

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 μm 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 μm 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 μm , 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 μm), 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 μm 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 μm à 830 μm) 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 TiO_2 augmente du fait que la température de fusion du 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 [μm]	Rugosité moyenne de la surface brute des dépôts, Ra [μm]
A ^E	830 \pm 30	10,5 \pm 1,0
T ^E	770 \pm 50	5,5 \pm 0,9
AT ₁₅ ^E	830 \pm 10	8,9 \pm 1,6
AT ₁₅ ^M	550 \pm 10	7,6 \pm 1,1
AT ₁₅ ^F	230 \pm 10	6,6 \pm 0,8
AT ₄₃ ^E	810 \pm 20	6,0 \pm 1,2
Z ^F	310 \pm 20	4,6 \pm 0,3
AZ ^F	260 \pm 20	7,7 \pm 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^E) 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.

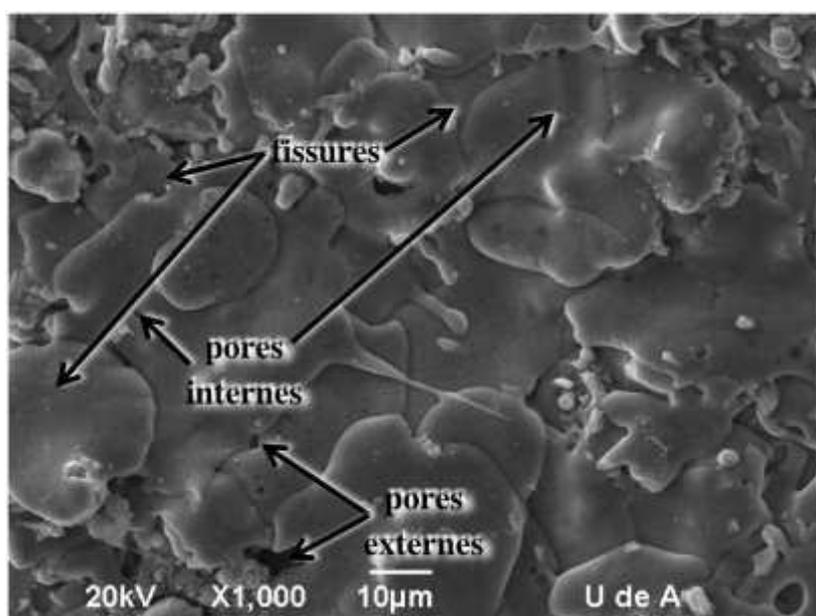


Figure 29. Structure de la surface du dépôt AT43^E élaboré par projection plasma.

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^F). 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.

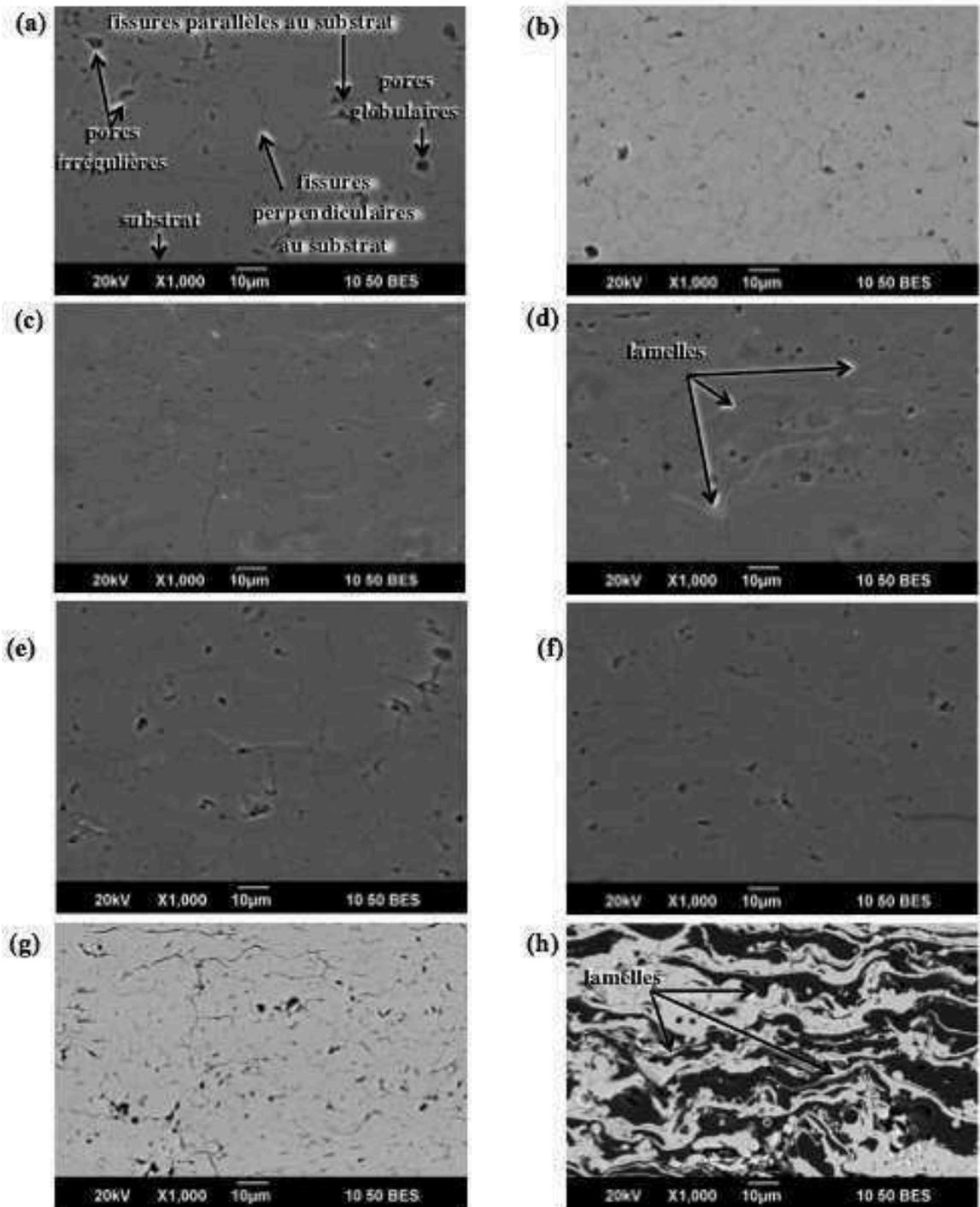


Figure 30. Section transversale des dépôts élaborés par projection plasma: (a) A^E, (b) T^E, (c) AT15^E, (d) AT15^M, (e) AT15^F, (f) AT43^E, (g) Z^F, (h) AZ^F.

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^F), 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 ^E	3,0 ± 0,5	4,6 ± 1,6
T ^E	0,6 ± 0,2	0,7 ± 0,3
AT ₁₅ ^E	2,0 ± 0,9	3,7 ± 0,6
AT ₁₅ ^M	2,2 ± 0,4	3,7 ± 0,7
AT ₁₅ ^F	1,4 ± 0,3	2,1 ± 0,5
AT ₄₃ ^E	1,1 ± 0,3	1,8 ± 0,3
Z ^F	3,7 ± 0,7	5,7 ± 0,8
AZ ^F	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^E a mis en évidence une transformation importante, pratiquement 93 %, de la phase Al₂O₃-α, seule phase identifiée dans la poudre de départ (cf. **Tableau 3**), vers la phase Al₂O₃-γ (cf. **Figure 31** et **Tableau 8**).

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

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

L'Al₂O₃-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.

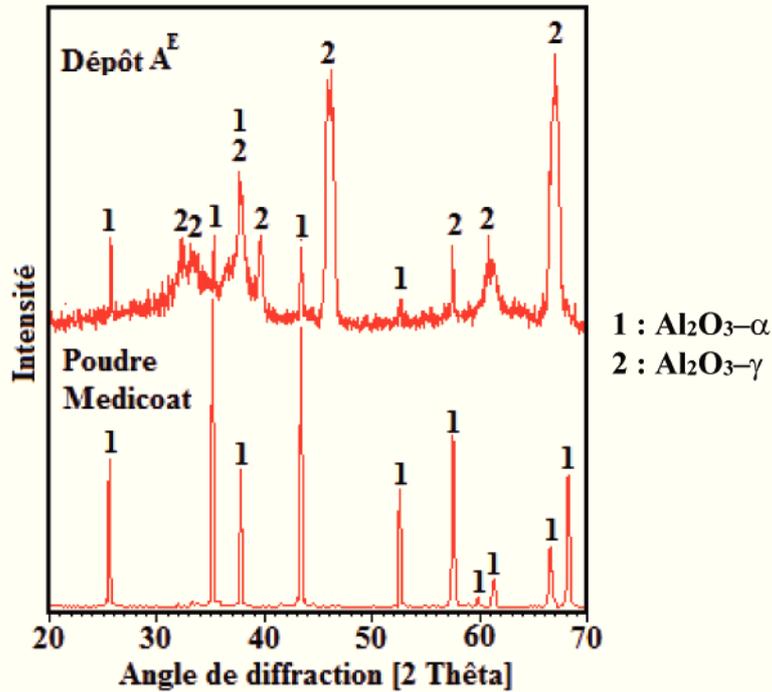


Figure 31. Diagramme de diffraction des rayons X de la poudre d'alumine Medicoat et de son dépôt A^E.

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 μm . 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 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 TiO_2 a été dissout dans la phase $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-}\gamma$ [17], [110]–[112].

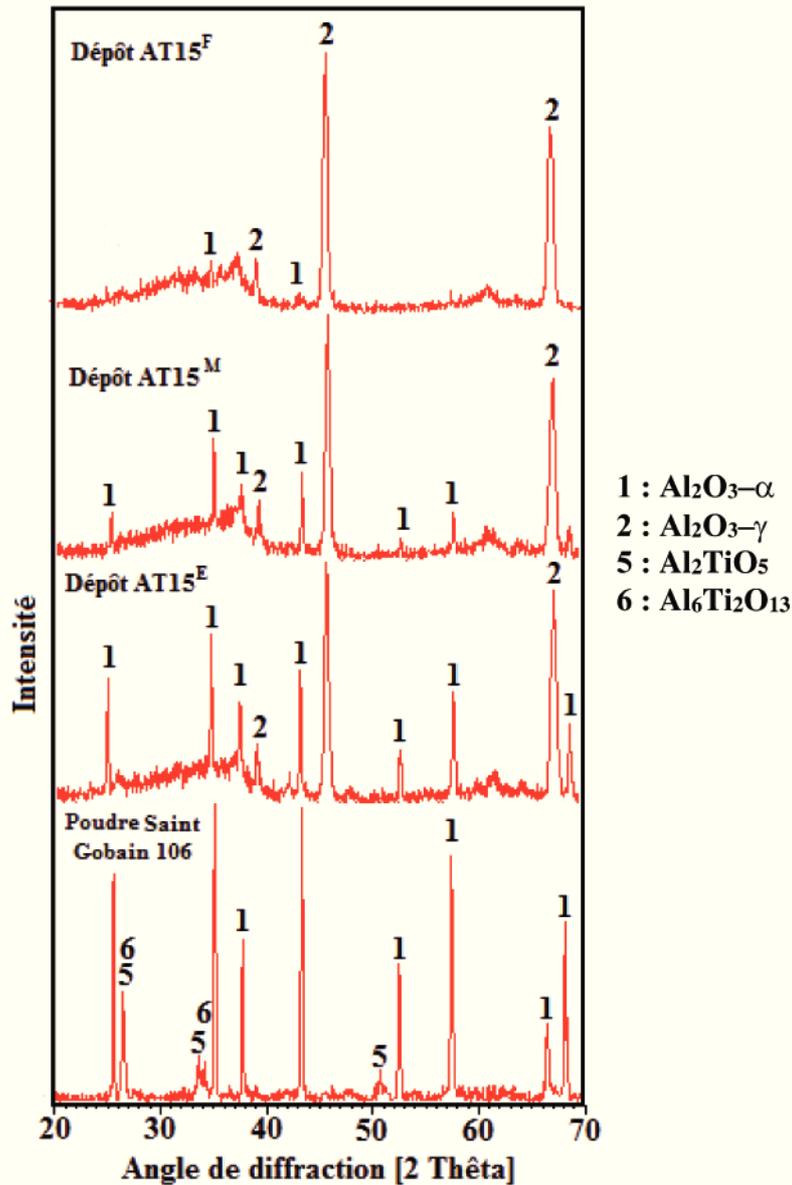


Figure 32. Diagrammes de diffraction des rayons X de la poudre $\text{Al}_2\text{O}_3/15\% \text{TiO}_2$ de Saint Gobain 106 et des dépôts AT15.

