

50376
2007
17

N° d'ordre : 3966

UNIVERSITE DES SCIENCES ET TECHNOLOGIES DE LILLE

THESE

présentée par

David MERCIER

pour l'obtention du

GRADE DE DOCTEUR EN MECANIQUE

intitulée



**CARACTERISATION PAR INDENTATION
ET COMPORTEMENT MECANIQUE
D'ACIERS A RESSORTS DECARBURES**

Soutenue le 27 mars 2007 devant le jury d'examen :

Président : **JOUAN Pierre-Yves**, Professeur à l'Université de Valenciennes.

Directeur : **CHICOT Didier**, Professeur à l'Université de Lille 1.

Rapporteurs : **LE BOURHIS Eric**, Professeur à l'Université de Poitiers.

MAUVOISIN Gérard, Maître de Conférences Habilité à l'Université de Rennes 1.

Examineurs : **DECOOPMAN Xavier**, Maître de Conférences à l'Université de Lille 1.

PEROCHEAU Franck, Docteur, Responsable CESAP / Allevard Rejna Autosuspensions à Douai.

PUCHI-CABRERA Eli Saul, Professeur à l'Université Centrale du Venezuela à Caracas.

Membre : **DAQUET Jean-Pierre**, Ingénieur, CESAP / Allevard Rejna Autosuspensions Douai.

A Alex, mon père, qui m'a donné le goût de la métallurgie et m'a guidé dans mes choix.

A Mylène, ma femme, sans qui cette thèse ne serait ce qu'elle est.

Remerciements

Ce travail a été effectué au Laboratoire de Mécanique des Matériaux du **Professeur Gérard MESMACQUE** à l'IUT A de l'Université des Sciences et Technologies de Lille. Ce laboratoire appartient à l'axe Fiabilité Mécanique des Matériaux et des Structures, composante du Laboratoire de Mécanique de Lille (UMR 8107) dirigé par le **Professeur Isam SHAHROUR**. Mon travail s'est intégré dans la thématique « transports ». Il est le résultat d'un contrat CIFRE n° 761/2003 avec l'entreprise Allevard Rejna Autosuspensions de Douai.

Je remercie Monsieur **Michel LANGA**, Directeur des Centres de Recherche et de Développement Technologiques et du Centre d'Essai de la société Allevard Rejna Autosuspensions, sans qui cette thèse n'aurait pu exister.

Les travaux ont été réalisés sous la direction de Monsieur le **Professeur Didier CHICOT** à qui j'adresse mes profonds et sincères remerciements pour m'avoir donné l'occasion de travailler avec lui, pour ses compétences et aussi pour m'avoir aidé, encouragé, par son enthousiasme, sa gentillesse et sa compréhension dans tous ces moments qu'il a pu me consacrer et nos discussions scientifiques endiablées. Ce travail n'aurait pu être aussi abouti sans lui.

Je tiens aussi particulièrement à remercier Monsieur **Franck PEROCHEAU** de la société Allevard Rejna Autosuspensions pour avoir encadré ce travail en sa qualité de tuteur industriel. Je le remercie aussi pour son dévouement et ses précieux conseils lors de nos discussions. Pour m'avoir aidé et conseillé durant ces trois années, je lui renouvelle mes plus vifs remerciements.

Je tiens tout particulièrement à remercier chaleureusement et vivement Monsieur **Xavier DECOOPMAN**, Maître de conférences, pour m'avoir encadré dans mes travaux de recherche. Je le remercie également pour les nombreux moments qu'il m'a consacrés, notamment pour son aide précieuse à l'interprétation des résultats et à la réalisation de ce document.

Que Monsieur le **Professeur Eric LE BOURHIS** de l'Université de Poitiers et Monsieur **Gérard MAUVOISIN**, Maître de Conférences Habilité de l'Université de Rennes, trouvent ici toute ma gratitude pour avoir accepté d'être les rapporteurs de mon mémoire.

Je tiens à remercier aussi Monsieur le **Professeur Eli Saul PUCHI-CABRERA** de l'université Centrale du Venezuela à Caracas qui me fait l'honneur d'accepter l'examen de mes travaux présentés dans ce mémoire.

Je tiens à remercier particulièrement, Monsieur le **Professeur Pierre-Yves JOUAN** de l'Université de Valenciennes, pour m'avoir fait l'honneur de participer au jury de soutenance de mon doctorat et d'en être aussi examinateur.

Je remercie Monsieur **Jean-Pierre DAQUET**, ingénieur au sein de la société Allevard Rejna Autosuspensions de participer à mon jury.

Je tiens à remercier aussi Madame le **Professeur Mariana STAIA**, de l'université Centrale du Venezuela à Caracas pour m'avoir donné la possibilité de participer au Programme de Coopération Post-Gradués entre la France et le Venezuela qui réunit l'université de Lille à l'université de Caracas au Venezuela.

J'adresse mes chaleureux remerciements au **Professeur Gérard MESMACQUE** et au **Professeur Jacky LESAGE** ainsi qu'à tous les membres du laboratoire qui ont contribué de près ou de loin à la bonne réalisation de ces travaux.

Je remercie également l'ensemble des membres et collègues de l'atelier et du secrétariat du département Génie Mécanique et Productique de l'I.U.T « A » de Lille pour la qualité des relations qu'ils m'ont toujours montrées ainsi que leurs aides techniques.

Je tiens aussi à remercier tout particulièrement les collègues de la société Allevard Rejna Autosuspension qui ont été toujours présents pour me donner des conseils pratiques, qui se sont révélés essentiels tout au long de ce travail. Je pense notamment à Messieurs **David DURIEZ**, **Jean-Marc FATRAS**, **Henri BRISSON**, **Pascal DUCONSEIL**, **Joël KIERZEK**, **Vincent CAPA** et Madame **Anne DUBARRE**.

J'associe aussi à ce travail tous mes proches et mes amis qui ont su faire diversion pour que je puisse prendre du recul par rapport à mon travail et à le réaliser dans une ambiance agréable.

Je remercie également avec reconnaissance l'Association Nationale de la Recherche Technique pour m'avoir donné la possibilité d'effectuer ce travail et pour son soutien financier, renforcé par la société Allevard Rejna Autosuspensions, qui a permis de faire aboutir mes recherches dans d'excellentes conditions.

Enfin, je ne peux m'empêcher de remercier aussi toutes les personnes qui n'ont pas cru en mon projet tout au long de ce cursus car elles ont généré en moi une volonté persistante d'atteindre ce but. Leur nombre étant élevé, elles m'excuseront de ne pas les citer ici.

Sommaire

REMERCIEMENTS	5
SOMMAIRE.....	7
INTRODUCTION GENERALE.	10
CHAPITRE I :	15
SYNTHESE BIBLIOGRAPHIQUE SUR LA DECARBURATION	15
A PREAMBULE.....	16
B DIFFUSION.....	17
C INDENTATION.....	19
C.1 Indentation conventionnelle.....	19
C.1.1 Types d'indenteur et dureté associée.....	19
C.1.2 Dureté du matériau après traitement thermique.....	22
C.2 Indentation instrumentée.....	30
C.2.1 Introduction	30
C.2.2 Principe.....	31
C.2.3 Analyse mathématique des courbes charge-décharge.....	34
C.2.3.1 Définition des paramètres.....	34
C.2.3.2 Compliance de l'instrument.....	37
C.2.3.3 Fluage par indentation.....	39
C.2.3.4 Imperfections de l'indenteur.....	41
C.3 Effet de taille en indentation (Indentation Size Effect, ISE).....	43
C.4 Relation indentation – essai de traction.....	47
C.4.1 Propriétés mécaniques de traction.....	47
C.4.2 Relation entre indentation et traction.....	50
C.4.2.1 Analyse dimensionnelle.....	50
C.4.2.2 Relations pression – déformation.....	52
C.4.2.3 Propriétés plastiques.....	57
C.5 Indentation instrumentée de matériaux à gradients de propriétés.....	59
D COURANTS DE FOUCAULT.....	62
D.1 Principe des courants de Foucault.....	62
D.2 Application au contrôle non destructif.....	63

E	CONCLUSION.	68
CHAPITRE II :		69
MATERIAUX ET METHODES EXPERIMENTALES.		69
A	MATERIAUX ET TRAITEMENTS THERMIQUES.	70
A.1	<i>Fabrication du ressort.</i>	70
A.2	<i>Matériaux.</i>	71
A.3	<i>Les traitements thermiques de décarburation.</i>	72
B	METHODES EXPERIMENTALES.	74
B.1	<i>Essais d'indentation conventionnelle et instrumentée.</i>	74
B.2	<i>Courants de Foucault.</i>	75
B.3	<i>Essais de traction.</i>	76
CHAPITRE III :		79
RESULTATS & DISCUSSION :		79
CARACTERISATION DE LA DECARBURATION PAR INDENTATION, PAR COURANTS DE FOUCAULT ET COMPORTEMENT EN TRACTION.. 79		
A	PREAMBULE.	80
B	ANALYSE PAR MICROSCOPIE OPTIQUE.	81
B.1	<i>Observation optique.</i>	81
B.2	<i>Etude de la diffusion.</i>	84
C	ANALYSE PAR INDENTATION CONVENTIONNELLE.	89
C.1	<i>Comparaison observation optique/ profil de dureté.</i>	89
C.2	<i>Lois de mélange des phases.</i>	96
C.2.1	<i>Modèle prédictif de dureté</i>	96
C.2.2	<i>Application du modèle prédictif.</i>	98
C.2.2.1	Cas des échantillons traités sous atmosphère contrôlée.	98
C.2.2.2	Cas des échantillons traités sous atmosphère oxydante.....	99
C.2.2.2.a.1	Critère basé sur la teneur en carbone superficielle.	100
C.2.2.2.a.2	Critère basé sur la valeur de dureté superficielle.	103
C.2.2.2.a.3	Discussion sur le coefficient de diffusion.....	106
C.2.3	<i>Modèle descriptif de dureté.</i>	109
C.2.3.1	Application aux échantillons décarburés sous atmosphère contrôlée.	109
C.2.3.2	Application aux échantillons décarburés sous atmosphère non contrôlée.	115

C.3	Indentations normales (perpendiculaires)	118
C.3.1	Préambule.....	118
C.3.2	Description du modèle.....	119
C.3.3	Application du modèle.....	122
D	ANALYSE PAR INDENTATION INSTRUMENTEE	136
D.1	Calcul de la dureté Martens avec un indenteur Vickers	137
D.1.1	Données et résultats fournis par l'instrument.....	138
D.1.2	Calcul de la compliance.....	142
D.1.3	Etude du fluage par indentation.....	147
D.1.4	Calcul de la dureté Martens en continu.....	156
D.2	Application à la décarburation	163
D.2.1	Etude du matériau sain.....	163
D.2.2	Etude des matériaux décarburés.....	169
E	CARACTERISATION PAR COURANTS DE FOUCAULT	175
E.1	Relation avec la profondeur de décarburation	175
E.2	Relation courants de Foucault/dureté	184
F	COMPORTEMENT EN TRACTION	188
F.1	Etude du matériau homogène	188
F.2	Influence de la décarburation sur les propriétés de traction	199
	CONCLUSION GENERALE	205
	BIBLIOGRAPHIE	209
	ANNEXE 1 : FILIATIONS DE DURETE SUR LES ECHANTILLONS	
	REFERENCES DE A A H	217
	ANNEXE 2: FILIATIONS DE DURETE SUR LES ECHANTILLONS	
	REFERENCES DE 1 A 7	218
	ANNEXE 3 : VALEURS DES INDENTATIONS DISCRETES EN SURFACE	
	220

INTRODUCTION GENERALE.

Ce travail trouve son origine dans une préoccupation industrielle liée à la fabrication de ressorts pour le transport. Avant de devenir un ressort, la barre généralement cylindrique suit un long processus de traitement thermique et de mise en forme au cours duquel plusieurs problèmes techniques ou scientifiques peuvent intervenir. Nous nous intéressons ici à celui qui prend naissance pendant le traitement à haute température, pratiquement dès le début du processus de fabrication. L'acier à ressort livré en barre est amené dans un four de traitement thermique à une température supérieure à 900 °C de manière à ce qu'il se transforme en une structure austénitique afin que la trempe dans le bain d'huile lui confère les propriétés métallurgiques et mécaniques recherchées. Suite à son passage à cette température, le contrôle du produit en laboratoire met parfois en évidence une modification microstructurale superficielle dont l'ampleur ne semble pas être maîtrisée d'un point de vue industriel. Cela veut dire que ce phénomène affecte des profondeurs plus ou moins importantes sans que celles-ci puissent être reliées à certains paramètres du traitement thermique.

Ce phénomène vient d'une association de plusieurs paramètres, température du four de traitement, temps de maintien dans le four, atmosphère du traitement et nature de la barre. Ces paramètres réunis font que l'élément carbone de l'acier traité est comme aspiré par l'atmosphère environnante, ici l'air ambiant, très avide de carbone pour former du monoxyde de carbone (CO) ou du dioxyde de carbone (CO₂). C'est ce que nous appelons couramment la décarburation. Si la décarburation n'avait que cet effet de modifier la structure superficielle du matériau, cela n'aurait que peu d'incidences sur le produit fini. Mais, cet élément carbone est le plus important dans la composition des aciers puisqu'il contribue très fortement à augmenter ses propriétés mécaniques, en particulier la dureté et sa résistance à diverses sollicitations en service du ressort. C'est pourquoi il est nécessaire de bien connaître les problèmes liés à la décarburation afin d'en maîtriser leurs effets.

La décarburation est un phénomène très connu parce qu'il est le résultat de la diffusion du carbone au travers de la structure austénitique de l'acier, de l'intérieur vers la surface libre de la pièce. La diffusion a, quant à elle, été très largement étudiée. On connaît d'ailleurs parfaitement la quantité d'atomes migrants grâce notamment aux travaux de Fick sur la diffusion. On sait donc a posteriori quels sont les paramètres qui contrôlent la diffusion. D'un point de vue théorique, il suffit de modifier la nature de l'atmosphère pour régler définitivement le problème de la décarburation des barres. Par contre, d'un point de vue industriel, d'importantes difficultés peuvent apparaître, en raison notamment du surcoût non négligeable engendré par la mise en place d'un four à atmosphère contrôlée. La solution retenue par l'entreprise est donc de bien connaître la décarburation pour mieux en maîtriser son contrôle. Pour cela, il est donc nécessaire de contrôler

l'ampleur de la décarburation et d'en extraire un critère permettant d'apprécier judicieusement son étendue. Là encore, on sait quels sont les outils mis à la disposition du contrôleur pour étudier les modifications microstructurales. Les deux méthodes généralement utilisées nécessitent une découpe de la barre ou d'un échantillon de même nature que la barre qui aurait suivi le même processus de traitement thermique. La première technique est une observation métallographique après une attaque chimique au Nital de la section transversale. Les modifications microstructurales sont alors bien visibles en microscopie optique comme le montre à titre d'exemple cette photographie d'un acier ferrito-perlitique décarburé.

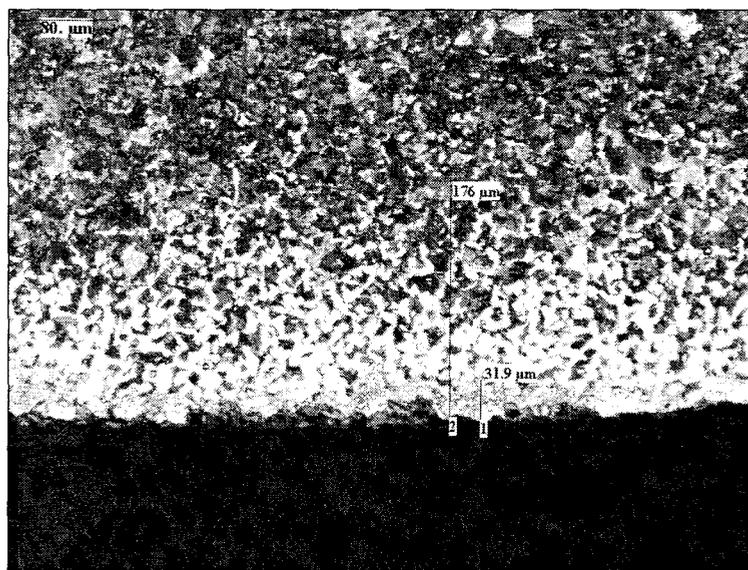


Figure 1. *Micrographie d'un acier ferrito-perlitique décarburé.*

Par contre, il est clair que la limite entre la zone affectée et le cœur supposé sain du matériau est difficile à déterminer. C'est la raison pour laquelle on adjoint souvent à cette technique de contrôle l'établissement d'un profil de dureté qui ne dépend pas, ou dans des proportions moindres, de l'opérateur. La comparaison des deux méthodes permet alors d'estimer avec plus de précision la profondeur sur laquelle la décarburation a eu lieu. Le contrôle d'une pièce « consomme » donc un temps important. De plus, ce contrôle ne peut être mis en place au niveau d'une chaîne de fabrication étant donné les moyens matériels nécessaires pour le réaliser. C'est principalement en partant de ce constat que l'industriel a souhaité trouver une méthode fiable, rapide, peu coûteuse qui pourrait être introduite dans la chaîne de production.

Au vu de ces méthodes largement utilisées de nos jours, nous avons voulu aller plus loin dans l'utilisation de l'indentation qui a connu ces dernières années des progrès conséquents. Deux voies nous ont semblé intéressantes à étudier. La première s'appuie sur les travaux de l'indentation de matériaux modifiés superficiellement qui se retrouvent dans une très large publication couvrant principalement l'indentation de films ou de revêtements déposés sur un

substrat. En effet, les résultats les plus marquants montrent qu'il est possible au moyen de modèles plus ou moins simples de remonter à la dureté du film à partir d'indentations faites perpendiculairement à ce dernier. On évite ainsi de sectionner l'échantillon pour une mesure en profil. Ceci nous a donné l'idée d'appliquer la même démarche avec une indentation « normale » mais la difficulté réside dans le fait que le matériau décarburé a un gradient de propriétés mécaniques, donc de dureté, ce qui rend caduque a priori l'utilisation des modèles de dureté sur les films. Mais, il doit être possible de construire le profil de dureté à partir de l'indentation perpendiculaire. Une deuxième voie est née de l'utilisation de l'indentation instrumentée qui permet d'enregistrer tout au long du processus d'indentation la variation de la charge avec la profondeur d'indentation. Outre le grand nombre d'informations accessibles en tout point du chargement et/ou du déchargement, on imagine assez bien que plus la profondeur décarburée est élevée plus la courbe au chargement en sera modifiée. Ainsi, à contrario, le gradient de dureté ou la variation de la charge avec la profondeur doivent pouvoir renseigner sur le niveau de décarburation. C'est ce qui a motivé la deuxième partie de notre travail. Mais, là-encore, il s'agit de méthodes d'indentation qu'il semble difficile d'utiliser comme moyen de contrôle de production en continu. C'est pourquoi, nous avons eu l'idée de tester l'analyse par courants de Foucault qui présente l'avantage d'être une méthode rapide et adaptable dans une chaîne de contrôle. L'idée est venue des travaux visant à étudier la présence de défauts dans des aciers ou des fontes, et plus encore, des travaux montrant la relation entre les paramètres mesurés par courants de Foucault et la dureté d'aciers durcis superficiellement par cémentation ou nitruration. Si cette méthode donne des résultats intéressants pour caractériser la cémentation, alors a fortiori elle peut le faire dans le cas contraire, c'est-à-dire pour la décarburation. Nous avons donc testé cette méthode sur les barres décarburées dans le but premier de montrer la faisabilité de la méthode. Quelque soit la technique utilisée, l'objectif de la caractérisation de la décarburation est de disposer d'un critère susceptible de renseigner à la fois sur la variation de dureté entre la surface et le cœur et sur l'étendue en profondeur de la modification microstructurale. A l'aide d'un tel critère, l'étape suivante est de relier une propriété caractéristique du comportement mécanique à ce critère, tel que le comportement en traction.

L'ensemble de ces objectifs nous a amené à établir un programme d'études dans plusieurs directions, tout d'abord au niveau du matériau. Une première partie des analyses ont été effectuées sur des éprouvettes « industrielles » dont on ne contrôle pas le niveau de décarburation. Sur ces éprouvettes a été réalisée une partie des essais d'indentation. Une autre partie a concerné des éprouvettes dont les paramètres, tels que le potentiel de carbone en surface, étaient maîtrisés avec précision. Pour analyser les résultats obtenus, nous nous sommes appuyés sur des résultats préliminaires trouvés dans la littérature. C'est pourquoi autant la partie analyse bibliographique que la partie analyse des résultats reposent sur les points suivants.

Dans un premier temps, on rappelle très rapidement la loi de diffusion décrivant la variation du potentiel carbone avec la profondeur. Elle est utilisée pour décrire mathématiquement le profil de dureté. Il s'en suit donc logiquement un chapitre centré autour de l'indentation conventionnelle utilisée pour caractériser la décarburation. Ici, cherchant à établir des modèles prédictifs de dureté à partir du matériau et des phases qui le constituent, nous avons également développé l'étude des structures avant et après les divers traitements thermiques (austénitisation, trempe et revenu) que le ressort subit au cours de sa fabrication. Il s'agit de bien comprendre comment sont modifiées les microstructures rencontrées en fonction des éléments d'alliage mais surtout en fonction de la perte du carbone. La bibliographie sur le sujet, relativement peu abondante, est ancienne puisque pratiquement aucune étude n'a été publiée au cours de ces dix dernières années sur ce sujet.

Dans un second temps, nous nous intéressons à l'indentation instrumentée dans laquelle nous cherchons à bien préciser tous les paramètres importants et nécessaires pour obtenir des résultats fiables. Nous discutons également des phénomènes susceptibles de modifier la mesure de profondeur, comme la prise en compte de la déformation de l'instrument, du fluage par indentation intervenant durant le maintien à la charge maximum ou encore de l'effet de taille en indentation. Tous ces facteurs conduisent à une modification de la valeur de la dureté en fonction de la charge appliquée. Lorsque tous ces points sont mieux précisés, nous montrons le lien entre les propriétés mécaniques de traction et les résultats de l'indentation.

Pour répondre au souci de l'industriel, nous développons ensuite la technique de mesure par courants de Foucault qui est une technique que nous avons choisie parmi plusieurs autres comme l'analyse du bruit Berkhausen ou des méthodes ultrasonores. Nous montrons dans la partie bibliographique quelques exemples d'application des courants de Foucault qui ont motivé notre choix. Par contre, l'étude de cette méthode a nécessité une recherche bibliographique approfondie dans le domaine de l'électromagnétisme et de l'analyse des signaux par séries de Fourier qui s'écartent un peu plus des préoccupations de recherche des mécaniciens.

L'ensemble de mes travaux ont conduit à plusieurs publications et communications dont voici la liste exhaustive :

ARTICLES DANS DES REVUES INTERNATIONALES AVEC COMITE DE LECTURE.

1. **D. Mercier**, X. Decoopman, J. Lesage, D. Chicot. **Eddy currents and hardness testing for evaluation of steel decarburizing.** *Non-Destructive Testing and Evaluation NDTE*, **39** (8) 2006, 652-660.
2. D. Chicot, **D. Mercier**, F. Roudet, K. Silva, M.H. Staia, J. Lesage **Comparison of instrumented Knoop and Vickers hardness measurements on various soft materials and hard ceramics.** *Journal of the European Ceramic Society*. Volume 27, Issue 4 (2007) 1905-1911.

