
**Céramiques techniques —
Détermination de l'adhérence des
revêtements céramiques par essai de
rayure**

*Fine ceramics (advanced ceramics, advanced technical ceramics) —
Determination of adhesion of ceramic coatings by scratch testing*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 20502:2005](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5bfe2051-ff1c-41ce-a8d2-b986feb94788/iso-20502-2005)

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5bfe2051-ff1c-41ce-a8d2-
b986feb94788/iso-20502-2005](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5bfe2051-ff1c-41ce-a8d2-b986feb94788/iso-20502-2005)



iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 20502:2005

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5bfe2051-ff1c-41ce-a8d2-b986feb94788/iso-20502-2005>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2005, Publié en Suisse

Droits de reproduction réservés. Sauf indication contraire, aucune partie de cette publication ne peut être reproduite ni utilisée sous quelque forme que ce soit et par aucun procédé, électronique ou mécanique, y compris la photocopie, l'affichage sur l'internet ou sur un Intranet, sans autorisation écrite préalable. Les demandes d'autorisation peuvent être adressées à l'ISO à l'adresse ci-après ou au comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office
Ch. de Blandonnet 8 • CP 401
CH-1214 Vernier, Geneva, Switzerland
Tel. +41 22 749 01 11
Fax +41 22 749 09 47
copyright@iso.org
www.iso.org

Sommaire

Page

Avant-propos.....	iv
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Principe	1
4 Appareillage et matériaux	2
4.1 Appareil d'essai de rayure.....	2
4.2 Stylet diamanté.....	2
5 Préparation de l'éprouvette	3
5.1 Exigences générales.....	3
5.2 Rugosité, ondulation et mise de niveau de la surface.....	3
5.3 Nettoyage de l'éprouvette.....	3
5.4 Paramètres de l'ensemble revêtement-substrat pertinents pour un essai.....	4
6 Mode opératoire d'essai	4
6.1 Généralités.....	4
6.2 Préparation de l'équipement.....	4
6.3 Conditions ambiantes.....	5
6.4 Mode de rayure.....	5
6.4.1 Généralités.....	5
6.4.2 Essai de rayure à force croissante.....	5
6.4.3 Essai de rayure à force constante.....	5
6.4.4 Essai de rayure à passes multiples.....	5
6.5 Évaluation des rayures et détermination de la force normale critique.....	6
6.5.1 Généralités.....	6
6.5.2 Observation au microscope.....	6
6.5.3 Enregistrement de l'émission acoustique (EA) et de la force de frottement (FF).....	6
7 Répétabilité et limites	7
8 Rapport d'essai	7
Annexe A (normative) Mode opératoire d'étalonnage d'un système d'essai de rayure	11
Annexe B (informative) Modes de rupture typiques obtenus dans un essai de rayure	18
Bibliographie	30

Avant-propos

L'ISO (Organisation internationale de normalisation) est une fédération mondiale d'organismes nationaux de normalisation (comités membres de l'ISO). L'élaboration des Normes internationales est en général confiée aux comités techniques de l'ISO. Chaque comité membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du comité technique créé à cet effet. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'ISO participent également aux travaux. L'ISO collabore étroitement avec la Commission électrotechnique internationale (IEC) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les procédures utilisées pour élaborer le présent document et celles destinées à sa mise à jour sont décrites dans les Directives ISO/IEC, Partie 1. Il convient, en particulier de prendre note des différents critères d'approbation requis pour les différents types de documents ISO. Le présent document a été rédigé conformément aux règles de rédaction données dans les Directives ISO/IEC, Partie 2 (voir www.iso.org/directives).

L'attention est appelée sur le fait que certains des éléments du présent document peuvent faire l'objet de droits de propriété intellectuelle ou de droits analogues. L'ISO ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de propriété et averti de leur existence. Les détails concernant les références aux droits de propriété intellectuelle ou autres droits analogues identifiés lors de l'élaboration du document sont indiqués dans l'Introduction et/ou dans la liste des déclarations de brevets reçues par l'ISO (voir www.iso.org/brevets).

