



### **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/10985/10789>

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

Alain IOST, Y. RUDERMAN, Maxence BIGERELLE - Dureté des revêtements : quel modèle choisir ? - Matériaux & Techniques - Vol. 93, n°7-8, p.201-211 - 2005

Any correspondence concerning this service should be sent to the repository

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



# Dureté des revêtements : quel modèle choisir ?

A. Iost<sup>1</sup>, Y. Ruderman<sup>1</sup> et M. Bigerelle<sup>2</sup>

<sup>1</sup> Laboratoire de Métallurgie Physique et Génie des Matériaux, CNRS UMR 8517, Équipe Surfaces et Interfaces ENSAM, 8 boulevard Louis XIV, 59046 Lille Cedex, France

<sup>2</sup> Laboratoire Roberval, CNRS FRE 2833, UTC Centre de Royallieu, BP. 20529, Compiègne, France

## Mots-clés :

Dureté ; revêtement ; bruit de mesure ; robustesse des modèles

**Résumé** – La caractérisation des propriétés mécaniques des revêtements, et plus particulièrement de leur dureté est d'une grande importance dans le milieu industriel et fait l'objet de nombreuses études. Le plus souvent, la mesure directe de cette grandeur n'est pas possible, puisque sa valeur est influencée par les caractéristiques du substrat sur lequel le revêtement est déposé. Dans cet article, nous nous proposons d'étudier la robustesse de différents modèles utilisés dans la littérature, avec prise en compte de l'effet de la force sur la dureté du film et du substrat, pour déduire la dureté du revêtement de celle du « composite » [revêtement – substrat]. Pour cela, nous avons effectué des essais sur une pièce industrielle en acier, revêtue par un dépôt de nickel chimique de 55 µm d'épaisseur. Cette épaisseur est suffisante pour que la dureté du revêtement puisse être mesurée et comparée à celle obtenue par les modèles. En effectuant des essais sous différentes forces appliquées, nous avons mesuré expérimentalement les duretés « composite » et celles du substrat. À partir des valeurs de dureté du revêtement et du substrat (valeurs considérées comme exactes, sans incertitude), nous avons optimisé les coefficients variables de chaque modèle pour tracer une dureté composite, en fonction de l'inverse de la diagonale de l'empreinte, la plus proche possible des résultats expérimentaux. Ces courbes sont considérées ensuite comme les « courbes expérimentales » (sans incertitude), sur lesquelles nous étudions la robustesse des modèles. Cette robustesse est d'abord testée en perturbant les valeurs de dureté « expérimentales » par un bruit (incertitude due à l'appareil de mesure). Une deuxième perturbation est également introduite en supprimant les données relatives aux plus faibles profondeurs de pénétration, afin de déterminer le domaine expérimental (profondeur d'indentation sur épaisseur de revêtement) où la prévision de la dureté du revêtement est possible (il est évident que si les conditions expérimentales sont réunies pour que la dureté du film seul puisse être mesurée, l'utilisation d'un modèle ne s'impose pas). Nous montrons que les modèles deviennent moins stables lorsque le nombre de paramètres variables augmente, et que le modèle de Jönsson et Hogmark donne les meilleures prévisions. Cette méthode peut être utilisée pour définir les conditions expérimentales (choix de l'appareil et gamme de forces) qui permettent de mesurer la dureté d'un revêtement en fonction de sa dureté et de son épaisseur présumées.

## Key words:

Hardness; coatings; measurement noise; models robustness

**Abstract – Model robustness for films coating hardness.** The extensive use of appropriate coatings to improve wear resistance, friction coefficient, electrical properties and protection against corrosion has stimulated a growing interest in their mechanical properties, and especially in hardness measurements. The aim of this study is to compare the robustness of different models taking into account the indentation size effect on film and substrate proposed in the literature to estimate the hardness of coatings from indentations where both coating and substrate interact. First, experimental data are obtained on a thick (55 µm) chemical nickel coating chemically deposited on a steel substrate using macrohardness measurements. The high thickness of the coating allows the direct determination of the film hardness and its variation with the applied load. Different models are then applied to depict hardness variation with the indentation depth. The best fit is obtained by varying the model parameters, and the model curve is then used as the experimental curve. The experimental data deduced from this experimental curve are then perturbed by a Gaussian random noise with 0 as mean and 1 µm as standard deviation. A second perturbation is performed by subtracting the results related to the smallest indentation depths and applying the former noise. It is shown that the Jönsson and Hogmark model produced the best prediction. Prediction is less accurate for models which used three or four parameters since these parameters are strongly connected.

Texte reçu le 16 mars 2005  
accepté le 30 septembre 2005

La caractérisation des propriétés mécaniques, et plus particulièrement de la dureté des revêtements est un problème essentiel dans l'industrie du fait du développement des multi matériaux et des enjeux économiques associés [1]. L'épaisseur des dépôts peut être très variable : d'une dizaine de nanomètres au millimètre suivant les applications pratiques (utilisation en électronique, industrie optique, outils de coupe, pièces devant résister à l'usure ou aux pressions de contact). Les appareils de mesure pouvant être utilisés sont aussi très différents, et ont des domaines de force appliquée ( $F$ ) et de profondeur de pénétration par l'indenteur  $h$  variables : nanodureté ( $F \in [1 \mu\text{N} ; 100 \text{ mN}]$ ,  $h \in [1 ; 1000 \text{ nm}]$ ), microdureté ( $F \in [0,05 ; 5 \text{ N}]$ ,  $h \in [1 ; 20 \mu\text{m}]$ ), macrodureté ( $F \in [0,05 ; 1,2 \text{ kN}]$ ,  $h \in [100 \mu\text{m} ; 1 \text{ mm}]$ ) ; de même les définitions de dureté utilisées varient en fonction des types d'essais et des utilisateurs. En milieu industriel il est souvent d'usage de mesurer la dureté d'un revêtement avec une force prédéfinie (1 N le plus communément en construction mécanique), mais cette estimation peut fréquemment être très éloignée de la valeur réelle si la pénétration relative  $\text{RID} = h/t$  de l'indenteur dans le dépôt d'épaisseur  $t$  dépasse une certaine valeur. Une règle d'usage, préconisée par Bückle [2] dans le cas où la dureté du dépôt est supérieure à deux fois celle du substrat, prévoit qu'il n'est possible de mesurer la dureté du dépôt seul que si la profondeur de pénétration est inférieure au dixième de l'épaisseur. Quand le dépôt est plus mou que le substrat, l'erreur peut être beaucoup plus grande en raison de la formation de bourrelets marqués sur les bords de l'empreinte. Pour Jönsson et Hogmark [3], d'après [4], les valeurs critiques de RID varient entre 0,07 et 0,2 ; le cas le plus défavorable étant celui d'un dépôt dur sur un substrat mou. Mais il faut se garder de généraliser trop rapidement, car certains essais, modèles ou simulations numériques donnent des résultats différents ; Tuck et al. [5] reportent que pour un couple de  $3,75 \mu\text{m}$  ZrN/Acier avec un RID égal à 0,1, la dureté mesurée n'est égale qu'à 88 % de la dureté du film. Gamonpilas et Busso [6] montrent par simulation numérique, dans le cas où le rapport des limites d'élasticité et des modules d'Young du film et du substrat sont respectivement supérieurs à 10 et 0,1, que le substrat commence à influencer la dureté mesurée dès que la profondeur de pénétration est égale ou supérieure à 5 % de l'épaisseur du film. On

pourrait croire que l'utilisation de la nanodureté permet dans la plupart des cas de résoudre le problème en utilisant des forces très faibles (donc des RID très petits), mais d'autres facteurs entrent alors en jeu tels que la perturbation de la surface par la couche de passivation ou la formation d'oxydes, l'irrégularité de la surface, sa rugosité, l'hétérogénéité microstructurale ou encore les défauts de forme de la pointe de l'indenteur.