L'analyse du dépôt alumine/oxyde de titane (AT43^E) 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].

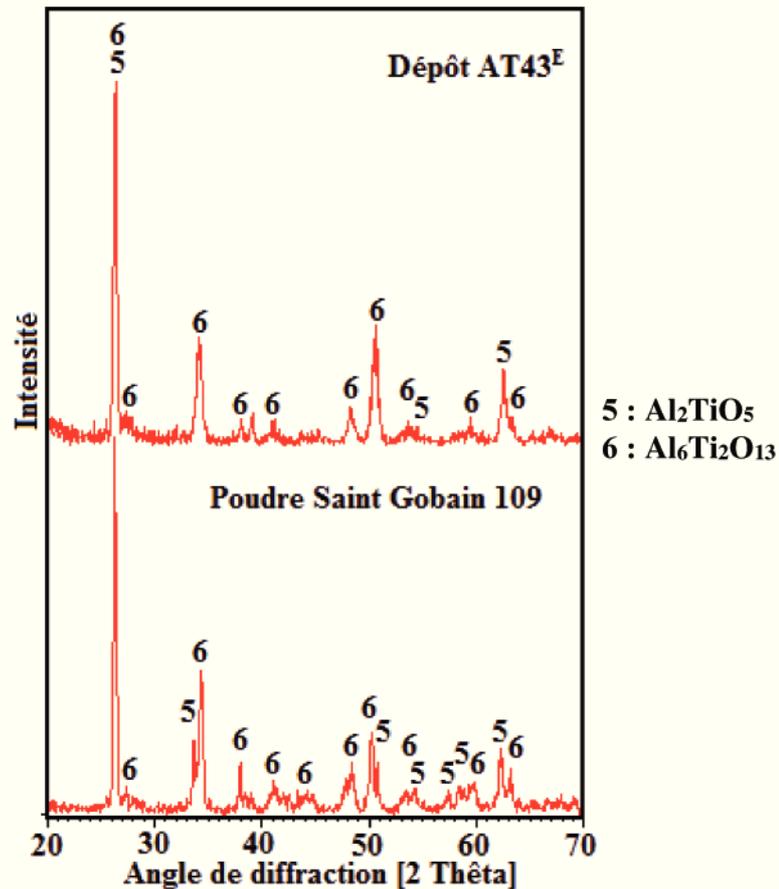


Figure 33. Diagrammes de diffraction des rayons X de la poudre Saint Gobain 109 et de son dépôt AT43.

Le dépôt de dioxyde de titane (T^{E}) contient majoritairement la phase cristalline rutile du TiO_2 (avec 99,6 % en masse), les 0,4 % restant correspondent à la phase cristalline anatase du 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 (ΔG) 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].

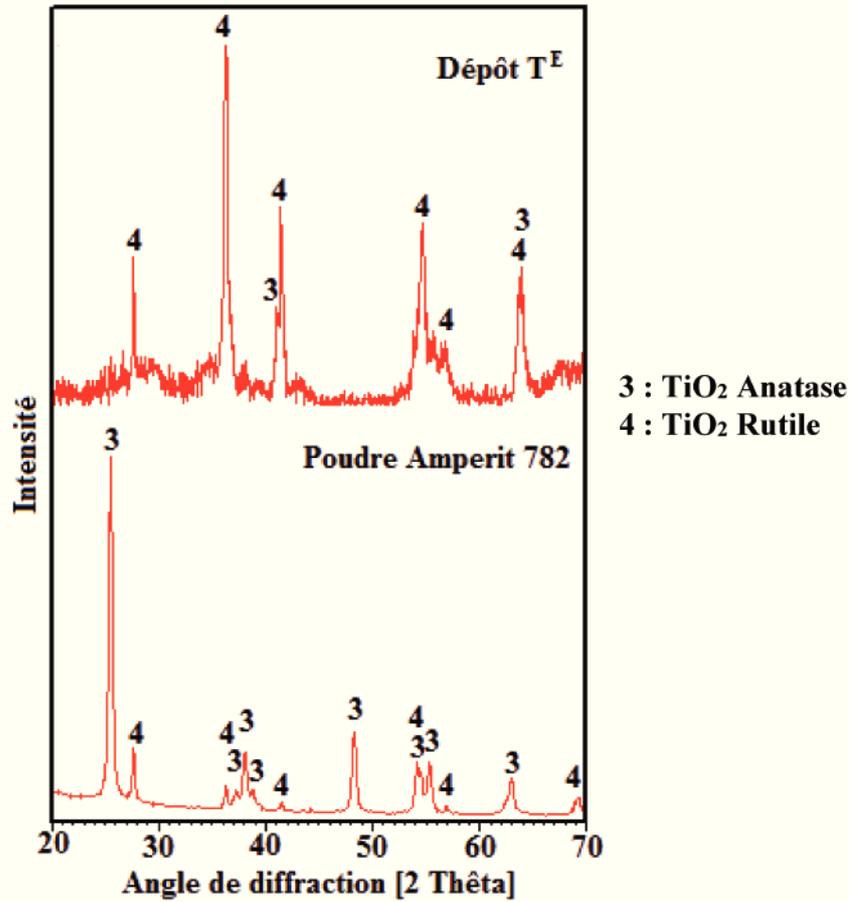


Figure 34. Diagrammes de diffraction des rayons X de la poudre Amperit 782 et son dépôt T^E.

Dans le dépôt de zircone (Z^F), 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].

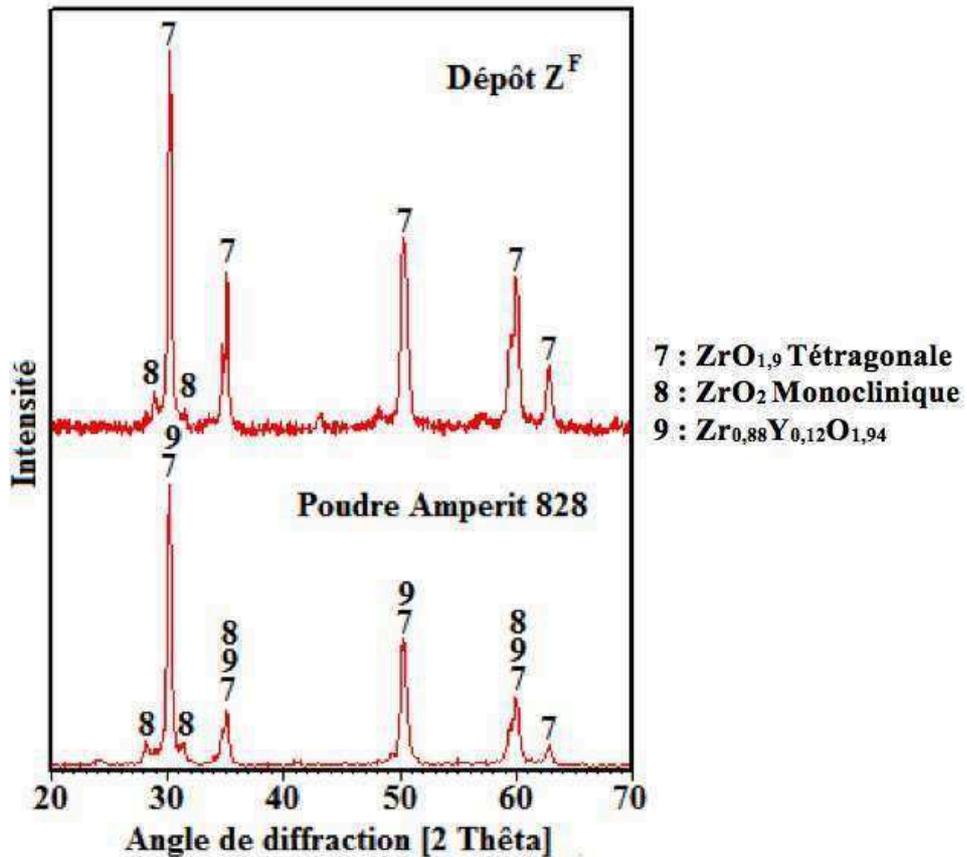


Figure 35. Diagrammes de diffraction des rayons X de la poudre Amperit 828 et son dépôt Z^E.

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

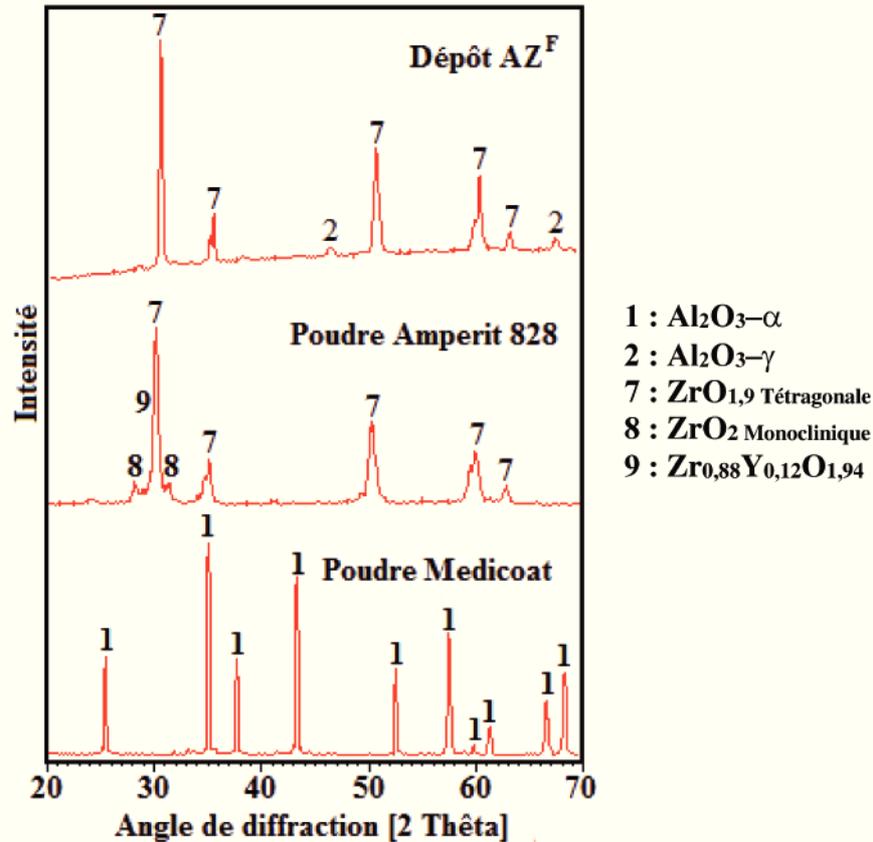


Figure 36. Diagrammes de diffraction des rayons X pour des poudres Medicoat et Amperit 828 et le dépôt AZ^F.

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 ³]	Propriétés mécaniques	
		Dureté Vickers, HV [GPa]	Module de Young, E [GPa]
Al ₂ O ₃ -α	4,04 [119], [120]	16 [45]	390 [107], [121]
Al ₂ O ₃ -γ	3,66 [122], [123]	14 [16]	253 [121], [124]
TiO ₂ -Rutile	4,25 [125], [126]	11 [45]	230-284 [121]
Al ₂ TiO ₅	3,7 [127]	7 [45]	20 [45], [128]
ZrO ₂ (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 _{3N} [GPa]		Dureté calculée, HV _c [GPa]		Macro dureté Vickers en surface, HV _{50N} [GPa]
	surface	coupe	surface	coupe	
A ^E	12,8 ± 1,1	11,4 ± 1,4	12,9 ± 0,2	12,2 ± 0,3	12,3 ± 0,2
T ^E	11,0 ± 0,9	10,2 ± 0,8	10,8 ± 0,1	10,8 ± 0,1	9,1 ± 0,3
AT15 ^E	13,4 ± 1,3	12,7 ± 1,6	13,6 ± 0,5	12,9 ± 0,3	10,6 ± 0,6
AT15 ^M	12,9 ± 1,4	12,8 ± 1,4	13,3 ± 0,2	12,6 ± 0,3	10,4 ± 0,4
AT15 ^F	13,1 ± 1,6	9,5 ± 1,4	13,5 ± 0,2	13,2 ± 0,2	11,1 ± 0,2
AT43 ^E	8,9 ± 0,8	8,6 ± 0,8	9,3 ± 0,2	9,1 ± 0,2	8,2 ± 0,1
Z ^F	10,3 ± 1,3	9,2 ± 1,4	10,2 ± 0,2	9,5 ± 0,2	6,6 ± 0,1
AZ ^F	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.