Les appellations commerciales éventuellement mentionnées dans le présent document sont données pour information, par souci de commodité, à l'intention des utilisateurs et ne sauraient constituer un engagement.

Pour une explication de la signification des termes et expressions spécifiques de l'ISO liés à l'évaluation de la conformité, ou pour toute information au sujet de l'adhésion de l'ISO aux principes de l'OMC concernant les obstacles techniques au commerce (OTC), voir le lien suivant: [Avant-propos — Informations supplémentaires](http://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5b1c2051-111c-41cc-a8d2-b986feb94788/iso-20502-2005).

L'ISO 20502 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 206, *Céramiques techniques*.

Céramiques techniques — Détermination de l'adhérence des revêtements céramiques par essai de rayure

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale décrit une méthode destinée à tester la tenue des revêtements céramiques en les rayant avec un stylet diamanté. Au cours d'un essai, une force constante ou croissante, normale à la surface sollicitée, est appliquée sur un stylet de manière à provoquer une rupture adhésive et/ou cohésive du système revêtement-substrat. La méthode d'essai permet d'évaluer des revêtements céramiques dont l'épaisseur va jusqu'à 20 μm et peut aussi convenir pour évaluer d'autres types de revêtements et d'autres épaisseurs.

La présente Norme internationale est destinée à être utilisée dans la plage des macro-forces (de 1 N à 100 N). Cependant, les modes opératoires peuvent également être applicables à d'autres plages. Un étalonnage approprié est toutefois nécessaire si les forces normales auxquelles se produit la rupture doivent être quantifiées.

2 Références normatives

Les documents de référence suivants sont indispensables à l'application du présent document. Pour les références datées, seule l'édition citée s'applique. Pour les références non datées, la dernière édition du document de référence s'applique (y compris les éventuels amendements).

ISO 4288, *Spécification géométrique des produits (GPS) — État de surface: Méthode du profil — Règles et procédures pour l'évaluation de l'état de surface*

ISO 6508-2, *Matériaux métalliques — Essai de dureté Rockwell — Partie 2: Vérification et étalonnage des machines d'essai et des pénétrateurs*

ISO/IEC 17025, *Exigences générales concernant la compétence des laboratoires d'étalonnages et d'essais*

3 Principe

L'essai de rayure est destiné à évaluer la résistance mécanique de surfaces revêtues. La méthode d'essai consiste à réaliser des rayures avec un stylet de forme définie (habituellement un diamant de profil Rockwell C) en le faisant courir sur la surface du système revêtement-substrat à soumettre à essai, en appliquant une force normale soit constante, soit progressive (voir [Figure 1](#)). Les ruptures sont détectées par l'observation microscopique directe de la rayure et parfois par l'analyse de l'émission acoustique et/ou la mesure de la force de frottement.

Les forces qui provoquent la rupture du système revêtement-substrat dans l'essai de rayure sont constituées d'une combinaison de contraintes d'indentation élastiques et plastiques, de contraintes de frottement et de contraintes internes résiduelles présentes dans le revêtement. La force normale à laquelle se produit la rupture est appelée force normale critique L_c .

NOTE 1 Le terme «charge critique» est fréquemment utilisé à la place de «force normale critique». L'utilisation du terme «charge critique» est déconseillée car la rupture est généralement provoquée par l'application d'une force plutôt que d'une charge.

NOTE 2 Dans une rayure, on peut observer un certain nombre de ruptures consécutives du revêtement à des valeurs de la force normale critique de plus en plus grandes. La rupture par fissuration traversant l'épaisseur du revêtement (fissuration traversant l'épaisseur) se produit habituellement à des forces normales inférieures à celles avec lesquelles on constate un détachement du revêtement. Il est donc fréquent de caractériser l'amorçage de la fissuration par la force normale critique L_{c1} , tandis que l'amorçage du détachement du revêtement définit la force normale critique L_{c2} . On observe en général une série de modes de rupture qui permettent d'étudier le comportement mécanique de la surface revêtue, où l'amorçage du n ème mode de rupture définit la force normale critique L_{cn} (voir [Figure 2](#)).

