
**Projection thermique — Évaluation
des propriétés d'adhérence/cohésion
des revêtements céramiques
appliqués par projection thermique,
par essai de rayure transversale**

*Thermal spraying — Evaluation of adhesion/cohesion of thermal
sprayed ceramic coatings by transverse scratch testing*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 27307:2015

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9b296392-17f2-455c-b373-7bd395b54c48/iso-27307-2015>



iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 27307:2015

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9b296392-17f2-455c-b373-7bd395b54c48/iso-27307-2015>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2015, 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
Introduction.....	v
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes et définitions	1
4 Principe	1
5 Équipements et matériaux	2
6 Modes opératoires d'essai de rayure transversale	2
6.1 Exigences générales relatives à l'éprouvette.....	2
6.2 Conditions ambiantes.....	2
6.3 Essai de rayure sur la section transversale.....	3
6.4 Évaluation du mode de rupture.....	4
7 Rapport d'essai de rayure	4
Annexe A (informative) Modes de rupture types du revêtement après les essais de rayure	5
Annexe B (normative) Rapport d'essai de rayure transversal	7
Annexe C (informative) Résultats d'essai interlaboratoires pour l'essai de rayure transversal sur revêtements céramiques obtenus par projection thermique au plasma	8
Bibliographie	29

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9b296392-17f2-455c-b373-7bd395b54c48/iso-27307-2015>
 (standards.iteh.ai)

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://www.iso.org/standards/information).

Le comité chargé de l'élaboration de ce document est l'ISO/TC 107, *Revêtements métalliques et autres revêtements inorganiques*.

Introduction

Les revêtements céramiques obtenus par projection thermique sont couramment utilisés pour modifier les propriétés de surface des éléments en métal. Ces revêtements assurent la protection contre divers types d'usure, de corrosion et de détérioration thermique, permettant ainsi de prolonger la durée de vie des éléments et de réduire les besoins en entretien onéreux et répété. La morphologie des gouttelettes, la taille et la densité des pores, ainsi que les fissures thermiques inter-lamellaires et intra-lamellaires et les inclusions sont utilisées pour caractériser la microstructure des revêtements céramiques obtenus par projection thermique. Bien que les fissures soient introduites volontairement dans les structures des revêtements, par exemple dans les revêtements de protection thermique pour l'amélioration de leur performance thermique, la mauvaise liaison entre les grains et les imperfections se présentant sous forme de pores ou de fissures thermiques réduit considérablement les propriétés mécaniques des revêtements céramiques obtenus par projection thermique par rapport à celles des matériaux monolithiques correspondants. De toute évidence, la durabilité et la fonctionnalité des revêtements dépend essentiellement de l'adhérence entre le revêtement et le substrat sous-jacent ainsi que de la cohésion entre les grains. Ainsi, l'adhérence/cohésion constitue l'une des propriétés les plus importantes des revêtements obtenus par projection thermique et elle doit être systématiquement évaluée.

Pour soutenir et promouvoir le développement des revêtements céramiques obtenus par projection thermique, il est important de pouvoir disposer de méthodes d'essai satisfaisantes pour évaluer leurs propriétés d'adhérence et de cohésion. La présente Norme internationale fournit des préconisations relatives à la réalisation d'essais de rayure transversale qui permettent d'obtenir ces informations.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO 27307:2015](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9b296392-17f2-455c-b373-7bd395b54c48/iso-27307-2015)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9b296392-17f2-455c-b373-7bd395b54c48/iso-27307-2015>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 27307:2015

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9b296392-17f2-455c-b373-7bd395b54c48/iso-27307-2015>

Projection thermique — Évaluation des propriétés d'adhérence/cohésion des revêtements céramiques appliqués par projection thermique, par essai de rayure transversale

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale prescrit une méthode d'évaluation de l'adhérence et de la cohésion des systèmes substrat-revêtement céramique obtenus par projection thermique, au moyen d'un essai de rayure transversale. Elle est applicable aux revêtements céramiques obtenus par projection thermique d'une épaisseur allant de 50 μm à plus de 1 000 μm . Elle est également appropriée pour soumettre à l'essai des revêtements céramiques déposés selon d'autres procédés de projection tels que la projection à froid, ainsi que le dépôt sous forme d'aérosol.

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).

(standards.iteh.ai)

ISO 20502, *Céramiques techniques — Détermination de l'adhérence des revêtements céramiques par essai de rayure*

ISO 27307:2015

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9b296392-17f2-455c-b373-7bd395b54c48/iso-27307-2015>

3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions suivants s'appliquent.