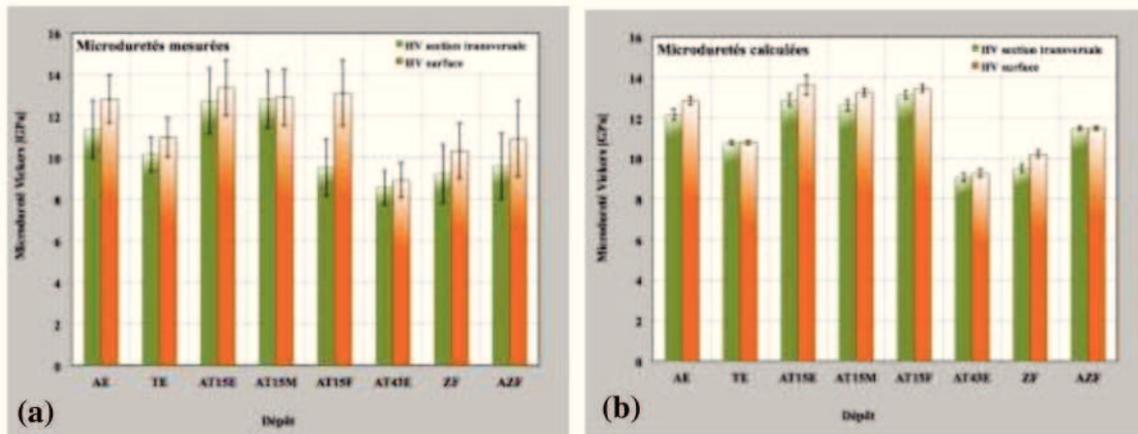


Figure 37. Microduretés en surface et en section transversale des dépôts élaborés par projection plasma : (a) valeurs mesurées, et (b) valeurs calculées.

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.

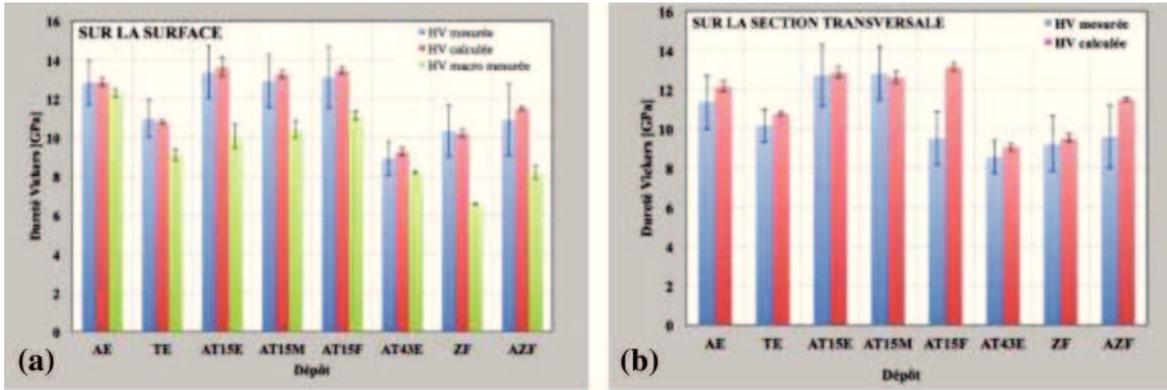


Figure 38. Comparaison des duretés mesurées et calculées des dépôts élaborés par projection plasma: (a) surface des dépôts, (b) section transversale.

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^F et AZ^F 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^E, AT15^E, AT15^M et AT15^F 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 α et γ 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 TiO₂ 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^E et AT15 sont proches des valeurs rapportées dans la littérature pour les dépôts d'Al₂O₃ 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'Al₂O₃ avec 13 % en masse de TiO₂ élaborés par projection plasma [108], [109], [134]–[136].

Par ailleurs, les valeurs de la dureté ($11,0 \pm 0,9$ GPa) du dépôt de TiO_2 (T^{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 AT43^{E} constitué par des titanates $\text{Al}_6\text{Ti}_2\text{O}_{13}$ et Al_2TiO_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 Al_2TiO_5 et de 11 GPa de la phase 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 (Z^{F}) constitué de la phase 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 AZ^{F} composé de l' Al_2O_3 - γ et la 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' Al_2O_3 avec 40 % en poids de 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 ZrO_2 – 30wt % Al_2O_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 AZ^{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 ^E	239 ± 69	184 ± 52	238 ± 3	206 ± 2
T ^E	230 ± 58	231 ± 62	229 ± 0	228 ± 0
AT15 ^E	275 ± 68	243 ± 58	275 ± 5	247 ± 4
AT15 ^M	256 ± 78	236 ± 49	254 ± 3	230 ± 3
AT15 ^F	246 ± 85	236 ± 85	251 ± 2	245 ± 2
AT43 ^E	129 ± 51	99 ± 40	122 ± 1	119 ± 1
Z ^F	169 ± 72	121 ± 76	172 ± 0	135 ± 2
AZ ^F	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.

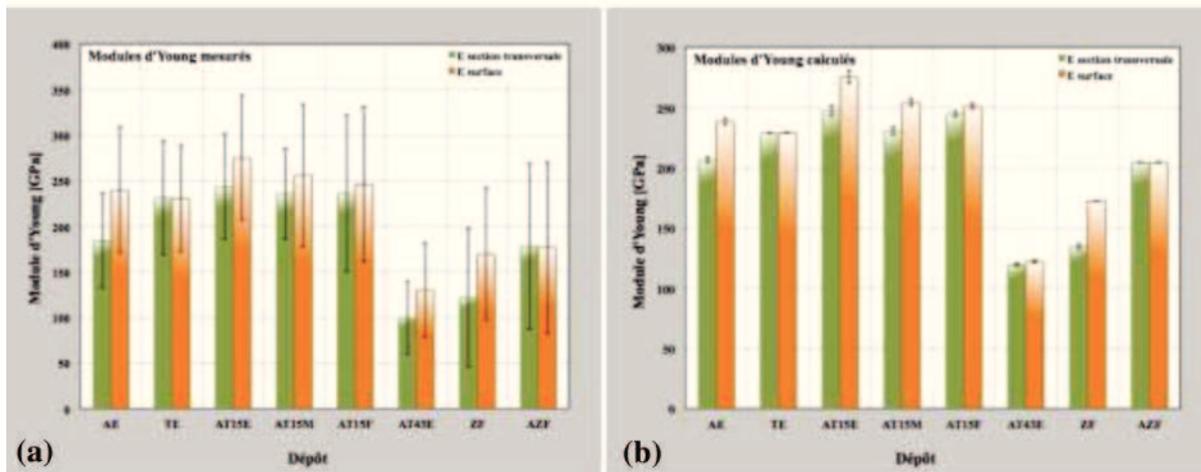


Figure 39. Modules d'Young en surface et en section transversale des dépôts élaborés par projection plasma : (a) valeurs mesurées et (b) valeurs calculées.

En observant les données du **Tableau 11**, il apparaît évident que les dépôts A^E, AT15^E, AT15^M et AT15^F ont les plus hauts modules d'Young entre 184 ± 52 GPa et 275 ± 68 GPa dû à la présence des phases α et γ de l'alumine qui ont d'excellentes valeurs du module d'Young (cf. **Tableau 9**). Les modules d'Young mesurés sur les échantillons A^E et AT15 sont proches des valeurs rapportées dans la littérature, entre 47 et 124 GPa [141], [142] pour des dépôts élaborés à base d'Al₂O₃. Pour des dépôts d'Al₂O₃ 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 TiO₂ (T^E) présente des valeurs du module d'Young (230 ± 58 GPa sur la surface et 231 ± 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^E mesuré sur la surface (230 ± 58 GPa) du dépôt a une valeur similaire à celle mesurée sur la section transversale (231 ± 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 TiO₂.

Pour le dépôt AT43^E constitué par des titanates Al₆Ti₂O₁₃ et Al₂TiO₅ le module d'élasticité présente des valeurs mesurées entre 100 ± 40 GPa et 130 ± 51 GPa, qui sont compris entre la valeur de 20 GPa pour la phase Al₂TiO₅ et 284 GPa pour la phase TiO₂ (rutile) [45], [121], [128] (cf. **Tableau 9**). Toutefois, ces comparaisons sont déduites de la phase Al₆Ti₂O₁₃, 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 ± 76 GPa et 170 ± 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 ± 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^E.

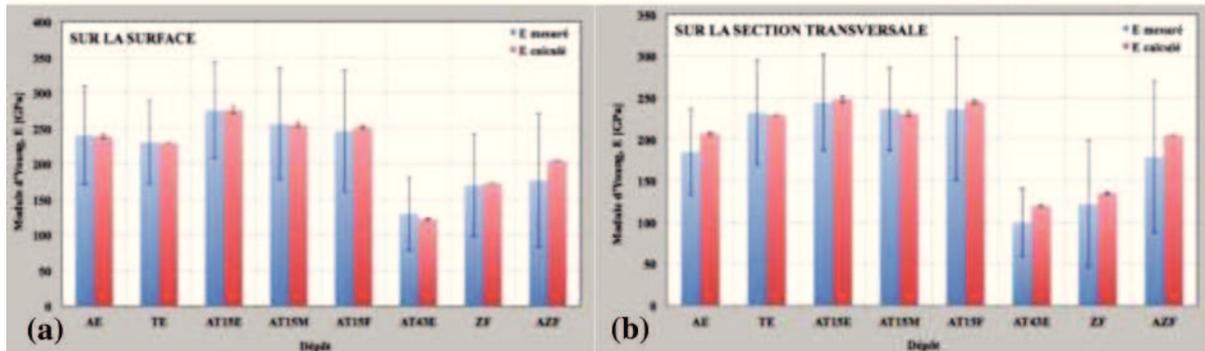


Figure 40. Comparaison des modules d'Young mesurés et calculés des dépôts élaborés par projection plasma : (a) surface des dépôts, (b) section transversale.

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 ^E	3,1 ± 1,0	2,9 ± 1,2
T ^E	3,3 ± 0,4	2,6 ± 0,5
AT ₁₅ ^E	5,3 ± 0,5	4,3 ± 0,5
AT ₁₅ ^M	4,2 ± 0,3	3,1 ± 0,3
AT ₁₅ ^F	2,5 ± 0,4	1,7 ± 0,8
AT ₄₃ ^E	2,7 ± 0,1	1,8 ± 0,9
Z ^F	3,7 ± 0,4	2,4 ± 0,4
AZ ^F	1,9 ± 0,6	1,6 ± 0,6

Les valeurs de K_{IC} mesurées sur les échantillons A^E, AT₁₅^E, AT₁₅^M et AT₁₅^F 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].

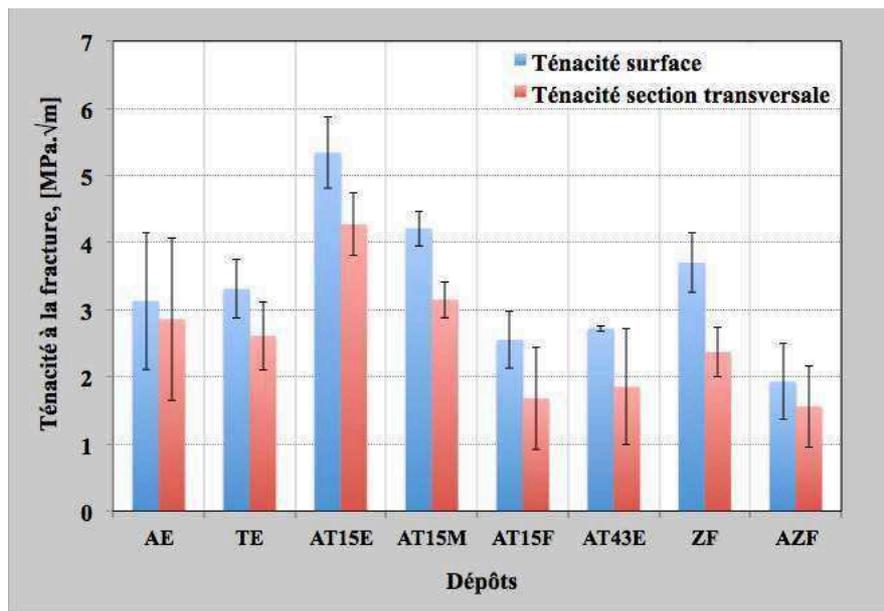


Figure 41. Ténacité à la fracture sur la surface et la section transversale des dépôts élaborés par projection plasma.

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 α (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 μm) 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^E), 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^E ($13,4 \pm 1,3$ 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.