NOTE 3 Les forces normales critiques auxquelles apparaissent les ruptures dépendent non seulement de la force d'adhérence du revêtement, mais aussi d'autres paramètres tels que le taux d'augmentation de la force normale, la vitesse d'avance, l'usure de la pointe diamantée et la rugosité du substrat et du revêtement, dont certains sont directement liés à l'essai lui-même tandis que d'autres sont liés au système revêtement-substrat.

4 Appareillage et matériaux

4.1 Appareil d'essai de rayure

Un appareil d'essai de rayure est un instrument qui sert à maintenir rigidement le stylet et à appliquer à la fois une force normale et une force d'entraînement afin de produire des rayures. Une représentation schématique d'une disposition typique est présentée à la [Figure 3](#).

NOTE 1 On utilise en général des instruments à force normale contrôlée par la déformation d'un ressort dans lesquels la déformation d'un ressort sert à piloter la force choisie. Il existe également des instruments à pilotage magnétique.

Lorsque cela est nécessaire, l'appareil d'essai de rayure peut être équipé de transducteurs d'émission acoustique (EA) et/ou de force de frottement (FF).

NOTE 2 Bien qu'il soit tentant d'utiliser de telles méthodes pour le contrôle automatique sur la chaîne de la qualité de pièces revêtues, ces techniques ne permettent pas de distinguer les ruptures cohésives des ruptures adhésives et elles ne détectent pas toujours la première apparition d'une rupture. Les signaux EA et FF ne peuvent donc pas être utilisés comme moyen fiable de détermination des forces normales critiques lors d'un essai de rayure. Ces techniques peuvent au mieux servir de système d'avertissement dans le contrôle qualité de composants revêtus et ce seulement après qu'un grand nombre d'expériences portant sur le même type de revêtement a permis d'établir une corrélation statistique avec un certain mode de rupture. L'inspection de la trace de la rayure par observation microscopique reste le seul moyen fiable d'associer une rupture à une force normale critique mesurée.

Pour répondre aux exigences de la présente Norme internationale, l'appareil d'essai de rayure doit être conforme aux exigences d'étalonnage de l'[Annexe A](#).

4.2 Stylet diamanté

Le stylet diamanté consiste en un diamant à montage rigide ayant généralement un profil Rockwell C conforme aux exigences de l'ISO 6508-2.

Le stylet doit être inspecté régulièrement pour vérifier l'absence de contamination et de modifications du profil. Le stylet doit être remplacé si un endommagement est observé à un grossissement inférieur ou égal à 200×, (voir Référence [1]). De plus, si un endommagement ou une contamination est observé, les résultats des essais effectués depuis la dernière inspection ne doivent pas être pris en compte. Si la force de frottement augmente à une force normale constante pendant l'opération, il existe une présomption de contamination du stylet.

NOTE 1 Les incertitudes relatives à la forme de l'extrémité du stylet Rockwell C et les défauts de fabrication sont des sources majeures d'erreur dans la méthode d'essai de rayure. L'utilisation d'un stylet imparfait peut aboutir à des valeurs différentes de la force normale critique quand on fait tourner le stylet dans son support. La vérification de la forme du stylet est impérative pour détecter l'usure de la pointe, à la réception de l'appareil comme durant son utilisation. L'usure apparaît habituellement sous forme de fissures annulaires ou de cratères qui sont faciles à voir sous un microscope à lumière réfléchie (grossissement > 100×).

NOTE 2 Un matériau de référence certifié (BCR-692) a été développé et est disponible auprès de l'Institute of Reference Materials and Measurements, European Commission Joint Research Centre, Retieseweg, B-2440 Geel, Belgique (www.irmm.jrc.be)¹⁾. Ce matériau, un substrat revêtu de carbone vitreux, présente trois ruptures répétables à des intervalles connus de force normale critique, et il est disponible à des fins de vérification. Il peut donner une bonne indication des caractéristiques globales, y compris l'état et l'étalement du stylet.

