
**Matériaux métalliques — Essai de
pénétration instrumenté pour la
détermination de la dureté et de
paramètres des matériaux —**

Partie 4:

**Méthode d'essai pour les revêtements
métalliques et non métalliques**

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

*Metallic materials — Instrumented indentation test for hardness and
materials parameters —*

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/52d9939d-175f-46e9-a316-16bdba95a47b/iso-14577-4-2016>
Part 4. Test method for metallic and non-metallic coatings

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 14577-4:2016

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/52d9939d-175f-4fe9-a316-16bdba95a47b/iso-14577-4-2016>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2016, 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	2
3 Symboles et désignations	2
4 Étalonnage et vérification directe des machines d'essai	2
5 Éprouvettes	3
5.1 Généralités.....	3
5.2 Rugosité de surface.....	3
5.3 Polissage.....	3
5.4 Propreté de surface.....	4
6 Mode opératoire	4
6.1 Conditions d'essai.....	4
6.2 Mode opératoire de mesure.....	5
6.2.1 Généralités.....	5
6.2.2 Expérimentations avec contrôle de force.....	5
7 Analyse de données et évaluation des résultats pour des pénétrations perpendiculaire à la surface	6
7.1 Généralités.....	6
7.2 Module de pénétration du revêtement.....	7
7.3 Dureté de pénétration du revêtement.....	10
8 Incertitude des résultats	16
9 Rapport d'essai	16
Annexe A (informative) Point de contact et régime purement élastique	17
Bibliographie	19

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'Organisation mondiale du commerce (OMC) concernant les obstacles techniques au commerce (OTC) voir le lien suivant: www.iso.org/iso/fr/foreword.html.

L'ISO 14577-4 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 164, *Essais mécaniques des métaux*, sous-comité SC 3, *Essais de dureté*.

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 14577-4:2007), qui a fait l'objet d'une révision technique.

L'ISO 14577 comprend les parties suivantes, présentées sous le titre général *Matériaux métalliques — Essai de pénétration instrumenté pour la détermination de la dureté et de paramètres des matériaux*:

- *Partie 1: Méthode d'essai*
- *Partie 2: Vérification et étalonnage des machines d'essai*
- *Partie 3: Étalonnage des blocs de référence*
- *Partie 4: Méthode d'essai pour les revêtements métalliques et non métalliques*

Introduction

Les caractéristiques d'élasticité et de plasticité d'un revêtement sont des facteurs critiques déterminant la performance du produit revêtu. En effet, de nombreux revêtements sont développés de manière spécifique pour fournir une résistance à l'usure qui est généralement conférée par leur dureté élevée. La mesure de la dureté du revêtement est souvent utilisée comme une vérification au titre du contrôle de qualité. Le module de Young devient important lorsque le calcul de la contrainte dans un revêtement est requis pour la conception des éléments revêtus. Par exemple, la capacité des éléments revêtus à supporter des forces externes appliquées est une caractéristique importante pour la capacité de tout système revêtu.

Il est relativement simple de déterminer la dureté et le module de pénétration des matériaux massifs au moyen de la pénétration instrumentée. Cependant, lorsque les mesurages sont effectués perpendiculairement à une surface revêtue, les caractéristiques du substrat influencent le résultat, en fonction de la force appliquée et de l'épaisseur du revêtement.

L'objectif de la présente partie de l'ISO 14577 est de fournir des lignes directrices relatives aux conditions pour lesquelles une influence significative du substrat est détectée et, de fournir des méthodes analytiques possibles pour permettre d'extraire les caractéristiques du revêtement du mesurage composite. Dans certains cas, la caractéristique du revêtement peut être déterminée directement à partir des mesurages sur une section transversale.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO 14577-4:2016](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/52d9939d-175f-4fe9-a316-16bdba95a47b/iso-14577-4-2016)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/52d9939d-175f-4fe9-a316-16bdba95a47b/iso-14577-4-2016>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 14577-4:2016

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/52d9939d-175f-4fe9-a316-16bdba95a47b/iso-14577-4-2016>

Matériaux métalliques — Essai de pénétration instrumenté pour la détermination de la dureté et de paramètres des matériaux —

Partie 4: Méthode d'essai pour les revêtements métalliques et non métalliques

1 Domaine d'application

La présente partie de l'ISO 14577 spécifie une méthode d'essai pour les revêtements qui convient particulièrement pour soumettre à essai dans la plage nano-micro, applicable aux revêtements minces. Cependant l'application de la méthode de la présente partie de l'ISO 14577 n'est pas nécessaire si la profondeur de pénétration correspond à une fraction si petite de l'épaisseur du revêtement que, dans tous les cas possibles, une influence du substrat peut être négligée et le revêtement peut être considéré comme un matériau massif. Les limites de tels cas sont données.

