
**Céramiques techniques —
Détermination de l'épaisseur de
revêtement par la méthode de
meulage de cratère**

*Fine ceramics (advanced ceramics, advanced technical ceramics) —
Determination of coating thickness by crater-grinding method*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 26423:2009](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d452ef81-3c05-4929-967b-c8cadf987a64/iso-26423-2009)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d452ef81-3c05-4929-967b-c8cadf987a64/iso-26423-2009>



iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 26423:2009

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d452ef81-3c05-4929-967b-c8cadf987a64/iso-26423-2009>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2009, 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 Symboles	1
4 Principe	2
5 Échantillonnage	3
6 Mode opératoire d'essai	3
6.1 Généralités.....	3
6.2 Préparation en vue de l'essai.....	4
6.3 Paramètres d'essai.....	4
6.4 Exemple de paramètres d'essai.....	5
7 Examen microscopique et mesurage	5
7.1 Examen.....	5
7.2 Mesurage.....	5
8 Calculs	7
9 Incertitude et sources d'erreur	7
10 Rapport d'essai	8
Annexe A (informative) Erreurs associées à l'utilisation de différentes formules pour le calcul de l'épaisseur du film	9
Annexe B (informative) Estimation de l'incertitude de mesure et des erreurs	12
Bibliographie	15

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](#).

L'ISO 26423 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 206, *Céramiques techniques*.

Céramiques techniques — Détermination de l'épaisseur de revêtement par la méthode de meulage de cratère

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode permettant de déterminer l'épaisseur de revêtements céramiques par une méthode de meulage d'un cratère qui comprend l'obtention par abrasion d'une cavité sphérique suivie d'un examen microscopique du cratère.

En raison de l'incertitude introduite dans le mesurage des dimensions du cratère, l'essai n'est pas approprié lorsque la rugosité de la surface du revêtement et/ou du substrat dépasse 20 % de l'épaisseur du revêtement.

NOTE Une autre méthode de mesure de l'épaisseur, à l'aide d'un profilomètre à contact, est décrite dans l'ISO 18452.

2 Références normatives

Les documents ci-après, dans leur intégralité ou non, sont des références normatives 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 3290-1, *Roulements — Billes — Partie 1: Billes de roulement en acier*

ISO 26423:2009

ISO/IEC 17025:2005, *Exigences générales concernant la compétence des laboratoires d'étalonnages et d'essais*