5 Préparation de l'éprouvette

5.1 Exigences générales

Une éprouvette représentative du produit devant être soumis à l'essai doit être utilisée.

Le substrat, l'interface et le revêtement doivent être aussi homogènes que possible tout le long de la rayure (zone d'essai) en ce qui concerne la composition, la microstructure, la masse volumique, la contrainte résiduelle et l'épaisseur.

5.2 Rugosité, ondulation et mise de niveau de la surface

La surface de l'éprouvette doit avoir une rugosité statistiquement uniforme. La rugosité de surface, R_a , mesurée conformément aux modes opératoires spécifiés dans l'ISO 4288, ne doit pas dépasser 0,5 μm .

NOTE 1 Dans le cas des instruments à force normale contrôlée par la déformation d'un ressort (valeur typique de la raideur du ressort: 0,02 N/ μm), la force normale dépend de la rugosité et de l'ondulation de la surface. Une valeur R_a de la rugosité de la surface de 0,5 μm peut provoquer des oscillations de la force normale de 0,1 N. Des variations de la force normale inférieures à 1 N (1% de la plage de forces habituelle) correspondent à une erreur d'ondulation et/ou de mise de niveau inférieure à 50 μm .

NOTE 2 De manière générale, quand la rugosité de la surface augmente, la force critique est réduite en raison de la concentration des contraintes aux pics de rugosité et en raison du moins bon état de propreté des substrats rugueux avant revêtement.

La surface d'essai doit être mise de niveau par rapport à la direction du déplacement d'avance du stylet/éprouvette, voir [Annexe A](#). Dans la pratique, on y parvient aisément avec des éprouvettes plates maintenues sur le porte-échantillon. Les éprouvettes cylindriques exigent des dispositifs d'alignement supplémentaires.

Il convient que le mécanisme de mise de niveau de l'éprouvette soit raide afin d'éviter la variation du taux de force normale causée par la souplesse du support de l'éprouvette. Il a été démontré que le taux de variation de la force normale peut varier considérablement avec la position angulaire du ressort et la souplesse du support de l'éprouvette. L'idéal est d'utiliser des mécanismes permettant le contrôle sur place de la force normale.

5.3 Nettoyage de l'éprouvette

La surface de l'éprouvette doit être débarrassée des contaminants superficiels tels que l'huile, la graisse et l'humidité par un nettoyage effectué avant l'essai.

La méthode de nettoyage suivante est adéquate en l'absence de contamination anormale: placer l'éprouvette dans un bain ultrasonique pendant 5 min, en utilisant de l'éther de pétrole propre de qualité analytique. Laisser l'éprouvette atteindre la température ambiante avant l'essai. Si des tâches de séchage sont observées, essuyer avec un chiffon doux trempé dans l'éther de pétrole. Attendre au moins 3 min avant de lancer l'essai.

Durant l'essai, la surface de l'éprouvette et l'extrémité du stylet doivent rester exempts de traces de doigts.

1) Cette information est donnée par souci de commodité à l'intention des utilisateurs de la présente Norme internationale et ne saurait constituer un engagement de l'ISO à l'égard de ce produit.

5.4 Paramètres de l'ensemble revêtement-substrat pertinents pour un essai

Les paramètres de l'ensemble revêtement-substrat pertinents pour un essai comprennent:

- a) la dureté et la rugosité du substrat;
- b) la dureté et la rugosité du revêtement;
- c) l'épaisseur du revêtement;
- d) le coefficient de frottement entre le revêtement et le pénétrateur;
- e) la contrainte interne dans le revêtement.

Lorsqu'une comparaison directe doit être effectuée entre les résultats d'essai de deux échantillons ou davantage de la même combinaison revêtement/substrat, tous les paramètres ci-dessus doivent être les mêmes pour chaque échantillon.