3. **D. Mercier**, D. Chicot, J. Lesage. **Eddy currents to control steel decarburising**. *Surface Engineering*, (Sous-presse).

ARTICLE DANS DES REVUES NATIONALES AVEC COMITE DE LECTURE.

4. **D. Mercier**, D. Chicot. **Combined micro-hardness and eddy currents applied to the study of steel decarburizing**. *Revista Materia*, Volume 11, 2 (2006) 88-100. (ISSN 1517-7076)
<http://www.materia.coppe.ufrj.br/sarra/artigos/artigo10677/>

COMMUNICATIONS INTERNATIONALES AVEC ACTES PUBLIES.

5. **D. Mercier**, D. Chicot. **Combined eddy currents and micro-hardness applied to the study of steel decarburising**. IIIème Congrès péruvien en Sciences des Matériaux, 3er Ingeniera de Materiales, *NOTIMAT 2004*, Aréquiqa (Pérou), 28 - 30 octobre 2004.
http://www.notimat.org.br/arquivos/sm2004peru/copemat2/PONENCIAS_ESCRITAS.htm

COMMUNICATIONS.

6. **D. Mercier**, J. Lesage, D. Chicot. **Evaluation by Eddy Currents of Steel Decarburising**. 18th International Conference on Surface Modification Technologies, *SMT18*, Dijon (France), 15-17 novembre 2004.
7. **D. Mercier**, D. Chicot. **Eddy currents and micro-hardness for evaluation of steel decarburising**. Jornadas de Investigación, Facultad de Ingeniería, Universidad Centrale del Venezuela UCV, *JIFI 2004*, (29 novembre - 3 décembre 2004).
8. D. Chicot, **D. Mercier**. **Comments on the measurement of universal hardness by depth-sensing indentation tests**. IV Simposio de Ingeniería de Superficie, 9-10 de noviembre de 2006, Puerto Ordaz (Venezuela).
9. D. Chicot, **D. Mercier**. **Caractérisation par indentation de la décarburation d'aciers à ressorts**. 35ème Congrès du Traitement Thermique et de l'Ingénierie des Surfaces, Association de Traitement Thermique et de Traitement de Surface - A3TS, Lille, 23, 24 et 25 Mai 2007.

Chapitre I :

Synthèse bibliographique sur la décarburation

A Préambule.

La décarburation est le résultat d'un phénomène qui se traduit par la perte de l'élément carbone à la surface du matériau. D'un point de vue industriel, cette perte intervient le plus souvent lorsque l'atmosphère des fours de traitement thermique n'est pas contrôlée, c'est le cas de l'air ambiant. Dans ces conditions, l'atmosphère généralement avide de carbone joue le rôle de pompe à carbone. Le carbone est ainsi aspiré en dehors de la pièce. C'est par conséquent un phénomène de surface dont l'amplitude va dépendre principalement de la température et du temps de maintien dans le four de traitement. Il s'agit d'un phénomène thermiquement activé qui est gouverné par les lois classiques de la diffusion. Le premier chapitre décrit donc de façon succincte la loi de diffusion de Fick applicable à ce cas. Elle permet de connaître le gradient de concentration en carbone à une profondeur donnée dans la pièce.

Pour contrôler l'étendue de la décarburation, on s'appuie généralement sur la norme ISO 3887 qui prévoit l'utilisation en parallèle d'une observation métallographique par microscopie optique après attaque chimique de la zone décarburée et d'une analyse mécanique par l'établissement d'un profil de dureté dans une section droite de la pièce. C'est pourquoi dans la deuxième partie de ce chapitre, nous nous attacherons à décrire les méthodes d'indentation, conventionnelle et instrumentée, susceptibles de fournir des renseignements précieux sur l'étude de la décarburation et en particulier sur la détermination de la profondeur de décarburation correspondant à la profondeur sur laquelle la teneur en carbone a été modifiée. Cependant, pour un contrôle en série dans une ligne de production, ces méthodes d'indentation, bien que très intéressantes, ne sont pas applicables directement ou alors sont relativement complexes à mettre en œuvre pour un contrôle continu. C'est pourquoi nous étudierons dans une troisième partie les possibilités que peut offrir l'analyse par courants de Foucault dont on connaît principalement jusqu'à aujourd'hui son utilité pour la détection de défauts.

B Diffusion.

Il est connu que le problème de perte de carbone à la surface du matériau est gouverné par la température et le temps qui conditionnent la cinétique de migration des atomes de carbone du cœur du matériau vers la surface libre en contact avec l'atmosphère. Dans ce contexte, le principal phénomène mis en jeu est donc la diffusion du carbone, favorisée par une température élevée et par le caractère oxydant de l'atmosphère. En effet, c'est une atmosphère riche en oxygène et avide de carbone qui aura tendance à combiner les deux éléments pour former des gaz comme le monoxyde de carbone (CO) ou le dioxyde de carbone (CO₂). La mise en équation d'un tel phénomène a été proposée par Fick [1]. Pour les conditions de diffusion considérant un milieu semi infini, Fick propose que la distribution du carbone à partir de la surface de l'échantillon vers le cœur du matériau prenne la forme suivante :

$$C(x,t) = C_0 + (C_0 - C_S) \left\{ 1 - \frac{2}{\sqrt{\pi}} \int_0^{\frac{x}{2\sqrt{Dt}}} \exp(-y^2) dy \right\} = C_0 + (C_0 - C_S) \cdot \operatorname{erfc} \left(\frac{x}{2\sqrt{Dt}} \right) \quad (1)$$

dans laquelle $C(x,t)$ représente la teneur en carbone obtenue après une durée de maintien, t , à la température, T , et à une profondeur, x . C_S est la concentration en carbone à la surface et C_0 la teneur initiale en carbone de l'acier. D est le coefficient de diffusion du carbone dans le domaine austénitique (forme cubique à faces centrées du fer) dans lequel a lieu la diffusion.

Dans un souci de simplification d'écriture, le terme : $\operatorname{erfc}(x/2\sqrt{Dt})$ est noté χ dans la suite.

Le coefficient de diffusion suit une loi de type Arrhenius :

$$D = D_0 \exp \left(\frac{-Q_A}{RT} \right) \quad (2)$$

où D_0 représente le coefficient de diffusivité, Q_A l'énergie d'activation pour la diffusion du carbone et R est la constante des gaz parfaits égale à $8,314 \text{ J.mol}^{-1}.\text{K}^{-1}$.

Dans le cas des aciers, la diffusion du carbone est pratiquement 30 fois plus aisée dans l'austénite de structure cristallographique cubique à faces centrées que dans la ferrite de structure cubique centrée, ceci est aussi lié aux limites de solubilité différentes dans l'austénite (2,4 % en masse à 1150 °C) et dans la ferrite (0,03 % en masse à 727 °C). Ainsi, la décarburation se produit toujours lorsque l'acier est porté dans le domaine austénitique. C'est pourquoi nous chercherons les valeurs du coefficient de diffusivité (D_0) et de l'énergie d'activation (Q_A) du carbone dans l'austénite.

Plusieurs travaux menés sur la valeur du coefficient de diffusivité sont disponibles dans la littérature. Par exemple, Roy [2] a trouvé une valeur de $0,1 \text{ cm}^2\text{s}^{-1}$ tandis que Gamsjager [3] a obtenu une valeur plus importante de $0,234 \text{ cm}^2\text{s}^{-1}$. Il est à noter que, dans leurs travaux, Lan [4]

et Kumar [5] utilisent une valeur intermédiaire de $0,17 \text{ cm}^2\text{s}^{-1}$. Pour ce qui concerne les énergies d'activation, Golovin [6] fournit deux limites qui sont fonction de la présence ou non du chrome, soit 135 kJ.mol^{-1} en l'absence de chrome et 145 kJ.mol^{-1} lorsque celui-ci est présent. Gamsjager a, quant à lui, considéré une valeur de 148 kJ.mol^{-1} et Lan et Kumar ont utilisé $143,3 \text{ kJ.mol}^{-1}$. Mais de manière générale, toutes ces valeurs sont assez proches pour pouvoir utiliser une valeur moyenne qu'il s'agisse du coefficient de diffusivité ou de l'énergie d'activation. On prendra donc $D_0 = 0,17 \text{ cm}^2\text{s}^{-1}$ et $Q_A = 145 \text{ kJ.mol}^{-1}$ si le chrome est présent dans le matériau.

Lorsqu'une pièce en acier est portée dans le domaine austénitique, un autre phénomène indésirable peut apparaître. Il s'agit de la formation de calamine en surface. En effet, l'austénitisation des aciers sous une atmosphère oxydante provoque aussi une combinaison de l'oxygène, contenu dans l'atmosphère, avec le fer présent dans l'acier. Ainsi, l'oxyde de fer, nommé calamine, se forme et provoque une perte de matière en surface. Si on élimine celle-ci, alors la profondeur décarburée réelle dans la pièce est modifiée sur quelques microns et il faut tenir compte de cette modification dans le calcul de la concentration $C(x, t)$ de la **relation (1)**. Ce changement est pris en compte dans la fonction erreur de Gauss de la manière suivante :

$$\chi = \operatorname{erfc}\left(\frac{x+X}{2\sqrt{Dt}}\right) \quad (3)$$

où X est l'épaisseur de la couche de calamine.

Dans la littérature, on trouve principalement deux résultats qui ont été proposés par Lanteri et Metivier [7] et Arnaud [8] pour exprimer la profondeur de calamine. Lanteri et Metivier proposent d'exprimer l'épaisseur de cette couche de la façon suivante :

$$X = \sqrt{2.k_{Fe}.t} \text{ avec } k_{Fe} = 0,571 \cdot \exp\left(\frac{-43238}{RT}\right) \quad (4)$$

où R est la constante des gaz parfaits, T la température en Kelvin, t le temps en secondes et k_{Fe} , assimilé à un coefficient de diffusion, est exprimé en $\text{cm}^2.\text{s}^{-1}$.

De manière analogue, Arnaud [8] écrit l'épaisseur de la couche d'oxydes formée comme suit :

$$X = 0,5\sqrt{K_T.t} \text{ avec } K_T = 3,62 \cdot 10^4 \cdot \exp\left(\frac{-41000}{2T}\right) \quad (5)$$

où la température T doit être comprise entre 1000 et 1500 K et K_T est exprimé en $\text{mm}^2.\text{min}^{-1}$.

A partir des conditions thermiques de la décarburation qui sont le temps et la température, il est maintenant possible de tracer l'évolution de la concentration en carbone en fonction de la profondeur. Ce profil pourra être confronté aux résultats d'observation optique mais surtout au profil de dureté dont on verra par la suite qu'il suit directement et logiquement l'évolution de la teneur en carbone.

C Indentation.

C.1 Indentation conventionnelle.

C.1.1 Types d'indenteur et dureté associée.

Parmi les essais utilisés pour caractériser l'état mécanique d'une pièce après son élaboration, pour contrôler la qualité des traitements thermiques ou thermochimiques de surface, l'essai de dureté est probablement le plus employé de nos jours. Il le doit sans doute à la grande simplicité de son principe et la facilité de sa mise en œuvre. Il s'avère cependant que les développements récents dans son interprétation nous amènent aujourd'hui à beaucoup de questions dont une partie sera abordée ici.

D'une manière très générale, l'indentation consiste à enfoncer, au sein d'un matériau, un indenteur de forme géométrique simple, de faible déformabilité et soumis à une charge d'indentation donnée. L'indentation peut se définir comme la capacité du matériau à résister à la pénétration de l'indenteur. Elle se définit aussi par une résistance à la déformation plastique. Pour caractériser cette résistance, on calcule un nombre de dureté par le rapport de la charge appliquée sur une aire caractéristique du contact indenteur / matériau. Dans le cas d'un chargement discret, l'aire de contact est mesurée après le retrait total de l'indenteur. En fonction du type de l'indenteur (cône, sphère, pyramide...), différentes expressions du calcul de la dureté sont disponibles. Nous ne donnons ici que les duretés les plus utilisées.

La dureté Vickers utilise un indenteur de forme pyramidale à base carrée dont l'angle au sommet mesuré entre deux faces opposées est égal à 136° (figure 2).

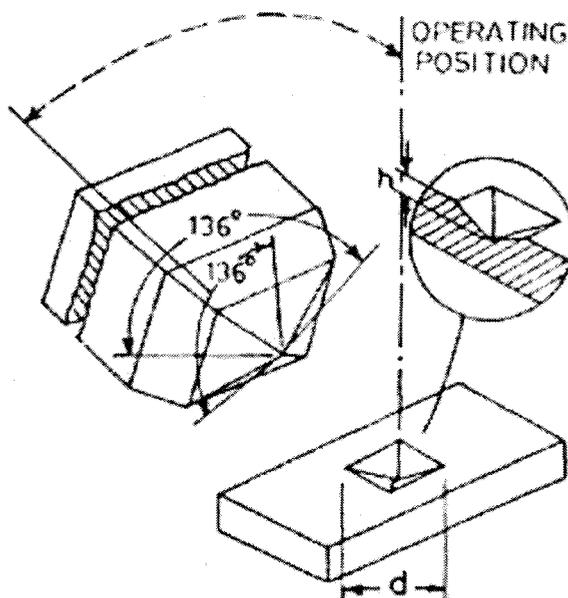


Figure 2. Géométrie de l'indenteur Vickers.

Dans le cas de la dureté Vickers, l'aire considérée est la surface réelle de contact, A_{CR} , qui s'obtient facilement à partir de la diagonale de l'empreinte et de la géométrie de la pyramide. Ainsi, le nombre de dureté se calcule de la façon suivante :

$$HV = \frac{P}{A_{CR}} = \frac{P}{d^2 / 2 \sin(136/2)} = 1,8544 \frac{P}{d^2} \quad (6)$$

où HV est exprimée en MPa si la charge appliquée P est en newton (N) et la diagonale de l'empreinte d en mm.

Pour effectuer des mesures par filiations de dureté sur des échantillons modifiés superficiellement, on préfère utiliser un indenteur Knoop (**figure 3**) plutôt qu'un indenteur Vickers qui autorise des mesures plus rapprochées du fait de sa petite diagonale et aussi une meilleure précision sur la lecture de la grande diagonale.

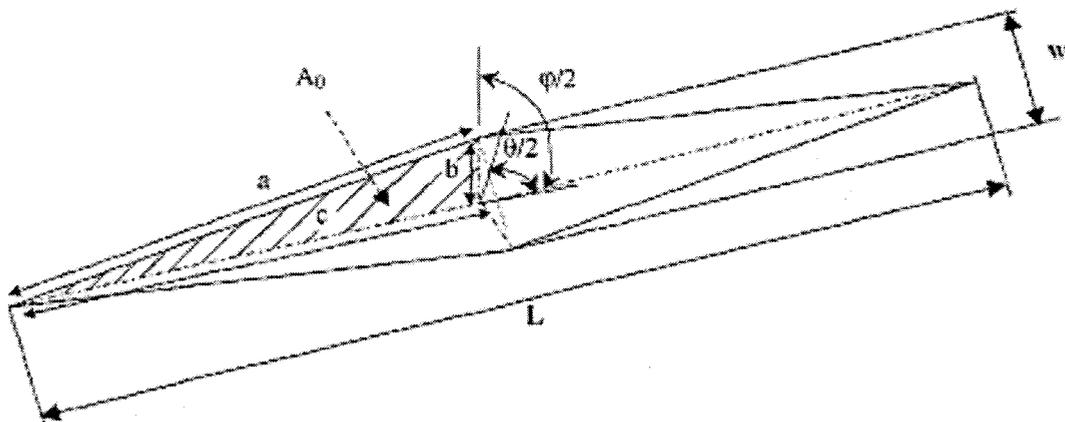


Figure 3. Géométrie de l'indenteur Knoop et considérations géométriques pour le calcul de l'aire de contact réelle [9].

L'indenteur Knoop est de forme pyramidale avec une base losange. L'angle θ mesuré entre les deux grandes arêtes opposées est de $172,5^\circ$ et l'angle ϕ entre les deux plus petites arêtes est de 130° . Le calcul de la dureté Knoop utilise cette fois-ci l'aire de contact projetée. Généralement, la dureté Knoop est exprimée en fonction de la grande diagonale, notée L, de la manière suivante :

$$HK = \frac{P}{A_{CP}} = \frac{P}{L^2 \tan(\phi/2) / 2(\tan(\theta/2))} = 14,229 \frac{P}{L^2} \quad (7)$$

où HK est exprimée en MPa si la charge appliquée P est en N et la longueur de la diagonale principale L en mm. A_{CP} représente l'aire de contact projetée.

A ce stade, une remarque peut être faite. En effet, de nombreux auteurs ont cherché à comparer les duretés obtenues avec ces deux types d'indenteur. Mais, comme nous pouvons le constater, l'aire considérée dans le calcul de la dureté est différente. Il s'agit en effet de l'aire de contact réelle pour la dureté Vickers et de l'aire de contact projetée pour la dureté Knoop. Pour comparer valablement les deux nombres de duretés, Chicot et al. [9] ont étudié les duretés Vickers et Knoop

sur une gamme de dureté très étendue, c'est-à-dire des valeurs de dureté allant de celles des aciers doux, de l'ordre de 1 ou 2 GPa, à celles des céramiques, de l'ordre de 20 à 25 GPa. Chicot et al. [9] proposent alors de tenir compte de l'aire de contact réelle dans le calcul de la dureté Knoop. Pour cela, ils démontrent que la dureté Knoop doit s'écrire :

$$HK = \frac{P}{A_{CR}} = 12,883 \frac{P}{L^2} \quad (8)$$

où HK est exprimée en MPa si la charge appliquée P est en N et la longueur de la grande diagonale L est en mm. A_{CR} représente ici l'aire de contact réelle.

Pour comparer les deux duretés, les auteurs proposent une relation polynomiale de conversion du type :

$$HK = HV - 0,012.HV^2 \quad (9)$$

Pour mesurer la dureté, on peut aussi utiliser un indenteur bille. Dans ce cas, on obtient la dureté dite de Meyer. La **figure 4** montre les différentes longueurs géométriques nécessaires pour le calcul de l'aire de contact projetée conduisant au calcul de la dureté Meyer.

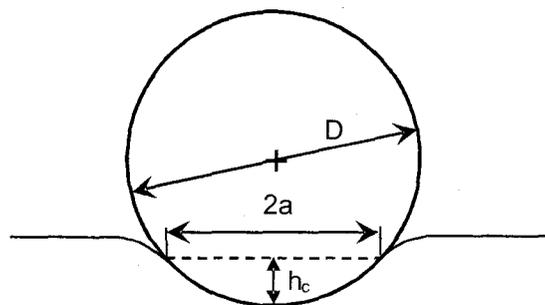


Figure 4. Schéma de l'indentation par une bille et paramètres géométriques considérés pour une bille rigide.

Le résultat du calcul de la dureté peut être trouvé dans [10] et [11] qui préconisent de négliger la profondeur h_c devant le diamètre de la bille, D, si celui-ci est beaucoup plus grand, soit encore $h_c \ll D$, d'où :

$$A_{CP} = \pi \cdot h_c \cdot (D - h_c) \approx \pi \cdot D \cdot h_c \quad (10)$$

Dans ces conditions, la dureté Meyer HM s'écrit :

$$HM = \frac{P}{\pi D h_c} \quad (11)$$

Pour caractériser un phénomène comme la décarburation, il peut être intéressant de confronter les résultats obtenus avec ces trois types d'indenteur car ils peuvent apporter des informations complémentaires.

C.1.2 Dureté du matériau après traitement thermique.

Le comportement mécanique global du matériau, en particulier la dureté, dépend des propriétés de chacune des phases en présence. Ces phases sont obtenues par les traitements thermiques subis par le matériau, la température de maintien dans le domaine austénitique et la température du milieu de refroidissement. La nature des phases qui en découlent est liée principalement à la teneur en carbone ainsi qu'à la teneur en éléments d'addition, ces éléments pouvant avoir des incidences sur la formation de carbures. Un autre paramètre très important est la température de refroidissement du matériau, qui va permettre l'obtention de structures spécifiques, les plus attendues étant les structures martensitique et / ou bainitique. Les traitements thermiques peuvent être décomposés en trois stades distincts. Le premier est le stade d'homogénéisation des carbures dans une solution solide austénitique de structure cubique à faces centrées stable à haute température ; ce stade est appelé austénitisation. Pour les aciers faiblement alliés, cette température est définie par A_{e_3} dans le diagramme fer-carbone, il s'agit de la limite entre le domaine austénitique et le domaine biphasé ferrite-austénite. Il est reconnu aussi que cette limite est modifiée en présence d'éléments d'addition. De nombreux auteurs utilisent la relation entre cette température de transformation et la composition de l'acier. Par exemple, pour discuter des résultats obtenus après cémentation en partant de la connaissance de A_{e_3} , Golovin [6] et Erdogan et al. [12] utilisent la relation d'Andrews applicable aux aciers ayant une teneur en carbone inférieure à 0,6 % [13] :

$$A_{e_3} = 912 - 203\sqrt{C} - 15,2Ni - 30Mn + 44,7Si + 104V + 31,5Mo + 13,1W \quad (12)$$

où la température est donnée en °C si les quantités d'éléments sont exprimées en %.

Lorsque le matériau est homogène, c'est-à-dire qu'il a été maintenu un temps suffisamment long dans le domaine austénitique pour que les carbures soient complètement dissous, le matériau subit un refroidissement plus ou moins rapide selon la microstructure recherchée. Ainsi, pour obtenir des matériaux de dureté élevée, le matériau est refroidit très rapidement de manière à bloquer la diffusion du carbone. Cette opération, appelée trempage, conduit à l'obtention de la martensite qui résulte de la transformation displacive (sans diffusion) de l'austénite mère, par cisaillement selon des plans cristallins bien précis. La structure de la martensite obtenue est tétragonale centrée dont les paramètres de maille dépendent uniquement de la teneur en carbone. Par conséquent, le rapport de tétragonalité est aussi une fonction du pourcentage de carbone. Plus la teneur en carbone est élevée, plus le rapport de tétragonalité est élevé. Cependant, selon les conditions de refroidissement, en particulier la nature (air, eau, huile, bain de polymères) et la température du milieu de trempage, l'austénite mère peut se transformer en d'autres microstructures comme la bainite. Elle se présente comme une précipitation de carbures sous forme de nodules ou de bâtonnets, selon les vitesses de refroidissement, dans une matrice ferritique sursaturée en carbone.

Le point de transformation complète de l'austénite en martensite (M_F) se trouve parfois nettement en dessous de la température ambiante. Après la trempe, il peut donc subsister une quantité d'austénite qui ne se transforme pas, appelée austénite non transformée, retenue ou résiduelle selon les auteurs. Pour prévoir la structure obtenue après trempe, il est donc nécessaire de connaître la vitesse de refroidissement qui dépend du milieu de trempe et de sa température. Cette vitesse se calcule entre 700 et 300°C, le domaine de transformation bainitique étant proche de 700°C et la température de début de transformation martensitique, étant quant à elle, voisine de 300°C. Pour un échantillon cylindrique de diamètre d , la vitesse de refroidissement se calcule à l'aide de la relation proposée par Murry [14] :

$$\log V_r = -1,63 \log(d) + 7,32 \quad (13)$$

où la vitesse V_r est exprimée en °C/s si le diamètre d est donné en mm.