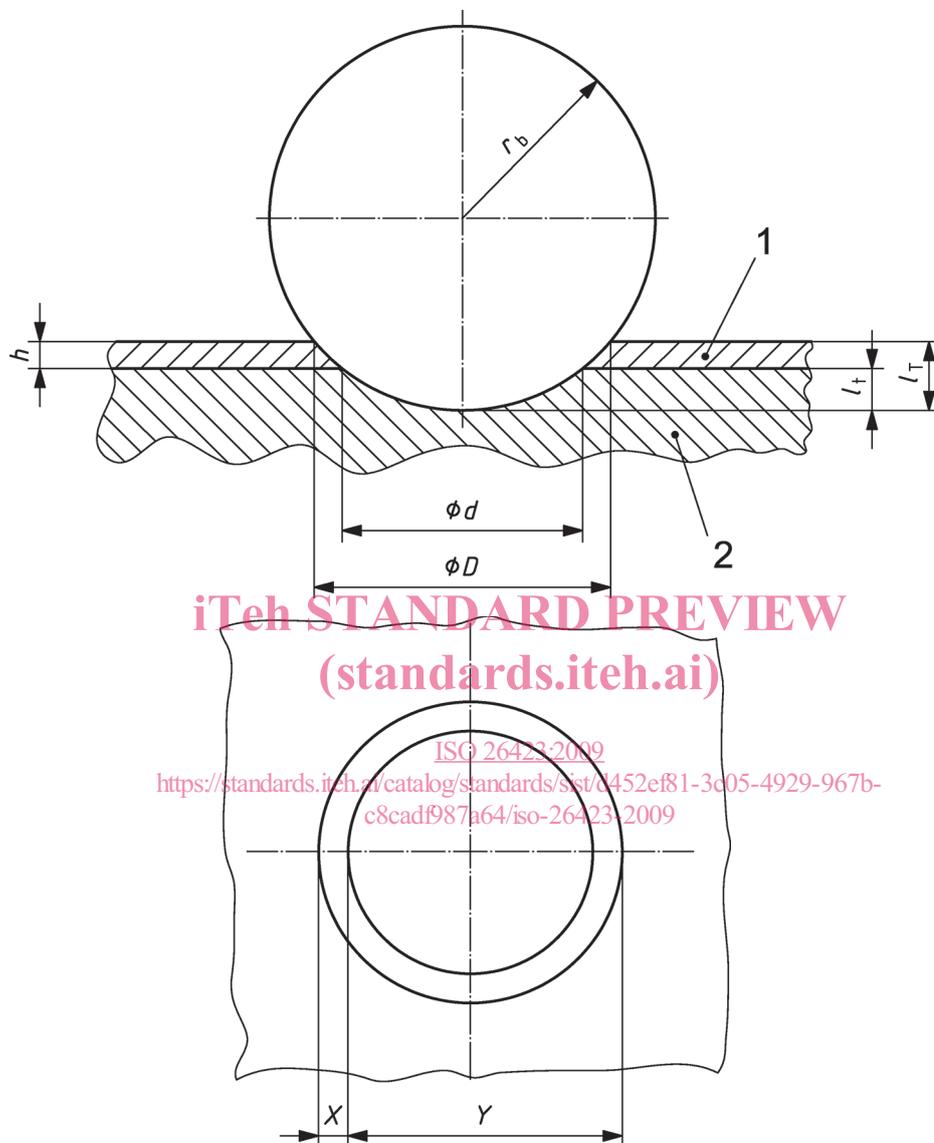
c8cadf987a64/iso-26423-2009

3 Symboles

Pour les besoins du présent document, les symboles suivants s'appliquent.

- D meilleure estimation du diamètre extérieur du cratère, au niveau de la surface du revêtement, en micromètres (voir [Figure 1](#));
- d meilleure estimation du diamètre intérieur du cratère, défini par la base de la couche de revêtement, en micromètres (voir [Figure 1](#));
- h épaisseur du revêtement, en micromètres (voir [Figure 1](#));
- m indice indiquant une valeur moyenne (D_m, d_m, X_m, Y_m);
- r_b rayon de la bille, en micromètres (voir [Figure 1](#));
- r_s rayon de courbure de l'éprouvette;
- l_T profondeur totale de pénétration de la bille, en micromètres (voir [Figure 1](#));
- l_t profondeur de pénétration de la bille dans le substrat, en micromètres (voir [Figure 1](#));
- X distance, sur une projection coplanaire des deux cratères, entre la périphérie du cratère extérieur et un point équivalent diamétralement du même côté du cratère intérieur, en micromètres (voir [Figure 1](#));

Y distance, sur une projection coplanaire des deux cratères, entre la périphérie du cratère extérieur et un point équivalent diamétralement du côté opposé du cratère intérieur, en micromètres (voir [Figure 1](#)).



Légende

- 1 revêtement
- 2 substrat

Figure 1 — Principales dimensions utilisées dans la méthode d'essai

4 Principe

L'épaisseur du revêtement joue souvent un rôle essentiel dans la performance d'outils et de pièces de machines recouverts d'un revêtement. Plusieurs techniques différentes ont été mises au point pour évaluer l'épaisseur d'un revêtement. Parmi celles-ci, la méthode d'abrasion d'un cratère et la méthode de la hauteur de décrochement (voir l'ISO 18452) sont des méthodes faciles à réaliser et qui s'appliquent à la plupart des systèmes revêtus.

Cette méthode est simple et directe. Un cratère est obtenu par abrasion de la pièce revêtue à l'aide d'une bille en rotation baignée de suspension abrasive. L'épaisseur du revêtement est obtenue à partir des caractéristiques dimensionnelles de la bille et du cratère. Dans le cadre de cette méthode, le contraste entre les différents matériaux qui composent le revêtement et le substrat est une condition préalable pour pouvoir détecter l'interface revêtement/surface.

Il convient que les éprouvettes soient plates ou cylindriques. La planéité peut être considérée comme suffisante si le rayon de courbure local de l'éprouvette, r_s , satisfait la relation $r_s > 100 \times r_b$ (pour une erreur $\leq 1 \%$).