6 Mode opératoire d'essai

6.1 Généralités

Trois modes d'essai de rayure sont actuellement utilisés en fonction de l'appareillage disponible et des informations recherchées. Dans le mode d'essai de rayure à force croissante (Progressive Force Scratch Test; PFST), la force normale appliquée par le pénétrateur augmente de façon linéaire tandis que le pénétrateur se déplace à vitesse constante sur la surface d'essai. Dans le mode d'essai de rayure à force constante (Constant Force Scratch Test; CFST), la force normale est augmentée pas à pas entre des rayures successives effectuées sous une force normale constante en différents endroits de la surface de l'éprouvette jusqu'à ce qu'une rupture se produise. Dans le mode d'essai de rayure à passages multiples (Multi-Pass Scratch Test; MPST), l'éprouvette est soumise à des rayures répétées, dans le même tracé de rayure, sous une force normale sous-critique constante.

NOTE 1 En général, le mode PFST est utilisé pour une évaluation de premier ordre des forces critiques qui correspondent à un endommagement et à une rupture majeurs du revêtement tandis que le mode CFST permet l'analyse statistique de l'endommagement de revêtements le long de leur surface. Le mode MPST soumet la surface revêtue à un contact de type fatigue oligocyclique, ce que l'on considère comme la meilleure façon de simuler les conditions de travail réelles de la plupart des composants revêtus.

NOTE 2 Dans la plupart des cas, le mode CFST permet, mieux que la méthode PFST ordinaire, de différencier les propriétés d'adhérence les meilleures et les pires. Cependant, le mode CFST exige beaucoup de temps et d'efforts, même avec l'équipement de pointe disponible actuellement. Il a été démontré que le mode MPST permet de mieux classer les revêtements cassants en fonction de leurs propriétés d'adhérence. L'effort expérimental actuellement nécessaire est cependant encore plus élevé que dans le mode CFST (voir Référence [2]).

NOTE 3 Il existe une tendance vers l'extension et l'automatisation des modes d'essai de rayure dans le but de faciliter l'utilisation des régimes d'essai plus avancés (voir Référence [3]).

6.2 Préparation de l'équipement

Les actions suivantes doivent être accomplies avant de réaliser un essai:

- 1) il faut s'assurer que l'appareil d'essai de rayure a été étalonné conformément à l'[Annexe A](#) normative;
- 2) il faut s'assurer que le stylet diamanté est exempt de contaminants superficiels (huile, graisse, substances provenant de l'essai précédent).

Si cela est nécessaire, le stylet peut être nettoyé en l'essuyant avec un chiffon doux trempé dans de l'éther de pétrole. Si des débris collants sont encore observés au microscope optique (grossissement recommandé: 200×), il est possible d'utiliser du papier au SiC n° 1 200 et n° 2 400, puis d'essuyer avec un chiffon doux trempé dans de l'éther de pétrole. Il convient de ne pas nettoyer le stylet aux ultrasons car la cavitation pourrait l'endommager.

Après l'avoir nettoyé, on doit laisser le stylet atteindre la température ambiante avant de procéder à l'essai.

6.3 Conditions ambiantes

Un essai de rayure implique une interaction par frottement entre le pénétrateur et la surface de l'éprouvette, mais les propriétés de frottement peuvent être sensibles aux conditions ambiantes. La température et l'humidité relative de l'environnement d'essai doivent donc être connues et contrôlées dans la mesure du possible, en vue d'assurer la répétabilité.

Les conditions ambiantes recommandées sont les suivantes:

température: $22\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$,
humidité relative: $50\% \pm 10\%$.

6.4 Mode de rayure

6.4.1 Généralités

Choisir le mode d'essai qui fournit les informations recherchées; voir [6.1](#).

NOTE Il peut être nécessaire d'utiliser plusieurs modes d'essai en fonction du type de revêtement, de la combinaison revêtement/substrat et du mode de rupture auquel on s'intéresse.

6.4.2 Essai de rayure à force croissante

Maintenir rigidement l'éprouvette dans le porte-échantillon et amener le stylet au contact de la surface revêtue. Appliquer la force initiale requise au stylet. Choisir le taux d'augmentation de la force normale et la vitesse d'avance de la table. Des valeurs de 100 N/min et de 10 mm/min sont recommandées. Rayer l'échantillon et déterminer les forces normales critiques des ruptures choisies, comme décrit en [6.5](#).