Pour des vitesses de refroidissement lentes, la trempe induit généralement la formation de bainite. Si la vitesse est beaucoup trop lente, alors les conditions de diffusion du carbone sont telles que la ferrite et la perlite peuvent apparaître. Pour les vitesses de trempe plus élevées, l'austénite mère commence à se décomposer (ou se transformer) en martensite à une température appelée « Martensite Start » (M_S). Cette température est proche de 300°C. Steven et Haynes [15] ont proposé de relier cette température à la composition du matériau, où l'on note que le coefficient lié au carbone est largement supérieur à ceux des autres éléments. Ceci confirme l'influence majeure du carbone sur les autres éléments dans la trempe des aciers :

$$M_S = 539 - 423C - 30,4Mn - 17,7Ni - 12,1Cr - 11Si - 7Mo \quad (14)$$

où M_S est la température en °C, et le pourcentage de l'élément étant en pourcentage massique.

Parrish [16, 17] a repris cette relation pour y apporter une correction, dite correction de Parrish notée CP, lorsque la teneur en carbone de l'acier est supérieure à 0,6 %. La figure 5 montre sa valeur en fonction de la teneur en carbone.

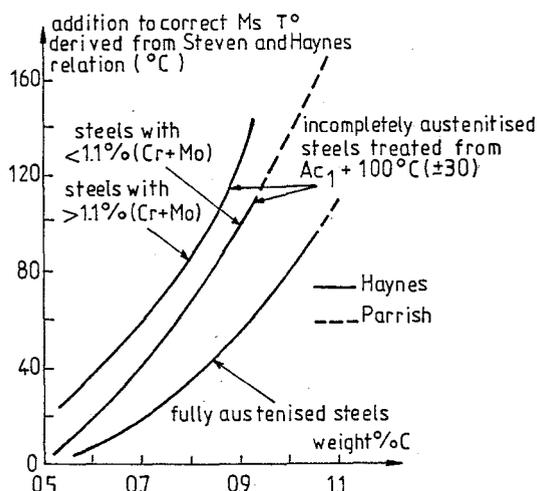


Figure 5. Facteur de correction de Parrish modifié en fonction de la teneur en carbone [18].

La présence de l'austénite non transformée peut avoir une influence non négligeable sur les caractéristiques mécaniques (diminution de R_e , R_m et H) et la tenue en fatigue. Pour quantifier la teneur en austénite résiduelle, on peut recourir à différentes techniques expérimentales comme la diffraction des rayons X, la dilatométrie ou encore des mesures magnétiques. Il est aussi possible d'estimer cette quantité en appliquant la relation proposée par Koistinen et Marburger [19], puis corrigée par l'IRSID. Le taux d'austénite résiduelle est alors donné par la relation suivante :

$$Y_R = (1 - Y) \cdot \exp(-1,1 \cdot 10^{-2} (M_S - T_Q)(1 - \mu)) \quad (15)$$

où Y représente la quantité totale de phases présentes autre que l'austénite, M_S est la température de début de transformation martensitique calculée par la **relation (14)**, T_Q est la température du milieu de trempe et $1,1 \cdot 10^{-2}$ une valeur statistique moyenne valable pour les aciers non alliés et faiblement alliés [20, 21].

Le paramètre μ , appelé facteur de stabilisation, est un paramètre qui dépend de la vitesse de refroidissement représentée par le terme Δt_{700}^{300} exprimé en secondes. Ce paramètre représente le temps nécessaire pour que le matériau passe de la température de 700 °C à 300 °C. Le facteur μ s'écrit :

$$\mu = 0,41 \cdot \left[1 - \exp\left(-0,03 \left\{ \Delta t_{700}^{300} \right\}^{0,6}\right) \right] \quad (16)$$

Parmi toutes les microstructures que l'on peut former par traitements thermiques des aciers, la martensite est la plus dure et la plus résistante mais, par contre, elle reste fragile. En fait, elle ne possède pratiquement pas de domaine de ductilité. De plus, durant la trempe, la transformation s'accompagne d'une modification notable du volume. Cela conduit à la genèse de contraintes internes qui peuvent, assez souvent, entraîner l'apparition de fissures ou de tapures de trempe. Ce problème intervient plutôt pour des teneurs en carbone supérieures à 0,5 %. La martensite ainsi obtenue, dure et fragile, n'est en pratique pas utilisable dans beaucoup d'applications. Pour améliorer la ductilité, réduire la ténacité et diminuer les contraintes internes de la martensite, on effectue souvent un traitement thermique appelé revenu. Le revenu s'accomplit par chauffage de la martensite à une température inférieure à la température de transformation perlitique (727 °C) et pendant une durée donnée qui dépend de l'effet recherché par le revenu sur la microstructure. Une durée très longue conduit à une annulation des effets de la trempe. Communément, la durée du revenu est comprise entre ½ heure et 2 heures. La température est généralement comprise entre 250 et 650 °C même si les contraintes internes peuvent déjà être éliminées en partie dès 200 °C. Ce traitement met en jeu la diffusion du carbone pour obtenir une martensite dite revenue. Il s'agit en général d'une précipitation fine de carbures sous forme de petits nodules dans une martensite qui, par conséquent, perd du carbone. De ce fait, ses propriétés mécaniques deviennent acceptables pour une application industrielle donnée. Il faut donc éviter par le traitement thermique de précipiter tous les atomes de carbone sous forme de carbures ce qui conduirait à la formation de cémentite et d'une martensite sans carbone qui n'est autre que la ferrite. On retrouve alors une structure d'équilibre ferrite plus carbures.

Au vu de cette analyse rapide du traitement thermique, il est clair que le potentiel carbone a un rôle important dans la nature des phases obtenues et dans leurs proportions. Dans ce qui suit, nous discutons de l'effet du carbone sur la dureté de chacune des phases, principalement celle de la martensite et de l'austénite résiduelle présentes dans le matériau après traitement car nous montrons que la bainite ne peut être présente dans la zone superficielle du matériau étudié. La dureté de quelques constituants est souvent considérée indépendante de la composition. Il s'agit principalement de la structure ferrito-perlitique (150 HV), du carbure de fer (800 HV). Pour l'austénite résiduelle, une distinction est faite entre les aciers faiblement alliés, pour lesquels la dureté de l'austénite est voisine de 200 HV, et les aciers fortement alliés, avec une austénite de 250 HV [18]. Pour les autres microstructures, de nombreuses études ont été réalisées dans le but de mieux caractériser la relation entre la microstructure et la dureté. La relation la plus étudiée étant sans doute la relation entre la dureté de la martensite et la teneur en carbone du fait que le carbone est l'élément essentiel comme en témoigne la **relation (14)** de Steven et Haynes [15]. Parmi les études de la bibliographie, celle de Krauss [22] est particulièrement intéressante car elle collecte de nombreux résultats de différents auteurs. Cela permet à Krauss de mieux définir l'évolution de la dureté de la martensite en fonction du pourcentage de carbone (**figure 6**).

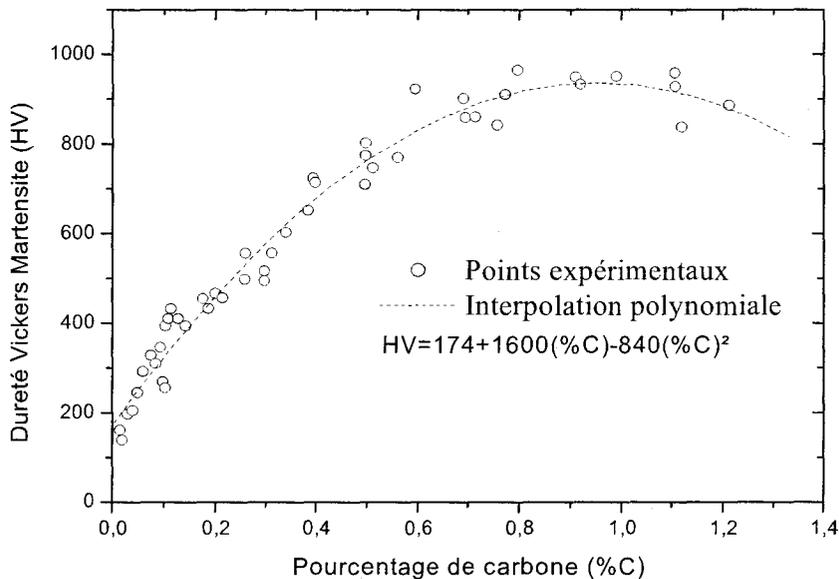


Figure 6. Dureté de la martensite en fonction du pourcentage de carbone [22].

Pour l'acier étudié, la teneur en carbone n'excède pas la valeur de 0,54 % en masse. Ainsi, en reprenant les travaux de Krauss et en se limitant à cette teneur maximum, nous voyons sur la **figure 7** qu'il est possible de représenter correctement l'évolution de la dureté de la martensite par une variation linéaire plus simple à intégrer dans des modèles de calcul.

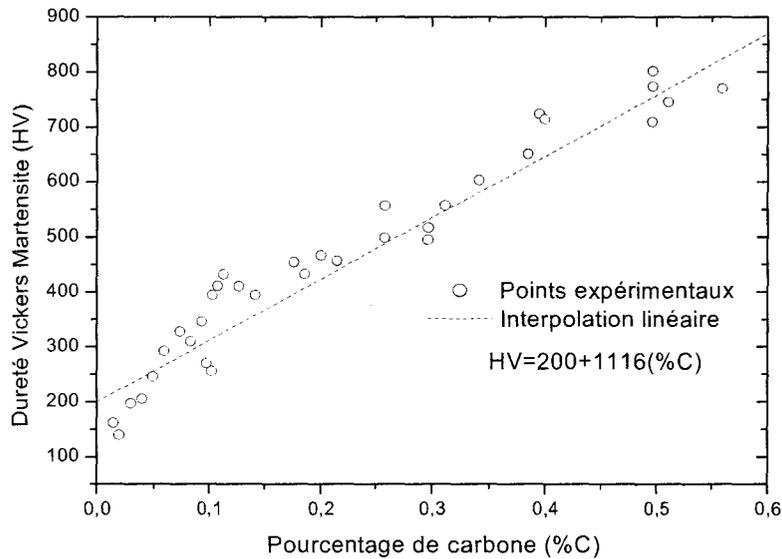


Figure 7. Dureté de la martensite en fonction du pourcentage de carbone pour des teneurs en carbone inférieures à 0,6%.

D'autre part, comme nous l'avons signalé auparavant, la structure tétragonale centrée de la martensite sans carbone devient une structure cubique centrée, du fait que le rapport de tétragonalité est égal à 1. Cette structure n'est autre que celle de la ferrite. Il s'ensuit que les propriétés de la martensite sans carbone sont équivalentes à celles de la ferrite. C'est pourquoi on retrouve sur les **figures 6 et 7**, la valeur de la dureté de la ferrite pour une teneur en carbone nulle, soit environ 150 HV si on ne regarde que les points expérimentaux ou 200 HV si on considère l'extrapolation de la droite.

La dureté de la martensite proposée sur la **figure 7** par interpolation des points expérimentaux, dépend uniquement du pourcentage de carbone et ne tient pas compte des divers éléments d'addition qui peuvent être présents dans l'acier, notamment ceux qui concernent les aciers à ressorts. Après la trempe à l'huile, le ressort subit un traitement de revenu dont nous avons discuté rapidement des effets sur la microstructure. Sur la martensite, il s'agit principalement d'une précipitation de carbures qui s'accompagne d'un appauvrissement en carbone de la martensite initiale. Il en résulte tout naturellement une diminution de la dureté qui sera plus ou moins accentuée en fonction des conditions de revenu. La **figure 8** illustre très bien cette variation de dureté en fonction de la teneur en carbone. Pour mémoire, la dureté de la martensite issue de la trempe est mentionnée sur cette figure.

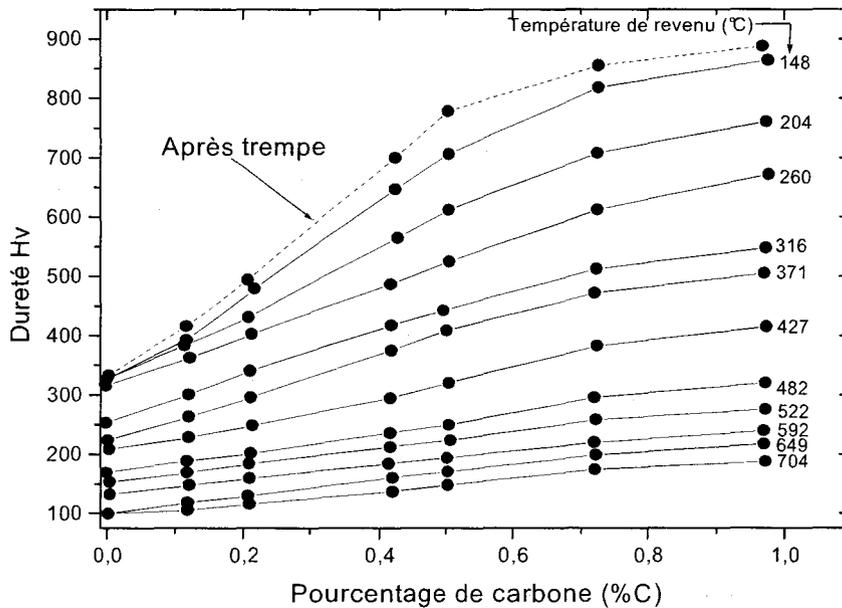


Figure 8. Evolution au cours de revenu de la dureté de la martensite d'aciers au carbone, en fonction de la teneur en carbone et de la température de revenu pour une heure de traitement [23].

En réalité, comme nous le verrons dans la suite, ne pas prendre en compte les éléments d'addition pour décrire la dureté des phases n'est pas exact. D'autant plus que, pendant un revenu, on peut observer la précipitation de certaines phases liées à la présence d'éléments d'addition comme le vanadium [23], noté V. La **figure 9** montre globalement l'augmentation de la dureté en fonction des éléments d'addition. On remarquera l'effet très prononcé du vanadium qui permet une augmentation de dureté importante en fonction de la température de revenu.

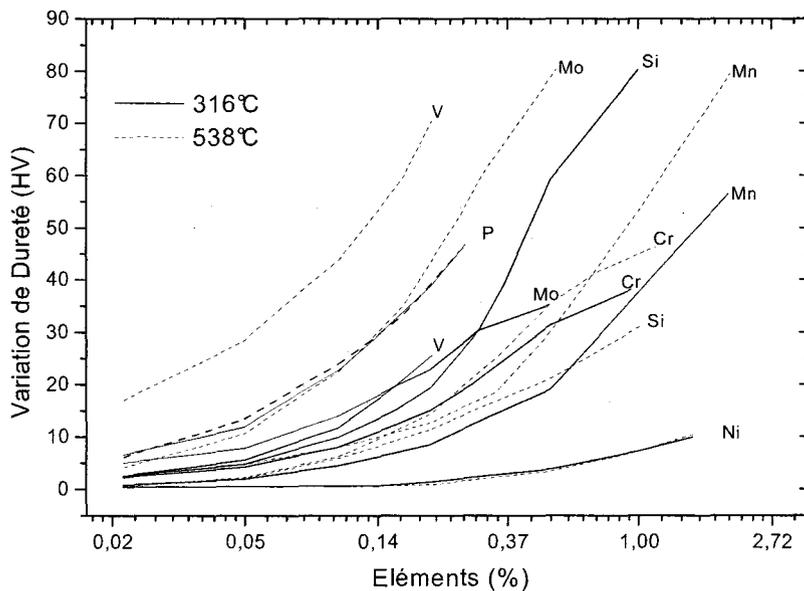


Figure 9. Variation de la dureté en fonction des éléments d'addition de l'acier pour deux températures de revenu [23].

Concernant les aciers à ressort, les éléments constitutifs en proportion décelable sont le silicium (1,2 %), le chrome (0,51 %) et le vanadium (0,125 %). La **figure 9** montre que le silicium possède un effet très important sur la dureté et qu'il a tendance à diminuer celle-ci dans des proportions non négligeables. En effet, Honeycombe [24] a montré que la présence de silicium retarde la transformation en cémentite du carbure ϵ formé à basse température de revenu (300 °C) et de dureté plus élevée que la cémentite. En effet, cette figure illustre très bien l'effet prononcé du silicium pour un revenu à 538 °C. De plus, les éléments carburigènes, comme le molybdène et surtout le vanadium, ont tendance à limiter l'adoucissement au revenu.

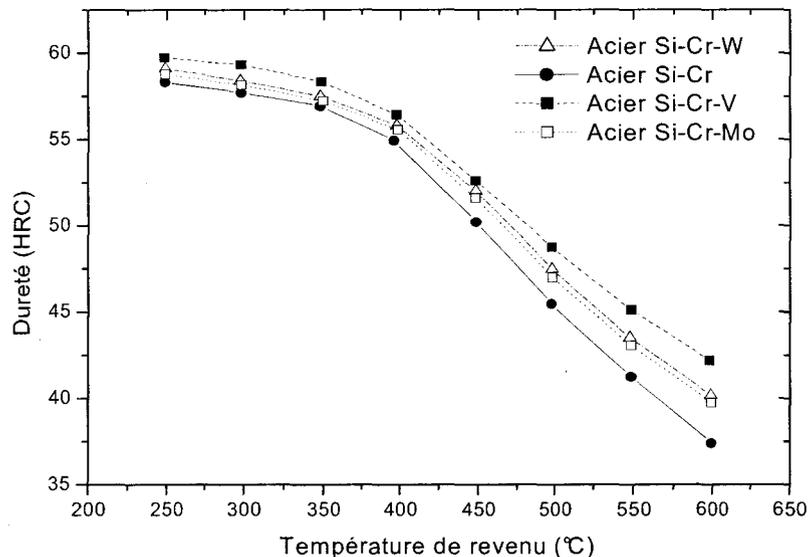


Figure 10. Dureté Rockwell cône (HRC) en fonction de la température du revenu pour quatre nuances d'aciers à ressorts [25].

La **figure 10** montre l'effet de ces éléments en comparant la dureté en fonction de la température de revenu pour quatre nuances d'acier à ressort. Nam [25] note que la présence de vanadium a une influence significative sur la valeur maximale de dureté après revenu.

L'objectif est maintenant de déterminer la dureté après traitement thermique des aciers en partant de la constitution en phases et de leurs duretés respectives. Cette prévision des caractéristiques mécaniques des aciers en fonction de leur composition chimique et des traitements thermiques a été étudiée par Blondeau et al. [26]. Ces auteurs ont proposé un modèle permettant de déterminer les caractéristiques mécaniques après trempe et revenu. Ce modèle se décompose en quatre étapes.

- a) La *première étape* consiste à déterminer la vitesse de refroidissement effective de la pièce à l'aide de la relation linéaire exprimant la vitesse de refroidissement en fonction du diamètre dans une échelle bi-logarithmique (**équation (13)**).
- b) La *seconde étape* est le calcul des vitesses critiques de trempe relative à l'apparition des

structures martensitique (V_M) et bainitique (V_B) et la vitesse de refroidissement correspondant à l'apparition de la structure ferrito-perlitique (V_{FP}) à l'aide des relations suivantes :

$$\log(V_M) = 9,81 - (4,62C + 1,05Mn + 0,54Ni + 0,5Cr + 0,66Mo + 0,00183PA) \quad (17)$$

$$\log(V_B) = 10,17 - (3,80C + 1,07Mn + 0,70Ni + 0,57Cr + 1,58Mo + 0,0032PA) \quad (18)$$

$$\log(V_{FP}) = 6,36 - (0,43C + 0,49Mn + 0,78Ni + 0,27Cr + 0,38Mo + 2\sqrt{Mo} + 0,0019PA) \quad (19)$$

Ce calcul des vitesses fait intervenir un paramètre d'austénitisation PA calculé par la relation :

$$PA = \left(\frac{1}{T_a} - \frac{4,58 \log(t_a)}{\Delta H} \right)^{-1} \quad (20)$$

où T_a est la température d'austénitisation en K, t_a le temps d'austénitisation en heures et ΔH l'énergie d'activation du phénomène en kJ/mole.

Pour Blondeau et al. [26], cette énergie d'activation correspond à la cinétique normale du grossissement du grain. Elle est égale à 461 kJ/mole. Murry [14] suggère de prendre la valeur de 240 kJ/mole si l'acier ne contient pas de molybdène et de prendre 418 kJ/mole si l'acier en contient plus de 0,04%.

- c) Dans la *troisième étape*, il s'agit de calculer la dureté de chacune des phases en fonction de la composition de l'acier et des vitesses critiques de trempe [25] :

$$\begin{aligned} HV_M &= 127 + 949C + 27Si + 11Mn + 8Ni + 16Cr + 21\log V_M \\ HV_B &= 323 + 185C + 330Si + 153Mn + 65Ni + 144Cr + 191Mo + \\ &\quad (\log V_B) \cdot (89 + 53C - 55Si - 22Mn - 10Ni - 20Cr - 33Mo) \end{aligned} \quad (21)$$

$$\begin{aligned} HV_{FP} &= 42 + 223C + 53Si + 30Mn + 13Ni + 7Cr + 19Mo + \\ &\quad (\log V_{FP}) \cdot (10 - 19Si + 4Ni + 8Cr + 130V) \end{aligned}$$

où la teneur en élément est exprimée en masse % et la vitesse en °C/s.

- d) Enfin, la *quatrième et dernière étape* considère la baisse de dureté subie par la martensite, les structures ferrito-perlitique et bainitique ne variant pas étant donné que leurs états métallurgiques sont proches de l'équilibre. La variation de dureté ΔHV_M s'additionne à la dureté HV_M et se calcule à l'aide d'un paramètre de revenu exprimé en kelvins:

$$P_R = \left[\frac{1}{T_R} - \frac{2,3R \log(t_R)}{\Delta H} \right]^{-1} \quad (22)$$

où T_R est la température de revenu, t_R la durée du revenu en heures et ΔH l'énergie d'activation en kJ/mole.

Ce paramètre de revenu permet alors de calculer la variation de dureté de la manière suivante :

$$\begin{aligned} \Delta HV_M &= -74 - 434 - 368Si - 15Mn + 37Ni + 17Cr - 355Mo - 2235V \\ &\quad + 1000 \cdot P_R^{-1} \cdot (260 + 616C + 321Si - 21Mn - 35Ni - 11Cr + 352Mo + 2345V) \end{aligned} \quad (23)$$

Pour obtenir la dureté globale du matériau, on utilise le plus souvent une loi linéaire additive simple de la dureté de chacune des phases, pondérée par leurs proportions. Dans le cas où le matériau présente un gradient de composition, en particulier dans le cas d'une cémentation ou d'une décarburation, Chmiela [27] utilise une autre approche basée sur une notion assez récente de fractale. La forme mathématique générale donnée pour le calcul des fractales, **relation (24)**, peut être sans difficulté appliquée au cas particulier de la dureté :

$$y = \left(\frac{1 - \frac{y_{\min}}{y_{\max}}}{1 + \exp(b(X - Q))} \right) \times y_{\max} \quad (24)$$

si X est la valeur logarithmique de la variable (ici la dureté), y_{\min} et y_{\max} les valeurs de la variable dépendante, b le pas de la mesure et Q la valeur moyenne des extrêmes.

Contrairement au modèle précédent, celui-ci n'est en aucun cas prédictif mais il décrit l'évolution des duretés sur des échantillons à l'aide d'une fonction mathématique particulière.

C.2 Indentation instrumentée.