3.1

adhérence

état dans lequel des revêtements et le substrat sous-jacent sont maintenus en contact par des forces interfaciales qui peuvent être des forces chimiques ou physiques, ou les deux

3.2

cohésion

force de liaison entre les éléments de structure dans les revêtements

4 Principe

L'essai de rayure consiste à déplacer un poinçon de géométrie connue à la surface d'un système revêtement/substrat. Lors de cet essai, le matériau constitutif, les dimensions et la géométrie du poinçon sont connus. Il peut s'agir, par exemple, d'un poinçon conique en diamant type Rockwell. L'essai est réalisé sur une longueur donnée sous charge constante. Si le revêtement est séparé du substrat, l'adhérence du système revêtement-substrat peut alors être évaluée et le niveau d'adhérence peut être classé par rapport à des combinaisons de systèmes revêtement/substrat similaires. Si la rupture ne se produit que dans le revêtement céramique obtenu par projection thermique, cela révèle la cohésion du revêtement lui-même. Si l'on n'observe pas de rupture, il est possible d'augmenter la charge d'essai jusqu'à rupture du revêtement. Les divers modes de rupture des revêtements au cours de l'essai de rayure sont indiqués à l'[Annexe A](#).

Au cours de l'essai de rayure, des fissures engendrées par la contrainte de traction à l'arrière du poinçon peuvent se former et ces contraintes peuvent compenser les contraintes de frottement en compression qui se produisent à l'avant. La fissuration peut être détectée au moyen d'un capteur d'émission acoustique fixé au support de poinçon de la machine d'essai de rayure. De plus, la force tangentielle entre poinçon et surface d'essai peut être analysée en vue d'obtenir davantage d'informations sur les conditions de rupture. Cette force tangentielle, souvent incorrectement dénommée «force de frottement», résulte à la fois du frottement entre le poinçon et l'éprouvette, et de l'effort de raclage requis pour déformer le système revêtement-substrat.

5 Équipements et matériaux

Une machine d'essai de rayure est un appareil utilisé pour maintenir fermement le poinçon et appliquer à la fois la charge perpendiculaire et la force d'entraînement de manière à produire des rayures. En général, le déplacement d'un ressort est utilisé pour appliquer le programme de mise en charge choisi. Les appareillages à commande magnétique conviennent également.

La machine d'essai de rayure se compose d'un poinçon en diamant fixé rigidement, ayant normalement une géométrie conique type Rockwell. Dans le cas présent, il est recommandé d'utiliser un poinçon en diamant ayant une pointe de 20° de rayon. Le dispositif de rayure utilisé doit avoir été étalonné conformément aux procédures données dans l'ISO 20502.

6 Modes opératoires d'essai de rayure transversale

6.1 Exigences générales relatives à l'éprouvette

Les dimensions de l'éprouvette soumise à l'essai de rayure varient en fonction du porte-éprouvette de la machine d'essai de rayure. Il est généralement recommandé d'utiliser une dimension d'éprouvette de 20 × 20 mm².

Après la projection, les revêtements sont découpés perpendiculairement à leur surface, puis noyés dans un matériau approprié et polis.

Appliquer un mode opératoire métallographique normalisé pour polir la section transversale des revêtements jusqu'à Ra < 0,5 µm, avant d'effectuer l'essai de rayure (voir l'ISO 4287).

NOTE L'intégration des éprouvettes dans un milieu de montage à froid tel qu'une résine acrylique, est recommandée car il se peut que les éprouvettes soient sensibles à la chaleur ou à la pression. Il n'est généralement pas nécessaire de procéder à une imprégnation sous vide.

Avant l'essai de rayure, il convient de débarrasser l'éprouvette de souillures superficielles telles que huile, graisse et humidité, en la nettoyant à l'alcool ou à l'acétone, puis en la faisant sécher. Il convient d'éviter toutes traces de doigts sur la surface d'essai.

Les informations suivantes sont requises et doivent être obtenues auprès du fabricant du revêtement:

- a) matériau constitutif du substrat et épaisseur;
- b) matériau constitutif du revêtement et épaisseur.

6.2 Conditions ambiantes

L'essai de rayure nécessite une interaction entre le poinçon et l'éprouvette, qui peut être sensible aux conditions ambiantes. Aussi convient-il de surveiller et de réguler la température et l'humidité relative afin de garantir la reproductibilité.

NOTE Les conditions ambiantes recommandées sont les suivantes:

- température: 22 °C ± 2 °C, et

— humidité relative: 50 % ± 5 %.

6.3 Essai de rayure sur la section transversale

Les modes opératoires d'essai de rayure comprennent habituellement les étapes suivantes.