Il est donc nécessaire de modéliser le comportement sous indentation du couple [substrat – revêtement], le substrat influençant la mesure de dureté du film, et le film celle du substrat. Un des tout premiers modèles développé par Bückle [2, 7] a consisté à définir sous la surface du matériau douze zones d'influence d'égales épaisseurs indicées  $i$ . À chacune de ces zones est attribué un poids relatif  $P_i$  établi à partir de calculs théoriques et de résultats expérimentaux, et une dureté  $H_i$ , fonction de la distance à la surface. Ainsi, pour un revêtement de dureté uniforme  $H_f$  déposé sur un substrat de dureté  $H_s$ , la dureté  $H_k$  mesurée pour une profondeur de pénétration  $k$ , sera :

$$H_k = \frac{\sum H_i P_i}{\sum P_i} = \frac{H_f \sum_1^k P_i + H_s \sum_{k+1}^{12} P_i}{\sum_1^{12} P_i} \quad (1)$$

La dureté mesurée, que nous appellerons « dureté composite » fait intervenir la dureté du film,  $H_f$  et celle du substrat,  $H_s$  suivant la formule :

$$\frac{H_c - H_s}{H_f - H_s} = a \quad (2)$$

avec une grandeur  $a$  sans dimension qui varie entre 0 ( $H_c = H_s$ ) et 1 ( $H_c = H_f$ ).

Presque tous les modèles destinés à prévoir la dureté d'un revêtement sont exprimés selon cette formule. Chaque modèle fournit l'évolution de  $a$  avec le rapport de l'épaisseur du revêtement  $t$  sur la profondeur de pénétration  $h$  (pour une pyramide en diamant Vickers parfaite,  $h$  est égale au septième de la diagonale de l'empreinte  $d$ ) et de différents paramètres qui peuvent être ajustables. Nous avons également considéré que la dureté d'un matériau massif varie avec la taille de l'empreinte (donc avec la force appliquée) suivant la relation :

$$H_i = H_{0i} + \frac{B_i}{d} \quad (3)$$

dans laquelle l'indice  $i$  peut représenter le film ( $i=f$ ) ou le substrat ( $i=s$ ). Cette variation a été validée par Farges et Degout [8] qui considèrent qu'elle est due à la formation d'un bourrelet autour des empreintes. Ce bourrelet participe au support de la force [9], ce que nous avons vérifié en calculant les surfaces réelles de contact entre l'indentateur et la matière pour différents matériaux [10]. Généralement, les auteurs qui proposent un nouveau modèle justifient sa validité en montrant que la connaissance de  $H_s$ , de  $H_f$  et de  $t$  permet de retrouver avec une bonne approximation  $H_c$ . Cette validation n'est pas pertinente, car l'inconnue n'est pas la dureté du « composite », qui est mesurée expérimentalement, mais celle du film. Pour cette raison, nous avons étudié la robustesse de différents modèles sur un matériau comportant un revêtement suffisamment épais pour que sa dureté puisse être mesurée avec une bonne précision. Un modèle robuste n'est pas nécessairement valide, mais un modèle non robuste peut conduire à une estimation de la dureté du film erronée si les mesures effectuées sont entachées d'incertitudes.

## Les différents modèles étudiés

La littérature comporte de nombreux modèles pour exprimer la dureté du composite en fonction de celles du substrat et du film. Nous nous limiterons aux modèles qui ne font pas intervenir les modules d'élasticité  $E$  du revêtement qui peut différer sensiblement de celle du matériau massif à cause de la microstructure (e.g. croissance orientée des cristaux), de la composition chimique ou de la présence de contraintes résiduelles. La mesure en nanodureté est souvent possible mais difficile lorsque l'épaisseur du revêtement est faible, car elle est influencée (comme pour la dureté) par la présence du substrat. Les modèles sont exposés très brièvement, le lecteur pourra trouver les compléments d'information dans les références fournies.

1) Le modèle de Jönsson et Hogmark [3] (JH1) :

Ce modèle, parmi les plus anciens, considère que la dureté du composite est proportionnelle aux aires indentées dans le film et le substrat. À partir d'un schéma géométrique simple, la grandeur  $a$  s'exprime :

$$a = \frac{2Ct}{d} - \frac{C^2 t^2}{d^2} \quad (4)$$

où  $C$  est une constante qui peut prendre soit la valeur 0,982 si le film est déformé

plastiquement pendant l'indentation, soit la valeur 0,509 si le film est fissuré. Une première version améliorée de ce modèle a été apportée par Vingsbo et al. [11] qui introduisent la variation de la dureté avec la dimension de l'empreinte (Eq. (3)) dans le calcul de la dureté du composite (Eq. (2)). Nous avons apporté une deuxième amélioration [12] en prenant en considération tous les termes de l'équation (2) au lieu d'effectuer la simplification préconisée par les auteurs qui consistait à négliger les termes en  $d^{-2}$  devant ceux en  $d^{-1}$  dans l'équation (4) :

$$H_c = H_{0s} + \frac{B_f + 2Ct(H_{0f} - H_{0s})}{d} + \frac{2Ct(B_f - B_s) - C^2 t^2 (H_{0f} - H_{0s})}{d^2} + \frac{C^2 t^2 (B_f - B_s)}{d^3} \quad (5)$$

Cette simplification reviendrait, en effet, à considérer que la dureté du composite dépend linéairement de l'inverse de la diagonale d'empreinte (Eq. (3)) [13], ce qui est dénué de sens physique et n'est vérifiée que dans certaines conditions expérimentales [14].

2) Le modèle de Jönsson Hogmark avec  $C$  variable (JH2).

Le choix de la constante  $C$  semble poser des problèmes à certains auteurs qui préfèrent soit la remplacer par l'expression  $C = (t/d)^n$  en introduisant la variable supplémentaire  $n$  [15], soit en recherchant la valeur de  $C$  qui donne le meilleur accord [16]. Pour vérifier l'opportunité de cette deuxième transformation, nous avons considéré dans le modèle JH2 que  $C_v$  pouvait prendre une valeur comprise entre 0,5 et 1.

3) Le modèle de Korsunsky et al. [17, 18] modifié en tenant compte de la variation de dureté avec la charge appliquée (K1).

Ce modèle est basé sur l'analyse de l'énergie de déformation nécessaire pour produire une empreinte ; cette énergie se partageant entre l'énergie de déformation plastique du substrat et l'énergie de déformation et/ou de rupture du film. En recherchant des solutions qui peuvent conduire aux duretés du film et du substrat par extrapolation aux limites, la formule suivante est proposée :

$$H_c = H_{sc} + \frac{(H_{fc} - H_{sc})}{1 + k \left( \frac{h}{t} \right)^2} \quad (6)$$

Dans ce modèle, les variations de la dureté du film et du substrat avec la dimension de l'empreinte sont négligées puisque la

dureté composite est supposée approcher asymptotiquement la dureté du film pour une profondeur d'indentation infiniment faible (les essais sont effectués en nanodureté). Les auteurs sont néanmoins conscients des limites de cette hypothèse dans les domaines de microdureté ou de macrodureté et proposent d'introduire la variation de la dureté avec la dimension de l'empreinte dans une publication future. Cependant, dans une étude suivante effectuée en microdureté (dépôt de nickel électrolytique sur acier), ils ne constatent pas de dépendance et proposent de généraliser l'utilisation de l'équation (6). Nous considérons cependant que la relation (3) s'applique et nous étudions la robustesse de :

$$a = \frac{1}{1 + k_{k1} \left(\frac{h}{t}\right)^2}. \quad (7)$$

4) Le modèle de Korsunsky et al. modifié par Tuck et al. [5] et en tenant compte de la variation de dureté avec la taille de l'empreinte (K2).