C.2.1 Introduction

Depuis plus de 100 ans, on a cherché à caractériser la résistance d'un matériau à l'enfoncement d'un pénétrateur. L'essai le plus simple est la pénétration d'un indenteur (pénétrateur ou poinçon) de forme géométrique simple et connue, dans un matériau, sous une charge contrôlée, et d'observer les empreintes rémanentes. Il est possible de relier cette charge appliquée à une surface caractéristique de l'empreinte et d'obtenir le nombre de dureté [29]. C'est ce que nous venons de voir dans le chapitre précédent. De nos jours, la dureté des matériaux, ou plus souvent le rapport du module d'élasticité sur la dureté des matériaux, reste une information capitale pour la caractérisation mécanique, et notamment, des matériaux obtenus après traitements thermiques. Ces dernières années, la technologie a permis une amélioration des équipements en même temps qu'elle a accompagné la nécessité croissante de mieux connaître les propriétés mécaniques des matériaux. C'est pourquoi des mesures par indentation sont aujourd'hui possibles en enregistrant continuellement la variation de la charge (P) en fonction du déplacement du pénétrateur (h). En plus de la dureté obtenue à partir des coordonnées du point maximum, cette nouvelle technique permet de remonter à la valeur du module d'élasticité, valeur qui n'est pas accessible par des mesures en indentation conventionnelle.

Dans ce cas, la dureté Martens s'obtient en reliant la charge maximale appliquée à la profondeur maximale atteinte pendant l'essai. Le module d'élasticité s'obtient ensuite par l'analyse de la courbe au déchargement. En effet, on peut logiquement supposer que le retrait de l'indenteur est aidé par le retour élastique du matériau. C'est ce que plusieurs auteurs comme Oliver et Pharr [28]

ont démontré. De plus, lorsque l'indenteur est une bille, il est possible de remonter à des propriétés de traction comme la limite élastique (σ_y) ou encore le coefficient d'écroutissage (n) par des méthodes inverses.

L'intérêt de cette technique d'indentation instrumentée est encore renforcé lorsqu'il s'agit d'étudier des matériaux possédant des propriétés hétérogènes. Par exemple, des variations de la charge en fonction de la profondeur sont observées lorsque le matériau a une couche superficielle, homogène ou non, de propriétés mécaniques différentes du substrat (matériau bicouche) ou plusieurs couches (matériau multicouche). Dans notre cas, le gradient de propriétés mécaniques en surface est dû à la décarburation. Ce gradient devrait conduire à une variation de la courbe charge-décharge par rapport à celle qui serait obtenue pour un matériau ayant une teneur en carbone constante.

Dans un premier temps, nous nous intéressons à la théorie de l'indentation en continu en cherchant plus particulièrement à décrire la déformation élasto-plastique générée sous l'indenteur. Ensuite, nous donnerons quelques résultats que l'on peut obtenir par indentation de matériaux homogènes. Enfin, nous verrons quelques aspects de l'indentation des matériaux à fort gradient de propriétés mécaniques.

C.2.2 Principe.

Pour bien comprendre l'indentation instrumentée, ou continue, il est nécessaire de définir les bases générales du contact entre deux corps. De manière plus spécifique à l'indentation, l'étude du contact entre un indenteur et un matériau a fait l'objet de nombreuses études d'un point de vue mécanique. Par exemple, la mesure de dureté (H) est définie par la pression de contact moyenne égale au rapport de la charge appliquée (P) sur une aire caractéristique du contact (A). Ainsi, lors de l'utilisation d'un indenteur Vickers dans le cas d'un essai de charge-décharge, la dureté est calculée à l'aide de la méthode due à Oliver et Pharr [28]. Le nombre de dureté correspond alors à la charge appliquée lors de l'indentation divisée par l'aire de contact réelle entre l'indenteur et le matériau. Ce calcul d'aire implique une profondeur de contact, h_C , pour laquelle le matériau reste en contact avec l'indenteur. Comme nous le verrons par la suite, cette grandeur géométrique peut se déduire mathématiquement de la courbe au déchargement. De plus, il est possible de calculer la dureté en considérant soit l'aire de contact réelle A_{CR} , **relation (25)**, soit l'aire de contact projetée A_{CP} , **relation (26)**, qui ne diffèrent que par leur coefficient :

$$H_{CR} (O \& P) = \frac{P}{26,43 \cdot h_C^2} \quad (25)$$

$$H_{CP} (O \& P) = \frac{P}{24,50 \cdot h_C^2} \quad (26)$$

où $H(O\&P)$, appelée dureté de Oliver et Pharr, est exprimée en MPa si la profondeur de contact, h_C , est en mm.

Lorsque dans ces relations, la profondeur est remplacée par la profondeur maximale atteinte, soit h_c par h_{max} , alors la dureté obtenue est la dureté Martens, notée HM.

Pour obtenir une propriété intrinsèque du matériau, comme l'est le module d'élasticité par exemple, le nombre de dureté devrait être indépendant de la charge et de l'aire de contact, que l'aire soit réelle ou projetée, et quel que soit le type d'indenteur. Ce n'est généralement pas ce que l'on rencontre en pratique. Le phénomène observé est appelé effet de taille ou « Indentation Size Effect » traduisant la dépendance de la dureté avec la charge appliquée. Pour tenter de comprendre ce qui se passe, il convient d'étudier la déformation produite par l'indentation. Pour des matériaux purement élastiques en contact, la résolution des champs de contraintes et de déformations sous l'indenteur ne pose pas de problème particulier, quels que soient la charge appliquée et le type d'indenteur. En contre partie, lorsque le matériau indenté a un comportement élasto-plastique et que l'on dépasse sa limite d'élasticité, le problème à résoudre devient beaucoup plus complexe. L'incertitude sur le volume de la zone plastifiée sous le pénétrateur, le rayon de contact réel entre le pénétrateur et le matériau, la non linéarité de la loi de comportement du matériau ainsi que la complexité de la forme des différents indenteurs font que l'analyse théorique du problème se révèle difficile.

Pour décrire la déformation plastique sous l'indenteur, il existe deux approches. Il s'agit de celles de Prantl [30] et de Hill et al. [31] qui ont été parmi les premiers à proposer une étude théorique de l'indentation des matériaux par un poinçon. Pour différents types de pénétrateur et sous des conditions de déformation plane, ces auteurs déterminent la pression de contact et le champ de déformation plastique dans un matériau indenté rigide plastique en se basant sur la théorie des lignes de glissements (**figure 11-(a)**). Cette théorie a été également utilisée par Locket [32], Shield [33] et Ishlinsky [34] pour modéliser l'indentation conique et sphérique d'un matériau possédant un comportement mécanique identique. Ils ont aussi déterminé la pression de contact indenteur-matériau ainsi que les contraintes et les déformations du matériau au voisinage de l'indentation. Une approche différente a été proposée par Bishop [35] et Marsh [36] qui s'appuient sur l'expansion d'une cavité sphérique dans le matériau indenté (**figure 11-(b)**).

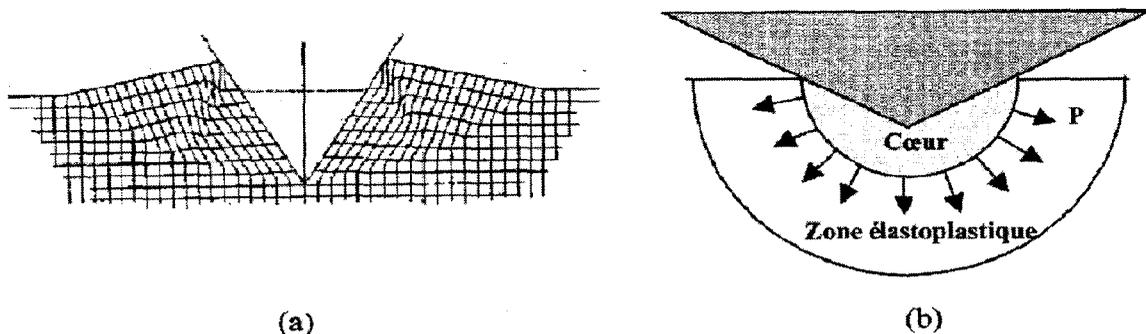


Figure 11. (a) Lignes de glissements pour un indenteur coin [32-34] et (b) Modèle de la cavité sphérique [35, 36].

A partir de la distribution des déformations plastiques obtenues expérimentalement sous l'indenteur, la zone plastique est considérée comme étant une cavité sphérique en expansion dans un solide élasto-plastique soumis à une pression hydrostatique interne. Johnson [37] a complété cette approche en ajoutant l'effet de la forme de l'indenteur. La formulation de Johnson a permis une meilleure corrélation entre les duretés obtenues expérimentalement et celles obtenues par cette approche. De plus, l'utilisation des éléments finis pour modéliser le comportement des matériaux sous indentation est un outil de caractérisation intéressant. Les études effectuées dans ce domaine ont été très nombreuses. Des modèles 3D prenant en compte les grandes déformations ont montré que le rayon de courbure du pénétrateur avait un effet négligeable sur l'indentation. Ce résultat doit être cependant pris avec prudence lorsqu'on s'intéresse au domaine de la nanoindentation où l'effet de chaque paramètre est amplifié par rapport au domaine de charges élevées.

Montmitonnet et *al.* [38] ont modélisé l'indentation sphérique en considérant le frottement entre l'indenteur et le matériau. Certains auteurs comme Bower [39] ont montré que le frottement n'avait aucune conséquence sur la dureté ou sur la courbe charge-décharge alors que d'autres, comme Stevenson [40], ont montré qu'il y avait une influence d'un film lubrifiant entre l'indenteur et le matériau sur la mesure de dureté. Des expérimentations et des simulations numériques ont démontré aussi qu'il existe une déformation plastique équivalente caractéristique et unique qui sépare les différents modes de déformation plastique directement sous la surface de l'indenteur (figure 12).

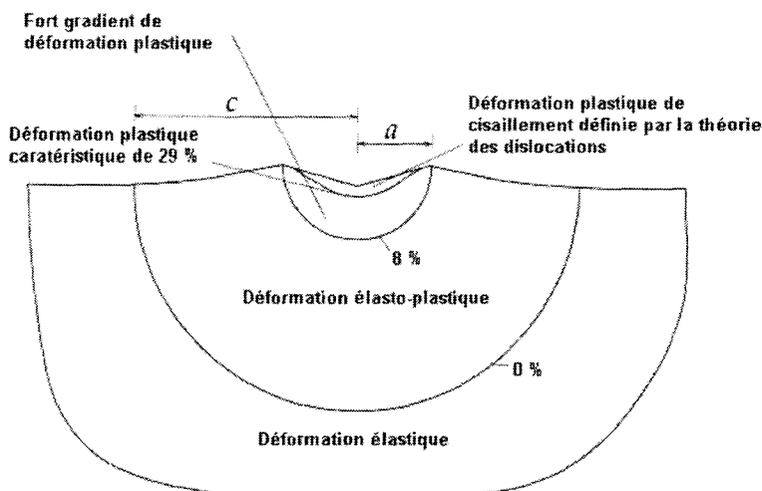


Figure 12. Illustration des différents régimes d'écoulement plastique au sommet de l'indenteur [29].

Au voisinage de la zone indentée, sous le pénétrateur, il existe une région de déformation plastique induite par la genèse de dislocations provenant de glissements de plans cristallins. Sous cette zone, la déformation est élasto-plastique. Ces deux zones sont séparées par une région

unique caractérisée par un taux donné de déformation plastique. Tabor [29] a proposé une valeur de 0,08 pour cette déformation plastique mais d'autres études plus récentes comme celle de Giannakopoulos et al. [41] suggèrent des valeurs comprises entre 0,25 et 0,36.

Lorsqu'il s'agit d'indentations réalisées avec des cônes ou des sphères, la modélisation est rendue plus simple de part le caractère axisymétrique des indenteurs. Par contre, ce n'est pas le cas lorsque l'indentation est réalisée à l'aide de la pyramide Vickers à base carrée. Les premiers travaux portant sur ce type d'indentation d'un matériau élasto-plastique ont été menés par Wang et Bongaert [42] ainsi que Olaf [43]. Mais l'étude tridimensionnelle élastique et élastoplastique certainement la plus complète à ce jour a été réalisée par Giannakopoulos et al. [44]. Pour un indenteur pyramidal à base triangulaire (dit de Berkovitch), Larsson et al. [45] ont développé une modélisation. Il est intéressant de noter que les résultats obtenus sont similaires à ceux déduits de l'indentation Vickers, étant donné que les volumes indentés et les profondeurs atteintes par les deux indenteurs, appliqués sous une charge donnée, sont identiques.

C.2.3 Analyse mathématique des courbes charge-décharge.

C.2.3.1 Définition des paramètres.

Les courbes charge-décharge représentent l'évolution de la charge appliquée en fonction de la profondeur de pénétration de l'indenteur. Les différents paramètres relatifs à cet essai sont définis sur la figure 13.

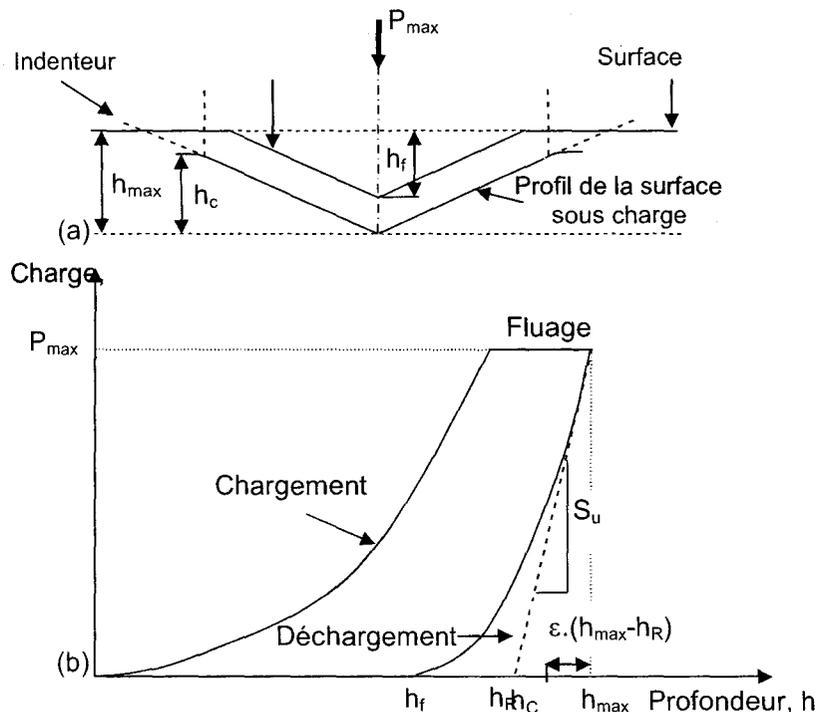


Figure 13. Représentation schématique (a) d'une section sous indentation et (b) d'une courbe de chargement-déchargement classique définissant les paramètres utilisés par Oliver et Pharr [28].

Sur cette figure, on note les représentations de h_{max} qui correspond à la profondeur maximale atteinte, de h_f la profondeur résiduelle après retrait de l'indenteur, de h_R qui s'obtient par la pente de la courbe au déchargement et de h_C la profondeur de contact utilisée dans le calcul de la dureté de Oliver et Pharr [28] qui se déduit elle-même de h_R .

Le calcul de h_R s'obtient par l'intersection de la tangente à la courbe au déchargement calculée au maximum de la charge appliquée, P_{max} , avec l'axe des abscisses, soit :

$$h_R = h_{max} - \frac{P_{max}}{S_U} \quad (27)$$

Oliver et Pharr [28] définissent cette pente, S_U , comme étant la rigidité du contact, qui correspond au rapport de la variation de la charge, dP , sur la variation de profondeur, dh , calculée à la charge maximale, h_{max} , soit :

$$S_U = \left(\frac{dP}{dh} \right)_{h=h_{max}} \quad (28)$$

De toute évidence, cette rigidité va dépendre de l'élasticité du matériau. En effet, lors du déchargement, l'élasticité du matériau fait que le matériau accompagne l'indenteur pendant une partie de son retrait. De nombreux auteurs ont alors pensé qu'il était possible de déterminer le module d'élasticité du matériau à partir de la pente à cette courbe. C'est au début des années 70 que l'on trouve les premiers résultats qui supposent que l'aire de contact est égale à l'aire résiduelle mesurée optiquement. Par la technique de nano-indentation, cette aire n'est pas facilement accessible. C'est pourquoi Oliver [46] suggèrent une méthode basée sur la courbe force-déplacement et plus précisément sur la fonction à attribuer pour décrire l'évolution de l'aire de contact projetée en fonction de la distance à la pointe de l'indenteur. Cette méthode est basée sur l'hypothèse que le matériau épouse la forme du pénétrateur pour une profondeur de pénétration donnée à la force maximale. Lorsqu'il y a un phénomène supplémentaire comme un bombement à la surface du matériau ou une déflexion des faces de l'empreinte résiduelle, cette profondeur n'est plus égale à la profondeur d'indentation maximale h_{max} . L'estimation de la surface de contact, ne considérant que cette profondeur peut être erronée (l'erreur pouvant atteindre 20 %). L'intérêt est donc porté à la profondeur finale de l'empreinte résiduelle h_f . Oliver et Pharr [28] montrent que cette profondeur permet une meilleure estimation de l'aire de contact A_{CP} comparativement à l'utilisation de h_{max} . Plus récemment, Doerner et Nix [47] ont proposé une analyse plus approfondie de cette méthode de dépouillement. Ils supposent en effet qu'au début du déchargement, l'hypothèse d'une aire de contact constante reste justifiée. Ils prolongent donc la partie linéaire se situant au début de la courbe de déchargement, jusqu'à l'axe des abscisses, l'intersection avec l'axe définissant une profondeur h_R (figure 13). Cette méthode fournit de meilleurs résultats que les deux profondeurs citées auparavant mais l'inconvénient majeur est de considérer une partie linéaire en début de déchargement, ce qui est rarement observé [48]. De

même, l'approximation faite par ces auteurs d'un poinçon plat n'est pas fondée. Oliver et Pharr [28, 49] proposent alors une nouvelle technique de dépouillement pour décrire le déchargement en prenant une loi non linéaire sous la forme :

$$P = B(h - h_f)^m \quad (29)$$

où P est la charge appliquée et h la profondeur enregistrée. Le déplacement, h_f , est déterminé après le retrait complet de l'indenteur défini sur la **figure 13**. B et m sont des coefficients dépendants de la nature du matériau.

La rigidité lors du déchargement est alors obtenue en différentiant cette relation entre la charge et le déplacement à la profondeur maximale d'indentation, nous fournissant l'équation suivante :

$$S_u = \left(\frac{dP}{dh} \right)_{h=h_{\max}} = mB (h_{\max} - h_f)^{m-1} \quad (30)$$

Cette déflexion dépend de la géométrie de l'indenteur. La théorie de Sneddon [50] sur les contacts élastiques est appliquée en remplaçant dans les expressions h , le déplacement purement élastique, par $(h_{\max} - h_c)$ d'où :

$$h_c = h_{\max} - \varepsilon \frac{P_{\max}}{S_u} \quad (31)$$

où la valeur donnée à ε est fonction du type d'indenteur. Elle vaut 0,75 pour un pénétrateur conique ou une sphère et 1 pour un poinçon plat.

Pour Woigard *et al.* [64], ce paramètre ε peut être remplacé avantageusement par une fonction $\varepsilon(m)$ telle que :

$$\varepsilon(m) = m \left[1 - \frac{2(m-1) \Gamma\left(\frac{m}{2(m-1)}\right)}{\sqrt{\pi} \Gamma\left(\frac{1}{2(m-1)}\right)} \right] \quad (32)$$

où m est l'exposant de la **relation (29)** et Γ est la fonction gamma définie par Segedin [65].

La méthode d'Oliver et Pharr [49] semble plus précise que celle de Doerner et Nix [47] car elle fournit des résultats de modules d'élasticité plus proches des valeurs réelles. Cheng [51], qui reprend la méthode d'Oliver et Pharr, précise que la procédure peut être utilisée pour des matériaux homogènes hautement élastiques, c'est-à-dire pour ceux ayant un rapport σ_y/E supérieur à 0,05 et un coefficient d'érouissage compris entre 0 et 0,5. Pour les matériaux ayant un rapport σ_y/E faible, de l'ordre de 10^{-4} et 10^{-2} , la méthode doit être appliquée avec beaucoup plus de précaution.

En conclusion, deux méthodes sont généralement utilisées pour calculer la dureté par indentation instrumentée, elles reposent sur la manière dont sera déterminée la profondeur. Si la profondeur h_R est retenue dans le calcul de la dureté, on dira qu'il s'agit de la méthode de la tangente alors qu'Oliver et Pharr privilégient la profondeur h_C dans le calcul. Dans tous les cas, il faut être prudent quant à la valeur de profondeur donnée par l'enregistrement de l'instrument. En effet, il est généralement reconnu que la profondeur mesurée prend en compte une partie de la déformation de l'instrument. C'est pourquoi il convient d'étudier la compliance de celui-ci qui permet de séparer les contributions de l'appareil de la profondeur enregistrée.

C.2.3.2 Compliance de l'instrument.

Lors de la mesure du déplacement au sein du matériau, la déformation de l'instrument est prise en compte dans le déplacement total. Lorsque la charge est appliquée, la force de réaction contribue à la déformation du bâti de l'appareil et la flèche résultant s'ajoute à la mesure enregistrée. Cette déformation est linéairement proportionnelle à la charge appliquée comme dans le cas d'un ressort linéaire [52]. La correction prend donc la forme d'un produit entre la valeur de la compliance C_f et de la force P . Ce produit doit alors être soustrait aux mesures enregistrées de la manière suivante :

$$h_{cc} = h - C_f P \quad (33)$$

où h_{cc} et h sont respectivement les profondeurs après correction de la compliance et enregistrées par l'instrument.

La compliance C_f est définie comme l'inverse de la rigidité du contact, S_u , entre l'indenteur et le matériau. D'après Bulychev [53] qui s'appuie sur la théorie du contact élastique proposé par Hertz [54] et développée ensuite par Sneddon [50], la pente au début du déchargement peut s'écrire en fonction de l'aire de contact et du module réduit :

$$S_u = \left(\frac{dP}{dh} \right)_{h=h_{max}} = \frac{2}{\sqrt{\pi}} E_r \sqrt{A_{CP}} \quad (34)$$

où S_u est la rigidité du contact entre l'indenteur et le matériau lors du déchargement, mesurée au maximum de pénétration h_{max} . A_{CP} est l'aire de contact projetée et E_r est le module d'élasticité réduit défini par :

$$\frac{1}{E_r} = \frac{1 - \nu_m^2}{E_m} + \frac{1 - \nu_i^2}{E_i} \quad (35)$$

où les indices i et m font référence aux caractéristiques de l'indenteur et du matériau.

Comme l'équation (34) a été établie pour un indenteur conique, Bulychev [53] montre que cette relation peut être aussi appliquée pour des indenteurs sphériques et cylindriques. Oliver et Pharr [28] introduisent dans cette relation un facteur correctif, appelé β , afin de l'appliquer aux indenteurs pyramidaux :

$$S_u = \left(\frac{dP}{dh} \right)_{h=h_{\max}} = \frac{2}{\sqrt{\pi}} \beta E_r \sqrt{A_c} \quad (36)$$

Le coefficient β est un facteur de forme purement géométrique, qui prend la valeur de 1,012 pour un indenteur Vickers.

A l'aide d'un calcul par éléments finis, King [55] confirme la valeur de 1,012 alors que, plus tard, Dao et al. [56] trouvent une valeur de 1,07. Une étude récente menée par Antunes et al. [57] basée sur des résultats obtenus à partir d'une analyse à trois dimensions de la dureté Vickers de plusieurs matériaux couvrant un large domaine de propriétés mécaniques (limite élastique, coefficient d'érouissage et module d'élasticité) aboutit à un facteur proche de 1,05, pratiquement indépendant des propriétés mécaniques.