La présente méthode d'essai est limitée à l'examen des couches simples lorsque l'empreinte est réalisée perpendiculairement à la surface de l'éprouvette, mais les revêtements avec une gradation ou comportant plusieurs couches peuvent également faire l'objet de mesures dans la section si l'épaisseur des couches individuelles ou des zones où la dureté évolue est supérieure à la résolution spatiale du processus de pénétration.

ISO 14577-4:2016

La méthode d'essai n'est pas limitée à un quelconque type particulier de matériau. Les revêtements métalliques et non métalliques sont inclus dans le domaine d'application de la présente partie de l'ISO 14577, le terme revêtement est utilisé pour désigner toute couche solide de caractéristiques homogènes différentes de celles du substrat à laquelle elle est reliée. La méthode suppose que les propriétés du revêtement sont constantes avec la profondeur de pénétration. Les revêtements composites sont considérés homogènes si la taille de la structure est inférieure à la taille de l'empreinte.

L'application de la présente partie de l'ISO 14577 en ce qui concerne la mesure de la dureté est possible seulement si le pénétrateur est une pyramide ou un cône avec un rayon de courbure de la pointe suffisamment petit pour que la déformation plastique se produise à l'intérieur du revêtement. La dureté des matériaux visco-élastiques ou des matériaux présentant un fluage significatif sera largement influencée par le temps utilisé pour réaliser l'essai.

NOTE 1 L'ISO 14577-1, l'ISO 14577-2 et l'ISO 14577-3 définissent l'utilisation des essais de pénétration instrumentés des matériaux massifs pour toutes les gammes de force et de déplacement.

NOTE 2 L'analyse utilisée ici ne donne aucune tolérance pour des empreintes se tassant ou s'enfonçant. L'utilisation d'un microscope à force atomique (MFA) pour évaluer la forme de l'empreinte permet la détermination d'éventuels tassements ou enfoncements de la surface autour de l'empreinte. Ces effets de surface entraînent une sous-estimation (tassement) ou une surestimation (enfoncement) de l'aire de contact dans l'analyse et de ce fait peuvent influencer les résultats mesurés. Le tassement survient en général pour des matériaux complètement écrouis. Le tassement de matériaux mous et ductiles est plus probable pour des revêtements minces du fait du confinement des contraintes dans la zone de déformation plastique dans le revêtement. Il a été indiqué qu'un matériau avec tassement conduit à une augmentation effective de la zone de contact pour la détermination de la dureté alors que l'effet est moins prononcé pour la détermination du module de pénétration puisque le matériau avec tassement se comporte de manière moins rigide^{[1][2]}.

2 Références normatives

Les documents de référence suivants, en tout ou partie, sont indispensables pour 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 14577-1, *Matériaux métalliques — Essai de pénétration instrumenté pour la détermination de la dureté et de paramètres des matériaux — Partie 1: Méthode d'essai*

ISO 14577-2, *Matériaux métalliques — Essai de pénétration instrumenté pour la détermination de la dureté et de paramètres des matériaux — Partie 2: Vérification et étalonnage des machines d'essai*

Guide ISO/CEI 98-3, *Incertitude de mesure — Partie 3: Guide pour l'expression de l'incertitude de mesure (GUM:1995)*

3 Symboles et désignations

L'ISO 14577-1:2015, Tableau 1, donne une liste de symboles et leurs désignations. Les symboles additionnels et les désignations utilisées dans cette présente Norme internationale, sont inclus dans le [Tableau 1](#).