Pour améliorer le modèle précédent, les auteurs introduisent une variable supplémentaire  $X$ , à la place de l'exposant 2 de la profondeur relative d'indentation :

$$a = \frac{1}{1 + k_{k2} \left(\frac{h}{t}\right)^X}. \quad (8)$$

Nous considérons ici, comme pour le modèle K1, que la dureté du film et du substrat sont fonction de la taille de l'empreinte.

5) Les modèles K3 et K4 sont respectivement les modèles K1 et K2 dans lesquels les duretés du film et du substrat sont supposées indépendantes de la taille de l'empreinte.

6) Le modèle de Puchi-Cabrera [19] (P) modifié.

Puchi-Cabrera propose une loi volumique de mélange (dureté du composite fonction des volumes indentés du film et du substrat) basée sur un schéma géométrique simple des aires indentées (en fait des profondeurs indentées) différent de celui de Jönsson et Hogmark [3]. Deux variables  $k_p$  et  $n_p$  sont introduites dans le modèle pour améliorer son efficacité.

La grandeur  $a$  s'exprime :

$$a = \exp\left[-k_p \left(\frac{h}{t}\right)^{n_p}\right]. \quad (9)$$

Cette équation n'est autre que celle de Bhattacharya et Nix [20] obtenue par simulation en éléments finis dans laquelle  $n_p$  est

une constante égale à 1 dans le cas dur/mou et 2 pour mou/dur. En fait,  $n_p$  est souvent considérée comme variable, comprise entre 0,5 et 2, dans les applications du modèle [21]. Le coefficient  $k_p$  peut être exprimé en fonction des modules d'Young et des limites d'élasticité, mais est le plus souvent utilisé comme coefficient de calage [22]. Nous considérons que la dureté du film et du substrat sont fonction de la taille de l'empreinte et vérifient l'équation (3).

7) Le modèle de Fernandes et al. [23] modifié (F).

Ces auteurs reprennent le modèle suivant lequel la zone située juste au-dessous de l'indenteur est assimilée à une cavité sphérique soumise à une pression hydrostatique, et calculent le taux de croissance de cette cavité par une approche cinématique. La dureté du composite s'exprime en fonction du coefficient d'influence :

$$a = \frac{\ln\left(1 + \frac{t}{a_F}\right)}{\frac{H_s}{2\sigma_{ys}}}. \quad (10)$$

Le rapport  $H_s/2\sigma_{ys}$  de la dureté du substrat sur deux fois sa limite d'élasticité est voisin de 3/2, et la grandeur  $a_F = h n_F$  représente le rayon de la cavité sphérique.  $n_F$  est compris entre 3,5 (la demi diagonale de l'empreinte) et 1,574 (si on considère que le volume de matière déplacé par l'indenteur correspond au volume de la cavité sphérique). Les auteurs supposant que la valeur la plus adaptée se trouve entre ces limites nous considérons que le coefficient  $n_F$  est variable, et prendrons comme grandeur d'influence :

$$a = \frac{2}{3} \ln\left[1 + \frac{t}{n_F h}\right]. \quad (11)$$

Comme précédemment, nous considérons que la dureté du film et du substrat sont fonction de la taille de l'empreinte et vérifient l'équation (3).

L'ensemble des conditions de simulation est reporté dans le tableau 1.

## Matériau et méthodes expérimentales

Le revêtement étudié est un dépôt chimique de nickel à haut phosphore [24] appliqué sur un obturateur de vanne à pelle en acier (X12Cr13) destiné à l'industrie pétrolière. Les mesures de dureté sont effectuées à l'aide d'un macroduremètre instrumenté Zwick. D'après le constructeur, cet appareil

**Tableau 1. Présentation des différents modèles ainsi que des variables utilisées avec leur domaine de variation. Les valeurs entre parenthèses correspondent aux données initiales (courbes théoriques). Pour tous les modèles la dureté du substrat varie avec la force appliquée ( $H_{0s} = 206$  et  $B_s = 1,75$ ). Les unités de  $B$  sont des  $\text{Kgf. mm}^{-1}$  ( $\approx 104 \text{ MPa.m}$ ).**

Table 1. Description of the investigated model, their related variables with the variation ranges. The initial values are represented in brackets (theoretical curves). For all models the substrate hardness depends on the applied load ( $H_{0s} = 206$  et  $B_s = 1,75$ ). The  $B$  units are  $\text{Kgf. mm}^{-1}$  ( $\approx 104 \text{ MPa.m}$ ).

Model	Influence factor	Variables				Variations
JH1	$a = \frac{2Ct}{d} - \frac{C^2t^2}{d^2}$	$H_{0f}$ (530)	$B_f$ (12,47)			$C = 0,982$ $\frac{2Ct}{d} < 1$
JH2	$a = \frac{2C_v t}{d} - \frac{C_v^2 t^2}{d^2}$	$H_{0f}$ (530)	$B_f$ (12,47)	$C_v$ (0,961)		$0 < C_v < 1$ $\frac{2Ct}{d} < 1$
K1	$a = \frac{1}{1 + k_{K1} \left(\frac{h}{t}\right)^2}$	$H_{0f}$ (530)	$B_f$ (12,47)	$k_{K1}$ (4,02)		
K2	$a = \frac{1}{1 + k_{K2} \left(\frac{h}{t}\right)^X}$	$H_{0f}$ (530)	$B_f$ (12,47)	$k_{K2}$ (4,96)	$X$ (2,20)	$1 < X < 3$
K3	$a = \frac{1}{1 + k_{K3} \left(\frac{h}{t}\right)^2}$	$H_f$ (720)	$B_f = 0$	$k_{K3}$ (6,09)		
K4	$a = \frac{1}{1 + k_{K4} \left(\frac{h}{t}\right)^X}$	$H_f$ (720)	$B_f = 0$	$k_{K4}$ (8,92)	$X$ (2,34)	$1 < X < 3$
P	$a = \exp \left[ -k_P \left(\frac{h}{t}\right)^{n_P} \right]$	$H_{0f}$ (530)	$B_f$ (12,47)	$k_P$ (1,54)	$n_P$ (1,60)	
F	$a = \frac{2}{3} \ln \left[ 1 + \frac{t}{n_F h} \right]$	$H_{0f}$ (530)	$B_f$ (12,47)	$n_F$ (3,83)		$1,5 < n_F < 4$

permet d'appliquer des forces  $F$  variant entre 5 et 2500 N avec une erreur inférieure à 1 % et d'enregistrer des déplacements  $h$  inférieurs à 4 mm avec une résolution de 0,02  $\mu\text{m}$ . La dureté mesurée est une dureté universelle  $HU$  calculée comme étant le rapport de la force appliquée sur la surface indentée avant retrait du pénétrateur. Pour le diamant Vickers utilisé :