Partant toutefois des travaux de Pharr et al. [58] pour expliquer la surestimation du module élastique rencontrée lors d'analyse de points expérimentaux, Hay et al. [59] démontrent que les hypothèses dans la solution de Sneddon ne sont pas cohérentes, surtout en ce qui concerne les conditions aux limites. En effet, la solution de Sneddon [50] pour l'indentation d'un semi-espace élastique par un cône rigide montre que des déplacements radiaux des points de la surface indentée pénètrent à l'intérieur du cercle de contact. Pour prendre en considération ce phénomène, Hay et al. [59] introduisent un nouveau facteur correctif dans l'équation de la rigidité (35) qu'ils appellent γ et qui ne dépend que du coefficient de Poisson. La relation modifiée de la rigidité et le calcul de γ :

$$S_u = \left(\frac{dP}{dh} \right)_{h=h_{\max}} = \beta \frac{2}{\sqrt{\pi}} E_R \gamma \sqrt{A_c} \quad \text{où} \quad \gamma = \pi \frac{\pi/4 + 0,1548 \cot \varphi \frac{(1-2\nu)}{4(1-\nu)}}{\left(\pi/2 - 0,8312 \cot \varphi \frac{(1-2\nu)}{4(1-\nu)} \right)^2} \quad (37)$$

où l'angle φ est égal à 70,3° et représente le demi angle au sommet du cône équivalent possédant la même aire de contact qu'un indenteur Vickers [60], c'est-à-dire $4 \tan^2 \xi = \pi \tan^2 \varphi$ (ξ est le demi angle entre les faces opposées d'un indenteur pyramidal soit 68°).

Troyon et al. [61] suggèrent que les deux types de corrections existent simultanément si l'indenteur ne possède pas une forme conique parfaite. En conséquence, ils proposent d'utiliser un facteur de correction global α tel que $\alpha = \beta\gamma$, afin que celui-ci considère les deux effets. Malheureusement, la valeur de ce coefficient α n'est pas une valeur fixe en fonction du type d'indenteur utilisé. Ils démontrent que cette valeur dépend de la taille de l'arrondi de la pointe de l'indenteur ainsi que du matériau indenté.

Meneve et al. [62] proposent deux procédures pour déterminer la compliance de l'appareillage de mesure. La première méthode a été proposée initialement par Doerner et Nix [47] et elle est

généralement adoptée dans la littérature. La seconde méthode consiste à effectuer des indentations avec un indenteur diamant sur du verre de silice dont les propriétés élastiques respectives sont connues et considérées comme indépendantes de la profondeur d'indentation. Ainsi, si on considère la première méthode, la compliance est déterminée par l'intersection de la droite avec l'axe des ordonnées de la représentation de la compliance totale C_t en fonction de l'inverse de la racine carrée de l'aire de contact projetée A_{CP} . Herrmann et al. [63] proposent la relation suivante étant donné que la compliance est reliée à l'inverse de la rigidité du contact :

$$C_t = C_f + \frac{\sqrt{\pi}}{2} \frac{1}{E_r \sqrt{A_c}} \quad (38)$$

dans laquelle Woigard et al. [64] intègrent le facteur β de l'équation (35).

En complément, nous proposons bien sûr de considérer les travaux de Hay et al. [59] pour écrire finalement :

$$C_t = C_f + \frac{\sqrt{\pi}}{2} \frac{1}{\beta E_r \gamma \sqrt{A_c}} \quad (39)$$

Dans la pratique, la détermination de la compliance de l'instrumentation est obtenue en traçant la rigidité du contact total comme une fonction linéaire de l'inverse de la profondeur de l'indentation découlant de l'expression de l'aire de contact proposée par Fisher-Cripps [52] :

$$\left(\frac{dh}{dP} \right)_{h=h_{\max}} = C_f + \left[\frac{\sqrt{\pi}}{24.5} \frac{1}{(\beta \cdot \gamma)} \frac{1}{2E_r} \right] \frac{1}{h_c} \quad (40)$$

Une autre solution est proposée par Li et al. [66] qui suggèrent de calibrer le système de mesure à l'aide d'un interféromètre à sonde optique qui permet d'obtenir des résultats plus précis.

C.2.3.3 Fluage par indentation.

Pour comparer convenablement les valeurs de dureté conventionnelle obtenues par chargement discret, les mesures d'indentation instrumentée doivent être effectuées avec un temps de maintien à la charge maximale, 15 secondes si on se réfère à la norme ISO 6507-1 pour les matériaux métalliques. Sous une charge constante, beaucoup de matériaux subissent un phénomène de fluage. Cela se traduit par un plateau à la charge maximale correspondant à une augmentation de la profondeur. On observe aussi, dans certains cas, un bombement de la courbe pendant les premiers instants de la phase de déchargement. Les calculs que nous avons présentés sont donc faussés car cette portion de courbe est déterminante pour les mesures de dureté et du module d'élasticité, notamment par la détermination de la pente au déchargement qui peut devenir négative, ce qui provoque un non sens du point de vue physique. Il est donc nécessaire d'estimer l'influence du fluage sur la profondeur d'indentation. Cela revient à étudier la variation de profondeur en fonction du temps de maintien. Pour cela, Lemoine et al. [67] interpolent des

résultats de dureté en utilisant les équations viscoélastiques en basant leur raisonnement sur des observations similaires faites par Sanchez-Lopez et *al.* [68]. Pour développer cette approche spécifique, Wen et *al.* [69] proposent une relation comparable où les paramètres d'interpolation sont définis par rapport à des hypothèses basées sur des essais conventionnels de traction. Comme pour le fluage, les champs de contrainte et de déformation, présents dans le matériau et provoqués par l'indenteur, sont considérés comme étant équivalents grâce à une analyse dimensionnelle [70]. Ces auteurs identifient les mécanismes de fluage à l'aide d'une constante d'échelle dimensionnelle et de l'exposant de la déformation. Pour Li et Ngan [66], dans le cas d'une indentation en continu avec un indenteur équivalent, la vitesse de déformation et la contrainte doivent être reliées de façon empirique à la profondeur d'indentation et à la charge appliquée. Cependant, on peut noter que ces modèles sont forcément empiriques étant donné qu'ils utilisent des paramètres d'interpolation. Pour cette raison, de nombreux auteurs [70-74] analysent les courbes de fluage à l'aide de modèles rhéologiques constitués d'un assemblage de ressorts et d'amortisseurs. Les modèles les plus usités sont le modèle à 2 éléments de Maxwell (figure 13-(a)), le modèle à 3 éléments de Kelvin-Voigt (figure 13-(b)) et le modèle combiné à 4 éléments appelé modèle de Kelvin-Voigt-Maxwell (figure 13-(c)).

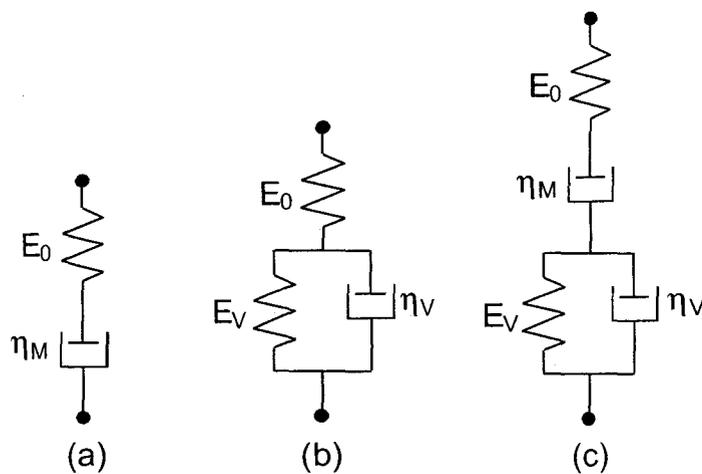


Figure 14. Modèles de fluage linéaire viscoélastique : (a) modèle à 2 éléments de Maxwell ; (b) modèle à 3 éléments de Kelvin-Voigt ; (c) modèle combiné à 4 éléments appelé modèle de Kelvin-Voigt-Maxwell [71].

Dans le cas d'un indenteur conique, Fischer-Cripps [75] donne les solutions suivantes pour les modèles de Maxwell, de Kelvin-Voigt et de Kelvin-Voigt-Maxwell, où la profondeur d'indentation $h(t)$ est liée directement aux caractéristiques rhéologiques de chaque élément, ce qui conduit respectivement pour chaque modèle à :

$$\left\{ \begin{array}{l} h^2(t) = \frac{\pi}{2} P \cot \left[\frac{1}{E_0} + \frac{t}{\eta_M} \right] \\ h^2(t) = \frac{\pi}{2} P \cot \left[\frac{1}{E_0} + \frac{1}{E_v} \left(1 - \exp \left[-t \frac{E_v}{\eta_v} \right] \right) \right] \\ h^2(t) = \frac{\pi}{2} P \cot \left[\frac{1}{E_0} + \frac{1}{E_v} \left(1 - \exp \left[-t \frac{E_v}{\eta_v} \right] \right) + \frac{1}{\eta_M} t \right] \end{array} \right. \quad (41)$$

où E_0 , E_v , η_M et η_v sont les modules d'élasticité en GPa et les coefficients de viscosité en GPa.s associés respectivement aux ressorts et aux amortisseurs présentés sur la **figure 13**.

D'autres assemblages de modèles rhéologiques élémentaires ont été proposés par Kermouche et *al.* [76] qui suggèrent d'associer plusieurs modèles de Maxwell en série ou en parallèle. Pour des solides viscoélastiques et pour des lois de fluage en puissance, le modèle de Maxwell est étendu aux solides élastiques-viscoplastiques suivant la loi de Bingham-Norton [77]. La représentation des points expérimentaux est excellente mais le problème principal reste la signification physique de chaque paramètre associé aux ressorts et aux amortisseurs en relation avec les propriétés visco-élasto-plastiques du matériau et/ou de l'instrument.

C.2.3.4 Imperfections de l'indenteur.

Dans le cas d'un indenteur Vickers parfait, le calcul de l'aire de contact A_C se détermine grâce à l'équation suivante :

$$A_C = 4 \tan^2 \xi \cdot h_c^2 = 24,5 h_c^2 \quad (42)$$

Mais en pratique les indenteurs ne possèdent pas une géométrie parfaite. En effet, l'extrémité de la pointe est souvent arrondie. Une correction est donc généralement faite sur le calcul de l'aire de contact. Par exemple Troyon et *al.* [51] introduisent un coefficient global dans la relation de la rigidité du contact. La calibration de la géométrie en bout de l'indenteur et/ou la calibration de l'aire de contact peuvent être aussi réalisées avant l'introduction de tout type de paramètre correctif. Pour cela, une série d'indentations est faite sur un verre de quartz à différentes profondeurs et la courbe de l'aire A_C en fonction de la profondeur h_c peut être interpolée en utilisant la fonction suivante [74] :

$$A_C = C_0 h_c^2 + C_1 h_c^1 + C_2 h_c^{1/2} + C_3 h_c^{1/4} + C_4 h_c^{1/8} + C_5 h_c^{1/16} \quad (43)$$

où les paramètres C_0 à C_5 sont des constantes qui peuvent être obtenues par une méthode itérative.

La constante C_0 décrit un indenteur parfait alors que les autres termes décrivent les déviations de la géométrie de l'indenteur dues à l'imperfection en bout d'indenteur [47]. Pour éviter d'avoir un nombre trop élevé de paramètres, Troyon et *al.* [61] proposent une approche différente pour considérer l'arrondi en bout d'indenteur (**figure 15**).

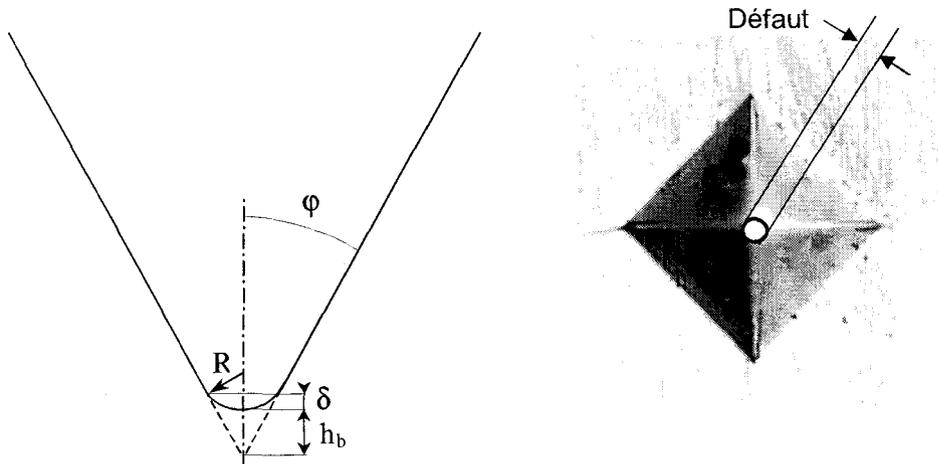


Figure 15. Modélisation d'un indenteur par un cône rigide possédant un demi angle φ et une extrémité sphérique de rayon R tirée de [61] et influence du défaut sur une empreinte Vickers.

Leur analyse est basée sur un indenteur conique équivalent possédant un demi angle au sommet φ avec une extrémité sphérique de rayon R et une longueur tronquée h_b représentée sur la **figure 15** et égale à $R [(1/\sin\varphi) - 1]$. De ce fait, la fonction représentant l'aire de contact pour un indenteur Vickers peut être décrite par [74] où un seul paramètre correctif est apporté à la **relation (39)** :

$$A_c = \pi \tan^2 \varphi \cdot (h_c + h_b)^2 = 24,5 \cdot (h_c + h_b)^2 \quad (44)$$

D'une manière analogue, Fischer-Cripps [78] propose la relation suivante pour éviter la détermination de la longueur tronquée :

$$A_c = \pi \tan^2 \varphi \cdot (h_c^2 \cdot (1 + kh_c^n)) \quad (45)$$

où k et n sont des paramètres d'interpolation qui peuvent être utilisés pour décrire les imperfections de l'indenteur.

Pour résoudre le problème de lissage lié à la présence des paramètres d'interpolation, Krell et al. [79] évaluent les effets d'un indenteur imparfait sur l'aire de contact par rapport à un indenteur Vickers idéal. Les auteurs concluent que l'aire doit être calculée comme suit :

$$A_c = \pi \tan^2 \varphi \cdot ((h_c - h_0)^2 - h_0^2) \quad (46)$$

où $h_0 = \frac{-c}{\pi \tan^2 \varphi \cdot \cos \xi}$ et c est le diamètre du défaut présenté sur la **figure 15**. D'un point de vue pratique, la valeur de c peut être estimée par une analyse en microscopie électronique à balayage.

C.3 Effet de taille en indentation (Indentation Size Effect, ISE).

En pratique, quelque soit la technique d'indentation utilisée, on constate que la valeur de la dureté mesurée varie en fonction de la charge appliquée. Le premier, Bückle ([80, 81]) précise l'existence de ces domaines et affecte à chacun d'eux une zone de validité en fonction de la charge appliquée. Ainsi, quatre domaines de dureté ont été définis. Ils sont représentés de façon très schématique sur la **figure 16**.

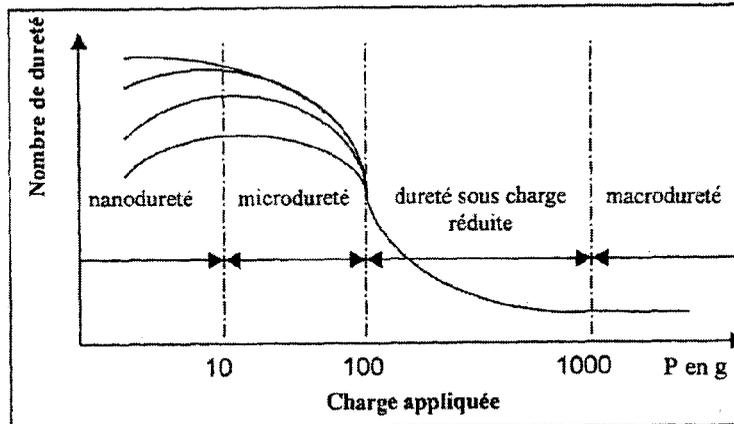


Figure 16. Variation du nombre de dureté en fonction de la charge appliquée tiré de [82] et d'après Bückle.

On peut remarquer sur cette figure que, selon le domaine de charge appliquée, la dureté est dépendante ou non de la charge d'indentation ce qui permet de distinguer trois domaines de variation et un domaine où la dureté est constante :

- Le domaine de macrodureté pour des charges appliquées supérieures à 1000 g. Dans cette zone, le nombre de dureté ne varie pas avec la charge.
- Le domaine de dureté sous charge réduite, où les charges sont comprises entre 100 et 1000 g. Ici, la dureté tend à augmenter lorsque la charge diminue.
- Le domaine de microdureté où la charge varie entre 10 et 100 g. Dans ce domaine, le nombre de dureté peut augmenter ou diminuer quand la charge diminue, dépendre de la mesure par l'opérateur ou encore de la nature même du matériau.
- Enfin, le domaine de nanodureté pour des charges inférieures à 10 g. C'est une région où le nombre de dureté peut croître ou décroître, selon le cas, mais où la préparation de la surface du matériau prend toute son importance.

La variation de dureté, qui correspond généralement à une augmentation de la valeur de dureté pour de faibles charges, est un phénomène très largement décrit dans la littérature. Ce phénomène est appelé l'Effet de Taille d'Empreinte ou Indentation Size Effect (ISE). L'Effet de Taille d'Empreinte est lié à de nombreux phénomènes observés pendant et après l'indentation. Le phénomène le plus facilement observable après indentation est une déformation résiduelle dans ou autour de l'empreinte. On peut, selon le matériau, observer la formation d'un « bourrelet » (*pile-up*) le long des arêtes ou d'un « renforcement » (*sink-in*) localisé sur les faces de

l'empreinte. Les **figures 17** et **18** montrent très bien ces déformations dans le cas d'un indenteur pyramidal et d'un indenteur sphérique.

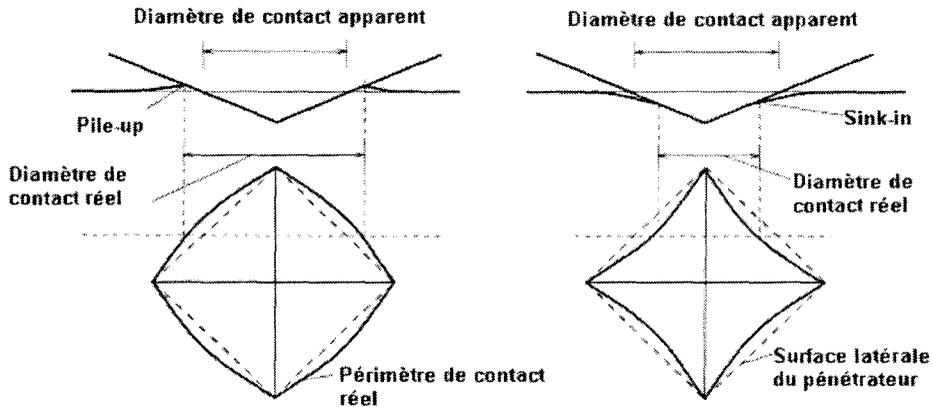


Figure 17. Illustration schématique de l'ISE avec un indenteur Vickers.

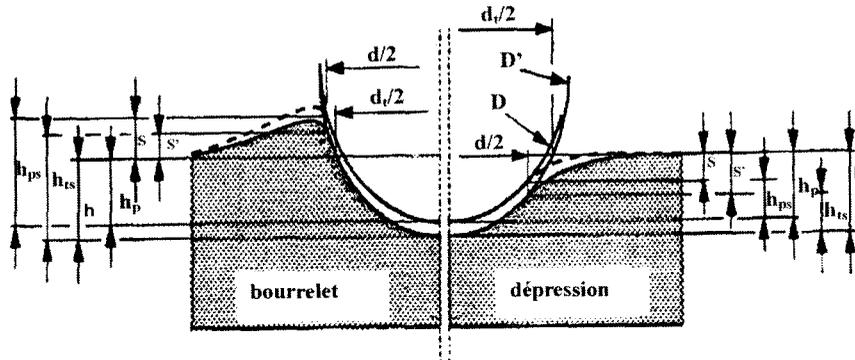


Figure 18. Illustration schématique de l'ISE avec un indenteur sphérique.

Pour les alliages écrouissables sous de faibles contraintes, le matériau se déforme plastiquement en suivant les faces du pénétrateur. Si le matériau n'est pas incompressible, voire très peu compressible, il en résulte la formation d'un bourrelet de déformation. Par contre, pour les matériaux écrouissables sous des contraintes élevées, le matériau s'effondre sous l'indenteur. Il y a alors formation d'une dépression au niveau des faces de l'empreinte résiduelle.

Ces déformations dans et autour de l'empreinte peuvent conduire à des erreurs d'interprétations, car elles provoquent une surestimation ou une sous-estimation de la surface réelle par rapport à la surface théorique ou projetée, qui serait calculée dans le cas où le pénétrateur est en contact avec le matériau supposé indéformable. Les écarts en indentation peuvent être appréciés à partir du paramètre C^2 défini par le rapport de la profondeur de l'empreinte après retrait de l'indenteur sur la profondeur maximale théorique. Norbury et Samuel [83] ont montré que le paramètre C^2 ne dépend que du coefficient d'écrouissage n . En utilisant les résultats obtenus par éléments finis, Hill et al. [84] proposent d'écrire :

$$C^2 = \frac{5}{2} \left(\frac{2-n}{4+n} \right) \quad (47)$$

Mais d'autres relations existent notamment celles proposées par Taljat et Zacharia [85] qui, en se basant sur les travaux de Norbury et Samuel [83], déterminent C^2 de la manière suivante :

$$C^2 = \frac{1}{4}(5 - 3.n^{0,7}) \text{ au chargement} \quad (48)$$

$$C^2 = \frac{1}{10}(13 - 8,5.n^{0,8}) \text{ au déchargement} \quad (49)$$

Le cas où C^2 est égal à 1 décrit le cas idéal pour lequel, à la limite du contact, l'indentation ne produit aucun retour de matière perpendiculairement à la surface. Les résultats obtenus par différents chercheurs, repris par Nayebi [86], montrent que lorsque $C^2=1$, le coefficient d'écroûissage est proche de 0,25.

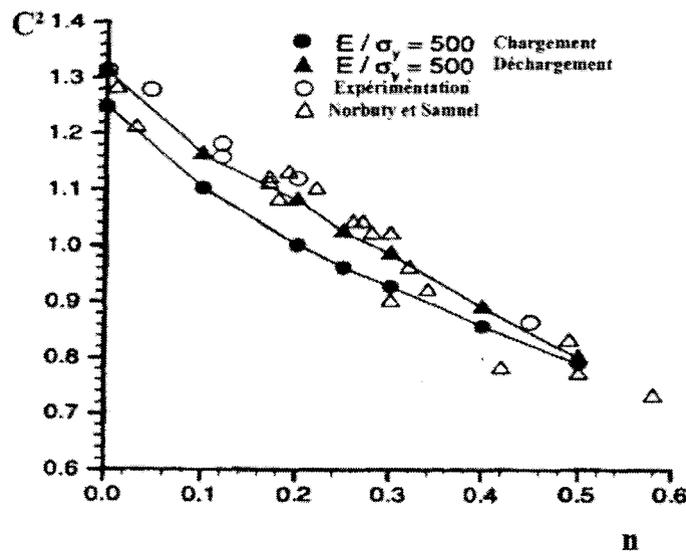


Figure 19. Valeurs du paramètre C^2 obtenues par l'expérience et par éléments finis [86].