Tableau 1 — Symboles et désignations

Symbole	Désignation	Unité
a	Rayon de la zone de contact	mm
t_c	Épaisseur du revêtement	mm
E_{ITc}	Module de pénétration du revêtement	GPa
E_{ITc}^*	Module de pénétration en déformation plane du revêtement	GPa
H_{ITc}	Dureté de pénétration du revêtement	GPa

4 Étalonnage et vérification directe des machines d'essai

L'instrument doit être étalonné et subir une vérification directe conformément aux modes opératoires définis dans l'ISO 14577-2:2015, Article 4.

La vérification indirecte conformément à la procédure spécifiée dans l'ISO 14577-2:2015, Article 5, au moyen d'un matériau de référence doit être réalisée pour assurer qu'une nouvelle vérification directe n'est pas nécessaire et qu'aucun endommagement ou aucune contamination de la pointe du pénétrateur n'est survenu.

Les expérimentations de pénétration peuvent être réalisées avec une variété de pénétrateurs de différentes formes qu'il convient de choisir pour optimiser les déformations plastiques et élastiques requises pour un système substrat/revêtement donné. Des formes typiques de pénétrateurs sont les pénétrateurs Vickers, Berkovich, conique, sphérique et cube angulaire.

Pour la détermination des caractéristiques de plasticité du revêtement, des pénétrateurs en forme de pointe sont recommandés. Plus le revêtement est mince, plus il convient que le pénétrateur soit pointu. Pour la détermination des caractéristiques d'élasticité du revêtement, des pénétrateurs de géométrie quelconque peuvent être utilisés pour autant que leur fonction d'aire soit connue. Si seulement les caractéristiques d'élasticité du revêtement sont requises, des pénétrations dans le domaine purement élastique sont recommandées (si possible) étant donné que cela évite des problèmes dus à la rupture, aux tassements et à des vitesses élevées de fluage. Une sphère ou pointe de pénétrateur de rayon plus grand permettra des pénétrations purement élastiques sur un intervalle de force plus grand qu'un pénétrateur de rayon plus petit. Toutefois, un rayon trop grand et les effets de surface seront prépondérants pour les incertitudes de mesure (rugosité, couches de surface, etc.). Plus le rayon est petit, plus la force maximale ou le déplacement maximal avant que la déformation plastique commence

sera petit. L'optimum peut être identifié par des expérimentations préliminaires ou une modélisation (voir [Article 7](#)).

5 Éprouvettes

5.1 Généralités

En général, il convient de limiter au minimum la préparation de surface de l'éprouvette et, si possible, il convient d'utiliser l'éprouvette à l'état de réception si l'état de surface est conforme aux critères donnés en [5.2](#), [5.3](#) et [5.4](#).

5.2 Rugosité de surface

La réalisation de pénétration dans des surfaces rugueuses conduira à une dispersion accrue des résultats pour une profondeur de pénétration décroissante. (Voir l'Annexe E de l'ISO 14577-1:2015). Clairement lorsque la valeur de la rugosité, R_a , avoisine la même valeur que la profondeur de pénétration, l'aire de contact va varier de manière importante d'une pénétration à une autre, en fonction de sa position par rapport aux pics et aux vallées à la surface. Il convient que la finition finale de surface soit aussi lisse que l'expérience et les moyens disponibles le permettent. Il convient que la valeur de R_a soit inférieure à 5 % de la profondeur maximale de pénétration lorsque cela est possible.

NOTE Il a été montré que pour un pénétrateur Berkovich, l'angle que la normale à la surface présente par rapport à l'axe de la pénétration doit être supérieur à 7° pour entraîner des erreurs significatives pour le résultat^[3]. L'angle important est celui entre l'axe de la pénétration et la normale à la surface locale au point de contact. Cet angle peut être significativement différent par rapport au plan moyen de la surface pour des surfaces rugueuses.

Alors que R_a a été recommandé comme paramètre de rugosité pratique et aisément compréhensible, il convient de garder à l'esprit qu'il s'agit d'une moyenne. De ce fait des pics et vallées individuels peuvent être plus grands que cette valeur, comme définie par la valeur R_z , bien que la probabilité de rencontrer le pic maximal, par exemple, sur la surface est faible. La modélisation pour étudier la rugosité de la surface d'un revêtement^{[4][5]} a conclu qu'il y a deux situations limites pour toute valeur de R_a . Lorsque «la longueur d'onde» de la rugosité (dans le plan de la surface du revêtement) est bien plus grande que le rayon de la pointe du pénétrateur, la réponse force-pénétration est déterminée par la courbure locale de la surface du revêtement mais lorsque la longueur d'onde est bien inférieure au rayon de la pointe, un contact d'aspérité se produit et l'effet est semblable à la présence d'un revêtement complémentaire de module plus faible sur la surface.