Il convient de réaliser des rayures préliminaires afin de définir la force initiale minimale qui produit une indentation pouvant être observée au microscope (voir [6.5.2](#)) et la force normale critique la plus élevée intéressante. La force normale maximale utilisée dans les rayures suivantes peut alors être limitée afin d'éviter une usure inutile du stylet.

Si la force normale critique définissant la rupture à laquelle on s'intéresse est inférieure à 10 N, un taux d'augmentation de la force normale de 10 N/min et une vitesse d'avance du pénétrateur de 10 mm/min sont recommandés.

6.4.3 Essai de rayure à force constante

Maintenir rigidement l'éprouvette dans le porte-échantillon et amener le stylet diamanté au contact de la surface revêtue. Si l'appareillage est capable de fonctionner en mode PFST, rayer la surface en respectant le mode opératoire du [6.4.2](#) afin de déterminer la plage de forces normales intéressante. Déplacer l'échantillon de manière que l'essai porte sur une zone nouvelle non rayée. En appliquant un cinquième de la force normale critique déterminée par l'essai PFST, produire une série de rayures sous une force normale de plus en plus forte en utilisant une vitesse d'avance du pénétrateur de 10 mm/min et une longueur de rayure de 10 mm. Après l'évaluation des rayures produites, une nouvelle série de rayures avec des augmentations plus faibles de la force normale peut être utilisée pour étudier plus précisément les zones intéressantes.

6.4.4 Essai de rayure à passes multiples

Maintenir rigidement l'éprouvette dans le porte-échantillon et amener le stylet diamanté au contact de la surface revêtue. En utilisant le mode PFST, rayer la surface pour déterminer la force normale approximative à laquelle se produit le mode de rupture intéressant. Avec une force normale égale à 50 % de celle déterminée en mode PFST, une vitesse d'avance du pénétrateur de 10 mm/min et une

longueur de rayure d'au moins 3 mm, soumettre l'échantillon à un essai en mode MPST jusqu'à ce que la rupture se produise.

NOTE En fonction de la réponse mécanique de l'éprouvette étudiée, il peut être nécessaire d'ajuster la force normale, en la réduisant pour obtenir une meilleure capacité de discrimination ou en l'augmentant pour obtenir des résultats en un temps acceptable.

6.5 Évaluation des rayures et détermination de la force normale critique

6.5.1 Généralités

Plusieurs méthodes différentes sont utilisées pour évaluer les rayures et pour déterminer les forces normales critiques, mais parmi elles, seule l'observation au microscope de la rayure permet de différencier de manière fiable les différents modes de rupture et d'attribuer des valeurs L_c à des modes de rupture spécifiques.

NOTE Pour aider les utilisateurs des essais de rayure à présenter de manière normalisée les résultats de ces essais, un atlas des modes de rupture des essais de rayure est inclus à l'[Annexe B](#). Les principales ruptures ont été classées en termes de déformation plastique, de fissuration (L_{c1}), d'écaillage (lorsque le revêtement s'écaille, généralement sur les bords) (L_{c2}) et de pénétration du revêtement jusqu'au substrat au centre de la trace (L_{c3}).

6.5.2 Observation au microscope

Observer la ou les rayures produites à l'aide d'un microscope à lumière réfléchi. Éliminer les débris adhérent lâchement qui masquent éventuellement la zone à laquelle on s'intéresse. Choisir une rupture intéressante et faire un dessin ou prendre une microphotographie pour inclusion dans le rapport d'essai. En variante, il est possible de faire référence à une vue représentative de l'[Annexe B](#). Dans le cas de rayures produites en mode PFST, déterminer la force normale critique qui correspond à la rupture choisie en mesurant la distance le long de l'axe de la rayure depuis le début de la rayure (bord arrière) jusqu'au point de rupture s'étendant perpendiculairement à l'axe (voir [Figure 2](#)) et multiplier le résultat par le taux de variation de la force normale, en newtons par millimètre, déterminé à partir de la durée de variation de cette force et de la vitesse de déplacement de l'échantillon.