$$HU = \frac{2 \cos 22^\circ F}{(7h)^2}. \quad (12)$$

Dans le domaine des charges étudiées dans cet article, la dureté est traditionnellement exprimée sous la forme d'un nombre dont les unités (qui correspondent à des  $\text{Kgf/mm}^2$ ) sont omises. Si nous voulons exprimer la dureté sous forme d'une contrainte en unités S.I. il faut introduire dans l'équation (12) un facteur correctif qui permet d'obtenir le même nombre de dureté que si on avait utilisé des  $\text{Kgf}$  et des  $\text{mm}$ . La valeur de  $HU$  correspond exactement à la dureté Vickers dans l'hypothèse où la longueur de la diagonale de l'empreinte résiduelle est égale à 7 fois la pénétration maximale. Nous avons vérifié cette hypothèse en comparant les diagonales d'empreintes, mesurées après retrait de l'indenteur par

microscopie optique, à celles calculées en multipliant la profondeur de pénétration maximale sous charge par le facteur 7. La figure 1 permet de constater que cette hypothèse est vérifiée pour nos conditions expérimentales, et que bien évidemment le défaut de pointe de l'indenteur n'a aucune influence sur les valeurs mesurées, contrairement à ce qui est observé en nanoindentation. La formation d'un bourrelet sur le bord de l'empreinte n'est pas prise en compte dans la mesure de la dureté. La surface de contact entre le diamant et le matériau est donc plus grande que celle calculée à partir du rapport  $(7h)^2/2\cos(22^\circ)$ . Pour cette raison, la dureté n'est pas constante mais varie avec la charge appliquée, ce qui justifie l'utilisation de l'équation (3) dans les différents modèles [10, 14].

L'intérêt essentiel de l'essai instrumenté réside dans l'obtention rapide d'une courbe comportant un millier de couples [Force  $F$  ; Déplacement  $h$ ], ce qui représenterait un travail expérimental énorme en dureté classique. La figure 2 représente la courbe [Force – Déplacement] obtenue et la figure 3 la variation de dureté  $HU$  avec l'inverse de la diagonale de l'empreinte  $1/d$  calculée à partir de la profondeur de pénétration sous

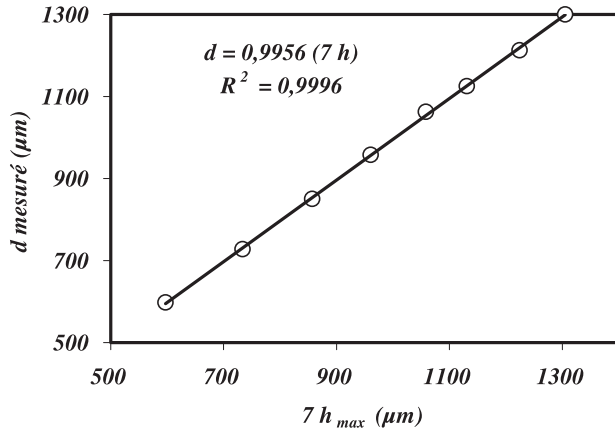


Fig. 1. Vérification de la concordance entre les mesures de la diagonale de l'empreinte, mesurée en microscopie optique après retrait de l'indenteur, et la profondeur d'indentation sous charge.

Fig. 1. Comparison between the indentation print measured after unloading and the indentation depth recorded by the macrohardness device under load.

charge. Sur cette figure sont représentés les deux domaines utilisés pour tester la robustesse des modèles :  $id < 18$  (ensemble des points expérimentaux pour lesquels la dureté mesurée est influencée par la présence du substrat), et  $id < 10$  (mesures de dureté effectuées pour lesquelles l'inverse de la diagonale d'empreinte est inférieure à  $10 \text{ mm}^{-1}$ ).

À partir de ces données expérimentales (dureté du film et du substrat), nous avons recherché pour chacun des modèles étudiés,

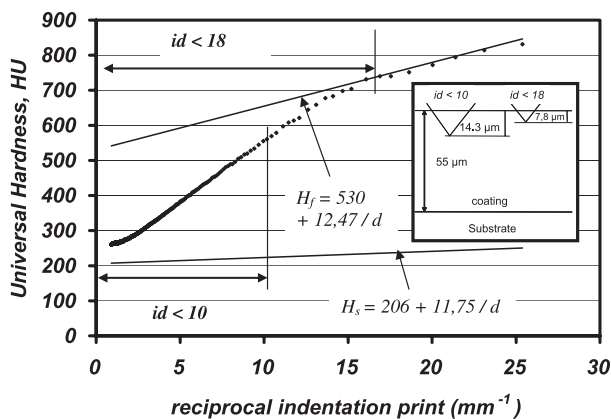


Fig. 3. Courbe expérimentale : dureté composite,  $H_c$ , en fonction de l'inverse de la diagonale d'empreinte. Les deux droites tracées en trait plein représentent la dureté mesurée pour le film à partir des charges les plus faibles ( $H_f = 530 + 12,47/d$ ) et la dureté mesurée sur le substrat seul ( $H_s = 206 + 1,75/d$ ).

Fig. 3. Experimental hardness vs. inverse indentation print curve. The two straight lines are related to the hardness variation of the coating (top) and the substrate (bottom).

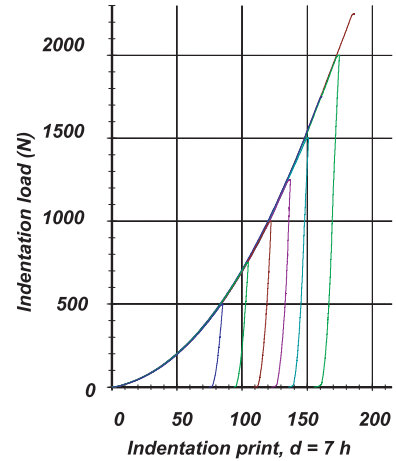


Fig. 2. Courbe expérimentale force-profondeur de pénétration obtenue pour une couche d'épaisseur 55  $\mu\text{m}$  déposée sur un acier. Plusieurs courbes effectuées avec des forces maximales différentes sont représentées pour montrer la répétabilité des essais.

Fig. 2. Experimental load-indentation depth curves related to a 55  $\mu\text{m}$  thick nickel coating deposited on a steel substrate. The test liability and repeatability are verified through several plots done with different maximal applied loads.

les paramètres qui permettaient au mieux (au sens de la méthode des moindres carrés) de faire passer la courbe du modèle au plus près de la courbe expérimentale (Tab. 1). Pour chaque modèle, nous en avons déduit une courbe « théorique » qui servira de base au calcul de robustesse. Ces courbes théoriques (qui correspondent parfaitement au modèle choisi) sont alors perturbées par un bruit censé représenter l'incertitude sur la mesure.

## Résultats et discussion

Pour chaque modèle considéré, le point de départ consiste donc en une courbe [dureté  $H$ ; inverse de la diagonale de l'empreinte  $1/d$ ] qui correspond à un revêtement de nickel d'épaisseur 55  $\mu\text{m}$  et de dureté  $H_f = 530 + 12,47/d$  (régression obtenue à partir des valeurs de dureté mesurées pour les charges les plus faibles, c'est-à-dire celles qui correspondent au film seul), déposé sur un substrat de dureté  $H_s = 206 + 1,75/d$  (régression obtenue à partir des mesures de dureté effectuées sur le substrat seul). Les coefficients de chaque modèle sont ajustés pour obtenir une bonne corrélation avec les points expérimentaux de la figure 3. Le mode opératoire suivant est répété de façon identique pour chaque modèle. Pour nos conditions expérimentales, le modèle

JH1 est celui qui est en meilleur accord avec les points expérimentaux de la figure 3 puisque la différence maximale de dureté observée n'est que de 6 HV, alors qu'elle est de 24 HV pour le modèle de Korsunsky (K1) et de 30 HV pour celui de Puchi-Cabrera (P).