Dans les cas où des revêtements sont utilisés à l'état de réception, des défauts aléatoires (tels que des excroissances nodulaires ou des rayures) peuvent être présents. Lorsque la machine d'essai comporte un système de visualisation de la zone de pénétration, il est recommandé que des zones «planes» éloignées de ces défauts soient choisies pour la mesure.

Il convient que le rayon du capteur du profilomètre de rugosité soit inférieur au rayon du pénétrateur. Si le paramètre de rugosité R_a est déterminé avec un MFA sur une zone d'exploration, une zone d'exploration de 10 µm × 10 µm est recommandée.

Certains instruments peuvent explorer la zone de pénétration avant pénétration. Dans ce cas, les zones avec la pente locale et la rugosité requises peuvent être choisies pour la pénétration sur des surfaces qui pourraient autrement en moyenne être trop rugueuses.

5.3 Polissage

Il convient de savoir que le polissage mécanique des surfaces peut conduire à une modification de l'écrouissage et/ou l'état de contrainte résiduelle et par suite de la dureté mesurée. Pour les céramiques, cela est moins important que pour les métaux bien qu'une altération de la surface puisse intervenir. Le dégrossissage et le polissage doivent être réalisés de façon telle que toute contrainte induite par l'étape précédente soit supprimée par l'étape suivante et l'état final doit être un degré de polissage moyen

approprié à l'échelle de déplacement utilisée pour l'essai. Si possible, il convient d'utiliser un polissage électrochimique.

NOTE 1 De nombreux revêtements reproduisent le fini de surface du substrat. S'il est acceptable de procéder ainsi, les problèmes de préparation de surface peuvent être réduits en assurant que le substrat a un fini de surface approprié, supprimant ainsi la nécessité de préparer la surface du revêtement. Dans certains cas, cependant, la modification de la rugosité de la surface du substrat peut influencer d'autres caractéristiques du revêtement, donc il convient de prendre des précautions lorsque cette approche est utilisée.

NOTE 2 Pour les revêtements, il est courant d'avoir des contraintes résiduelles relativement importantes, (par exemple provenant de la différence de coefficient de dilatation thermique entre le revêtement et le substrat et/ou la contrainte induite par le procédé de dépôt du revêtement). Ainsi une surface exempte de contraintes ne sera normalement pas escomptée. De plus, des gradients de contrainte dans les revêtements ne sont pas exceptionnels; par suite l'enlèvement de matériau excédentaire pendant une étape de préparation de surface à titre de réparation peut conduire à s'éloigner significativement de l'état de surface initial.

NOTE 3 Le polissage réduit l'épaisseur du revêtement et ainsi les effets du substrat seront accrus en réalisant la pénétration perpendiculairement à la surface. Lorsque l'analyse des données exige une connaissance exacte de l'épaisseur du revêtement soumis à essai de pénétration, le polissage exigera un nouveau mesurage de l'épaisseur de revêtement. Cela souligne encore la nécessité de réaliser une préparation minimale.

5.4 Propreté de surface

En général, pour autant que la surface soit exempte d'une contamination évidente de la surface, il convient d'éviter les procédures de nettoyage. Si un nettoyage est nécessaire, il doit être limité à des méthodes qui minimisent l'endommagement, par exemple:

- application d'un flux de gaz filtré, sec et exempt d'huile;
- application d'un flux de CO₂, sublimant les particules (en prenant soin de ne pas faire descendre la température de la surface en dessous du point de rosée) et
- rinçage avec un solvant (qui est chimiquement inerte pour l'éprouvette) suivi d'un séchage.

Des méthodes ultrasonores sont connues pour créer ou augmenter l'endommagement des revêtements et il convient de les utiliser avec précaution.

