



### **Science Arts & Métiers (SAM)**

is an open access repository that collects the work of Arts et Métiers Institute of Technology researchers and makes it freely available over the web where possible.

This is an author-deposited version published in: <https://sam.ensam.eu>  
Handle ID: <http://hdl.handle.net/10985/11602>

#### **To cite this version :**

Alain IOST, J. GARCIA, J.-M. SOBRINO, Alex MONTAGNE - Caractérisation mécanique de revêtements sol-gel hybrides - 2016

Any correspondence concerning this service should be sent to the repository

Administrator : [scienceouverte@ensam.eu](mailto:scienceouverte@ensam.eu)



## Caractérisation mécanique de revêtements sol-gel hybrides

A. Iost<sup>1</sup>, J. Garcia<sup>2</sup>, A. Montagne<sup>1</sup> et J.M. Sobrino<sup>2</sup>

1 : Arts et Métiers ParisTech, MSMP, 8 Boulevard Louis XIV, 59000 Lille, France

2 : CETIM, Pôle Matériaux Métalliques et Surfaces, 52 av. Félix Louat - BP 80067, 60304 Senlis, France

**Mots clé :** Sol-gel, Indentation, Adhérence

### CONTEXTE DE L'ETUDE :

Nous avons développé une solution sol-gel hybride organique-inorganique [1-2] qui, après application par trempé ou pulvérisation et suivi d'une étape de cuisson, permet d'apporter une protection contre la corrosion. Cette solution a été mise au point afin de pouvoir remplacer un acier inox 316L par un couple « inox 430 + dépôt sol-gel » tout en conservant les mêmes propriétés électrochimiques. En parallèle à l'étude des propriétés électrochimiques, nous avons développé une méthodologie pour caractériser les propriétés mécaniques du revêtement (dureté, module d'élasticité, ténacité) ainsi que son adhérence sur le substrat [3-4].

### METHODES EXPERIMENTALES ET RESULTATS :

La dureté et le module d'élasticité du revêtement sol-gel sont estimés à partir d'essais de nano indentation en utilisant les modèles multicouches [3]. Les décrochements (pops-in) qui se produisent pendant le chargement sont associés à la fissuration du revêtement (figure 1) et permettent de calculer la ténacité du revêtement ainsi que la ténacité d'interface [4].

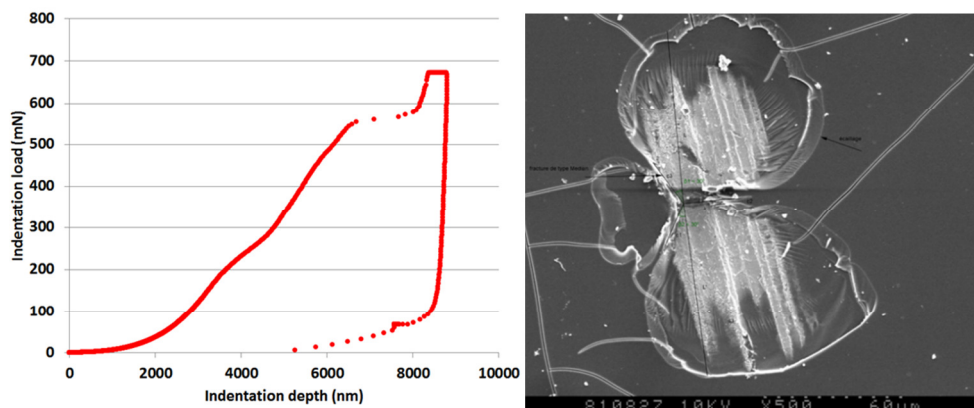


Figure 1 : courbe d'indentation montrant les discontinuités (pops-in) et l'écaillage produit

Ces résultats sont combinés aux essais de traction ou de flexion (analyse de la densité de fissures en fonction de la déformation, figure 2) [5] et de rayage (figure 3) pour caractériser les propriétés mécaniques des revêtements en relation avec l'état de surface du substrat. Les valeurs obtenues par ces différentes méthodes sont rapportées dans le tableau 1. Cette étude nous a permis de développer une méthodologie : choix des essais (nano, micro ou macroindentation instrumentée, traction ou flexion, essai de rayage) ainsi que les conditions expérimentales à privilégier (type de dispositif expérimental, force, vitesse ... en fonction du dépôt étudié (épaisseur, homogénéité, rugosité du substrat, adhérence, module d'élasticité, dureté ...).