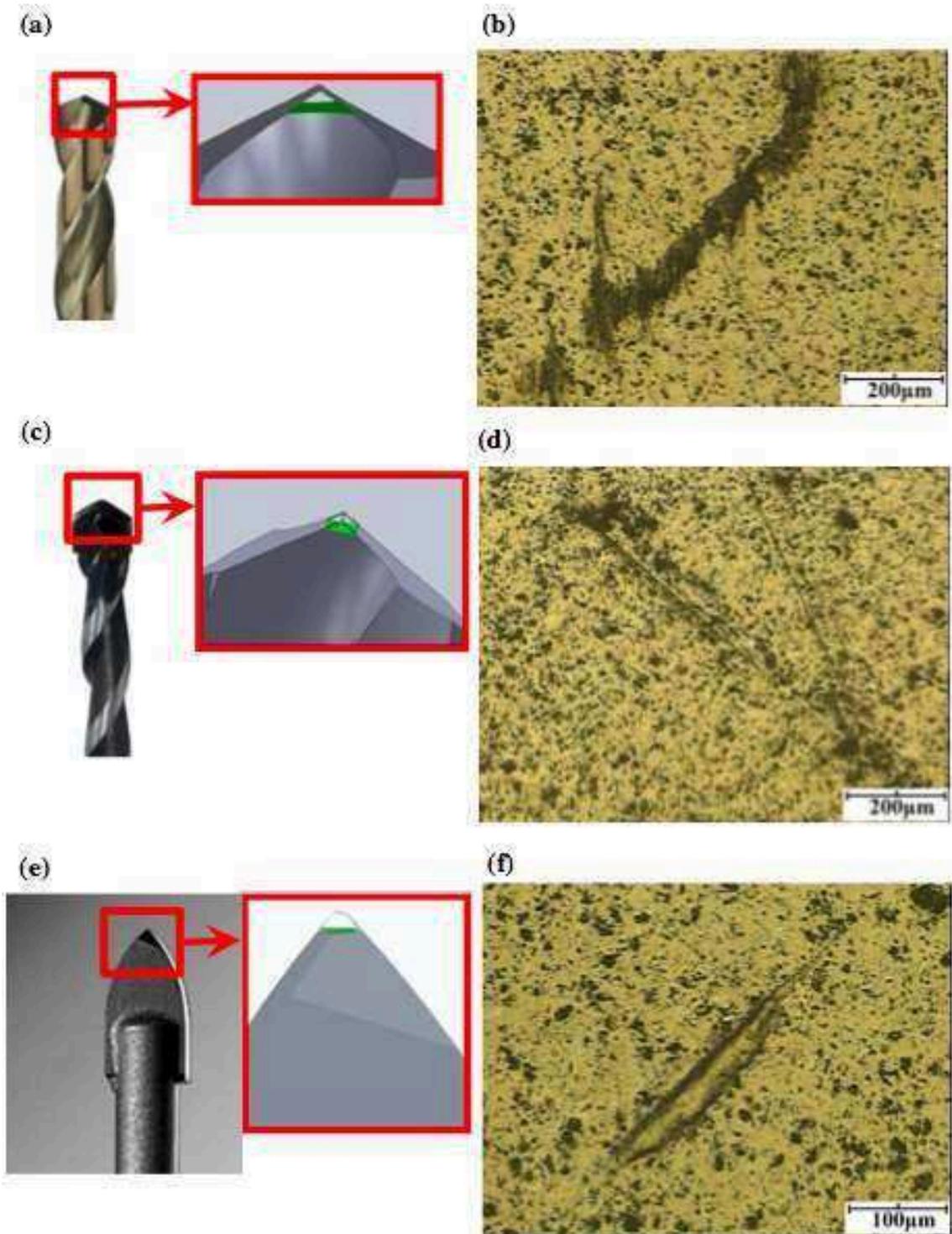


Figure 42. Pointes des forets et leurs empreintes respectives produites avec une charge de 150 N sur le dépôt $\text{Al}_2\text{O}_3/15\text{wt } \%$ TiO_2 (AT15^{E}) : (a) et (b) foret HSS, (c) et (d) foret bétons et maçonnerie, (e) et (f) foret verre et carrelage.

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^E. On peut observer une bonne reproductibilité des essais quelle que soit la charge maximale utilisée.

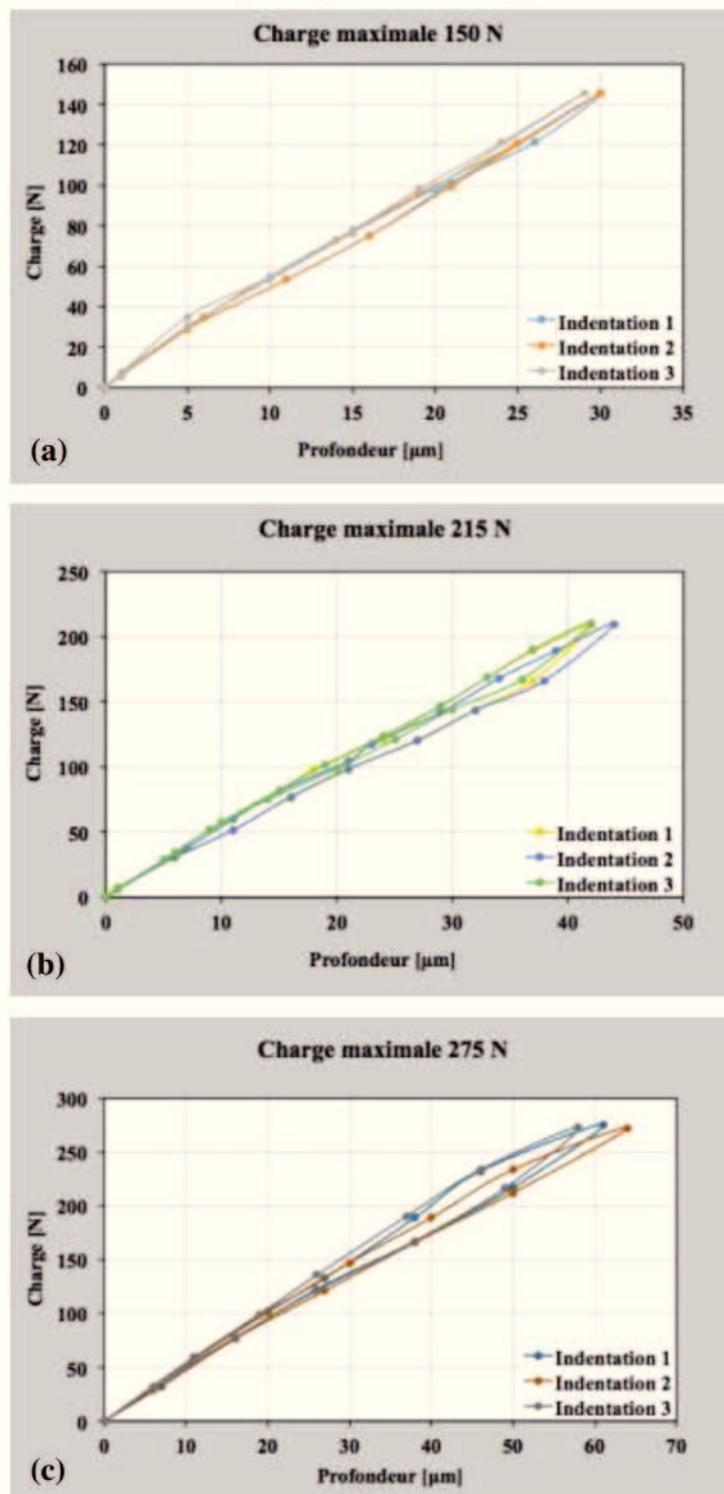


Figure 43. Courbes de charge - décharge du dépôt A^E pour les charges maximales de :
(a) 150 N, (b) 215 N et (c) 275 N.

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 Δh 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 Δh 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^E et AZ^F où les écarts sont importants probablement dus à la fragilité des dépôts. D'autre part, les écarts Δh 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 μm . 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^F, où les courbes des mesures sont tracées avec différentes couleurs.

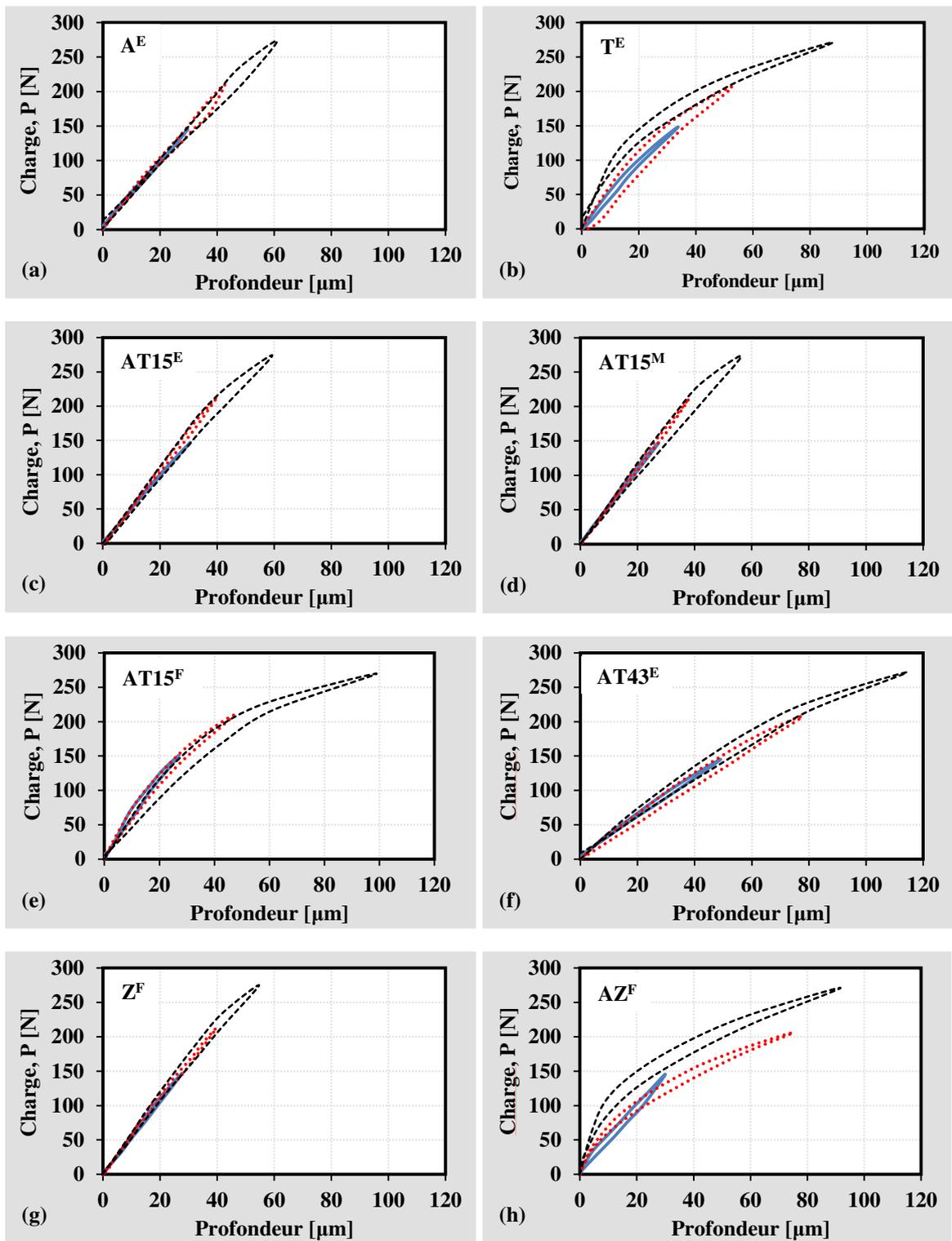


Figure 44. Courbes de charge – décharge réalisées sur la surface des dépôts : (a) A^E , (b) T^E , (c) $AT15^E$, (d) $AT15^M$, (e) $AT15^F$, (f) $AT43^E$, (g) Z^F , (h) AZ^F .