Lors de l'élimination des débris faiblement adhérents, il faut veiller à ne pas aggraver l'endommagement, en utilisant par exemple de l'air sec ou un pinceau doux et propre.

NOTE 1 Il est normal de ne pas tenir compte de ruptures isolées et les valeurs de la force normale critique se réfèrent généralement à la force normale sur le stylet au début d'événements groupés; voir [Figure 2](#).

NOTE 2 Le grossissement recommandé pour l'observation optique est compris entre 100× et 500×.

NOTE 3 Des outils d'observation plus perfectionnés, tels qu'un microscope électronique à balayage (MEB) avec analyse de l'énergie dispersive (EDX), un MEB fonctionnant en mode rétrodiffusion, un profilomètre à balayage ou un microscope acoustique à balayage, peuvent être utilisés pour évaluer l'endommagement du revêtement avec plus de précision. Le microscope acoustique à balayage et le profilomètre à balayage permettent de détecter les décollements qui se produisent sous la surface du revêtement (formation de cloques).

6.5.3 Enregistrement de l'émission acoustique (EA) et de la force de frottement (FF)

Les ruptures qui se produisent sous le stylet durant la rayure peuvent se traduire par des perturbations des signaux EA et FF surveillés sur place (voir [Figure 4](#)). Pour pratiquer une telle surveillance, enregistrer les forces normales auxquelles se produisent les perturbations afin que ces dernières puissent être reliées aux ruptures observées durant l'examen au microscope des rayures.

L'émission acoustique est engendrée par les ondes élastiques qui résultent de l'énergie libérée par la création et la propagation de fissures, mais elle peut également être liée aux phénomènes de frottement et au bruit des instruments (par exemple le bruit de la table de frottement). L'opérateur peut choisir une sensibilité limite de détection afin d'ajuster l'enregistrement EA au critère de rupture retenu. Il convient d'utiliser un capteur EA de type résonant et de munir les circuits électroniques d'un filtre

passé-haut de 30 kHz (sans intégration d'énergie) pour éviter les fréquences de vibration mécanique des instruments (habituellement comprises entre 0 kHz et environ 30 kHz).

NOTE Une mesure sur place du déplacement de l'éprouvette est souhaitable afin de pouvoir établir une corrélation directe entre la force normale, le déplacement et d'autres signaux de mesure.

7 Répétabilité et limites

Du fait de la nature statistique de la probabilité de rupture, une valeur exacte de force normale critique obtenue au cours d'une seule mesure n'est pas significative; au moins cinq essais doivent être effectués. Les essais successifs doivent être effectués de telle façon que les forces normales critiques ne puissent pas être influencées par les traces de rayure précédentes.

Les limites acceptées pour les essais de rayure sont les suivantes:

- a) force normale critique $L_c > 1$ N;
- b) résolution de la force normale: 0,1 N;
- c) épaisseur du revêtement < 20 μm ;
- d) paramètre de rugosité $R_a < 0,5$ μm .

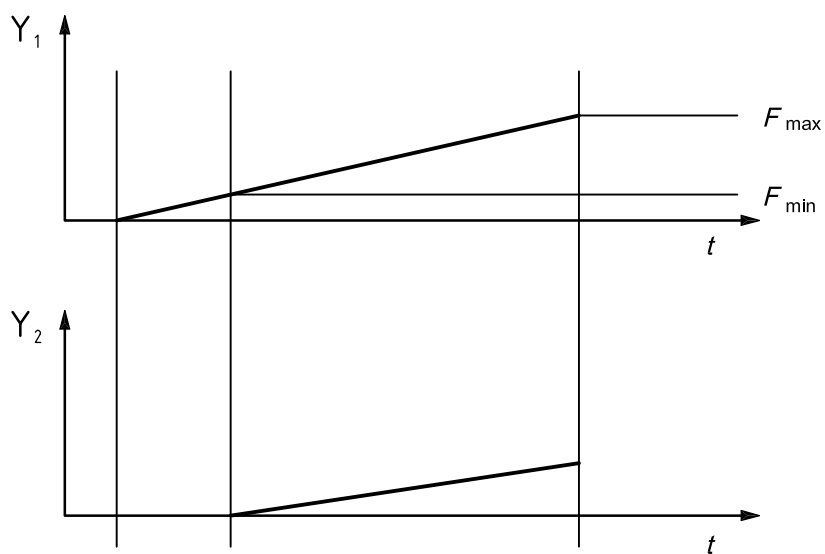
NOTE L'incertitude de mesure habituelle au niveau de confiance de 95 % est de 20 % et des opérateurs différents introduisent des erreurs dans la plage de 5 % à 10 %. Dans des conditions optimales, la reproductibilité entre les instruments utilisés pour l'essai de rayure est supérieure à 15 % (voir Référence [4]).