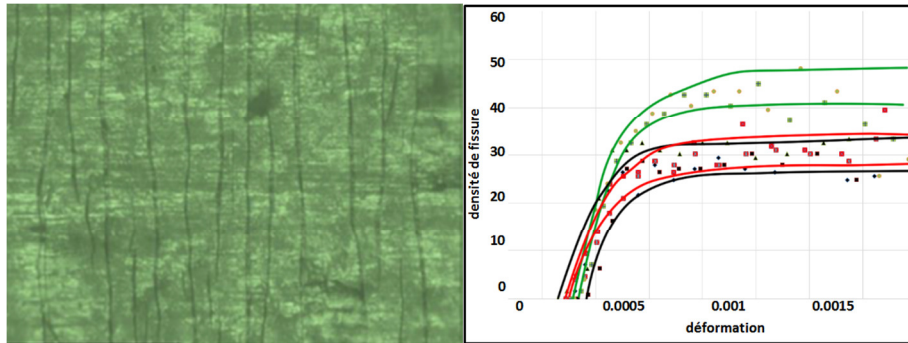


Figure 2 : essai de fragmentation en traction en fonction de la rugosité du substrat.

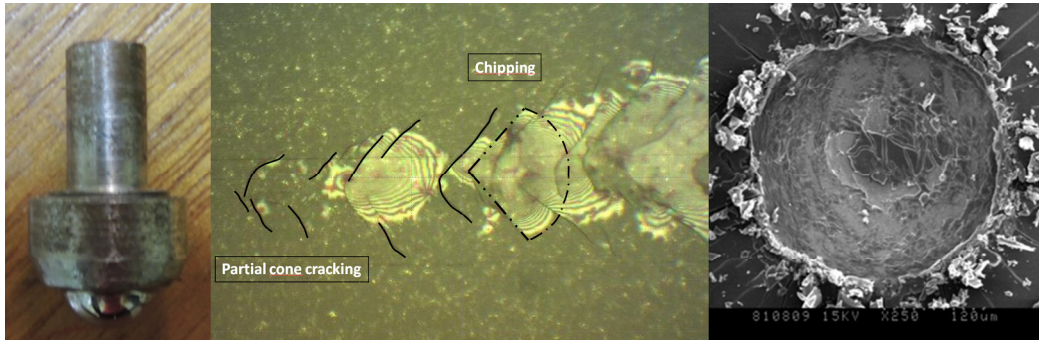


Figure 3 : Essai de rayage (bille diamètre 10 mm) et essai Mercedes.

Dénomination	brillant	poli	sablé
Rugosité ( $\mu\text{m}$ )	$R_a = 0,02\mu\text{m}$	$R_a = 0,9\mu\text{m}$	$R_a = 1,1\mu\text{m}$
Epaisseur ( $\mu\text{m}$ )	6-8,5	9,5-10	4,5-8,5
Dureté / module (GPa) - substrat	0,3 / 4,1 – 0,45/200		
<b>Ténacité : <math>K_{IC}</math> (<math>\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}</math>)</b>			
nano-dureté charge imposé (OAB)	$1,6 \pm 0,8$	$1,7 \pm 0,8$	$1,8 \pm 0,8$
nano-dureté charge imposé (ABH)	$1,5 \pm 0,8$	$1,8 \pm 0,8$	$1,7 \pm 0,8$
essai de traction	1,30	1,13	1,33
<b>Ténacité interfaciale : <math>K_{CI}</math> (<math>\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}</math>)</b>			
Scratch test	$0,09 \pm 0,04$	$0,07 \pm 0,03$	$0,08 \pm 0,05$
Nanoindentation, écaillage	0,18	0,10	0,13
Essai de traction	0,67	0,52	0,6
<b>Charge critique de cisaillement (N)</b>			
L ½ Scratch test	49	20	20
Lc Scratch test	$34,1 \pm 10,1$	$21,7 \pm 5,6$	$24 \pm 10,1$
<b>Contrainte de cisaillement à l'interface (MPa)</b>			
Traction	67,4	50,9	50,5

Tableau 1 : synthèse des résultats obtenus par les différentes méthodes étudiées

#### Références :

- [1] E. Certhoux, F. Ansart, V. Turq, J.-P. Bonino, J.-M. Sobrino, J. Garcia, J. Reby, *New sol-gel formulations to increase the barrier effect of a protective coating against the corrosion of steels*, Progress in Organic Coatings, **76**, pages 165-172, 2013.
- [2] E. Certhoux, F. Ansart, V. Turq, J.-P. Bonino, J.-M. Sobrino, *Process for depositing an organo-mineral sol-gel anticorrosion coating on stainless steel*, Brevet WO2013140099A1.
- [3] E.S. Puchi-Cabrera, M.H. Staia, A. Iost, *A description of the composite elastic modulus of multilayer coated systems*, Thin Solid Films, **583**, pages 177-193, 2015.
- [4] A. Iost, *Détermination de la ténacité de matériaux fragiles ou ductiles à partir de l'essai d'indentation*, Revue de Métallurgie, **110**, pages 215-233, 2013.
- [5] Y. Leterrier, *Durability of nanosized oxygen-barrier coatings on polymers*, Progress in Materials Science, **48**, (1), , pages 1-55, 2003.