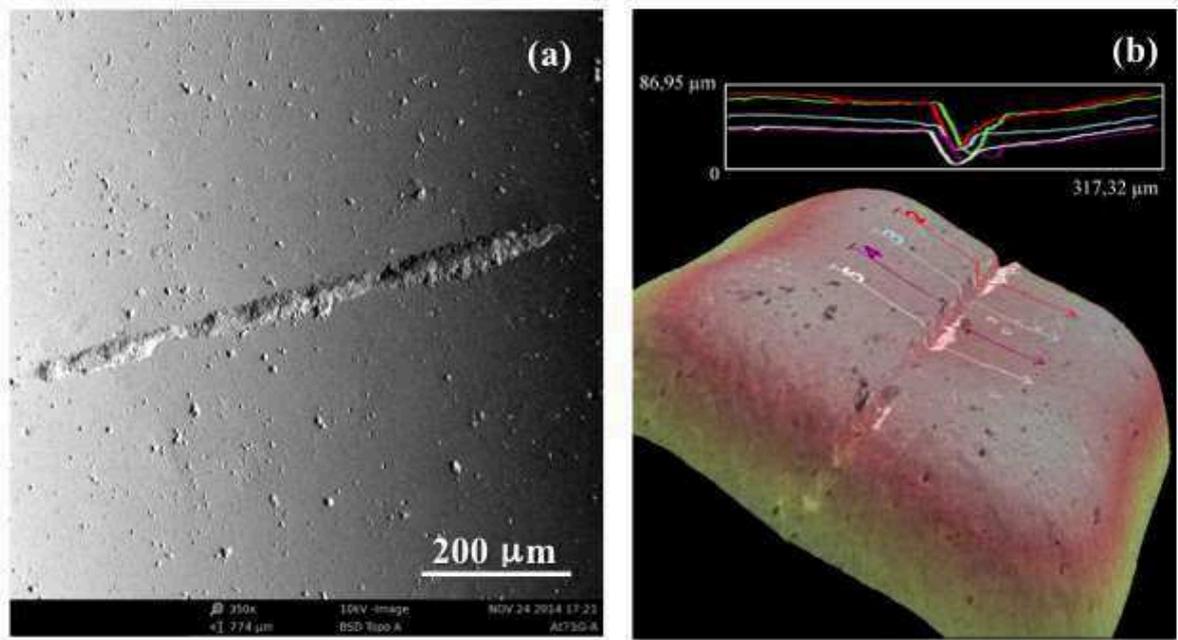


Figure 45. Empreinte produite sur la surface du dépôt AT15^F à charge maximale de 275 N : (a) vue de l'empreinte au MEB, (b) reconstruction 3D de la géométrie de l'empreinte et mesures d'une profondeur résiduelle typique.

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 ± 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^E et Z^F 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^F 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 [μm]		Δh [μm]	% Déformation	
	h_{maximale}	$h_{\text{résiduelle}}$		Élastique	Plastique
A ^E	61,0 ± 3,0	22,2 ± 7,7	38,8 ± 8,3	63,7	36,3
T ^E	88,0 ± 2,6	26,6 ± 0,0	61,4 ± 2,6	69,7	30,3
AT15 ^F	99,0 ± 10,1	39,2 ± 8,0	59,8 ± 12,9	60,4	39,6
AT43 ^E	114,3 ± 5,1	61,0 ± 5,3	53,3 ± 7,3	46,6	53,4
Z ^F	54,7 ± 2,3	47,5 ± 6,2	7,2 ± 6,6	13,2	86,8
AZ ^F	91,7 ± 3,2	39,0 ± 5,2	52,7 ± 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.

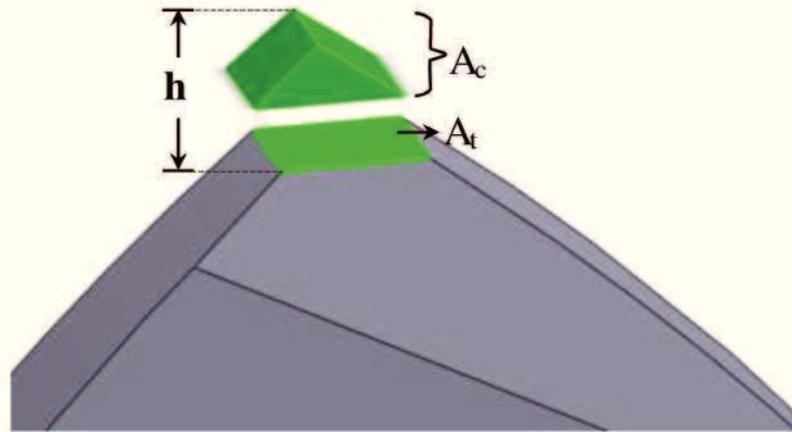


Figure 46. Géométrie de la pointe du foret pour la perforation de verre et carrelage.

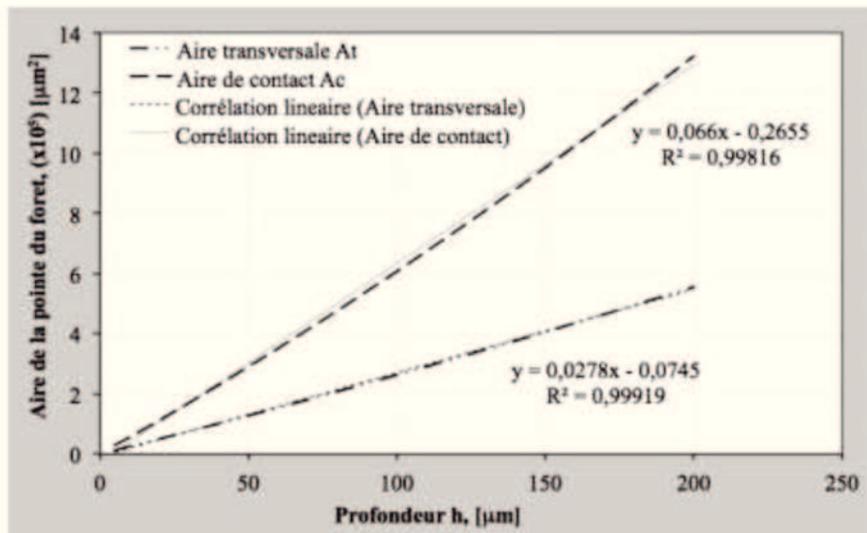


Figure 47. Aires de contact et de la section transversale de la pointe du foret pour verre et carrelage en fonction de la profondeur ou hauteur de la pointe du foret.

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.

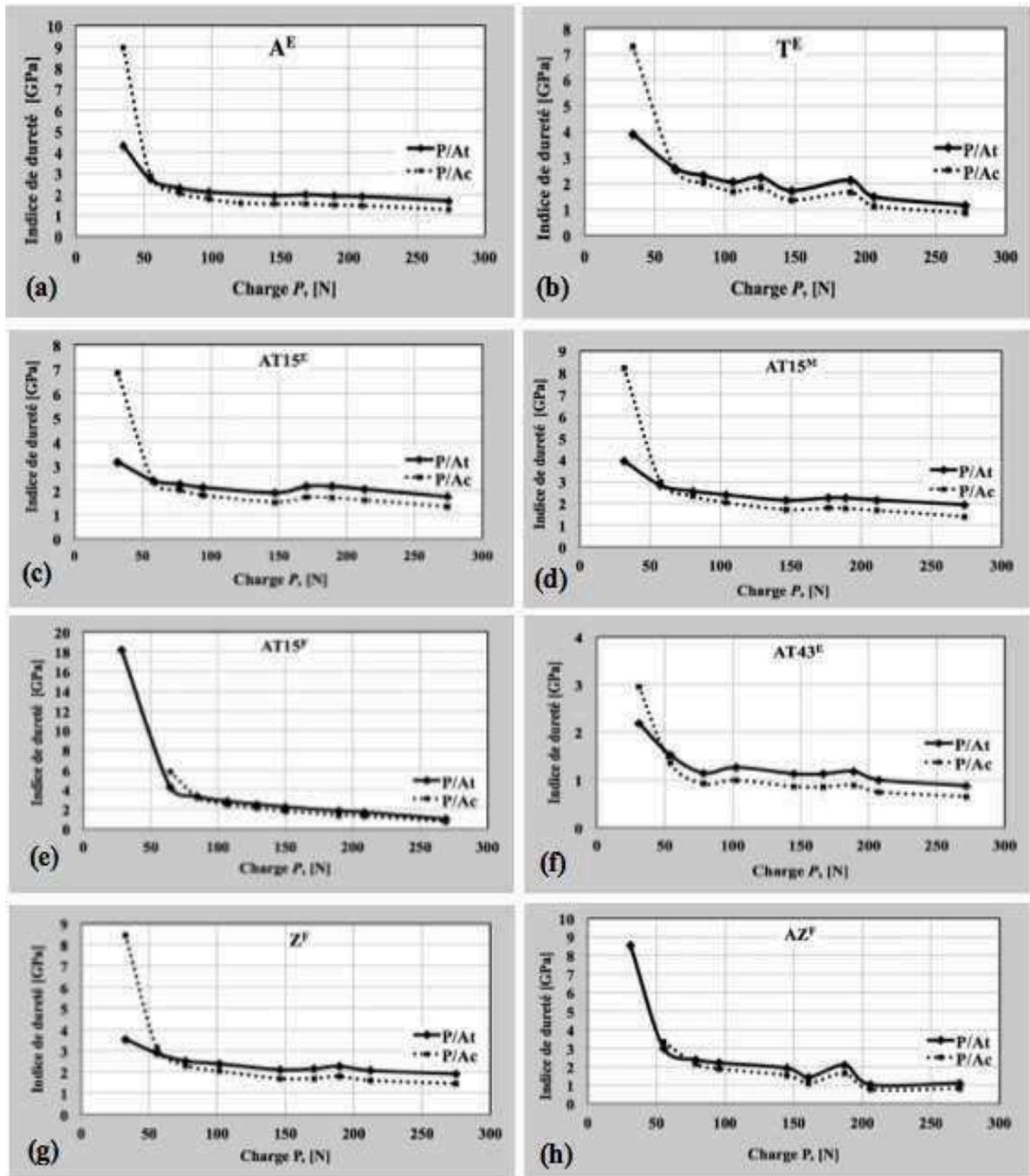


Figure 48. Indices de dureté des dépôts élaborés par projection plasma : (a) A^E , (b) T^E , (c) $AT15^E$, (d) $AT15^M$, (e) $AT15^F$, (f) $AT43^E$, (g) Z^F , (h) AZ^F .

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 ^E	146 ± 0	1,54 ± 0,04	1,95 ± 0,04	12,3 ± 0,2	12,8 ± 1,2
T ^E	148 ± 1	1,35 ± 0,02	1,72 ± 0,03	9,1 ± 0,3	11,0 ± 1,0
AT15 ^E	213 ± 1	1,59 ± 0,04	2,06 ± 0,05	10,6 ± 0,6	13,4 ± 1,4
AT15 ^M	147 ± 2	1,72 ± 0,07	2,14 ± 0,07	10,4 ± 0,5	12,9 ± 1,4
AT15 ^F	190 ± 1	1,41 ± 0,09	1,82 ± 0,11	11,1 ± 0,2	13,1 ± 1,6
AT43 ^E	102 ± 0	0,99 ± 0,06	1,26 ± 0,07	8,2 ± 0,1	8,9 ± 0,9
Z ^F	146 ± 1	1,45 ± 0,08	1,91 ± 0,10	6,6 ± 0,1	10,3 ± 1,3
AZ ^F	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^M, AT15^F, Z^F y AZ^F) 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^F (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^F (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.

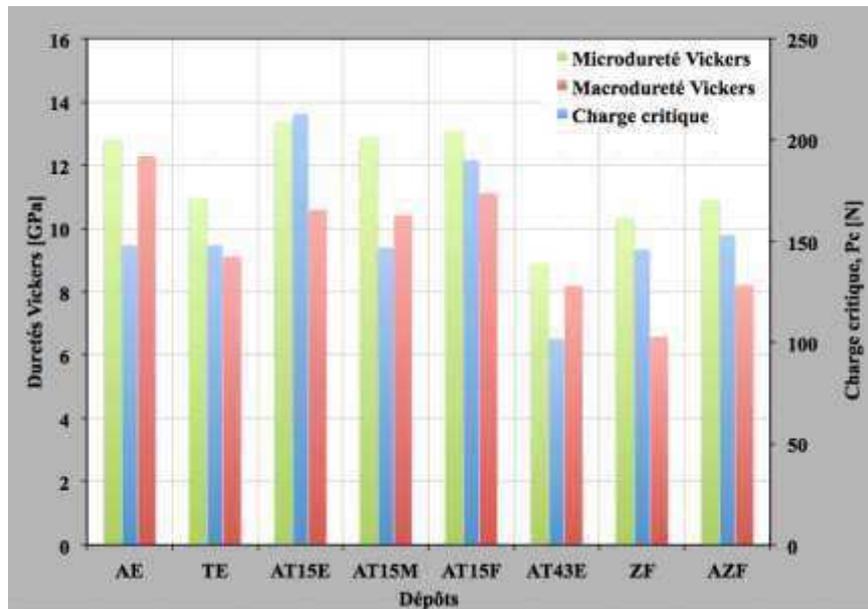


Figure 49. Évolution de la charge critique (P_c) par rapport aux macro et micro duretés Vickers des dépôts élaborés par projection plasma.