Giannakopoulos et Suresh [41] ont montré à l'aide de simulations par éléments finis que :

$$C = \frac{P}{h^2} = M_1 \cdot \sigma_{0,29} \left[1 + \frac{\sigma_y}{\sigma_{0,29}} \right] \left[M_2 + \ln \frac{E_r}{\sigma_y} \right] \text{ pour } 0,5 \leq \frac{H}{\sigma_y} \leq 3 \quad (50)$$

Dans cette relation, σ_y est la limite élastique et $\sigma_{0,29}$ est la contrainte correspondant à une déformation de 29 %. Les constantes M_1 et M_2 dépendent du type d'indenteur et valent respectivement 7,143 et -1 pour un pénétrateur Vickers, et 6,618 et -0,875 pour un pénétrateur Berkovich. Si l'on se situe en dehors de l'intervalle défini par l'équation (50), la réponse de l'indentation est élastique pour un rapport H/σ_y inférieur à 0,5 et élastique parfaitement plastique pour un rapport supérieur à 3.

Nous venons de voir que, en quelque sorte, le paramètre C^2 correspond à un facteur de forme. En fonction de sa valeur, il y a affaissement ou formation d'un bourrelet. De plus, celui-ci ne dépend

que du coefficient d'écroissance n . La détermination de ce paramètre permet aussi de calculer l'aire de contact réelle entre l'indenteur et le matériau et donc d'obtenir la pression moyenne correspondant à la pression appliquée.

Pour étudier les évolutions de la dureté ou analyser les mécanismes de l'ISE, on peut aussi avoir recours aux nombreuses relations mathématiques disponibles dans la bibliographie. L'objectif ici n'est pas de décrire avec précision toutes ces relations mais de montrer qu'elles existent. C'est pourquoi nous limiterons cette partie de notre étude à un rappel de ces relations rassemblées dans le **tableau 1**.

Année	Relation	1 ^{er} Auteur	Ref.
1885	$P = A_0 \cdot d^2$	Kick	[87]
1908	$P = A_1 \cdot d^n$	Meyer	[88]
1973	$P - W = A_2 \cdot d^2$	Hays	[89]
1973	$P = c_0 + c_1d + c_2d^2 + \dots + c_nd^n$	Bückle	[81]
1989	$P = A_3 \cdot (d + d_0)^2$	Bull	[90]
1993	$P = A_4d + B_4d^2$	Li	[91]
1998-1999	$\frac{H}{H_0} = \sqrt{1 + \frac{h^*}{h}}$	Nix, Gao	[92],[93]
1999-2000	$\frac{H}{H_0} = 1 + \sqrt{\frac{h^*}{h}}$	Chong, Lam	[94],[95]
1999-2000	$Pd = w_1d^2 + w_2d^3$	Gong	[96],[99]
2001	$\begin{cases} H = H_0 \sqrt{1 + \frac{h^*}{h}} + H_1 \\ H = H_0 \left(1 + \sqrt{\frac{h^*}{h}} \right) + H_1 \end{cases}$	Qiu	[100]
2002	$H_1 = g \cdot \frac{f}{h}$	Zhang	[101],[102]
2002	$P = c_0 + c_1d + c_2d^2$	Sangwal	[103]
2004	$\left(\frac{H}{H_0} \right)^\beta = 1 + \left(\frac{h^*}{h} \right)^{\beta/2}$	Abu Al-Rub	[104]

Tableau 1. Modèles descriptifs de l'effet de taille en indentation.

Pour notre étude, nous retiendrons les travaux les plus récents basés sur la théorie du gradient de déformation plastique développée principalement par Nix et Gao ([92, 93]). Cette théorie s'appuie sur la théorie de Taylor concernant les dislocations résultant de l'écrasement des matériaux cristallins. Ainsi, Nix et Gao suggèrent que ces dislocations, générées de manière statistique, créées par une déformation homogène et géométriquement nécessaire, contribuent à la valeur de la dureté mesurée. Ainsi, l'ISE est lié à la contribution des dislocations dans la mesure de dureté pour des faibles profondeurs d'indentation, et donc pour des faibles charges. Se basant sur un modèle simple, ces auteurs trouvent que la loi du gradient de déformation permet d'écrire :

$$\frac{HU}{HU_0} = \sqrt{1 + \frac{h^*}{h}} \quad (51)$$

où HU_0 est la dureté dite absolue et h^* une profondeur caractéristique.

Chong et Lam [94, 95] proposent, quant à eux, une formulation similaire. Ils se différencient par la manière dont ils dissocient les dislocations géométriquement nécessaires à la déformation plastique lors du processus d'indentation de la densité totale de dislocations. Ainsi, ces auteurs proposent une relation analogue sous la forme :

$$\frac{HU}{HU_0} = 1 + \sqrt{\frac{h^*}{h}} \quad (52)$$

Plus récemment, Abu Al-Rub [104] a proposé un modèle hybride en introduisant un exposant β :

$$\left(\frac{HU}{HU_0}\right)^\beta = 1 + \left(\frac{h^*}{h}\right)^{\beta/2} \quad (53)$$

où l'on retrouve les modèles de Nix et Gao [92, 93] et de Chong et Lam [94, 95] lorsque l'exposant β prend respectivement les valeurs 2 et 1.

La principale difficulté, lors de l'utilisation de ces modèles, est la détermination de la longueur caractéristique qui devrait être indépendante du modèle utilisé. Comme cette longueur diffère d'un modèle à l'autre, il a été suggéré que le paramètre h^* n'est pas forcément constant pour un matériau donné [105]. Il serait relié à la densité de dislocations générées statistiquement ou à l'espace existant entre les obstacles empêchant la progression de ces dislocations. Finalement, les valeurs de h^* et de HU_0 se déterminent principalement par l'expérimentation.

C.4 Relation indentation – essai de traction.

C.4.1 Propriétés mécaniques de traction.

Afin d'illustrer les propriétés mécaniques macroscopiques d'un solide élasto-plastique, une courbe de traction est représentée schématiquement sur la **figure 20**.

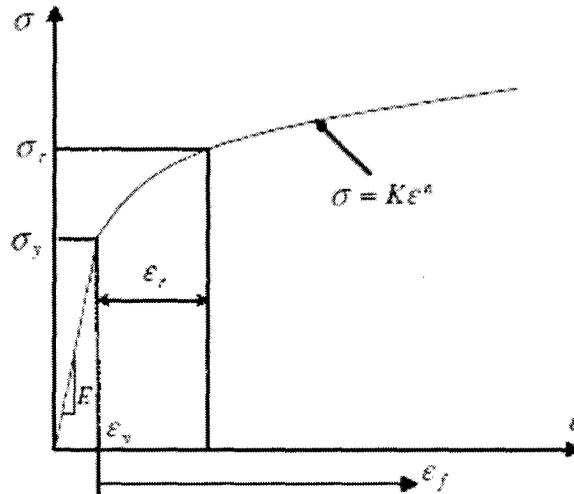


Figure 20. Schématisation de la loi linéaire pour le domaine élastique et de la loi de puissance liant la contrainte et la déformation dans le domaine plastique.

L'analyse des courbes de traction permet, dans un premier temps, de mesurer les propriétés nominales de traction comme la limite d'élasticité, la résistance maximum, le module d'élasticité, l'allongement à la rupture, donnant ainsi des renseignements sur la nature ductile ou fragile des matériaux. Pour une analyse plus fine de la partie plastique de déformation, au-delà de la limite d'écoulement, il est nécessaire de procéder à des adaptations car la contrainte nominale et la déformation conventionnelle ne représentent pas réellement le comportement du fait que la section de l'éprouvette varie au cours de l'essai. Un calcul simple permet alors d'obtenir la contrainte vraie $\left(\sigma_v = \sigma \left(1 + \frac{L - L_0}{L_0} \right) \right)$ et la déformation vraie $\left(\varepsilon_v = \ln \left(1 + \frac{L - L_0}{L_0} \right) \right)$ à partir des seules données expérimentales (σ, ε) . L'analyse de l'allure de la courbe de déformation plastique permet d'obtenir des informations sur le comportement du matériau et sur les mécanismes de déformation plastique, dont l'écroutissage et la modification du réseau de dislocations.

Dans le domaine élastique où la contrainte varie linéairement avec la déformation, la contrainte est proportionnelle à la déformation selon la loi de Hooke :

$$\sigma = E\varepsilon \text{ pour } \sigma \leq \sigma_y \quad (54)$$

où E est le module d'élasticité et σ_y la limite élastique sont exprimés en MPa.

Dans le domaine plastique, au-delà de la déformation limite ε_y , plusieurs relations existent pour exprimer la loi de comportement. La plus connue est sans doute la loi de Hollomon [106] qui relie la contrainte à la déformation par une loi puissance de la forme :

$$\sigma = K\varepsilon_f^n \text{ pour } \sigma > \sigma_y \quad (55)$$

avec n le coefficient d'écroutissage et K le coefficient de résistance sont exprimés en MPa.

Cette relation, de par sa simplicité, est largement utilisée même si d'autres sont plus précises dans certaines situations. Cette relation permet en outre de donner les valeurs du coefficient de résistance plastique, K , et du coefficient d'écroissage, n . Pour assurer la continuité entre les deux domaines, c'est-à-dire lorsque $\sigma = \sigma_y$, K et n doivent être reliés par la relation :

$$K = \sigma_y \left[\frac{E}{\sigma_y} \right]^n \quad (56)$$

Si l'on considère ε_y la déformation équivalente obtenue pour la contrainte égale à la limite élastique, alors :

$$\sigma_y = E\varepsilon_y = K\varepsilon_y^n \quad (57)$$

Dans le domaine plastique, la déformation totale effective, ε , est constituée de deux termes, ε_y et ε_p tels que:

$$\varepsilon = \varepsilon_y + \varepsilon_p \quad (58)$$

où ε_p est la partie non linéaire de la déformation totale effective accumulée au-delà de la limite ε_y . ε_p est aussi appelée déformation plastique.

Grâce aux **équations (57) et (58)**, et quand $\sigma > \sigma_y$, l'**équation (55)** devient :

$$\sigma = \sigma_y \left(1 + \frac{E}{\sigma_y} \varepsilon_p \right)^n \quad (59)$$

Ainsi, la courbe de traction peut être construite à partir des seules données E , σ_y et n ou E , σ_y et K .

Pour certains matériaux, ces coefficients ne suffisent pas pour décrire complètement tous les stades de déformation plastique rencontrés. Dans une étude mécanique sur la nitruration d'aciers, Lesage et *al.* [107], ont vérifié puis validé la relation d'Hollomon dans un diagramme bi-logarithmique. Pour le matériau nitruré, la loi d'Hollomon s'écarte des points expérimentaux ce qui montre l'existence de deux domaines de déformation. Ils en ont conclu que les seuls coefficients K et n ne suffisent pas à décrire les phénomènes observés car ils induisent une discontinuité dans la dérivée. Alors, ils s'appuient sur les relations proposées par d'autres auteurs comme Swift et Ludwig [108-110] qui ont modifié la loi d'Hollomon pour prendre en compte de tels phénomènes. Ces auteurs proposent des modèles mathématiques capables de mieux renseigner sur les différents stades de déformation plastique. Partant de la courbe vraie de traction (σ_v en fonction de ε_v), ils font apparaître le taux de consolidation, défini comme la dérivée de la courbe vraie, qu'ils écrivent en fonction de la contrainte vraie ou de la déformation vraie. Comme les auteurs préfèrent une représentation linéaire, ils proposent d'étudier la relation suivante après une transformation

logarithmique :

$$\ln\left(\frac{d\sigma_v}{d\varepsilon_v}\right) = f(\ln\sigma_v) \text{ ou } f(\ln\varepsilon_v) \quad (60)$$

Celle-ci étant appliquée aux relations de Swift et de Ludwig [108], on obtient :

$$\sigma_v = K_S(\varepsilon_0 + \varepsilon_v)^{n_S} \text{ soit } \ln\left(\frac{d\sigma_v}{d\varepsilon_v}\right) = \ln n_S + \frac{1}{n_S} \ln K_S + \frac{n_S - 1}{n_S} \ln \sigma_v \quad (61)$$

$$\sigma_v = \sigma_0 + K_L \varepsilon_v^{n_L} \text{ soit } \ln\left(\frac{d\sigma_v}{d\varepsilon_v}\right) = \ln(n_L K_L) + (n_L - 1) \ln \varepsilon_v \quad (62)$$

De plus, Lesage et al. [107] établissent une relation simple qui relie les coefficients d'écroissage des différentes lois montrant ainsi une cohérence dans les modèles. Elle permet donc de valider l'une ou l'autre des relations utilisées :

$$n_H = n_S \left(\frac{n_L - 1}{n_S - 1} \right) \quad (63)$$

Cependant, le choix d'une relation mathématique par rapport à une autre, pour représenter l'évolution des points expérimentaux, n'est pas facile, étant donné que les significations physiques des différents coefficients reposent globalement sur les mêmes critères. Pour leurs parts, Son et al. [111] mettent en évidence ce problème dans l'étude en traction d'aciers biphasés constitués des microstructures ferritique et martensitique dont les propriétés mécaniques, en particulier celles de traction, peuvent être très différentes. Ces auteurs ont montré que l'analyse déduite de la relation de Ludwig n'est pas suffisante pour différencier le comportement de durcissement découlant de la taille, de la distribution et de la fraction volumique de ferrite et de martensite. Toutefois, l'essai de traction reste un essai mécanique intéressant par les nombreuses caractéristiques qu'il permet d'obtenir. Il est cependant un essai long à mettre en œuvre comparativement à l'essai d'indentation. C'est pourquoi de nombreux auteurs se sont intéressés à la détermination de la courbe de traction à partir d'un essai d'indentation employant une bille.

C.4.2 Relation entre indentation et traction.

C.4.2.1 Analyse dimensionnelle.

L'analyse dimensionnelle est un des outils qui permet d'obtenir la réponse en indentation. En effet, elle permet de déterminer les paramètres qui décrivent les courbes charge-décharge et de limiter leurs nombres par une analyse qui utilise un théorème adapté. Ainsi, pour une indentation réalisée avec un pénétrateur sphérique, Cao et al. [112] suggèrent l'analyse dimensionnelle suivante en donnant à la charge une fonction complexe de plusieurs paramètres. En effet, pendant l'essai d'indentation sur un matériau élasto-plastique et au-delà de la limite élastique, la charge P doit être

une fonction des paramètres suivants :

- Le module d'élasticité (E) et le coefficient de Poisson (ν) du matériau,
- Le module d'élasticité (E_i) et le coefficient de Poisson (ν_i) du pénétrateur,
- La limite élastique (σ_y),
- Le coefficient d'érouissage (n),
- La profondeur de pénétration (h),
- Le rayon de l'indenteur (R).

Le formalisme mathématique se traduit par une fonction générale du type :

$$P = f(E, \nu, E_i, \nu_i, \sigma_y, n, h, R) \quad (64)$$

En utilisant le module d'élasticité réduit de l'équation (34), la relation (64) devient :

$$P = f(E_r, \sigma_y, n, h, R) \quad (65)$$

Pour développer cette approche, il est nécessaire d'introduire le théorème, noté Π , qui décrit de quelle manière des équations physiques comportant k variables peuvent être réécrites en une équation équivalente comportant $k-m$ paramètres sans dimension, où m est le nombre d'unités fondamentales utilisées. Ce théorème est un théorème clé dans l'analyse dimensionnelle car il fournit une méthode pour calculer ces paramètres sans dimension à partir des variables données, même si la forme de l'équation est inconnue. L'application de ce théorème à l'équation (65) permet, à Cao et al. [112] entre autres, d'écrire dans la phase de chargement les paramètres F et h_c de la manière suivante :

$$F = Eh^2 \prod_{\alpha} \left(\frac{\sigma_y}{E}, \nu, n, \theta \right) \quad (66)$$

$$h_c = h \prod_{\beta} \left(\frac{\sigma_y}{E}, \nu, n, \theta \right) \quad (67)$$

où \prod_{α} et \prod_{β} sont des fonctions sans dimension de quatre paramètres : $\frac{\sigma_y}{E}$, ν , n et θ

l'angle au sommet de l'indenteur.

Plusieurs observations peuvent être faites. Tout d'abord, la force exercée sur l'indenteur, F , est proportionnelle au carré du déplacement du pénétrateur, h . La seconde remarque est que la profondeur de contact, h_c , est proportionnelle au déplacement, h . En conséquence, la dureté est indépendante du déplacement h et de la force F . De plus, cette analyse traduit le fait que pour un indenteur donné ayant un angle θ et pour un certain matériau dont le coefficient de Poisson est connu, le comportement des courbes charge-décharge peut être décrit par les paramètres $\frac{\sigma_y}{E}$ et n .

Etant donné que le déchargement suit le chargement pour lequel l'indenteur a atteint une profondeur maximale h_m , l'équation pour décrire les courbes de déchargement est de la forme :

$$F = Eh^2 \prod_{\gamma} \left(\frac{\sigma_y}{E}, \frac{h}{h_{\max}}, \nu, n, \theta \right) \quad (68)$$

où \prod_{γ} est une fonction sans dimension à cinq paramètres : $\frac{\sigma_y}{E}$, $\frac{h}{h_{\max}}$, ν , n et θ .

Comme il n'existe aucune solution analytique au problème de l'indentation sur un solide élasto-plastique, des simulations par éléments finis ont été menées pour déterminer ces différentes fonctions. Les résultats des calculs ont confirmé la relation de proportionnalité entre F et h^2 pour un solide homogène, celui-ci ayant ou non un durcissement par écrouissage. De plus, les calculs ont montré une relation reliant les deux échelles entre F/Eh^2 et σ_y^*/E où $\sigma_y^*=(\sigma_y/K)^{1/2}$ qui peut être défini comme la limite d'écoulement effective du matériau. En conséquence, il est possible de déterminer σ_y^* en connaissant le module d'élasticité E . De la même manière, E peut être déterminé si σ_y^* est connu [112].

C.4.2.2 Relations pression – déformation.

En dureté, l'hypothèse que la surface de contact varie dans une faible proportion lors de la phase du déchargement est généralement admise. La dureté s'obtient alors à partir de l'empreinte rémanente. En pratique, cette hypothèse n'est pas toujours justifiée car dans les cas de matériaux fortement anisotropes ou présentant une composante élastique importante, la surface de l'empreinte peut être différente de la surface de contact sous charge. Pour éviter ce problème, la mesure de dureté sous charge a été introduite :

$$H = \frac{P_{\max}}{\pi a^2} \quad (69)$$

où P_{\max} est la charge maximum et a , le rayon de contact entre l'indenteur et le matériau.

Dans un souci de simplification, les premières hypothèses ont été construites sur des résultats d'indentation effectués avec un pénétrateur sphérique. Ainsi, Hertz [54] a démontré que, pour de petits déplacements, c'est-à-dire lorsque $2h_f R \gg h_f^2$, différentes relations étaient applicables comme :

$$h_m = 2h_f \quad (70)$$

La seconde expression qui relie la charge P au rayon de contact a s'écrit :

$$P = \frac{4E_r a^3}{3R} \quad (71)$$

avec E_r le module de Young réduit (équation (35)), a le rayon de contact et R le rayon de l'indenteur bille.

En combinant les deux équations d'Hertz, on obtient :

$$P = \frac{8\sqrt{2}}{3} E_r \sqrt{Rh_f}^{3/2} \quad (72)$$

Cette expression présente deux avantages, tout d'abord, elle permet de déterminer le point de contact mais aussi de définir la limite d'application car la théorie d'Hertz prévoit de petits déplacements. Elle n'est vraie que pour des situations élastiques.

D'après Meyer [88], la pression de contact H (équation (69)) varie en fonction du rayon contact selon une simple loi puissance comme :

$$\frac{P_{\max}}{\pi a^2} = \kappa \left(\frac{a}{D} \right)^n \quad (73)$$

où D est le diamètre de l'indenteur, κ et n sont des constantes liées à la nature du matériau.

Après avoir analysé des résultats expérimentaux, Tabor [29] trouve une relation entre le paramètre κ de l'équation (73) et le paramètre K de la loi de comportement de Hollomon (équation (55)). Cette relation est :

$$\frac{\kappa}{K} = \psi \xi^n \quad (74)$$

où ψ et ξ dépendent de la nature du matériau.

Tabor [29] combine alors la relation (74) et la dureté pour établir l'équation suivante, reliant ainsi les déformations à la dureté :

$$\frac{P}{\pi a^2} = \psi K \left(\frac{\xi a}{D} \right)^n = 2,8 \cdot K \varepsilon_c^n \quad (75)$$

où la déformation ε_c correspondant à la déformation mesurée au voisinage du contact entre la bille et le matériau, que Tabor [29] définit comme une déformation caractéristique égale à :

$$\varepsilon_c = 0,4 \frac{a}{D} \quad (76)$$

Cette valeur a été confirmée par de nombreuses études de modélisation de l'indentation par éléments finis [35, 113].

Par ailleurs, Tabor [29] a observé que la limite apparaît lorsque la pression moyenne divisée par la limite élastique est approximativement égale à 1,07, ce qui se traduit par :

$$\frac{H}{\sigma_y} \approx 1,07 \quad (77)$$

Il a aussi remarqué que les déformations vraies et les contraintes vraies dans le cas d'un essai de traction uni axiale sont équivalentes aux déformations et contraintes d'indentation :

$$\sigma_{\text{indentation}} \approx \frac{H}{3} \approx \sigma_{\text{uniaxiale}} \quad (78)$$

$$\varepsilon_{\text{indentation}} \approx \frac{0,2.a}{R} \approx \varepsilon_{\text{uniaxiale}} \quad (79)$$

où H est la pression de contact moyenne, a le rayon de contact et R le rayon de l'indenteur.

Ces deux équations sont valables dans le cas d'un contact plastique. Basé sur les travaux de Mesarovic et Fleck [114], ce régime plastique apparaît quand :

$$\frac{a}{R} \approx 0,16 \quad (80)$$

indépendamment de l'amplitude des paramètres sans dimension $\frac{\sigma_y}{E_r}$ et du coefficient de Poisson.

Cependant, Tabor [29] remarque que les courbes contrainte / déformation obtenues à partir des équations (78) et (79) ne coïncident pas avec celles de l'expérience pour de faibles charges. D'après l'auteur, le paramètre ψ n'est constant que lorsque l'on dépasse une charge critique correspondant à l'état du matériau purement plastique.

En utilisant le modèle de cavité, Johnson [37] a montré pour un matériau élasto-plastique parfait que, lorsque son état n'est pas purement plastique, la pression normalisée de la limite élastique σ_y peut être exprimée par :

$$\psi = \frac{H}{\sigma_y} = \frac{2}{3} \left[1 + \ln \left(\frac{E_r \cdot \tan \beta}{3\sigma_y} \right) \right] \quad (81)$$

où β est l'angle entre la surface d'un pénétrateur conique et celle du matériau indenté. E_r est le module réduit.

De plus, pour un pénétrateur sphérique, on peut écrire que $\tan \beta \equiv \frac{a}{R}$ pour $\frac{a}{R} \ll 1$.

En remplaçant dans l'équation (81) la contrainte d'écoulement, σ_y , par une contrainte caractéristique, σ_c , associée à une déformation caractéristique, ε_c (équation (76)), la pression moyenne, H, peut être calculée pour différentes lois de comportement et différents types d'indenteur. Ainsi, Nayebi [86] a rassemblé sur un même graphique (figure 21) les résultats obtenus par cette théorie. De plus, il compare différents résultats expérimentaux et/ou numériques.

