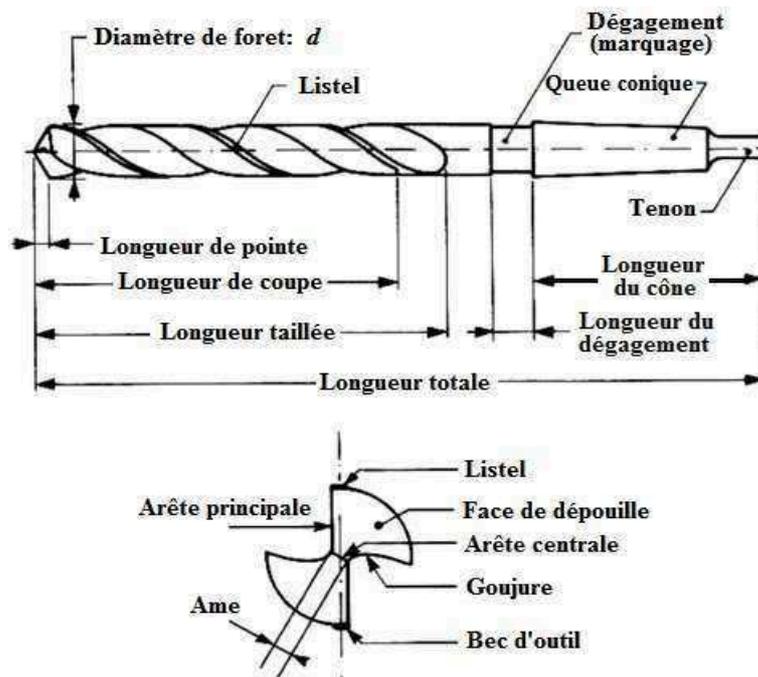
Les forets monoblocs du type hélicoïdal et ceux avec des inserts en matériau dur au niveau des parties actives brasées dans un corps en acier, ont été utilisés dans cette étude, par conséquent ils seront décrits plus en détails dans le paragraphe suivant.

#### 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 d'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 liée 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.