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 ^E	12,3 ± 0,2	1,54 ± 0,04	1,95 ± 0,04	7,98	6,32
T ^E	9,1 ± 0,3	1,35 ± 0,02	1,72 ± 0,03	6,75	5,30
AT15 ^E	10,6 ± 0,6	1,59 ± 0,04	2,06 ± 0,05	6,33	4,88
AT15 ^M	10,4 ± 0,4	1,72 ± 0,07	2,14 ± 0,07	6,05	4,86
AT15 ^F	11,1 ± 0,2	1,41 ± 0,09	1,82 ± 0,11	7,89	6,11
AT43 ^E	8,2 ± 0,1	0,99 ± 0,06	1,26 ± 0,07	8,27	6,50
Z ^F	6,6 ± 0,1	1,45 ± 0,08	1,91 ± 0,10	4,54	3,45
AZ ^F	8,2 ± 0,3	1,31 ± 0,07	1,67 ± 0,09	6,27	4,92
Moyenne				6,76 = k_1	5,29 = k_2
Écart type				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 ^E	12,8 ± 1,1	1,54 ± 0,04	1,95 ± 0,04	8,32	6,59
T ^E	11,0 ± 0,9	1,35 ± 0,02	1,72 ± 0,03	8,13	6,38
AT15 ^E	13,4 ± 1,3	1,59 ± 0,04	2,06 ± 0,05	8,40	6,49
AT15 ^M	12,9 ± 1,4	1,72 ± 0,07	2,14 ± 0,07	7,51	6,03
AT15 ^F	13,1 ± 1,6	1,41 ± 0,09	1,82 ± 0,11	9,29	7,20
AT43 ^E	8,9 ± 0,8	0,99 ± 0,06	1,26 ± 0,07	9,01	7,08
Z ^F	10,3 ± 1,3	1,45 ± 0,08	1,91 ± 0,10	7,13	5,41
AZ ^F	10,9 ± 1,8	1,31 ± 0,07	1,67 ± 0,09	8,33	6,53
Moyenne				8,27 = k ₃	6,46 = k ₄
Écart type				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.

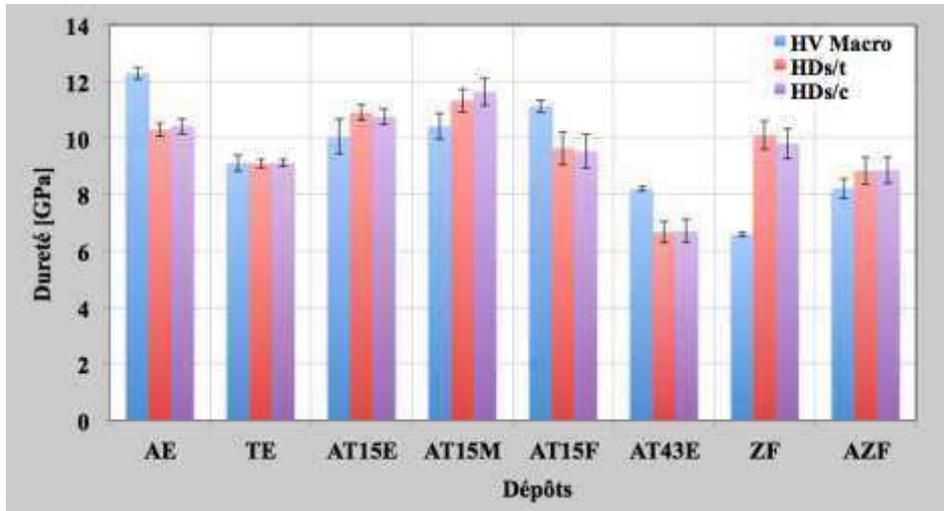


Figure 50. Comparaison de la macrodureté Vickers mesurée par indentations et des duretés équivalentes calculées à partir des indices de dureté (équation 33 et équation 34) pour des dépôts élaborés par projection plasma.

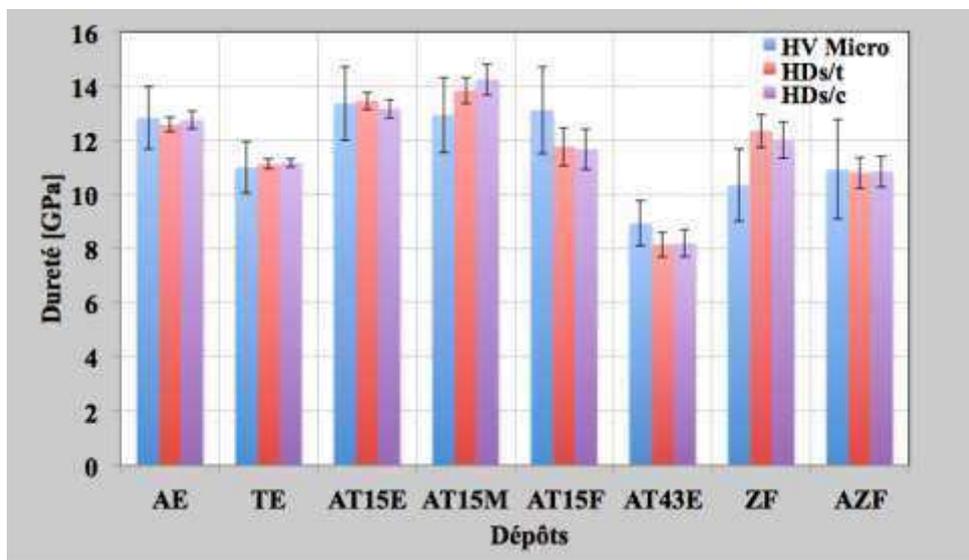


Figure 51. Comparaison de la microdureté Vickers mesurée par indentations et des duretés équivalentes calculées à partir des indices de dureté (équation 35 et équation 36) pour des dépôts élaborés par projection plasma.

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**).

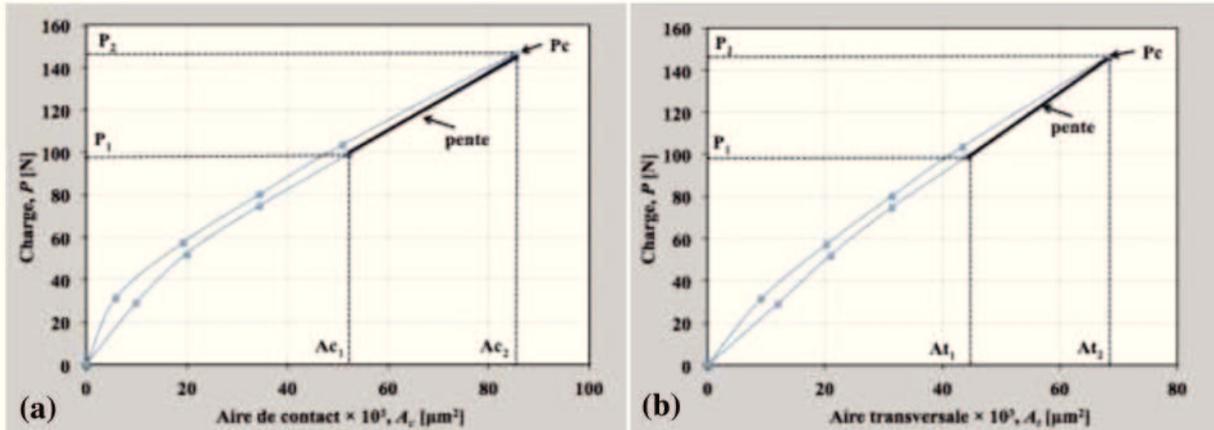


Figure 52. Schéma des pentes pour le calcul de l'indice d'élasticité :
(a) i_{E_c} , et (b) i_{E_t} .

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 ^E	1,50 ± 0,31	1,83 ± 0,03	239 ± 69
T ^E	1,05 ± 0,07	1,45 ± 0,10	230 ± 58
AT15 ^E	1,56 ± 0,18	2,16 ± 0,25	275 ± 68
AT15 ^M	1,42 ± 0,04	1,96 ± 0,06	256 ± 78
AT15 ^F	0,93 ± 0,06	1,28 ± 0,08	246 ± 85
AT43 ^E	0,77 ± 0,06	1,06 ± 0,04	129 ± 51
Z ^F	1,23 ± 0,12	1,70 ± 0,17	169 ± 72
AZ ^F	0,96 ± 0,16	1,32 ± 0,21	176 ± 94

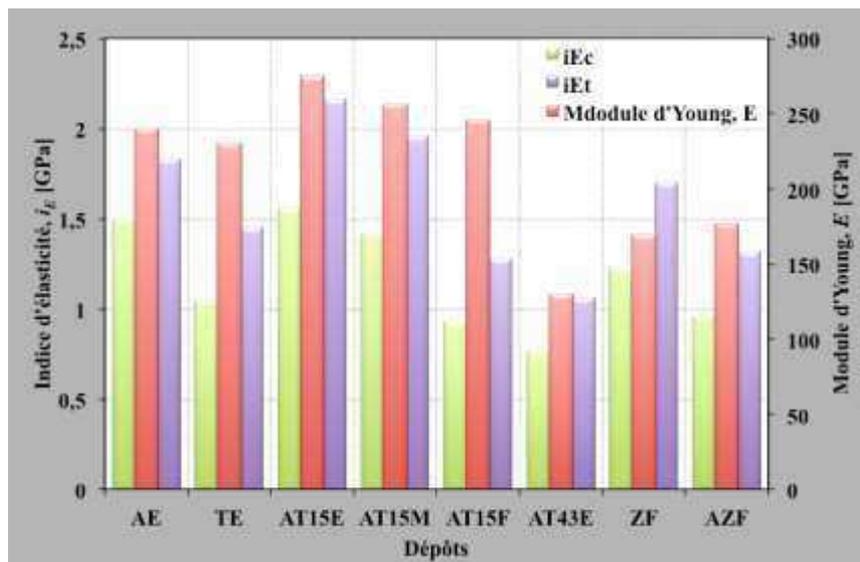


Figure 53. Évolution des indices d'élasticité i_{Ec} et i_{Et} par rapport au Module d'Young.

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.

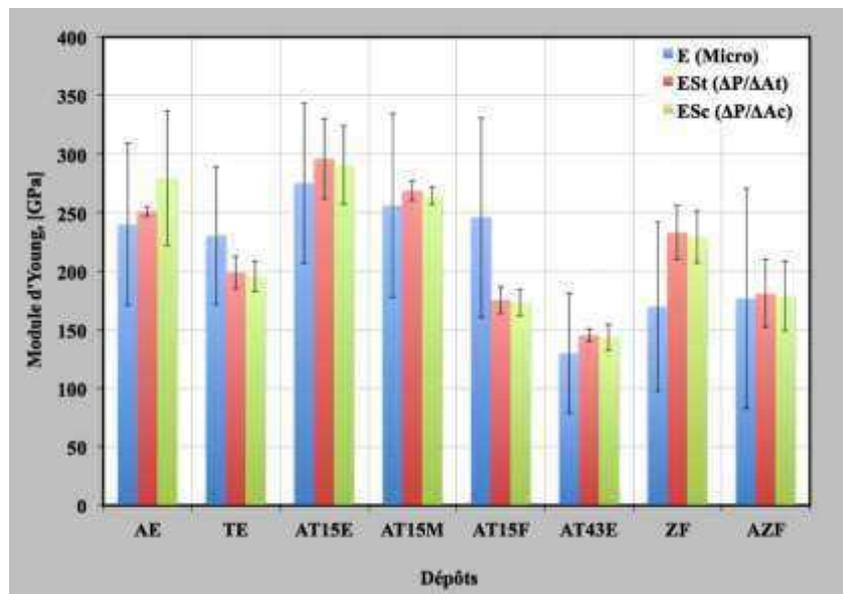


Figure 54. Modules d'élasticité équivalents (E_c^S et E_t^S) calculés à partir de la résistance à la perforation et module d'élasticité mesuré par micro indentation Knoop des dépôts élaborés par projection plasma.

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^F 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° lorsque la charge atteint environ 100 N.