À chaque valeur de la diagonale de l'empreinte on ajoute un bruit aléatoire Gaussien centré sur 0 et d'écart type 1  $\mu\text{m}$ , puis on procède à 10 000 simulations Monte Carlo pour optimiser les coefficients explicites dans le tableau 1, et calculer la dureté du film. Nous avons fait l'hypothèse que les points expérimentaux étaient obtenus indépendamment les uns des autres, comme dans le cas d'essais de dureté classique non instrumentée. Le problème de l'incertitude des essais instrumentés est plus complexe et fera l'objet d'une publication ultérieure.

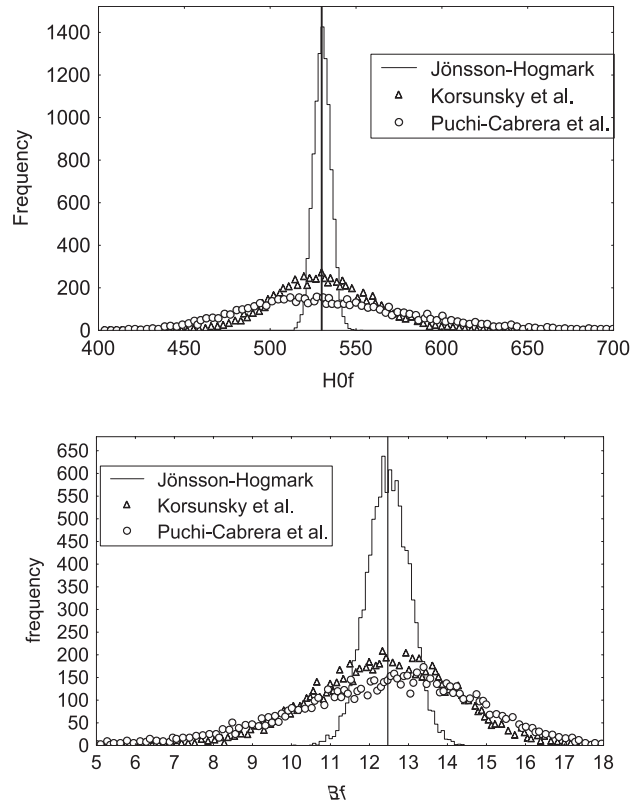
La recherche des paramètres des modèles est obtenue par régression non linéaire (optimisation par descente de gradient) et les histogrammes des paramètres principaux des modèles,  $H_{of}$  et  $B_f$ , sont représentés sur la figure 4.

Les coefficients sont distribués suivant une courbe d'allure Gaussienne et centrés sur les valeurs théoriques (droites verticales) ; il n'existe pas de biais. Le modèle JH1, qui ne contient que deux paramètres ( $H_{of}$  et  $B_f$ ), est plus robuste que ceux qui en contiennent trois (nous montrerons plus loin que ces paramètres sont corrélés), et paraît donc être le meilleur pour la recherche de la dureté du film. Nous avons également tronqué les résultats expérimentaux (courbes simulées) en retirant les valeurs de dureté les plus proches de celles du film pour approcher les conditions expérimentales réelles sur films minces. Nous avons représenté pour  $H_{of}$  et  $B_f$  la moyenne des différences en valeur absolue entre les valeurs obtenues par simulation à partir des courbes modèles bruitées et les valeurs vraies :

$$\frac{1}{n} \sum_{i=1}^n |H_{ofv} - H_{ofi}| ; \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n |B_{fv} - B_{fi}| \quad (13)$$

avec  $n = 10\,000$ , nombre de simulations effectuées avec bruit ;  $H_{ofv} = 430$  et  $B_{fv} = 12,47$  (valeurs initiales),  $H_{ofi}$  et  $B_{fi}$  valeurs obtenues pour la simulation  $i$ .

On constate (Fig. 5) que la dispersion des modèles à 3 paramètres augmente notablement avec le rapport  $h/t$  (diminution de  $1/d$ , noté  $id$ ), ce qui rend illusoire la détermination correcte de la dureté du revêtement avec ces modèles si les conditions expérimentales ne permettent pas de mesurer la dureté pour



Hardness range	$d^{-1} < 18$				$d^{-1} < 10$			
	$H_{of}$	$H_{of}$	$B_f$	$B_f$	$H_{of}$	$H_{of}$	$B_f$	$B_f$
Mean and standard deviation	$\mu$	$\sigma$	$\mu$	$\sigma$	$\mu$	$\sigma$	$\mu$	$\sigma$
Jönsson Hogmark (JH1)	530	5	12,46	0,55	529	4	12,48	0,74
Korsunsky et al. (K1)	532	28	12,35	1,83	537	69	11,85	5,53
Puchi-Cabrera et al. (PC)	535	51	12,27	2,42	541	85	11,80	5,67

**Fig. 4. Histogrammes et domaine de variation des valeurs obtenues pour  $H_{of}$  et  $B_f$ . Les points expérimentaux ont été tronqués pour ne conserver que ceux pour lesquels la diagonale de l'empreinte est supérieure à l'épaisseur du revêtement ( $1/d < 18 \text{ mm}^{-1}$ ).**

Fig. 4.  $H_{of}$  and  $B_f$  bar chart and variation range. Experimental data have been cancelled in order to keep the only ones for which the print diagonal is superior to the coating thickness ( $1/d < 18 \text{ mm}^{-1}$ ).

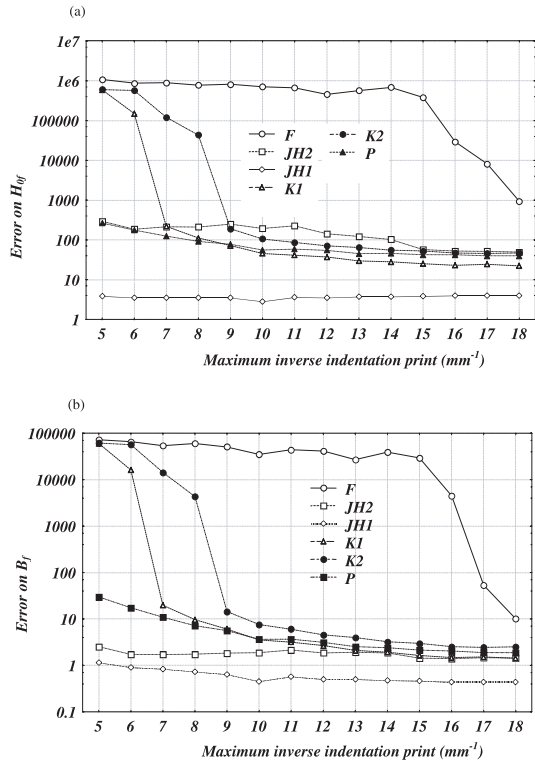
des profondeurs de pénétration du diamant Vickers suffisamment petites par rapport à l'épaisseur du revêtement.