6 Mode opératoire

6.1 Conditions d'essai

6.1.1 La géométrie du pénétrateur, la force maximale et/ou le déplacement maximal et le cycle force déplacement (avec des périodes de maintien adaptées) doivent être choisis par l'opérateur de façon à être appropriés pour le revêtement soumis au mesurage et les paramètres opératoires de l'instrument utilisé. (Voir [Figure 1](#)).

Les valeurs de dureté sont valables seulement si la déformation plastique s'est produite et s'il y a une pénétration résiduelle après suppression de la force. Par conséquent, si la dureté et le module sont tous les deux requis pour un jeu unique de pénétration, alors un petit rayon de pénétrateur est requis ainsi qu'une géométrie similaire

NOTE 1 Un «petit» rayon typique pour le mesurage de la dureté est celui du pénétrateur Berkovich (<250 nm). Un «grand» rayon typique pour le mesurage du module est < 25 µm. Dans certains cas, un changement de pénétrateur peut être évité par le choix de la force. La gamme de déformation élastique peut être estimée par les formules de l'[Annexe A](#).

NOTE 2 Un exemple d'analyse simplifiée des contraintes est donné en [7.3](#), Note 4.

6.1.2 Lorsqu'il est prévu de réaliser plusieurs empreintes perpendiculairement à la surface ou des empreintes dans la section transversale, chaque empreinte doit être positionnée et séparée des autres conformément à l'ISO 14577-1:2015, 7.7.

NOTE Il convient de garder à l'esprit que les revêtements peuvent présenter un haut degré d'anisotropie et de ce fait l'orientation du pénétrateur dans le plan et la direction de la pénétration (perpendiculaire à la surface ou section transversale) peuvent significativement modifier la valeur mesurée de la dureté et parfois du module.

6.1.3 Les paramètres de l'essai de pénétration instrumenté sont définis conformément à l'ISO 14577-1, 7.4.

Il convient de considérer les paramètres suivants du revêtement/substrat influençant le résultat du mesurage:

- a) dureté, module de Young et coefficient de Poisson du substrat;
- b) épaisseur du revêtement;
- c) rugosité de surface;
- d) adhérence du revêtement au substrat (il convient d'éviter un décollement du revêtement).

Il convient de maintenir constants tous ces paramètres si une comparaison directe est à réaliser entre deux éprouvettes ou plus.

Il convient de tenir compte du paramètre d'évolution des matériaux dans le temps qui est mesuré.

NOTE 1 Les valeurs de la dureté et du module de Young peuvent être affectées par l'adhérence. Références [6], [7], [8], [9], [10].

NOTE 2 Les modifications des paramètres de l'éprouvette autres que la dureté ou le module peuvent affecter le mesurage de ces quantités. Si la profondeur de pénétration est une fraction suffisamment petite de l'épaisseur du revêtement, ou si l'épaisseur du revêtement peut être raisonnablement bien estimée et est constante pour toutes les zones de pénétration sur un échantillon particulier, il est possible de mesurer E_{ITC}^* et H_{ITC} , sans un mesurage précis de l'épaisseur. Si, toutefois, les caractéristiques en fonction de la profondeur relative de pénétration sont à comparer, une détermination précise de l'épaisseur peut être nécessaire. Les limites exactes dépendent de la relation entre les caractéristiques du revêtement et celles du substrat.

6.2 Mode opératoire de mesure

6.2.1 Généralités

Introduire l'éprouvette préparée et la positionner de façon que les essais puissent être entrepris à l'endroit voulu.

Réaliser le nombre prédéterminé de cycles de pénétration en utilisant les conditions d'essai choisies.

6.2.2 Expérimentations avec contrôle de force

Un seul cycle d'application et de suppression de la force doit être utilisé. Un arbre de décision pour aider à l'estimation de la dérive pendant l'expérimentation est présenté dans l'Annexe G de l'ISO 14577-1:2015.

NOTE Dans le cas de mesures de contrôle de déplacement, les effets du fluage empêchent une détermination précise de la pente de la courbe de décharge à la force maximale, ce qui se traduira par un calcul de la dureté et du module incorrect. De plus, les mesures de contrôle de déplacement ne permettent pas de correction de dérive de déplacement thermique.