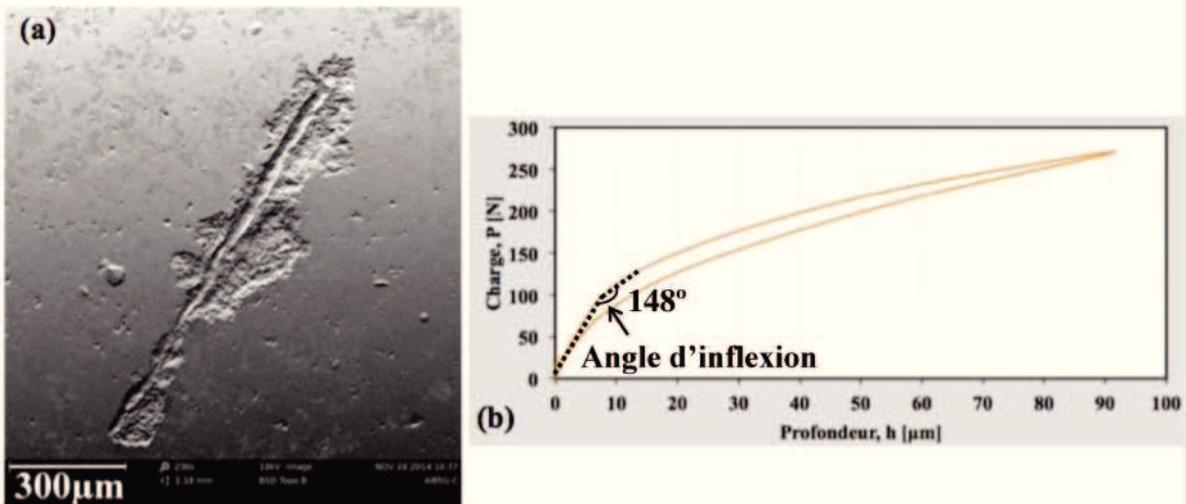


Figure 55. Comportement du dépôt AZ^F à charge maximale de 275 N : (a) empreinte résiduelle sur la surface du dépôt, (b) courbe de charge – décharge en fonction de la profondeur d'indentation.

Les dépôts AT43^E et T^E 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° à 230 N pour le dépôt AT43^E et d’environ 168° à 100 N pour le T^E (cf. **Figure 56-b** et **Figure 57-b**).

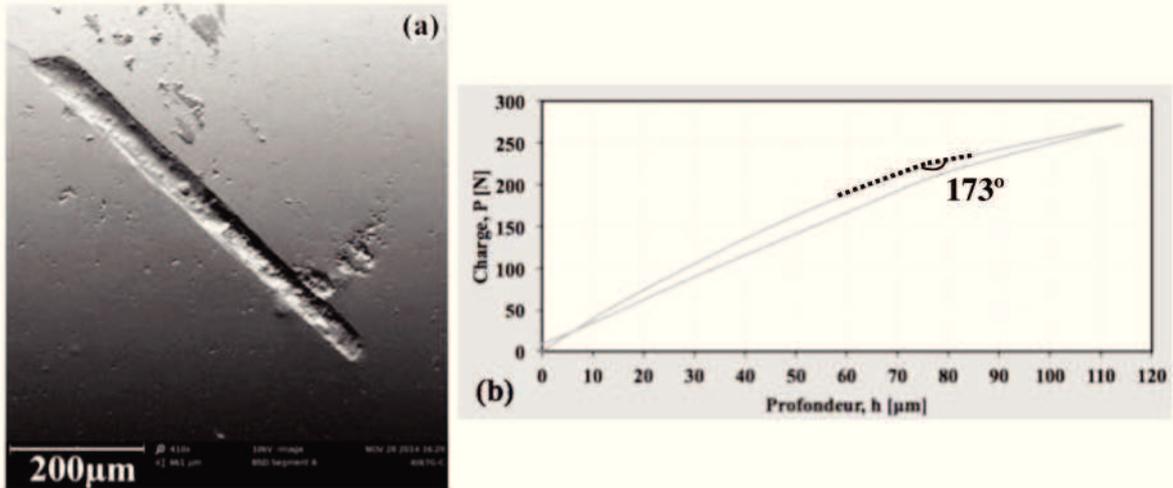


Figure 56. Comportement du dépôt AT43^E à charge maximale de 275 N : (a) empreinte résiduelle sur la surface du dépôt, (b) courbe de charge – décharge en fonction de la profondeur d’indentation.

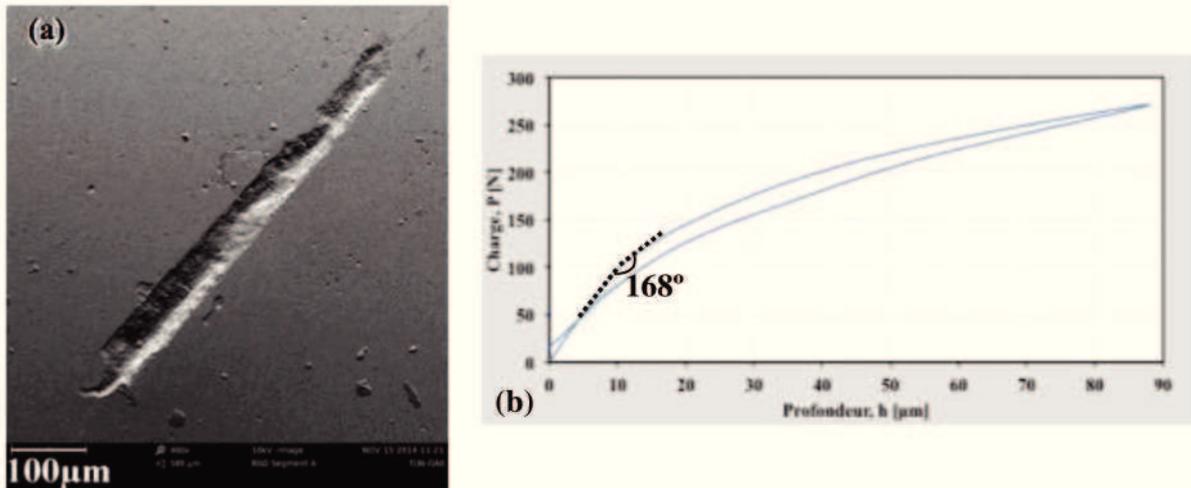


Figure 57. Comportement du dépôt T^E à charge maximale de 275 N : (a) empreinte résiduelle sur la surface du dépôt, (b) courbe de charge – décharge vs profondeur de l’indentation.

L’empreinte résiduelle sur l’échantillon Z^F 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° à partir de 225 N (cf. **Figure 58**).

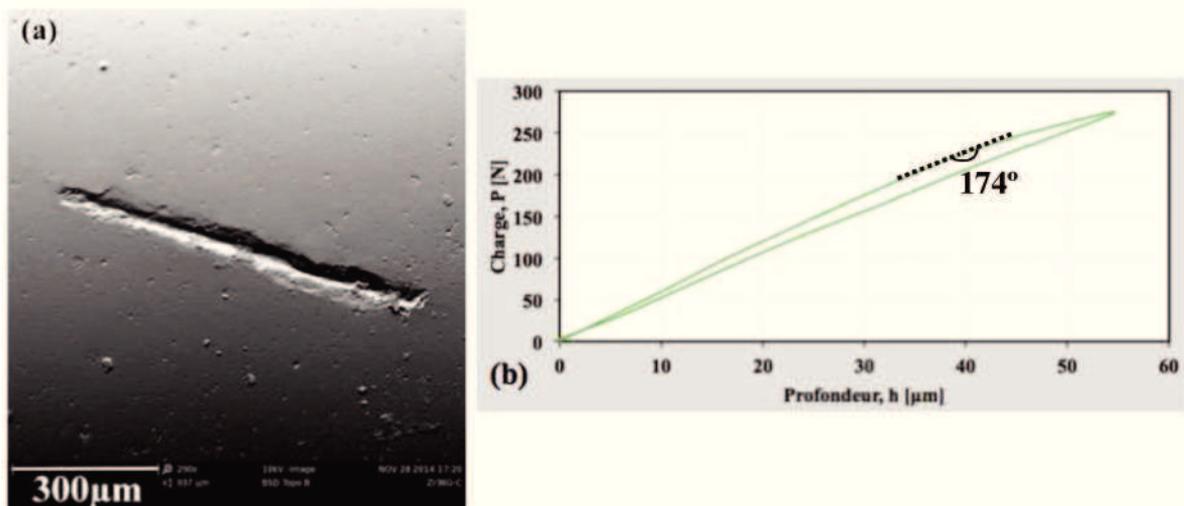


Figure 58. Comportement du dépôt Z^F à charge maximale de 275 N : (a) empreinte résiduelle sur la surface du dépôt, (b) courbe de charge – décharge vs profondeur de l'indentation.

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° 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° à 215 N (cf. **Figure 60**).

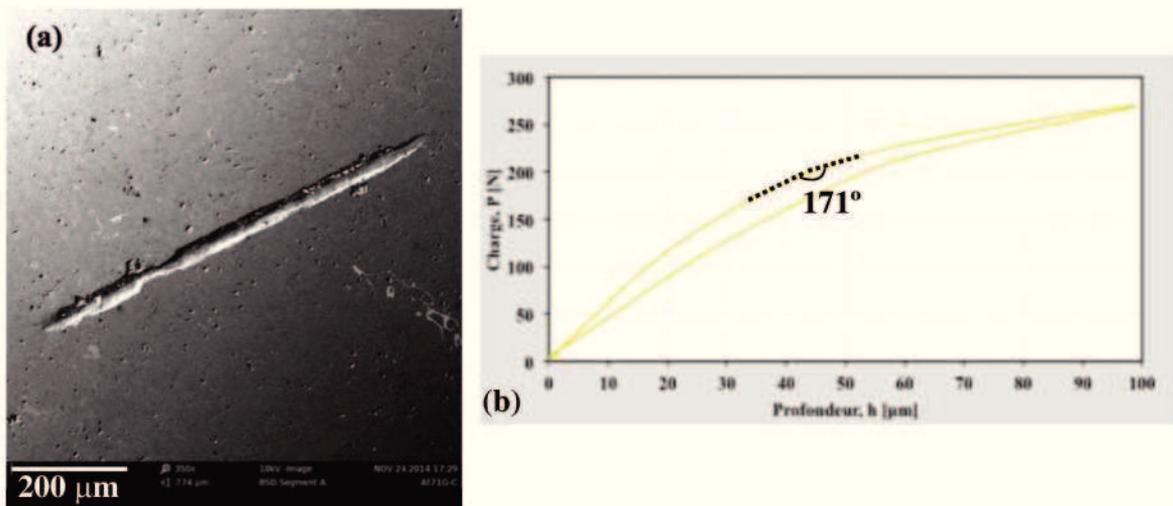


Figure 59. Comportement du dépôt AT15^F à charge maximale de 275 N : (a) empreinte résiduelle sur la surface du dépôt, (b) courbe de charge – décharge vs profondeur de l'indentation.

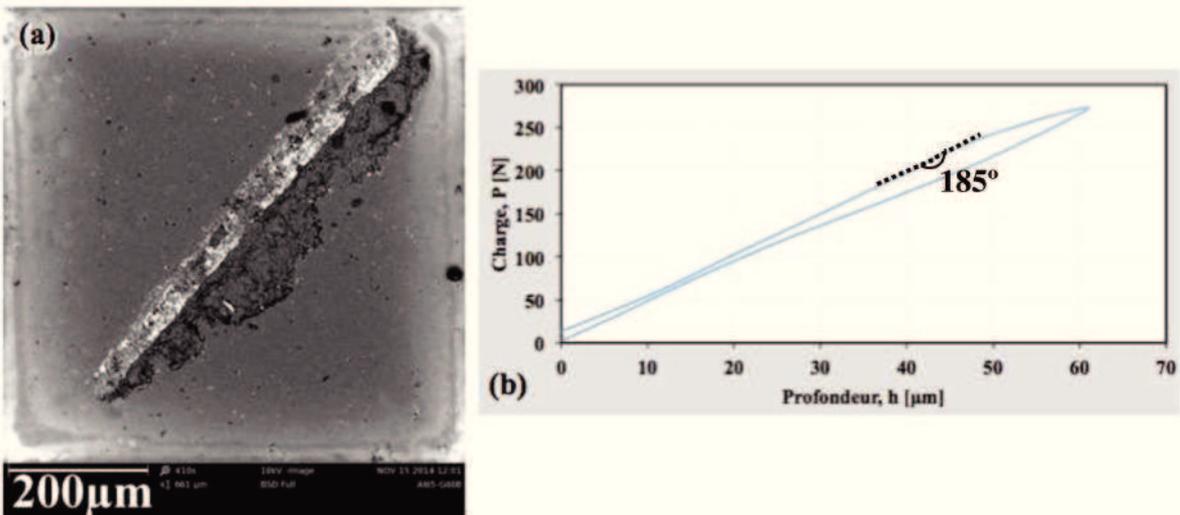


Figure 60. Comportement du dépôt A^E à charge maximale de 275 N : (a) empreinte résiduelle sur la surface du dépôt, (b) courbe de charge – décharge vs profondeur de l'indentation.

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^E qui a une dureté de $8,9 \pm 0,8$ GPa). Tandis que pour les dépôts durs (cas du dépôt A^E 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^F, 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^E 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.