S'assurer que le poinçon en diamant est propre et exempt de débris provenant des rayures précédentes. En cas de besoin, on peut nettoyer le poinçon en l'essuyant à l'aide d'un chiffon doux imbibé d'éther de pétrole. Si malgré cela on observe encore des débris collants au microscope (grossissement recommandé: $\times 200$), il est possible d'utiliser du papier abrasif au SiC n°1 200 et n°2 400 pour les éliminer, puis d'essuyer le poinçon avec un chiffon doux imbibé d'éther de pétrole. Il est recommandé de ne pas nettoyer le poinçon aux ultrasons car la cavitation pourrait l'endommager.

Après le nettoyage, laisser le poinçon atteindre la température ambiante avant de commencer l'essai.

Fixer la longueur de rayure entre 2 mm et 3 mm et régler la vitesse de déplacement du poinçon entre $0,1 \text{ mm min}^{-1}$ et 10 mm min^{-1} . Monter rigidement l'un des échantillons pour essai préalablement préparé, dans le porte-éprouvette, et mettre la pointe du poinçon en diamant de $20 \mu\text{m}$ de rayon (valeur recommandée) en contact avec la partie substrat de l'échantillon de façon à ce que la rayure, de la longueur voulue, soit perpendiculaire à l'interface revêtement-substrat, traverse le revêtement et atteigne le milieu de montage. Rayer l'échantillon en utilisant une charge verticale constante de 3 N. Relever le poinçon, replacer l'échantillon pour que la rayure suivante se situe à au moins 4 mm de la précédente de manière à éviter toute interaction des zones de contrainte des rayures adjacentes. Repositionner le poinçon comme pour la première rayure et en faire une seconde. Répéter ces opérations jusqu'à l'obtention du nombre requis de rayures sous l'effet de la charge initiale, normalement au moins 5, en changeant d'échantillon si nécessaire. Examiner le diamant pour vérifier qu'il est propre et dépourvu de débris. Répéter le mode opératoire ci-dessus en mettant en œuvre des charges verticales constantes de 5 N, 10 N, 13 N et 20 N (ou plus), en examinant le diamant et en le renettoyant en tant que de besoin avant chaque modification de la charge, jusqu'à ce que toutes les rayures sous charge maximale produisent une rupture adhésive telle qu'observée au microscope avec un grossissement de 100:1.

NOTE La nécessité d'effectuer au moins 5 rayures est liée à l'hétérogénéité des revêtements de céramique réalisés par projection thermique, caractéristique qui engendre de grandes variations de la réponse du revêtement lors des essais de rayure.

À l'aide d'un microscope optique, visualiser des images de chacune des rayures sous un grossissement $> 100:1$ en veillant à ce que le substrat, le revêtement et le milieu de montage soient tous dans le champ de vision.

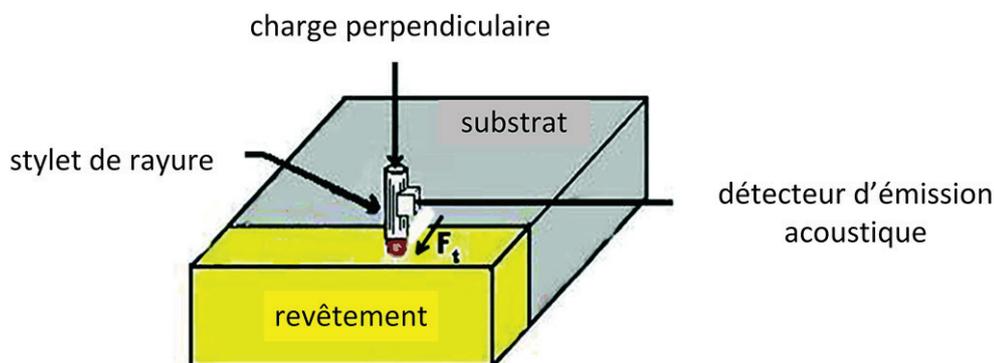


Figure 1 — Représentation schématique de l'essai de rayure sur la section transversale d'un système substrat-revêtement céramique obtenu par projection thermique

6.4 Évaluation du mode de rupture

Utiliser les images prises après les essais de rayure pour déterminer le pourcentage de chacun des modes de rupture présents. L'Annexe A illustre les modes de rupture types: aucune fissure, fissure cohésive et fissure adhésive.

Une rupture adhésive se traduit par la présence de fissures générées au niveau d'une interface entre le revêtement et une autre partie du système revêtement-substrat (liaison revêtement/substrat ou couche supérieure/revêtement) alors que les fissures qui se produisent dans le revêtement indiquent une rupture cohésive. Pour considérer un mode de rupture comme valide dans un groupe d'éprouvettes présentant les deux types de rupture, il faut que ce mode représente plus de 30 % des ruptures observées.