5 Échantillonnage

Une éprouvette représentative du produit soumis à l'essai doit être utilisée. Les éprouvettes d'essai doivent être des articles revêtus d'origine ou, lorsque cela n'est pas possible, des articles préparés de la même manière que le lot soumis à l'essai. Pour des pièces de grandes dimensions, il peut être nécessaire de fabriquer l'éprouvette séparément.

6 Mode opératoire d'essai

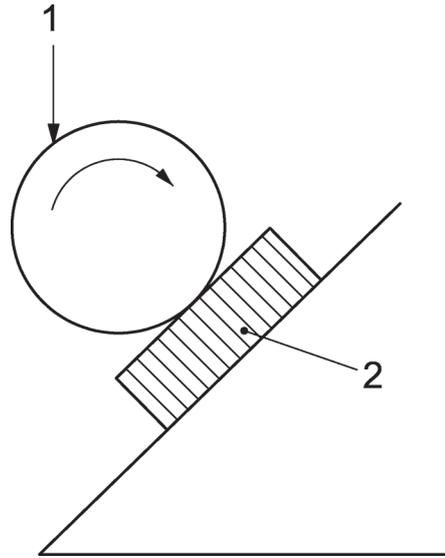
6.1 Généralités

Une bille baignée d'une suspension abrasive est frottée selon un mouvement de rotation contre la surface de la pièce d'essai. Un cratère d'usure sphérique est ainsi obtenu. L'essai arrive à son terme lorsque la profondeur de pénétration du cratère sphérique est supérieure à l'épaisseur du revêtement. L'épaisseur du revêtement est alors obtenue à partir des dimensions des rides d'usure (diamètres du cratère entier et du cratère du substrat) et du diamètre de la bille.

Il est possible d'utiliser différentes configurations de banc d'essai. La bille peut effectuer des mouvements de rotation librement sur un arbre d'entraînement, dont la masse est utilisée pour produire la charge de contact, ou bien elle peut être fixée à un axe d'entraînement tandis que l'éprouvette est mise en charge au moyen d'un système de levier. Un montage type est représenté à la [Figure 2](#).

Une autre solution peut consister à utiliser une roue à la place d'une bille, auquel cas il faut également faire pivoter l'échantillon (il s'agit du même principe que celui du rectificateur de dépression de l'émail pour la préparation des éprouvettes MET).

Il est possible d'utiliser différents abrasifs (diamant, alumine, silice par exemple) et d'appliquer des suspensions disponibles dans le commerce à base d'alcool, d'huile ou d'eau. La surface de la bille peut être enduite de suspension abrasive avant l'essai, mais des mesures plus répétables sont obtenues lorsque la suspension abrasive est directement entraînée vers la zone de contact, par pompage péristaltique d'une suspension mélangée par exemple. La taille des grains de l'abrasif doit être suffisamment petite pour éviter la rugosification des limites du cratère. Par exemple, une pâte de diamant d'une taille de grain de $1 \mu\text{m}$ en suspension dans de l'éthanol est souvent utilisée.



Légende

- 1 bille
- 2 éprouvette

D'autres orientations peuvent également être utilisées.

Figure 2 – Exemple d'assemblage d'essai
(standards.iteh.ai)

6.2 Préparation en vue de l'essai

S'assurer que l'éprouvette et la bille sont propres. Un nettoyage par ultrasons pendant 5 min dans de l'éther de pétrole frais, suivi d'un séchage à l'air ambiant, est généralement suffisant. Déterminer l'aptitude à l'emploi de la bille en mesurant 10 diamètres au hasard. Rejeter une bille si la différence entre deux mesures dépasse 5 µm (valeur maximale admise de V_{DWS} pour des billes de grade G 200, indiquée dans l'ISO 3290-1), ou si sa surface présente des rayures visibles à l'œil nu. Préparer une suspension de particules abrasives dans du diluant. Placer l'éprouvette sur un support stable.

Il convient de bien mélanger la suspension abrasive pour garantir une dispersion uniforme des particules abrasives.