Considérant les différents modèles étudiés, nous pouvons effectuer les constatations suivantes :

1) Le modèle de Jönsson Hogmark (JH1) est le plus stable. En fonction du bruit et/ou du nombre de points considérés, les caractéristiques de dureté du film calculée ( $H_{of}$  et  $B_f$ ) varient dans un intervalle faible ( $\pm 15$ ) autour de la valeur théorique de 530 (Fig. 6).

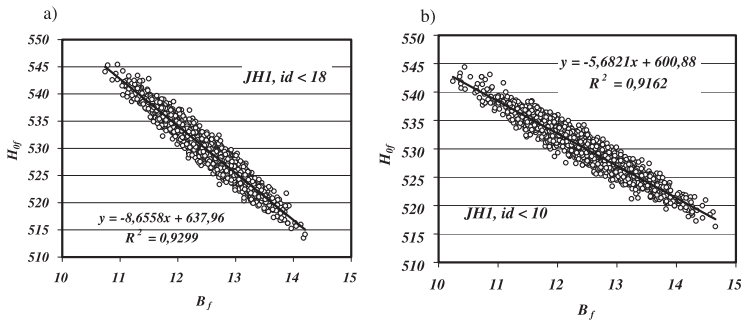
L'estimation de la dureté du film à partir de résultats expérimentaux bruités reste acceptable même si la profondeur de pénétration du diamant est faible. Ce résultat est





**Fig. 5.** Erreur moyenne sur  $H_{0f}$  (a) et  $B_f$  (b) en fonction du nombre de points pris pour la courbe expérimentale simulée. Les points expérimentaux sont tronqués pour ne conserver que ceux pour lesquels  $1/d$  est inférieur à une valeur variant de 5 à  $18 \text{ mm}^{-1}$ .

Fig. 5.  $H_{0f}$  (a) and  $B_f$  (b) mean error related to the number of data considered for the simulated curve. Experimental points have been cancelled in order to keep the only ones for which  $1/d$  is lower than a value comprised between 5 and  $18 \text{ mm}^{-1}$ .



**Fig. 6.** Variation de  $H_{0f}$  en fonction de  $B_f$  pour le modèle JH1 avec un bruit de mesure : a)  $id < 18$  et b)  $id < 10$ .

Fig. 6.  $H_{0f}$  versus  $B_f$  curve for JH1 model (noisy experimental data): a)  $id < 18$  and b)  $id < 10$ .

contraire aux affirmations généralement rapportées dans la bibliographie, suivant laquelle le modèle JH1 ne s’applique que lorsque la diagonale de pénétration est supérieure à l’épaisseur du film [15–19, 25]. Les raisons de cette contradiction sont une

mauvaise utilisation du modèle par ces auteurs (en particulier simplifications entraînant l’utilisation de l’équation (3) pour la dureté du composite). Puchi-Cabrera et al. [16, 19] prétendent que ce modèle ne permet pas d’extrapolation en dehors du domaine expérimental. Ils oublient ce faisant la base physique du modèle pour ne retenir que son équation mathématique. En effet si on considère  $t/d = 3$ , on trouve  $a = -3$  dans l’équation (4) et une dureté de film négative dans l’équation (5) ce qui correspond à une surface indentée dans le film également négative ! Le coefficient  $a$  est borné entre 0 et 1 et, lorsque la diagonale de l’empreinte est inférieure à la profondeur de pénétration, la dureté mesurée est celle du film seul.

2) Nous avons cherché à savoir si le fait de considérer le coefficient  $C$  comme variable, soit  $Cv$ , améliorerait la prévision comme le laissent supposer différents auteurs [15–16, 19]. En fait, les résultats sont beaucoup moins robustes et le domaine de prévision de  $H_{0f}$  passe de 515–545 dans l’exemple précédent à 400–2400 (entre 350 et 5600 pour  $id < 10$ ). L’explication essentielle est une très forte corrélation entre le coefficient  $Cv$  et la dureté du film (Fig. 7).

3) Le modèle de Korsunsky et al. (K1) présente un domaine de variation pour la dureté supérieure à celle du modèle JH1 (430 à 650 pour  $H_{0f}$ ). La corrélation entre  $H_{0f}$  et  $B_f$  est forte (Fig. 8a ; points non représentés) de même que la corrélation entre  $H_{0f}$  et  $k$  ou celle entre  $B_f$  et  $k$  (Fig. 9). Si le nombre de points expérimentaux est limité par  $id < 10$ ,  $H_{0f}$  peut prendre des valeurs comprises entre 350 et 800 suivant le bruit de mesure (Fig. 8b), et  $B_f$  peut même devenir négatif. Une pente négative correspond à une augmentation de la dureté avec la taille de l’empreinte, phénomène connu sous le nom de Reverse Indentation Size Effect (RISE) qui n’est rencontré qu’exceptionnellement dans le cas des matériaux céramiques.

4) En ajoutant un degré de liberté au système (modèle K2 pour lequel l’exposant de l’expression  $h/t$  est une variable  $X$  comprise entre 1 et 3) l’incertitude sur la dureté du film augmente puisque les valeurs de  $H_{0f}$  sont comprises entre 400 et 850 (Fig. 8a ; points non représentés pour  $id < 18$ ). En ne prenant en compte que les duretés composites mesurées pour lesquelles l’inverse de la diagonale d’empreinte est inférieure à  $10 \text{ mm}^{-1}$ , la dureté du film peut varier entre 300 et 2300, et la pente  $B_f$  peut être négative (Fig. 8b).

5) Le modèle initial de Korsunsky et al. (K3), dans lequel on suppose que la dureté du film est indépendante de la force appliquée, est stable ( $H_{of} = 720 \pm 20$ ) lorsque le coefficient est égal à 2 (Fig. 10). La stabilité se dégrade légèrement lorsque  $X$  est supposé variable (K4), surtout si le nombre de points expérimentaux est réduit ( $H_{of} = 720 \pm 45$ ) pour  $id < 10$ . Cependant, ce modèle ne convient pas pour décrire nos résultats expérimentaux (Fig. 3) puisque nous avons constaté expérimentalement que la dureté du film varie avec la taille de l’empreinte.

6) Le modèle de Puchi-Cabrera (P) présente un domaine de variation de  $H_{of}$  important, entre 400 et 900, pour l’ensemble des points expérimentaux (Fig. 8a ; points non représentés), et 330–1590 si  $1/d < 10 \text{ mm}^{-1}$  (Fig. 8b). Comme dans le modèle de Korsunsky, nous pouvons obtenir des pentes négatives pour la variation de la dureté du film avec l’inverse de la diagonale de l’empreinte. Dans ce modèle, tous les autres paramètres sont également corrélés entre eux (en particulier  $n_p$  avec  $k_p$ , Fig. 11), ce qui explique le manque de robustesse. Il est possible de trouver plusieurs ensembles de quadruplets ( $H_{of}$ ,  $B_f$ ,  $k_p$ ,  $n_p$ ) permettant de calculer une courbe de variation de la dureté  $H_c$  avec  $1/d$  qui soit très proche des points expérimentaux, indépendamment du sens physique que l’on pourrait éventuellement donner à ces coefficients. Ceci explique que les auteurs de ce modèle le considèrent comme valide quand ils l’appliquent à l’étude de revêtements dont la dureté est inconnue, et ne peut donc être vérifiée.