8 Rapport d'essai (standards.iteh.ai)

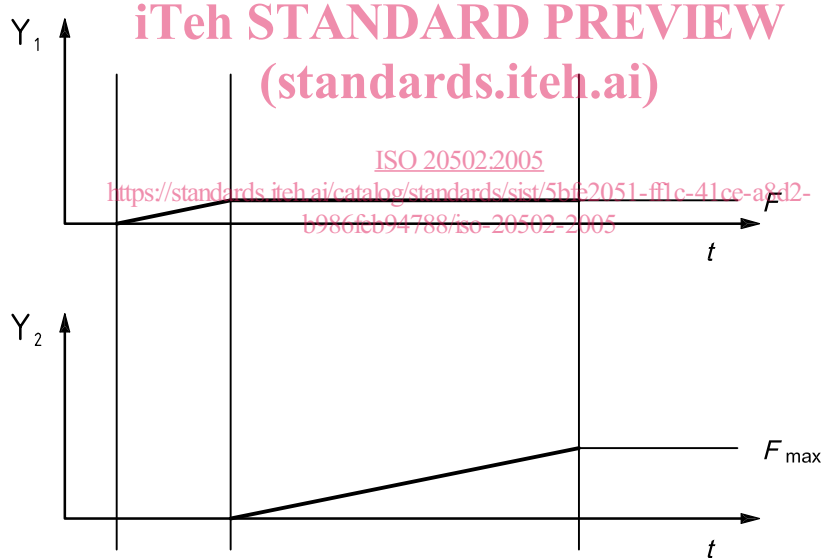
Le rapport d'essai doit contenir les informations suivantes:

- a) le nom du laboratoire d'essai; <https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5bfe2051-ff1c-41ce-a8d2-b986feb94788/iso-20502-2005>
- b) la date de l'essai, une identification unique du rapport et de chacune de ses pages;
- c) le nom et l'adresse du client, et le signataire du rapport;
- d) une référence à la présente Norme internationale, c'est-à-dire «Déterminé conformément à l'ISO 20502»;
- e) l'identification du matériau ou du produit soumis à l'essai;
- f) le mode de préparation de l'éprouvette;
- g) la planéité de l'échantillon;
- h) le taux d'application de la force normale;
- i) la vitesse d'avance;
- j) le rayon de l'extrémité du pénétrateur;
- k) les conditions ambiantes;
- l) les résultats de l'essai pour L_{cn} ;
- m) une description des modes de rupture par référence à une microphotographie, à un dessin ou à une figure appropriée de l'Annexe B;
- n) les dates du dernier étalonnage de l'instrument et de celui du pénétrateur;

- o) des commentaires sur l'essai ou les résultats de l'essai, qui doivent être consignés conformément à l'ISO/IEC 17025;
- p) le nombre de cycles jusqu'à la rupture si l'essai a été réalisé en mode MPST.



a) Mode de fonctionnement à force croissante



b) Mode de fonctionnement à force constante

Légende

- t temps
- Y_1 force normale
- Y_2 distance d'avance du pénétrateur
- F_{max} force maximale
- F_{min} force minimale

Figure 1 — Croquis présentant la force normale et la distance d'avance en fonction du temps