Il est possible d'utiliser des billes en acier trempé pour roulements, d'un diamètre et d'un état de surface spécifiés, conformément à l'ISO 3290-1.

6.3 Paramètres d'essai

Les paramètres spécifiques de l'essai comprennent:

- a) le diamètre de la bille;
- b) la charge de contact;
- c) la vitesse de glissement;
- d) la composition et la concentration de la suspension abrasive;
- e) le débit d'alimentation en suspension;
- f) la durée de l'essai.

Les paramètres spécifiques de l'éprouvette comprennent:

- la qualité de surface (rugosité, propreté); et
- le contraste optique entre le(s) revêtement(s) et le substrat.

6.4 Exemple de paramètres d'essai

Les paramètres de fonctionnement types sont les suivants:

- a) diamètre de la bille: 25 mm;
- b) charge de contact: 0,25 N;
- c) vitesse de rotation de la bille: 100 tr/min;
- d) composition de la suspension abrasive: pâte de diamant, d'une taille de grain de 1 μm , en suspension dans de l'éthanol, concentration 1:4;
- e) débit d'alimentation en suspension: 20 gouttes/min; et
- f) durée de l'essai: 5 min.

NOTE Les conditions d'essai optimales seront différentes selon les éprouvettes. Les conditions décrites ci-dessus sont valables pour des couches dures et minces (3 μm à 5 μm d'épaisseur) sur des substrats métalliques, mais dépendront de la résistance à l'usure et de l'épaisseur du revêtement, etc. Pour ces revêtements et d'autres, il peut être nécessaire de réaliser des cratères d'essai dans une gamme de conditions afin de déterminer les paramètres appropriés pour la production de cratères circulaires de profondeur suffisante pour délimiter clairement l'interface substrat/revêtement.

7 Examen microscopique et mesurage

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d452ef81-3c05-4929-967b-c8cadf987a64/iso-26423-2009>

7.1 Examen

Il est obligatoire de nettoyer l'éprouvette avant de l'examiner (voir 6.2).

Utiliser une technique de présentation d'image avec échelle micrométrique étalonnée. Examiner la cavité obtenue par abrasion au facteur de grossissement le plus élevé auquel l'intégralité du cratère d'usure est visible.

Régler le microscope sur les motifs concentriques et, si nécessaire, régler l'éclairage de manière à obtenir le contraste maximal.

Un microscope optique à lumière indirecte est généralement utilisé, mais il est possible d'utiliser toute autre technique de présentation d'image comme la microscopie électronique à balayage lorsqu'il n'est pas possible, par exemple, de distinguer le revêtement du substrat par d'autres moyens. En cas d'utilisation d'un microscope optique, il est possible de réaliser une attaque chimique afin d'améliorer le contraste entre le substrat et le revêtement.

7.2 Mesurage

Mesurer les dimensions du cratère comme il se doit, à l'aide d'un dispositif de mesure étalonné.

Pour les éprouvettes plates, mesurer les diamètres D , d ou les longueurs X , Y des cratères à la fois parallèlement et perpendiculairement à la direction de rotation de la bille (Figure 1).

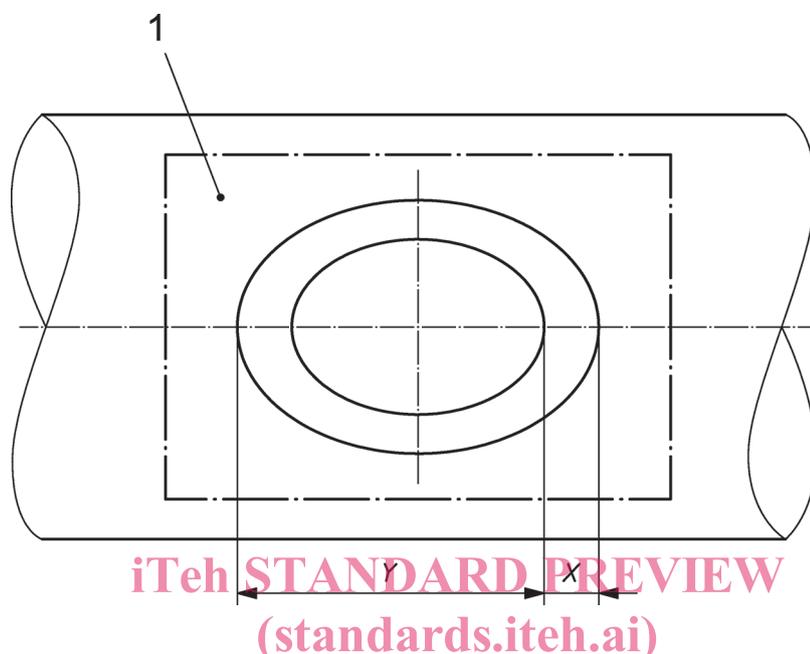
Pour les éprouvettes cylindriques, mesurer uniquement les plus grandes dimensions des cratères, parallèlement à l'axe du cylindre (Figure 3).