7) Le modèle de Fernandes et al. (F) est le moins robuste de tous (Figs. 5 et 8) en particulier à cause des très fortes corrélations entre  $H_{of}$ ,  $B_f$  et  $n_F$ .

Pour l’ensemble des modèles, nous avons représenté sur la figure 8, la seule corrélation entre  $H_{of}$  et  $B_f$ . Une corrélation linéaire parfaite entre ces coefficients signifie que, pour le modèle considéré, toutes les courbes représentant la variation de la dureté du film avec l’inverse de la diagonale se coupent en un même point. Par exemple pour le modèle K1,  $H_{of} = 725 - 15,6/d$  correspond à un point pivot, de coordonnées  $H_0 = 725$  et  $d = 64 \mu\text{m}$ . Nous constatons également que les droites  $H_{of}$  tracées en fonction de  $B_f$  pour les différents modèles se coupent toutes en un même point (Fig. 8). Nous avons fait les mêmes remarques en fatigue fissuration [26] et en fluage [27], mais l’interprétation physique n’est pas la même, ce point pivot des droites

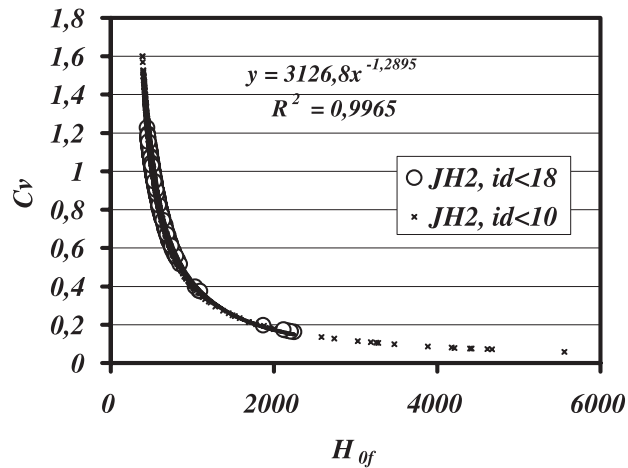


Fig. 7. Variation de  $C_v$  en fonction de  $H_{of}$  pour le modèle JH2 avec un bruit de mesure.

Fig. 7.  $C_v$  versus  $H_{of}$  for the JH2 model (noisy experimental data).

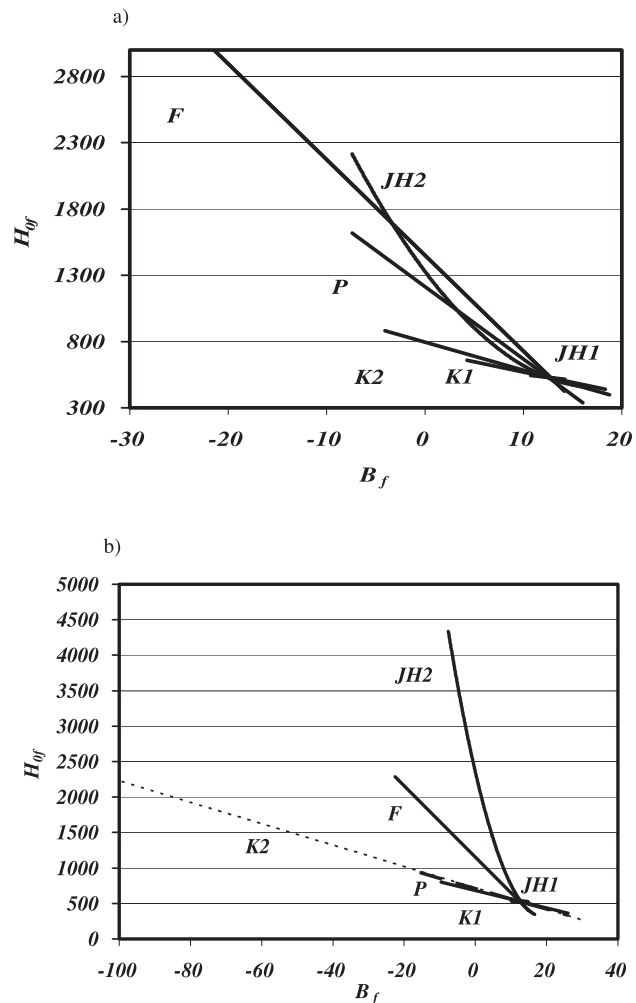


Fig. 8. Variation de  $H_{of}$  en fonction de  $B_f$  pour les différents modèles (points expérimentaux avec bruit de mesure) : a)  $id < 18$  et b)  $id < 10$ .

Fig. 8.  $H_{of}$  versus  $B_f$  for the different models (noisy experimental data): a)  $id < 18$  and b)  $id < 10$ .

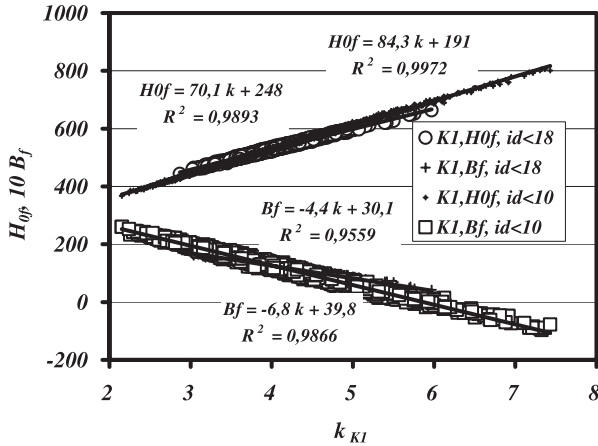


Fig. 9. Variation de  $H_{of}$  et  $B_f$  en fonction de  $k_1$  pour le modèle K1 avec un bruit de mesure.

Fig. 9.  $H_{of}$  and  $B_f$  versus  $k$  for the K1 model (noisy experimental data).

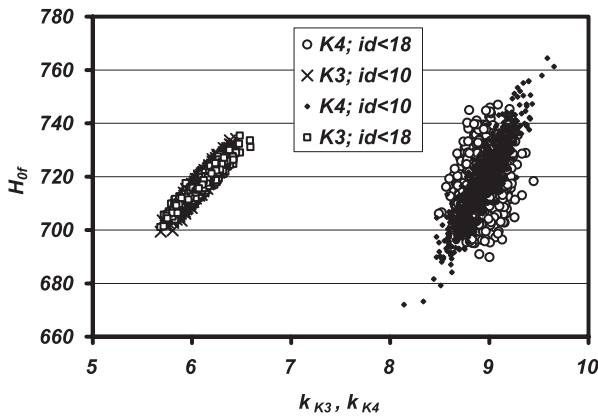


Fig. 10. Variation de  $H_{of}$  en fonction de  $k$  ( $B_f = 0$ ) pour les modèles K3 et K4 avec un bruit de mesure.

Fig. 10.  $H_{of}$  versus  $k$  ( $B_f = 0$ ) for the K3 and K4 models (noisy experimental data).