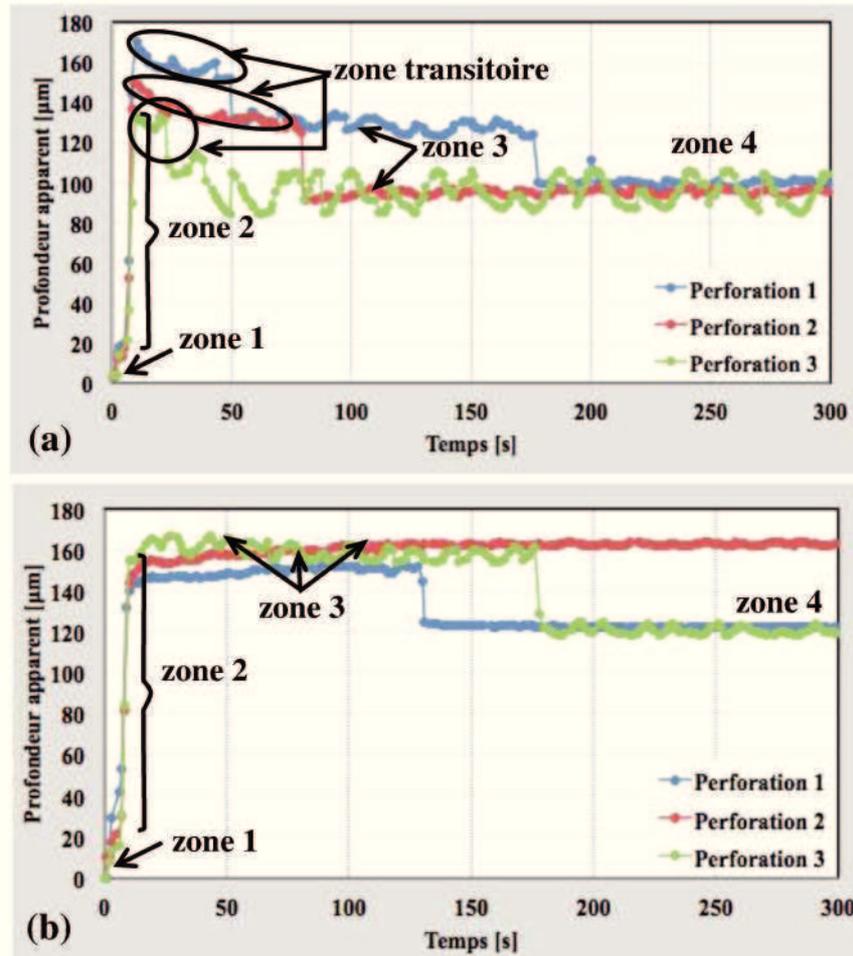


Figure 61. Profondeur apparente de perforation en fonction du temps pour le dépôt A^E sous une charge de 400 N : (a) avec un foret HSS, et (b) avec un foret pour la maçonnerie.

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^E (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^E 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].

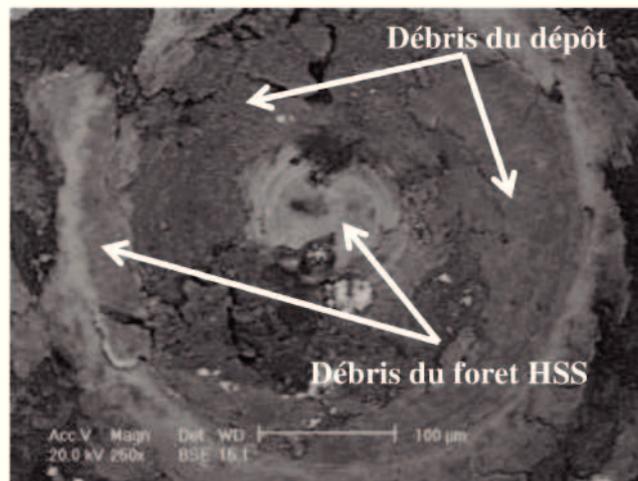


Figure 62. Trou produit sur la surface de l'échantillon AT43^E et couche de débris sur les parois lors de la perforation avec un foret HSS pendant 300 s sous une charge de 400 N.

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 [μm]			
	Foret HSS			Foret maçonnerie
	Charge appliquée			
	200 N	300 N	400 N	400 N
A ^E	74 ± 4	61 ± 4	65 ± 18	253 ± 87
T ^E	71 ± 7	108 ± 3	76 ± 38	376 ± 51
AT ₁₅ ^F	31 ± 10	29 ± 5	46 ± 11	215 ± 101
AT ₄₃ ^E	125 ± 57	168 ± 38	214 ± 21	395 ± 51
Z ^F	89 ± 18	141 ± 35	233 ± 36	383 ± 162
AZ ^F	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_d » à partir des rapports entre la charge appliquée et les aires, de contact et transversale des pointes des forets, P/A_c et P/A_t respectivement, ce qui donne des indices de dureté ID_{dc} et ID_{dt}. 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**).

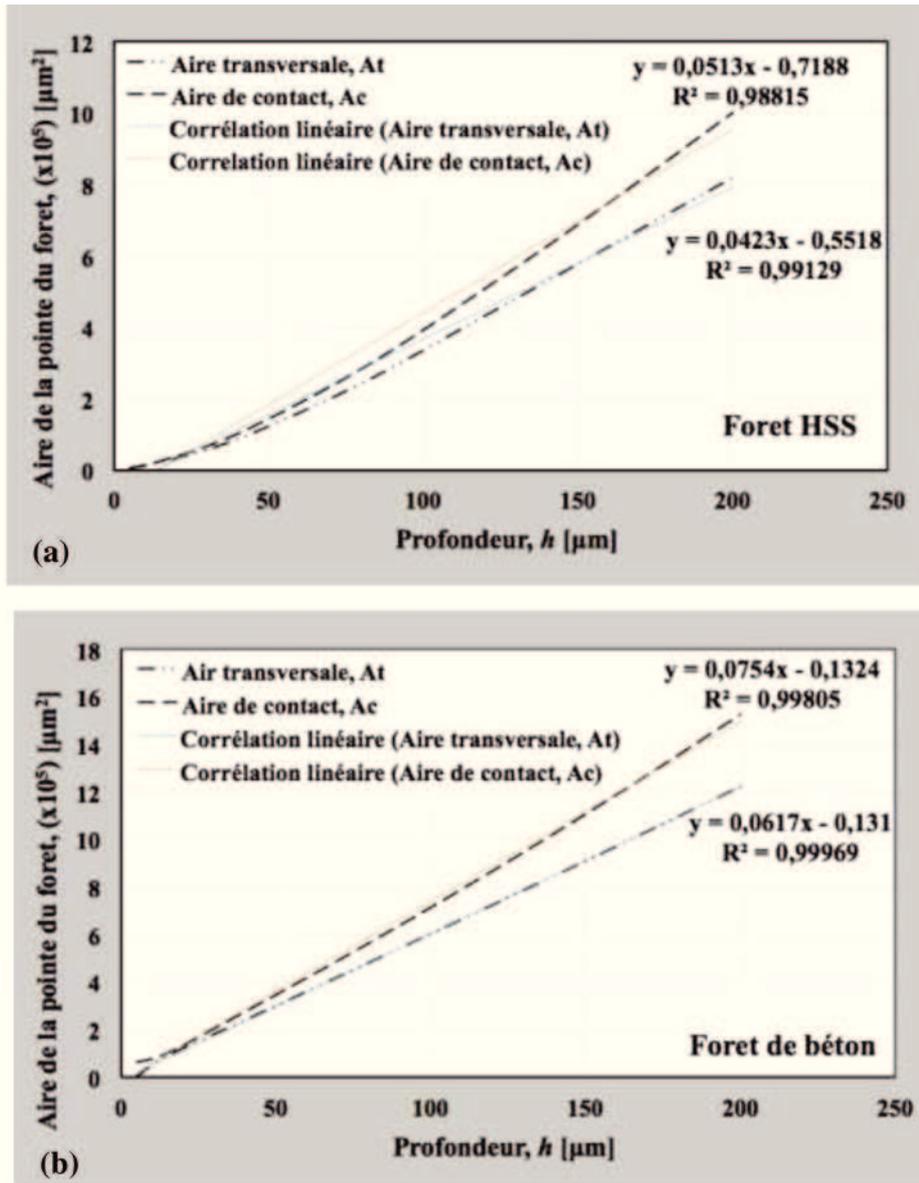


Figure 63. Aires de contact et de la section transversale en fonction de la hauteur de la pointe du foret : (a) foret HSS, et (b) foret de béton.

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^F. 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^F 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.

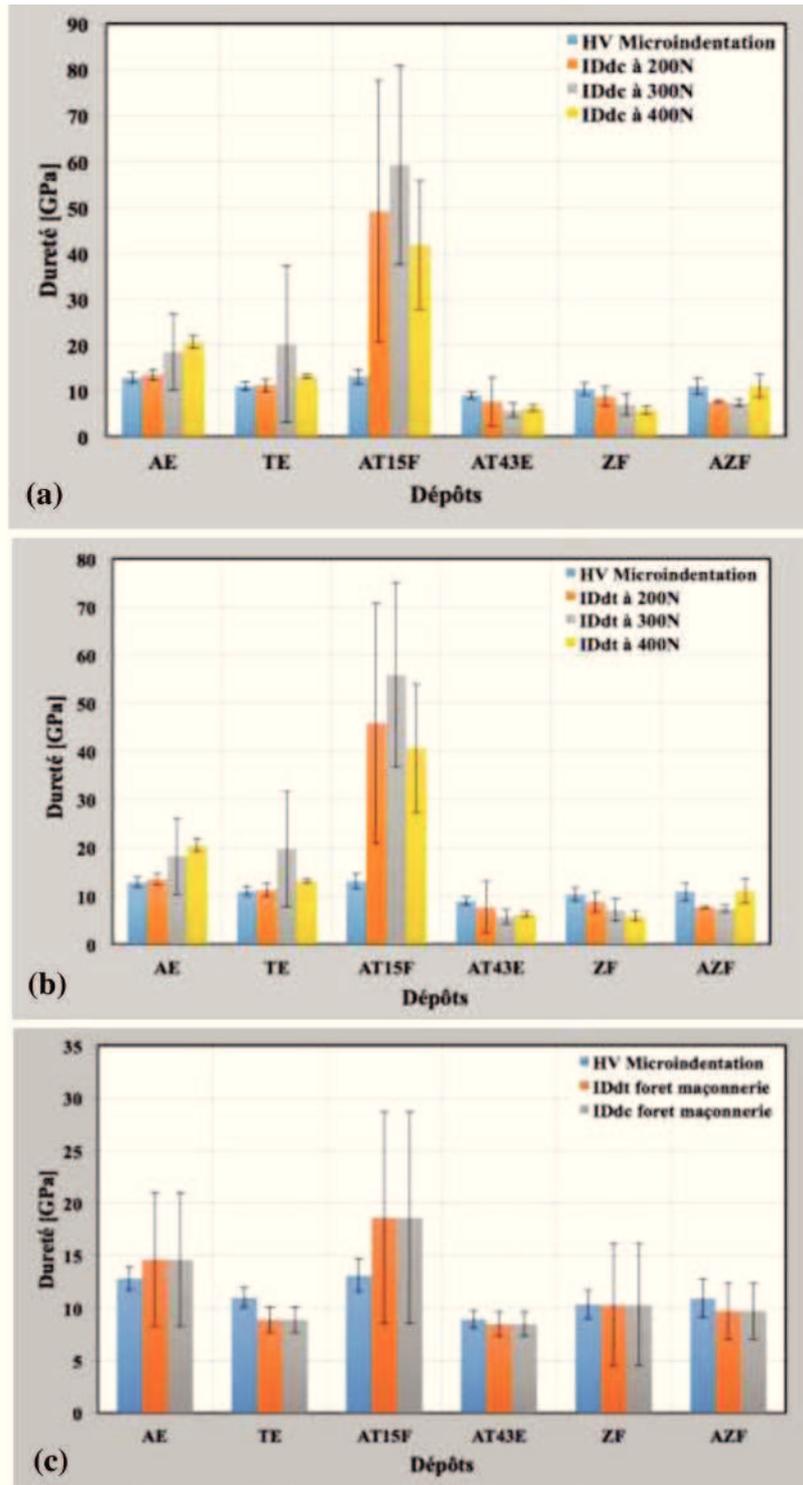


Figure 64. Comparaison des Indices de Dureté dynamiques et duretés mesurées par indentation Vickers : (a) foret HSS à partir de l'aire A_c , (b) foret HSS à partir de l'aire A_q , (c) foret pour la maçonnerie à partir des aires A_c et A_q sous charge de 400 N.

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].