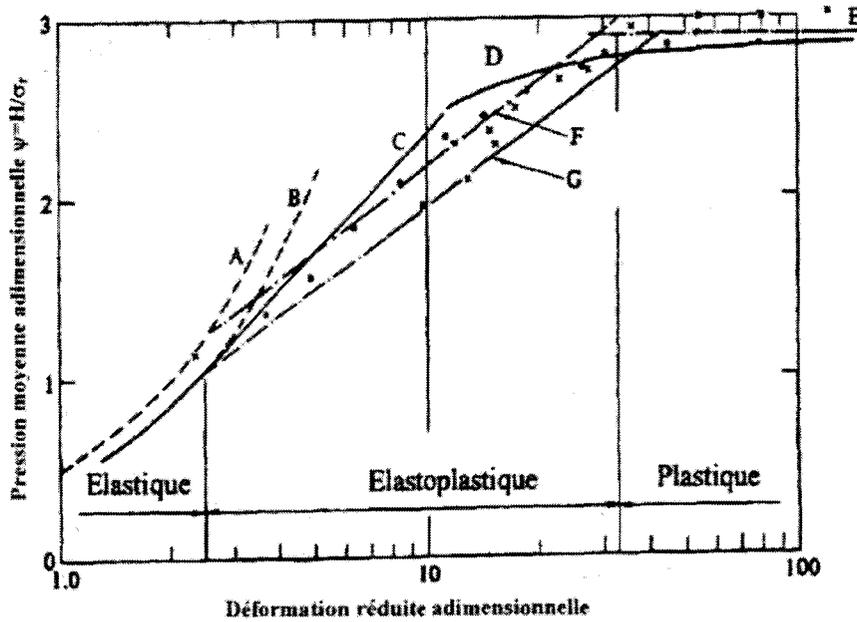


Figure 21. Indentation d'un matériau homogène élasto-plastique par des sphères et des cônes [86] : Théorie de Hertz (A : cônes, B : sphères), Eléments finis (C et D), Modèle de la cavité sphérique (F : cônes, G : sphères), Champs des lignes de glissements pour un matériau rigide plastique indenté par une sphère (E), Points expérimentaux (croix : indenteur pyramidal, cercle : indenteur sphérique).

Cette figure montre que lorsque la déformation adimensionnelle $\frac{E_r \cdot \tan \beta}{\sigma_c}$ se situe dans le domaine purement plastique, la valeur du paramètre ψ vaut 2,8, valeur que l'on retrouve dans l'équation (75) de Tabor [29].

Sundararajan et Tirupataiah [113] montrent à l'aide de résultats expérimentaux que la valeur de ψ dans ce domaine n'est pas toujours égale à 2,8. Elle peut être par exemple de 2,44 pour l'aluminium et 3,06 pour un acier dont la dureté est de 260 HV. La valeur de ψ est donc dépendante du matériau et peut être exprimée en fonction des paramètres n et K de la loi de comportement. On trouve alors :

$$\psi = \left(\frac{3}{1 + 0,5 \cdot n} \right) \left(\frac{K}{900} \right)^{\frac{n}{2}} (1,415)^n \text{ pour } K < 900 \text{ MPa}$$

$$\psi = \left(\frac{3}{1 + 0,5 \cdot n} \right) (1,415)^n \text{ pour } K \geq 900 \text{ MPa}$$
(82)

Hill et al. [31] démontrent que la solution générale du problème peut être déterminée par similitude, c'est-à-dire que la géométrie, les champs de contraintes et de déformation en cours d'essai sont dérivables d'une unique solution. Par exemple, en ce qui concerne une bille, la loi

d'échelle proposée est :

$$\frac{F}{a^2 \pi \sigma_y} = \alpha \left(\frac{2a}{D \varepsilon_y} \right)^n \text{ et } a^2 = C^2 h D \quad (83)$$

où σ_y est la limite élastique, ε_y la déformation correspondante à la limite élastique, h le déplacement de l'indenteur, n le coefficient d'écrouissage, α et C sont des constantes dépendantes du matériau qui peuvent être calculées numériquement.

Ce constat a permis à Mesarovic et Fleck [114] de tracer une carte de plasticité calculée par éléments finis pour des contraintes d'écoulement et des coefficients d'écrouissage différents (figure 22).

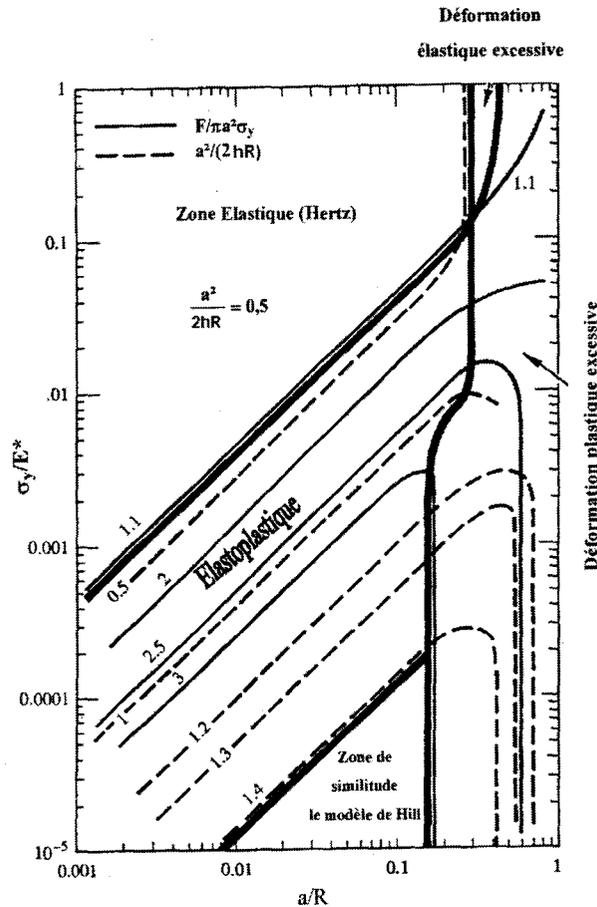


Figure 22. Carte des différentes zones de mécanismes de déformation obtenue pour une indentation parfaite (sans frottement) sur un matériau élasto-plastique parfait (E^* module réduit E^* ou E_r) [112].

Pour comprendre la lecture de cette carte, prenons en exemple un rapport $\frac{\sigma_y}{E_r}$ de l'ordre de 10^{-3} .

Ainsi, lorsque le rapport $\frac{a}{R}$ augmente, la réponse du matériau à l'indentation est telle que la

solution du problème est successivement élastique, élasto-plastique puis plastique excessive. Si l'on considère un rapport de 10^{-4} la réponse est tout de suite élasto-plastique avant d'être déterminée par similitude pour ce domaine de déformation puis de passer dans le domaine plastique excessif. Finalement, lorsque le rapport de la contrainte par la déformation est très élevé, la réponse se situe dans une zone que les auteurs considèrent comme une zone de déformation plastique excessive pour laquelle les hypothèses posées lors de la modélisation par éléments finis ne sont plus applicables.

C.4.2.3 Propriétés plastiques.

Comme il a été montré précédemment, la dureté permet de remonter aux propriétés mécaniques telles que la limite élastique ou une contrainte caractéristique calculée pour une valeur de déformation plastique donnée. En se basant sur les travaux de Tabor [29], Sundararajan et Tirupataiah [113] utilisent une relation entre la dureté et la contrainte correspondante à la déformation caractéristique fournie par Tabor [29] de manière à obtenir la courbe de traction. Cette relation est :

$$H = \psi \cdot \sigma(\varepsilon) \quad (84)$$

où ψ est un paramètre dépendant du matériau.

En effectuant plusieurs essais de dureté avec des charges d'indentation différentes et avec une bille et pour une valeur connue de ψ , la courbe σ - ε a pu être calculée et comparée à celle obtenue par essai de traction quasi statique ou dynamique. L'inconvénient de cette méthode est qu'elle est assez longue, compte tenu que chaque point de la courbe nécessite un essai de dureté. Il existe deux types de méthodes qui permettent de déterminer la courbe de traction d'un matériau :

- Des méthodes de construction point par point,
- Des méthodes basées sur la loi de comportement du matériau.

En ce qui concerne la construction des courbes point par point, une méthode a été proposée par Robinson et Trum [115] pour un matériau indenté en utilisant une sphère. A partir des déplacements élastiques au déchargement, et en appliquant la théorie de Hertz, les auteurs déterminent dans un premier temps la contrainte moyenne et la déformation élastique sous une bille à partir des deux équations suivantes :

$$\varepsilon_e = \left[(D^{-1} - D_p^{-1}) h_f \right]^{\frac{1}{2}} \quad (85)$$

$$\sigma = \frac{8\pi}{3\sqrt{2}} E_r \varepsilon_e \quad (86)$$

où D_p est le diamètre de l'empreinte calculé à l'aide de la théorie de Hertz, D le diamètre de l'indenteur sphérique, E_r le module d'élasticité réduit et h_f la profondeur liée au retour élastique de la surface.

La déformation est supposée égale à :

$$\varepsilon_p = \left(\frac{h_c}{D} \right)^{\frac{1}{2}} \quad (87)$$

où h_c est obtenue en retranchant le retour élastique h_f au déplacement total h_{\max} .

La courbe de traction relative à un alliage d'aluminium a pu ainsi être déterminée en effectuant plusieurs chargements et déchargements avec un indenteur sphérique. La critique qui a pu être faite sur ce modèle est que l'équation utilisée pour la déformation plastique n'a pas été validée comme l'a été celle de Tabor [29] par exemple.

Les méthodes basées sur la déformation de Tabor [29], comme celle présentée par Sundararajan et Tirupataiah [113], ne permettent pas d'obtenir une courbe de traction au-delà d'une déformation de 20 %. Pour contourner ce problème, Taljat *et al.* [116] ont déterminé, à l'aide de la méthode par éléments finis, les déformations maximales et minimales sur la surface de contact d'une bille en fonction du rapport $\frac{2a}{D}$ avec $2a$ le diamètre de contact. Deux nouvelles relations entre les déformations plastiques et les paramètres de l'indenteur sont proposées :

$$\varepsilon_{p,\max} = \left(0,5n + \frac{1,44}{\sqrt{n+0,1}} - 1,6 \right) \left(\frac{2a}{D} \right) \quad (88)$$

$$\varepsilon_{p,\min} = \left(0,87n + \frac{1,47}{\sqrt{n+0,36}} - 2 \right) \left(\frac{2a}{D} \right)^{(2,45-0,85n)} \quad (89)$$

où n est le coefficient d'écroissage du matériau.

Toujours en s'inspirant des travaux de Tabor [29], les auteurs proposent un paramètre équivalent à celui de l'équation (71) pour déterminer les contraintes correspondantes aux déformations minimales et maximales à l'aide des équations de C^2 :

$$\sigma = \frac{4P}{\pi d^2 \psi_{\min \text{ ou } \max}}$$

$$\psi_{\min} = (3,65 - 4,30.n^2 + 4,36.n^3) \left(\frac{2a}{D} \right)^{(-3,18.n^2 + 2,89.n^3)} \quad (90)$$

$$\psi_{\max} = -0,81 + \frac{2}{\sqrt{n+0,2}}$$

où P est l'effort d'indentation et d le diamètre de contact.

Cependant, il est nécessaire de connaître le coefficient d'écroissage n du matériau que les auteurs déterminent à partir de la loi de Meyer ($P=kd^m$ avec $n=m-2$). Mais, comme il a été démontré par Mesarovic et Fleck [114], cette loi n'est applicable que lorsque le mode de déformation est purement plastique. Il n'est donc valable que sur une seule partie de la courbe charge-déplacement. Les méthodes que nous présentons maintenant sont celles qui prennent en

compte la loi de comportement du matériau. On les distinguera en fonction du type de pénétrateur utilisé : cône, pyramide Vickers ou bille. Parmi les méthodes développées, on peut citer celle de Jayaraman *et al.* [117] basée sur l'utilisation de plusieurs indenteurs coniques avec des angles au sommet différents et des relations empiriques obtenues à l'aide du calcul par éléments finis. Les relations empiriques permettent de calculer pour chaque cône une déformation plastique représentative et la contrainte correspondante obtenue par l'application d'une pression moyenne H . L'utilisation de ces relations à partir de la charge, du déplacement maximum pour chaque essai et de la pente lors de la décharge, permet d'obtenir un point de la courbe σ - ϵ . En considérant les différents points obtenus, la courbe est alors construite par optimisation des paramètres de la loi de comportement choisie. Une autre méthode a été développée par Futakava *et al.* [118] qui utilisent trois indenteurs coniques. A partir des différentes relations obtenues, ils identifient les trois paramètres de la loi de comportement à partir de trois courbes d'indentation. Outre le fait qu'elles sont essentiellement empiriques, ces trois méthodes nécessitent plusieurs essais d'indentation en continu. Mais, la plupart des méthodes de détermination des courbes de traction se font par l'intermédiaire d'un indenteur sphérique [51, 115, 116]. Le principe général de ces méthodes consiste à :

- Déterminer le rayon de contact réel entre l'indenteur et le matériau [115], ou le rayon de l'empreinte rémanente [117] à partir de relations empiriques proposées par Kurcharsky [119] ou obtenus à l'aide du calcul par éléments finis [115-117].
- Déterminer la relation entre la contrainte correspondante à une déformation représentative et la pression appliquée en utilisant les résultats de Tabor [29].
- Identifier les paramètres de la loi de comportement à l'aide des relations proposées et de la courbe d'indentation obtenue.

Il est nécessaire de garder en mémoire le fait que ces méthodes ont chacune leur spécificité vis à vis du matériau, des formules empiriques utilisées et des calculs par éléments finis.

C.5 Indentation instrumentée de matériaux à gradients de propriétés.

Dans le cas de matériaux à gradients de propriétés mécaniques, en particulier pour la dureté, le problème de l'indentation est plus complexe car le matériau change à chaque incrément de charge. Les premiers travaux effectués dans ce domaine concernent l'indentation d'un matériau dont le comportement élasto-plastique évolue en fonction de la profondeur. Ces travaux sont rappelés par Nayebi [86]. Le travail théorique de Giannakopoulos [120] concerne l'indentation en déformation plane d'un matériau à gradient de propriétés mécaniques. Cependant, la solution en déformation plane n'est pas applicable pour les essais d'indentation utilisés. Nayebi propose alors une méthode qui a été validée sur des échantillons nitrurés. Dans un premier temps, il caractérise le matériau homogène en utilisant la loi d'Hollomon sous la forme :

$$\sigma = K\varepsilon^n = \frac{\varepsilon^n \sigma_y}{(\sigma_y/E)^n} \quad (91)$$

où ε est la déformation totale et n le coefficient d'érouissage.

Il détermine la relation entre la charge appliquée, P , et le déplacement de l'indenteur, h , de la forme :

$$h = A(\sigma_y, n) F^{B(\sigma_y, n)} \quad (92)$$

où les fonctions A et B dépendent de la limite élastique et du coefficient d'érouissage. Ces fonctions sont déduites des résultats du calcul par éléments finis sur divers matériaux.

Ainsi, pour des intervalles de 200 à 1600 MPa pour σ_y et de 0,07 à 0,25 pour le coefficient n , les fonctions A et B s'écrivent :

$$\begin{aligned} A &= \left[(3294 + 22170 \cdot \sigma_y^{0,8}) e^{2,9n\sigma_y} \right]^{-n} \\ B &= \left[(-0,151 \cdot \sigma_y + 0,609n) + 0,09\sigma_y + 0,975 \right]^{-1} \end{aligned} \quad (93)$$

où la contrainte σ_y est en MPa, la charge P en N et le déplacement h en mm.

Pour la caractérisation d'un matériau hétérogène, Nayebi [86] considère deux régions dans la couche nitrurée qu'il différencie de la manière suivante. La première a une épaisseur e_1 et correspond à une zone où la dureté peut être considérée constante et la seconde d'épaisseur e_2 où la dureté diminue de façon linéaire. En considérant la pression moyenne H , un rayon de contact égal à \sqrt{Dh} et en normalisant les paramètres, il détermine une relation de la variation de la pression moyenne en fonction de la profondeur telle que :

$$\frac{H^{Gm}}{H^S} = 1 + \left(\frac{H^{Surf}}{H^S} - 1 \right) \exp \left(- \frac{a - C_0}{C_1 e_1 + C_2 e_2} \right) \quad (94)$$

où H^{Gm} , H^{Surf} et H^S sont respectivement les pressions moyennes du matériau à gradient, de la surface et du substrat. C_0 , C_1 et C_2 sont des polynômes définis par :

$$\begin{aligned} C_0 &= a_3 \frac{(f(e_1, n))^3}{R^2} + a_2 \frac{(f(e_1, n))^2}{R} + a_1 \cdot f(e_1, n) + a_0 \\ C_1 &= b_2 \left(\frac{e_1}{R} \right)^2 + b_1 \left(\frac{e_1}{R} \right) + b_0 \\ C_2 &= d_2 \left(\frac{e_2}{R} \right)^2 + d_1 \left(\frac{e_2}{R} \right) + d_0 \\ f(e_1, n) &= \left(\frac{R[5 - 3n^{0,7}]}{2} e_1 \right)^{\frac{1}{2}} \end{aligned} \quad (95)$$

où a_i , b_i et d_i sont des constantes et R le rayon de l'indenteur bille.

Les épaisseurs e_1 et e_2 sont ensuite déterminées expérimentalement en choisissant des valeurs des épaisseurs telles que ces valeurs minimisent la fonction erreur suivante :

$$\text{Erreur} = \sqrt{\sum_i \left[\left(\frac{H^{Gm}}{H^S} \right)_i^{\text{Exp}} - \left(\frac{H^{Gm}}{H^S} \right)_i^{\text{Theo}} \right]^2} \quad (96)$$

où les rapports de dureté sont des rapports de pressions moyennes expérimentales et théoriques calculés à diverses profondeurs h_i .

Par ailleurs, Elghazal *et al.* [121] ont effectué des travaux sur des matériaux nitrurés et cimentés sur lesquels ils ont décrit la profondeur de pénétration résiduelle comme une fonction puissance de la charge :

$$h_f = \alpha P_{\text{max}}^\beta \quad (97)$$

où les coefficients α et β sont calculés pour chaque échantillon cimenté ou nitruré.

Une méthode inverse permet ensuite de retrouver les propriétés de la loi de comportement à partir des paramètres α et β .

D Courants de Foucault.

Pour caractériser la décarburation, nous proposons d'étudier et d'appliquer une méthode qui s'appuie sur les variations des propriétés électromagnétiques des aciers dues à la présence de défauts ou de changements microstructuraux. Cette méthode présente l'avantage d'être non destructive et donc de pouvoir être utilisée industriellement si son applicabilité à la caractérisation de la zone décarburrée est suffisamment sensible. Pour nous conforter dans notre choix, on s'appuie aussi sur le fait que différents auteurs ont montré une correspondance entre la teneur en carbone et la réponse en termes de courants de Foucault [122, 123]. La **figure 23**, extraite des travaux de Uchimoto et *al.* [124], montre la relation entre la dureté Vickers et le signal de sortie des courants de Foucault pour une fonte grise ductile.

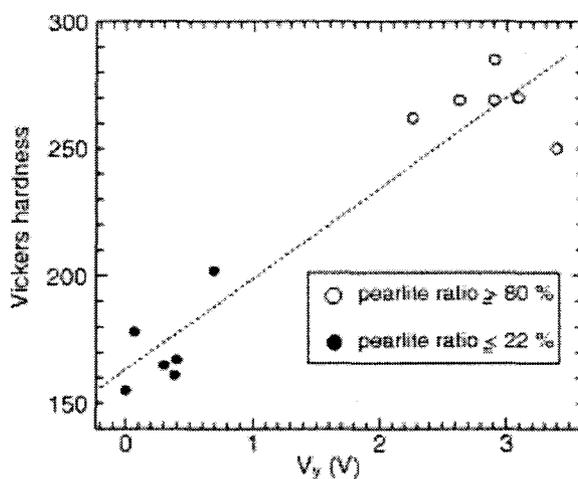


Figure 23. Relation Dureté / Signal de sortie des courants de Foucault (cas d'une fonte grise).

Dans ce chapitre, nous rappelons d'abord brièvement les principes de base de l'électromagnétisme, avant de nous attarder sur les paramètres qui influencent la mesure.

D.1 Principe des courants de Foucault.

Lorsqu'un matériau conducteur est placé en contact ou au centre d'une bobine dans laquelle circule un courant alternatif, le plus souvent sinusoïdal, des courants induits appelés, courants de Foucault (CF) apparaissent dans le matériau. Ces courants sont régis par les lois de Maxwell [125-130] telles que :

$$\begin{cases} \text{rot}\vec{A} = \vec{J} + \frac{\partial\vec{D}}{\partial t} \\ \text{div}\vec{B} = 0 \\ \text{rot}\vec{E} = -\frac{\partial\vec{B}}{\partial t} \end{cases} \quad (98)$$

où \vec{A} et \vec{B} sont les vecteurs de champ et d'induction magnétiques, \vec{E} et \vec{D} , les vecteurs de champ et d'induction électriques et \vec{J} le vecteur densité de courant.

De plus, ces vecteurs sont liés entre eux par des coefficients comme le montre les équations suivantes :

$$\begin{cases} \vec{B} = \mu(A).\vec{A} \\ \vec{D} = \zeta.\vec{E} \\ \vec{J} = \lambda.\vec{E} \end{cases} \quad (99)$$

où μ la perméabilité absolue pour un champ A, λ est la conductivité et ζ la permittivité.

Ces équations trouvent une solution dans deux cas concrets, dans une plaque ou dans un cylindre. Dans ces conditions, si l'on considère que les paramètres électromagnétiques sont constants et que le corps conducteur est isotrope et homogène, la densité de courant pour un courant d'excitation sinusoïdal de pulsation ω , pour un cylindre de rayon R et de longueur infinie, est égale à :

$$J(r) = N.l.k \frac{J_1(kr)}{J_0(kR)} \left[\cos \omega t + Y_1(kr) - Y_0(kR) + \frac{3\pi}{4} \right] \quad (100)$$

où J est la densité de courant (intensité par unité de surface traversée par le courant), N le nombre de spires de la bobine. J_0 , Y_0 , J_1 , Y_1 sont les fonctions de Bessel de 1^{ère} et 2^{nde} espèces d'ordre 0 et 1, et $k = \sqrt{\omega\mu.\lambda}$ et $I = I_0.\sin(\omega t)$ où I est l'intensité du courant variant en fonction du temps.

D.2 Application au contrôle non destructif.

Pour réaliser une expérience, il est nécessaire de définir le type de défaut que l'on souhaite mesurer car sa géométrie et sa taille influencent les résultats de l'expérience. En effet, par rapport à une pièce saine, la présence d'un défaut modifie la circulation des courants de Foucault et les pertes énergétiques modifient le signal mesuré à sa sortie. L'étude de la transformée de Fourier nous permet alors de déterminer les amplitudes et les phases des harmoniques du signal perturbé par une décomposition fréquentielle du signal. Les paramètres de mesure sont de trois types :

- i. les paramètres de couplage entre la bobine et l'échantillon,
- ii. les paramètres liés aux propriétés du matériau,
- iii. les paramètres électriques permettant la création de courants induits.