Réaliser au moins 5 mesurages pour définir la répétabilité du mesurage.

En raison des effets de rugosité de la surface, les limites de la (des) couche(s) peuvent ne pas être correctement définies; il convient d'utiliser la meilleure estimation de la ligne centrale d'une limite.

NOTE 1 Les dimensions peuvent être facilement mesurées en préparant des micrographies du cratère ainsi que de l'échelle étalonnée de façon traçable au même grossissement.

NOTE 2 L'exactitude du mesurage dépend de la rugosité de la surface qui définit les limites de la couche.



Légende

1 zone agrandie (vue microscopique)

ISO 26423:2009
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d452ef81-3c05-4929-967b-c8cad1987a64/iso-26423-2009>
Figure 3 — Échantillon cylindrique

8 Calculs

La profondeur totale de pénétration du cratère sphérique est calculée à l'aide de l'Équation (1):

$$l_T = r_b - \sqrt{r_b^2 - D_m^2 / 4} \quad (1)$$

tandis que la profondeur de pénétration dans le substrat sous l'interface revêtement/substrat est donnée par l'Équation (2):

$$l_t = r_b - \sqrt{r_b^2 - d_m^2 / 4} \quad (2)$$

L'épaisseur du revêtement peut ainsi être calculée à partir de:

$$h = l_T - l_t \quad (3)$$

où

$$h = \sqrt{r_b^2 - d_m^2 / 4} - \sqrt{r_b^2 - D_m^2 / 4} \quad (4)$$

La profondeur de pénétration des revêtements minces est peu importante comparée au rayon r_b de la bille. Par conséquent, l'Équation (5) simplifiée peut être utilisée pour déterminer l'épaisseur:

$$h = \frac{D_m^2 - d_m^2}{8r_b} \quad (5)$$

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ou, en substituant $D = X + Y$ et $d = Y - X$:

$$h = \frac{X_m Y_m}{2r_b} \quad (6)$$

ISO 26423:2009
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d452ef81-3c05-4929-967b-c8cadf987a64/iso-26423-2009>

L'utilisation de l'Équation (5) est recommandée parce qu'elle est moins sensible aux erreurs de mesurage des dimensions du cratère (voir [Annexe A](#)).

Pour les éprouvettes qui ne satisfont pas le critère de planéité $r_s > 100 \times r_b$, il convient de remplacer l'Équation (5) par:

$$h = \frac{D^2 - d^2}{8} \left[\frac{1}{r_b} + \frac{1}{r_s} \right] \quad (7)$$

Dans ces circonstances, l'Équation (6) devient:

$$h = \frac{X_m Y_m}{2} \left[\frac{1}{r_b} + \frac{1}{r_s} \right] \quad (8)$$

NOTE Il est possible d'obtenir l'épaisseur des couches individuelles dans un système multicouche à l'aide de cette méthode, en appliquant les définitions ci-dessus aux cercles intérieur et extérieur du cratère qui définissent la couche examinée.

9 Incertitude et sources d'erreur

La méthode décrite dans la présente Norme internationale peut être d'une grande exactitude, à condition que les périmètres du cratère soient à la fois circulaires et bien définis (pour cela, il est nécessaire que les surfaces du substrat et des revêtements soient lisses et planes et que l'abrasion du cratère soit réalisée de manière contrôlée), que les dimensions du cratère soient mesurées avec exactitude et que le rayon de courbure du cratère soit égal à celui de la bille l'ayant produit. L'incertitude associée aux dimensions