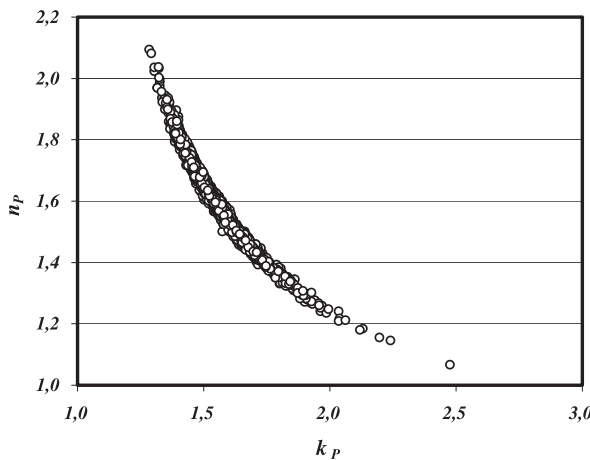


Fig. 11. Variation de  $n_P$  en fonction de  $k_P$  pour le modèle de Puchi-Cabrera (P) (ensemble des points expérimentaux avec bruit de mesure,  $id < 18$ ).

Fig. 11.  $H_{of}$  versus  $B_f$  for the Puchi-Cabrera model (P) (all noisy experimental data,  $id < 18$ ).

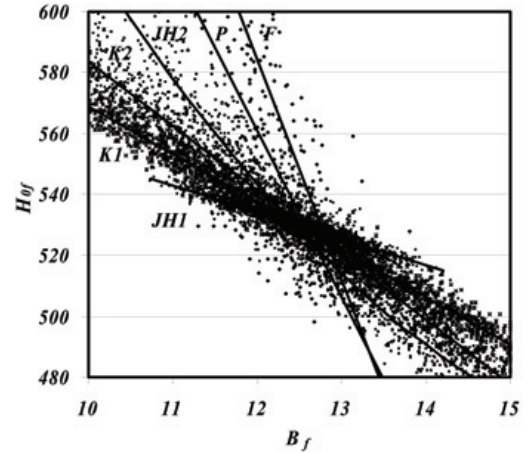


Fig. 12. Variation de  $H_{of}$  en fonction de  $B_f$  pour les différents modèles (ensemble des points expérimentaux avec bruit de mesure). Zoom de la figure 8a.

Fig. 12.  $H_{of}$  versus  $B_f$  for the different models (all noisy experimental data). Zoom of figure 8a.

pivot ne correspond ici qu'à la plus grande probabilité de trouver un résultat (conséquence de la répartition Gaussienne non biaisée de la dispersion lorsque  $id$  est suffisamment grand). En effet, les coordonnées de ce point d'intersection :  $H_{of} = 530$  et  $B_f = 12,47$ , correspondent aux coefficients choisis initialement pour décrire la variation de dureté du film avec la force appliquée, et a un maximum de densité des points de simulation (Fig. 12).

### Conclusion

Pour un revêtement de nickel, déposé par voie chimique sur un substrat en acier, d'épaisseur suffisamment importante pour que sa dureté puisse être mesurée expérimentalement, nous avons tracé la variation de la dureté en fonction de l'inverse de la diagonale d'empreinte  $d$  supposée égale à sept fois la pénétration maximale  $h$  du diamant. Huit modèles sont ensuite utilisés pour décrire le comportement du composite « revêtement – substrat » et les paramètres de chaque modèle sont optimisés pour que le modèle passe « au mieux » par les points expérimentaux. Les huit courbes obtenues sont considérées comme les « courbes modèles expérimentales » sur lesquelles nous ajoutons un bruit et supprimons progressivement un certain pourcentage de points expérimentaux relatifs aux plus faibles pénétrations afin de tester la robustesse des modèles. Le modèle de Jönsson et Hogmark

que nous avons modifié est de loin le plus robuste et le plus performant pour prévoir la dureté du film. Cette robustesse est due au fait que ce modèle possède uniquement deux paramètres d'ajustement qui sont la macrodureté du film et un paramètre caractérisant la variation de dureté avec la force. Certains auteurs augmentent le nombre de coefficients dans l'espoir de mieux faire passer les courbes de dureté du composite par les points expérimentaux. Ils n'obtiennent pas toujours le résultat espéré (dans notre cas le modèle JH1 est le meilleur) et diminuent la robustesse de leur modèle, car comme nous l'avons montré ces paramètres additionnels sont tous reliés entre eux.

## Références

- [1] P.C. Yashar, W.D. Sproul, *Vacuum* **55** (1999) 179-190
- [2] H. Bückle, *La Machine-Outil Française* **206** (1965) 125-147
- [3] B. Jönsson, S. Hogmark, *Thin Solid Films* **114** (1984) 257-269
- [4] L.S. Palatnik, A.I. Il'inskii, G.V. Fedorov, V.S. D'Yachenko, *Izv. Vyssh. Uchebn. Zaved. Fiz.* **1** (1966) 122-128
- [5] J.K. Tuck, A.M. Korsunsky, D.G. Bhat, S.J. Bull, *Surf. Coat. Technol.* **139** (2001) 63-74
- [6] C. Gamonpilas, E.P. Busso, *Mat. Sci. Eng. A* **380** (2004) 52-61
- [7] H. Bückle, « L'essai de micro dureté et ses applications », Publications scientifiques et techniques du ministère de l'air, NT90 Paris (1960)
- [8] G. Farges, D. Degout, *Thin Solid Films* **181** (1989) 365-374
- [9] M.M. Chaudhri, M. Winter, *J. Phys. D: Appl. Phys.* **21** (1988) 370-374
- [10] A. Iost, R. Bigot, *J. Mater. Sci.* **31** (1996) 3573-3577
- [11] O. Vingsbo, S. Hogmark, B. Jönsson, A. Ingermarsson, in *Micro-indentation Techniques in Materials Science and Engineering*, ASTM STP 889, chap. 15, P.J. Blau, B.R. Lawn (eds.), American Society for Testing Metals, Philadelphia (1986) 257-271
- [12] A. Iost, R. Bigot, *Surf. Eng.* **3** (1987) 117-122
- [13] A. Thomas, *Surf. Eng.* **3** (1987) 117-122
- [14] A. Iost, R. Bigot, *Surf. Coat. Technol.* **80** (1996) 117-120
- [15] J. Lesage, D. Chicot, *Mat. & Tech.* **7-8** (1998) 33-38
- [16] E.S. Puchi-Cabrera, J.A. Berrios, D.G. Teer, *Surf. Coat. Technol.* **157** (2002) 185-196
- [17] A.M. Korsunsky, M.R. McGurk, S.J. Bull, T.F. Page, *Surf. Coat. Technol.* **99** (1998) 171-183
- [18] J.R. Tuck, A.M. Korsunsky, R.I. Davidson, S.J. Bull, D.M. Elliot, *Surf. Coat. Technol.* **127** (2000) 1-8
- [19] E.S. Puchi-Cabrera, *Surf. Coat. Technol.* **160** (2002) 177-186
- [20] A.K. Bhattacharya, W.D. Nix, *Int. J. Solids Struct.* **24** (1988) 1287-1298
- [21] L. Wang, S.I. Rokhin, *Int. J. Solids Struct.* **42** (2005) 3807-3832
- [22] J. Malzbender, J.M.J. den Tooner, A.R. Balkenede, G. de With, *Mat. Sci. Eng. R* **36** (2002) 47-103
- [23] J.V. Fernandes, L.F. Menezes, A.C. Trindabe, *Thin Solid Films* **335** (1998) 153-159
- [24] Société Verbrugge, <http://www.nickel-lage.com>
- [25] P.J. Burnett, D.S. Rickerby, *Thin Solid Films* **148** (1987) 41-50
- [26] A. Iost, J. Lesage, *Eng. Fract. Mech.* **36** (1990) 585-596
- [27] A. Iost, *J. Mater. Sci.* **33** (1998) 3201-3206