Exemple d'analyse du mode de rupture.

Tableau 1 — Exemple d'évaluation du mode de rupture

Revêtement ^a	Charge	Nombre de rayures	Aucune fissure	Fissure cohésive	Fissure adhésive
A	3	12	80	20	0
A	5	12	75	25	0
A	10	12	60	35	5
A	13	12	45	40	15
A	15	12	0	65	35
A	20	12	0	20	80
B	3	12	80	20	0
B	5	12	55	33	12
B	10	12	20	45	35
B	13	12	10	40	50
B	15	12	0	20	80
B	20	12	0	0	100

^a Pour le revêtement A: résistance du revêtement = 10 N, adhérence = 15 N. Pour le revêtement B: résistance du revêtement = 5 N, adhérence = 10 N.

7 Rapport d'essai de rayure

Le rapport d'essai de rayure doit contenir les informations suivantes:

- les conditions ambiantes (température et humidité relative);
- l'épaisseur et les matériaux constitutifs du revêtement et du substrat;
- le procédé de revêtement utilisé;
- le rayon de la pointe du poinçon;
- la vitesse de déplacement du poinçon;
- la charge d'essai;
- le pourcentage de chaque mode de rupture.

NOTE Un formulaire type d'enregistrement des résultats de l'essai de rayure est présenté en [Annexe B](#).

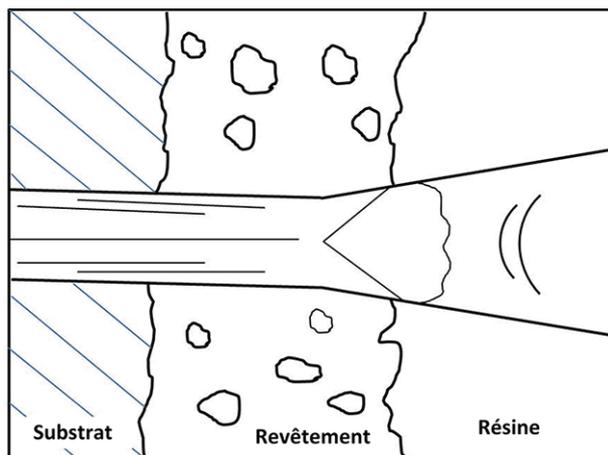
Annexe A
(informative)

Modes de rupture types du revêtement après les essais de rayure

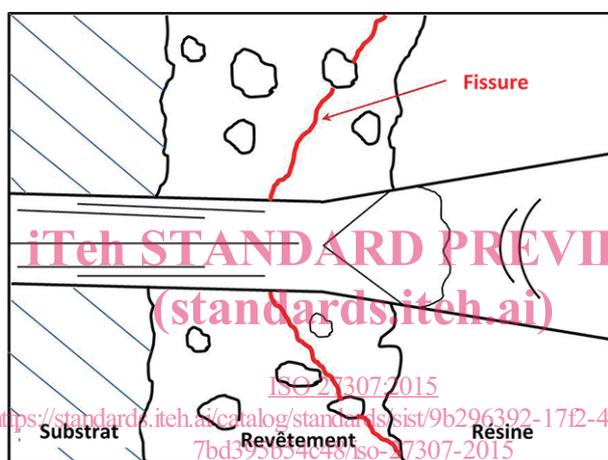
iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 27307:2015](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9b296392-17f2-455c-b373-7bd395b54c48/iso-27307-2015)

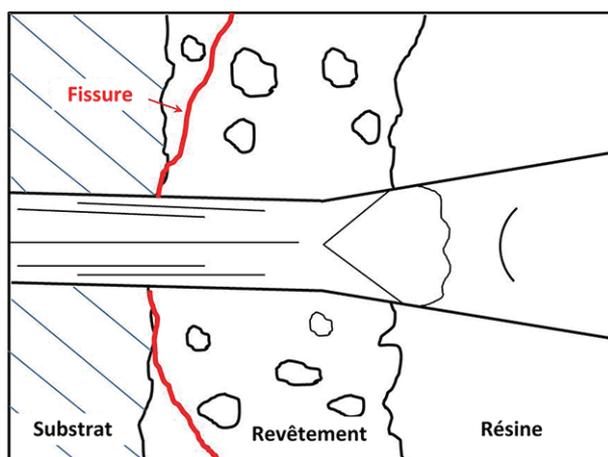
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9b296392-17f2-455c-b373-7bd395b54c48/iso-27307-2015>



a) Aucune fissure



b) Fissure cohésive



c) Fissure adhésive

Figure A.1 — Modes de rupture types du revêtement après les essais de rayure