Concernant les paramètres liés à l'instrumentation, il est nécessaire, dans une mesure par courants de Foucault, de bien connaître le type et les dimensions de la bobine d'excitation. Le plus souvent, les bobines sont de contact ou plates, encerclantes ou internes (**figure 24**).

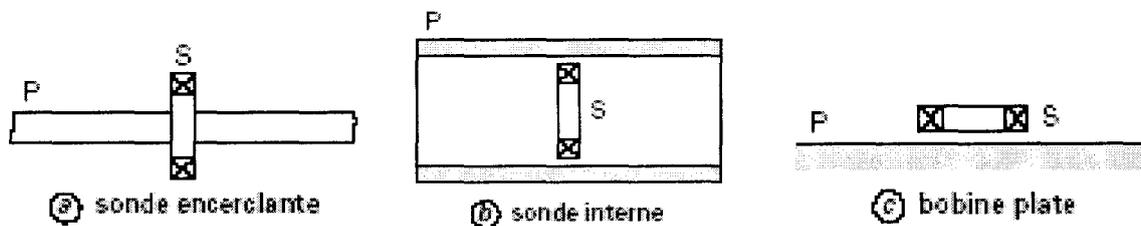


Figure 24. Types de bobines (P : produit contrôlé, S : sonde).

Dans le cas des bobines de contact, la distance entre la bobine et le produit est un paramètre important. Pour les bobines encerclantes ou internes, c'est le coefficient de remplissage qui est le paramètre le plus représentatif.

Pour les paramètres liés au matériau, il s'agit principalement de la conductivité électrique (λ) et de la perméabilité magnétique (μ) qui subissent des variations locales. Ces variations ne sont généralement pas prévisibles, mais elles sont principalement liées aux modifications de structures de l'échantillon. Dans le cas d'un acier, la nuance, les traitements thermiques et thermochimiques (austénitisation, trempe, revenu, cémentation, ...) ainsi que les traitements mécaniques (grenailage, ...) influencent le signal de sortie et peuvent être contrôlés par les courants de Foucault. En effet, les aciers présentent le ferromagnétisme du fer. Contrairement aux alliages magnétiques doux (FeSi, FeNi, ...), les aciers sont des solutions solides complexes et leurs propriétés dépendent du mélange des phases. Généralement, l'une des phases est dispersée dans la matière ferromagnétique et il se produit un ancrage des parois de Bloch (sens du courant au niveau du grain), ce qui conduit à des champs coercitifs H_c intermédiaires entre ceux des alliages doux et ceux des aimants, tel que $100 < H_c < 10^4 \text{ A.m}^{-1}$. De plus, il y a un accroissement du durcissement magnétique (baisse de la perméabilité (μ) et augmentation du champ coercitif (H_c)) des aciers alliés en fonction de la teneur en carbone (figure 25).

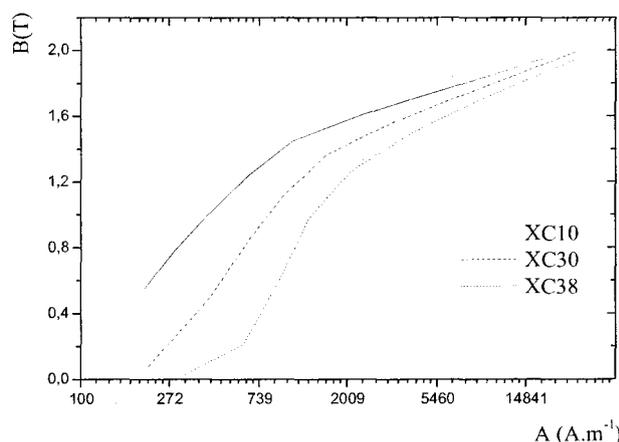


Figure 25. Courbe d'aimantation de quelques aciers au carbone [127, 128][127][128].

De plus, des études de faisabilité ont été réalisées pour contrôler des traitements de cémentation à l'aide des courants de Foucault. Par exemple, Klümper-Westkamp et al. [131] utilisent une feuille

en acier afin de déterminer le niveau de cémentation des échantillons présents dans le four. La **figure 26** montre la corrélation entre une mesure du potentiel carbone par spectroscopie au sein de l'échantillon et le résultat que fournit l'analyse harmonique de la modification des courants de Foucault.

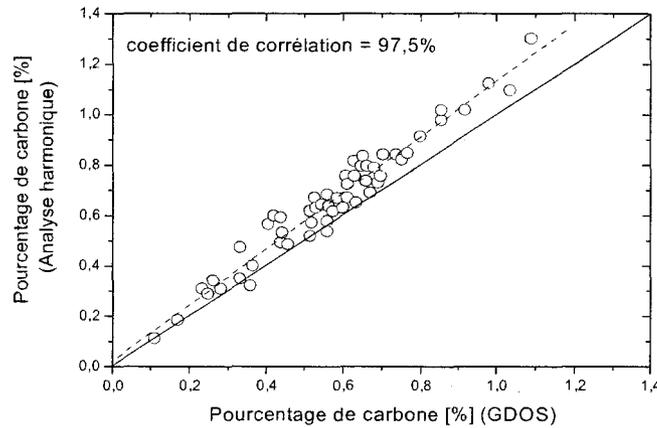


Figure 26. Résultats des mesures de potentiel carbone par spectroscopie et par analyse harmonique des courants de Foucault [129].

La **figure 26** permet d'observer une corrélation acceptable entre les deux mesures de pourcentages carbone, tous les points s'alignant sur une même droite. Cependant, on peut noter une divergence d'autant plus importante que le pourcentage de carbone est élevé. De manière générale, le pourcentage de carbone mesuré par analyse des courants de Foucault est surestimé par rapport à celui mesuré par spectroscopie. Dans la gamme de pourcentages qui nous intéresse, la comparaison reste tout à fait acceptable. Toutefois, la nature, la forme et la répartition des phases formées par traitement thermique ont un rôle important sur les propriétés magnétiques comme nous le verrons dans la suite. A priori, la détermination de la perméabilité est difficile. Mais, on peut voir sur la **figure 27** que la perméabilité varie selon une loi quasi hyperbolique en fonction de la dureté, indépendamment de la teneur en carbone. La **figure 28** met en évidence quant à elle une variation linéaire du champ coercitif avec la dureté.

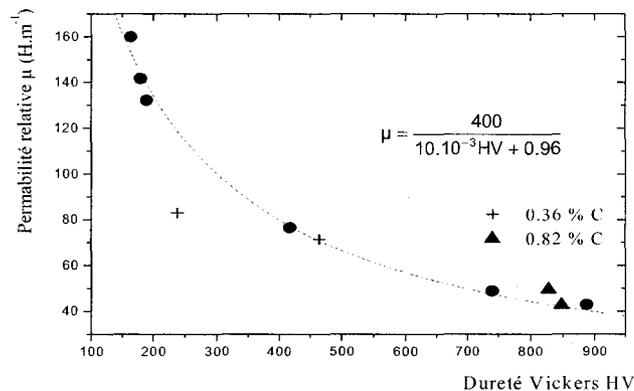


Figure 27. Evolution de la perméabilité en fonction de la dureté Vickers HV et du pourcentage de carbone.

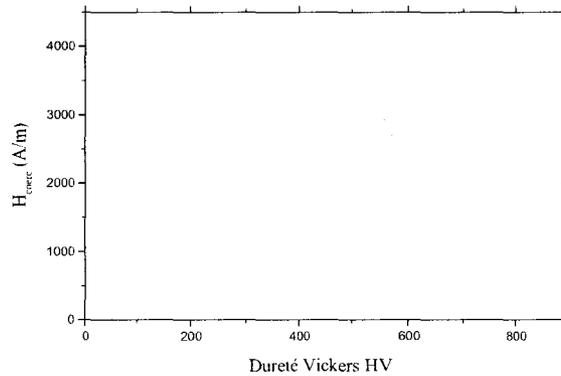


Figure 28. Corrélation entre le champ coercitif H_{coerc} et la dureté Vickers HV dans les aciers.

Enfin, on trouve aussi les paramètres d'excitation de la bobine de contrôle. Ces paramètres liés à la bobine comprennent la fréquence d'excitation qui influe sur la profondeur de pénétration (δ) des courants induits (**figure 29**) et l'intensité de magnétisation. En ce qui concerne la fréquence d'excitation, on note que, plus la fréquence d'excitation est élevée, plus la profondeur de pénétration des courants est faible.

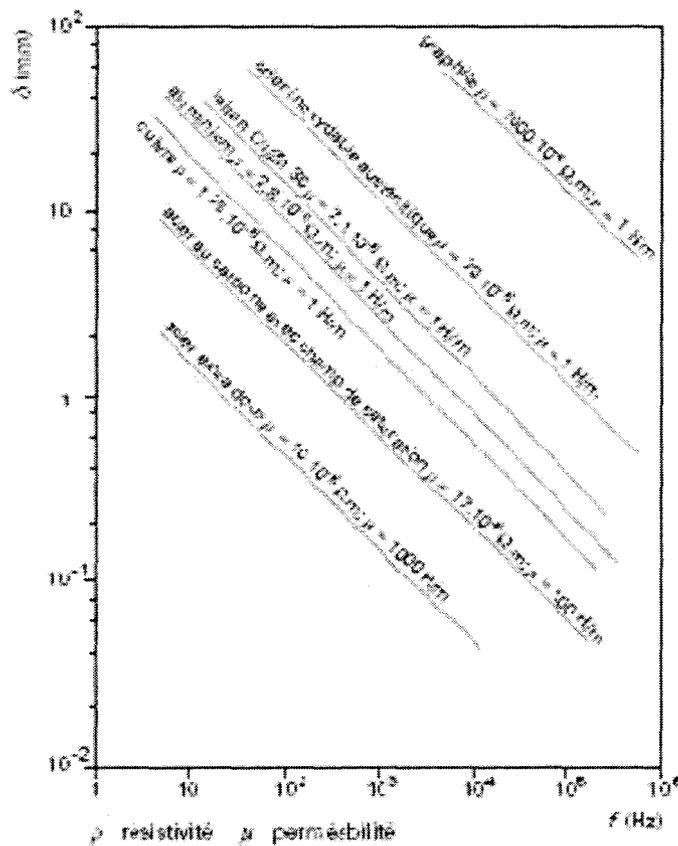


Figure 29. Profondeur de pénétration des courants de Foucault en fonction de la fréquence d'excitation.

Papaelias et al. [125] ont exprimé cette profondeur de pénétration des courants de Foucault en fonction des paramètres électromagnétiques par la relation suivante :

$$\delta = \sqrt{\frac{2}{\omega \lambda \mu}} = 503 \sqrt{\frac{\rho \mu_R}{f}} \quad (101)$$

où μ est la perméabilité en Henry/m (μ_R perméabilité relative), ω est la pulsation en rad/s, λ est la conductivité en Siemens, ρ la résistivité du matériau et f la fréquence en Hz.

Le contrôle par courants de Foucault s'effectue généralement à l'aide d'un référentiel de mesure. En effet, étant donné qu'il est difficile de prévoir les variations de perméabilité relative au sein d'un acier, la mesure par courants de Foucault se base sur les variations des paramètres physiques de la bobine. Une bobine est caractérisée électriquement par une résistance R et une réactance X . Il est donc possible de représenter le fonctionnement d'une sonde à courants de Foucault par un point dans un plan complexe (R, X).

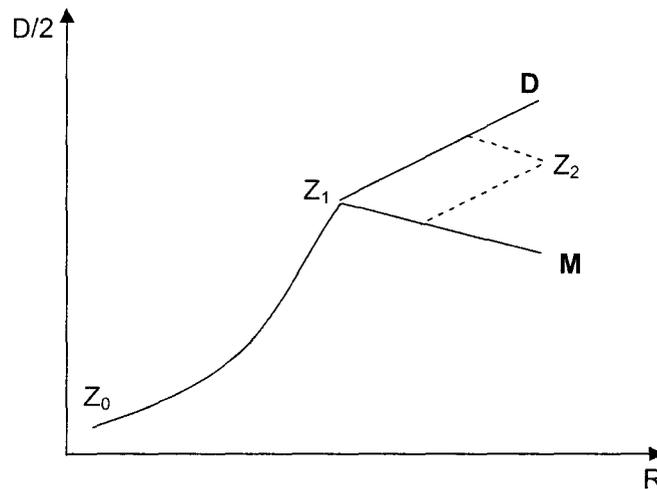


Figure 30. Représentation dans le plan complexe de l'impédance d'une bobine.

Dans ces conditions, la réponse des courants de Foucault pour une bobine vide peut être représentée dans le plan de phase par un point Z_0 de coordonnées (R_0, X_0). Après la mise en place dans l'entrefer d'un échantillon cylindrique, l'impédance de la bobine se déplace du point Z_0 vers le point Z_1 . A plus petite échelle, au voisinage de Z_1 , des variations locales de la perméabilité (μ) vont provoquer des déplacements le long d'un chemin Z_1M . Chacun des paramètres caractérisant le produit est ainsi représenté par un lieu géométrique déterminé. Si, en présence d'un défaut, le point de fonctionnement se déplace suivant un autre chemin Z_1D , la combinaison de l'influence du défaut et de la perméabilité justifie le déplacement du point Z_1 au point Z_2 . Dans la mesure actuelle, le point Z_1 représente un échantillon vierge de défaut. Expérimentalement, l'échantillonnage nécessaire pour standardiser la mesure doit être homogène et être effectué avec précaution.

E Conclusion.

Cette partie bibliographique s'articule autour des deux aspects que nous traitons par la suite, à savoir la caractérisation de la décarburation principalement par indentation, même si nous avons utilisé les courants de Foucault, et la caractérisation à l'aide de l'essai de traction. Nous avons centré la première partie de l'étude sur l'indentation en combinant indentation conventionnelle et indentation instrumentée. Les résultats présentés dans la bibliographie ouvrent de nombreuses voies dans la détermination des caractéristiques de la décarburation, en particulier la profondeur totale de décarburation. Avec l'aide de l'indentation instrumentée, on espère proposer un outil simple et plus rapide dans l'analyse de la décarburation par indentation. Pour ce qui concerne la partie étude de la traction, nous espérons obtenir une évolution des résultats de traction en fonction des profondeurs de décarburation déterminées par les mesures de dureté.

Chapitre II :

**Matériaux et
méthodes
expérimentales.**

A Matériaux et traitements thermiques.

A.1 Fabrication du ressort.

Avant de discuter sur les matériaux choisis dans le cadre de cette étude et sur les traitements thermiques réalisés, il nous semble intéressant de rappeler le processus de fabrication du ressort pour mieux percevoir les problèmes susceptibles de provoquer la décarburation. Nous décrivons donc les cinq étapes de fabrication que subit la barre cylindrique brute dès son arrivage et avant de devenir le ressort sous sa forme finale. Il est bien entendu que seules les conditions thermiques sont particulièrement importantes pour le problème étudié.

La première étape du traitement thermique consiste à porter la barre à une température de 920 °C (température définie pour l'acier 54SiCrV6 utilisé par l'industrie) dans un four à brûleurs à gaz. A cette température, la barre se situe dans le domaine austénitique du diagramme fer-cémentite. La barre est ainsi austénitisée pendant environ 15 à 20 minutes avant d'être enroulée à chaud sur un mandrin dès sa sortie du four. L'objectif est de donner à la barre sa forme hélicoïdale finale. Le ressort formé est ensuite plongé dans un bain d'huile maintenu à une température voisine de 50 °C. La nature, ainsi que la température du milieu de trempe, ont été choisies de manière à obtenir un compromis entre la dureté et la fragilité du matériau en relation avec la microstructure (proportion de martensite et d'austénite retenue). Cette étape du traitement thermique a pour but d'augmenter de façon notable la limite à la rupture mais le matériau n'en reste pas moins trop fragile pour être utilisé dans cet état. Il faut donc diminuer cette fragilité par un deuxième traitement thermique.

C'est pourquoi, dans une deuxième étape du traitement, on fait subir au ressort un traitement de revenu à 420 °C pendant 1 heure pour diminuer la fragilité. Ceci se traduit principalement par une augmentation de l'allongement à la rupture mais aussi une augmentation des propriétés mécaniques en termes de résistance à la déformation plastique. L'amélioration constatée par le revenu dépend fortement des éléments d'addition présents dans le matériau. Par exemple, Nam et al. [132] ont remarqué que l'amélioration des propriétés est due à un affinement des carbures obtenus au cours de la précipitation du carbone pendant le revenu. Cet affinement est principalement dû à la présence du silicium. Malheureusement, la proportion de silicium ne peut dépasser 1,5 à 2 % car, en contre partie, il aide à la diffusion du carbone et contribue par conséquent à une augmentation du niveau de décarburation [132]. Ces auteurs ajoutent que la limite élastique est aussi augmentée avec des éléments tels que le molybdène ou le vanadium mais ils précisent que le chrome n'a aucune influence sur la modification des propriétés mécaniques.

La **troisième étape** confère au ressort ses propriétés de fatigue. Il s'agit du pré-conformage à chaud au cours duquel le ressort est mis en compression. L'objectif est d'écrouir le matériau et d'augmenter la résistance à la fatigue et au fluage. Pour cela, la contrainte appliquée est supérieure à la limite élastique. Mais la résistance à la fatigue n'est pas suffisamment augmentée après conformage. Le ressort doit alors être grenailé.

C'est l'objectif de la **quatrième étape** qui consiste donc en une opération de grenailage qui est réalisée avec une grenaille composée de fils coupés dont les diamètres des fils varient entre 0,4 et 0,8 mm. La vitesse de projection des particules est de 80 m/s environ. Cette opération conduit à un écrouissage en surface dont on connaît l'effet bénéfique sur la tenue en fatigue. Cette amélioration du comportement en fatigue résulte de la genèse de contraintes résiduelles de compression en surface qui, ajoutées aux contraintes appliquées, permettent de diminuer d'autant le niveau de contraintes réelles subi par le matériau. Cependant, après grenailage, le ressort s'est allongé de quelques millimètres. Cet allongement est justement dû à la mise en compression de la surface du cylindre.

Pour remédier à ce problème, dans une **cinquième et dernière étape**, on effectue de nouveau un pré-conformage puis un tarage sous une charge donnée pour que le ressort prenne sa longueur définitive.

Ces différentes étapes nous permettent de mieux cerner les contraintes expérimentales pour notre étude sur la décarburation, notamment pour le (ou les) matériau(x) retenu(s) et les traitements thermiques. Ceux-ci sont développés dans les paragraphes suivants.

A.2 Matériaux.

Les matériaux utilisés dans le cadre de notre étude sont l'acier 54SiCrV6 utilisé dans l'industrie du ressort et l'acier 70MnV8 qui sert de référence à la société CSM Instruments. Cet acier est utilisé pour valider les conditions d'emploi et d'analyse de l'indentation instrumentée. Les compositions chimiques de ces deux aciers sont données dans le **tableau 2**.

Acier	C	Mn	S	Si	P	Ni	Cr	Mo	Cu	Sn	Ti	V
54SiCrV6	0,555	0,680	0,015	1,565	0,008	0,075	0,510	0,025	0,185	0,013	0,001	0,125
70MnV8	0,723	2,160	0,003	0,230	0,006	0,070	0,185	0,013	0,105	0,006	0,002	0,070

Tableau 2. Composition chimique en pourcentage massique des aciers étudiés.

A.3 Les traitements thermiques de décarburation.

Le traitement thermique a consisté en une austénitisation à 920 °C. Cette température est choisie pour obtenir une dissolution complète des carbures dans le domaine austénitique. Comme le phénomène de décarburation est un problème complexe, nous avons choisi, premièrement, de reproduire les conditions industrielles et, deuxièmement, de contrôler le phénomène de décarburation. Nous avons ainsi réalisé deux lots d'éprouvettes.

Le traitement thermique du premier lot d'éprouvettes a été réalisé dans une atmosphère non contrôlée, c'est-à-dire l'atmosphère du four ou à l'air ambiant. Ceci pour se rapprocher au plus près des conditions industrielles. Pour obtenir plusieurs niveaux de décarburation, tous les échantillons sont maintenus à la même température d'austénitisation pendant 8 durées différentes espacées régulièrement de 15 à 120 minutes, toutes les 15 minutes. Les échantillons spécifiques à ce type d'atmosphère sont référencés de A à H selon la durée d'austénitisation.

Pour le deuxième lot d'éprouvettes, le traitement thermique a eu lieu sous atmosphère contrôlée, c'est-à-dire une atmosphère dont les teneurs en azote et en di-hydrogène étaient régulées. Ce traitement, qui nécessite un appareillage spécifique, a été réalisé à l'Ecole Européenne d'Ingénieurs en Génie des Matériaux (EEIGM) de Nancy. Les conditions retenues pour la décarburation ont été choisies pour avoir un éventail représentatif des niveaux de décarburation. Ainsi, nous avons fixé la teneur en carbone en surface à laquelle nous avons associé une durée de maintien à la température d'austénitisation de 920 °C. Le **tableau 3** rassemble les teneurs en carbone et les temps de maintien à la température d'austénitisation.

Numéro d'échantillon	1	2	3	4	5	6	7
Teneur en carbone surfacique (%C)	0,54	0,4	0,3	0,2	0,1	0,1	0,1
Temps de maintien (min)	20	40	40	40	40	110	150

Tableau 3. *Caractéristiques du traitement thermique sous atmosphère contrôlée.*

Comme montre le **tableau 3**, le choix des paramètres du traitement permet d'une part de comparer les résultats à ceux obtenus sur l'échantillon de référence, le numéro 1, et d'autre part de comparer l'effet de potentiel carbone de l'atmosphère avec les échantillons repérés de 2 à 5 et enfin de comparer l'influence de la durée de maintien avec les échantillons 5, 6 et 7. Cette série d'éprouvettes regroupe les éprouvettes cylindriques sur lesquels ont été préalablement usinés deux méplats diamétralement opposés. Ces méplats permettront de réaliser les essais d'indentation conventionnelle et instrumentée. Ces traitements ont été aussi réalisés en même temps sur les éprouvettes de traction. L'utilisation des éprouvettes cylindriques devraient permettre de tester et de mettre au point les différents modèles sans tenir compte de phénomènes annexes

comme la production de calamine puisque nous sommes ici en atmosphère sans oxygène.

Tous les échantillons sont ensuite trempés dans un bain d'huile à 50 °C, similaire aux conditions industrielles, de manière à obtenir la transformation martensitique. Les éprouvettes traitées sous atmosphère contrôlée ont fait l'objet d'un revenu à 420 °C pendant 1 heure identique aux traitements des ressorts. Dans le premier lot d'éprouvettes, une partie de ces éprouvettes n'a pas subi de traitement de revenu pour pouvoir comparer le comportement des matériaux trempés à ceux trempés puis revenus. D'autre part, ils permettent aussi de mettre en place une corrélation entre la dureté et le niveau de décarburation mesuré par microscopie optique. Le **tableau 4** regroupe la nomenclature utilisée pour les trois types éprouvettes ayant subi le traitement d'austénitisation sous atmosphère contrôlée avec ou sans revenu. Il s'agit des éprouvettes pour l'essai de traction et les échantillons témoins sur lesquels ont été réalisés les essais d'indentation instrumentée.

Numéro de l'échantillon	
Forme géométrique	
<i>Traction</i>	T
<i>Témoin</i>	R
Nuance	
<i>54SiCrV6</i>	54
Etat métallurgique	
Trempé	Q
Revenu	D

Etat métallurgique	
Position	Référence
1	N° de traitement thermique
2	Forme géométrique
3	Nuance
4	Etat métallurgique

Tableau 4. Nomenclature de référence pour les échantillons décarburés.

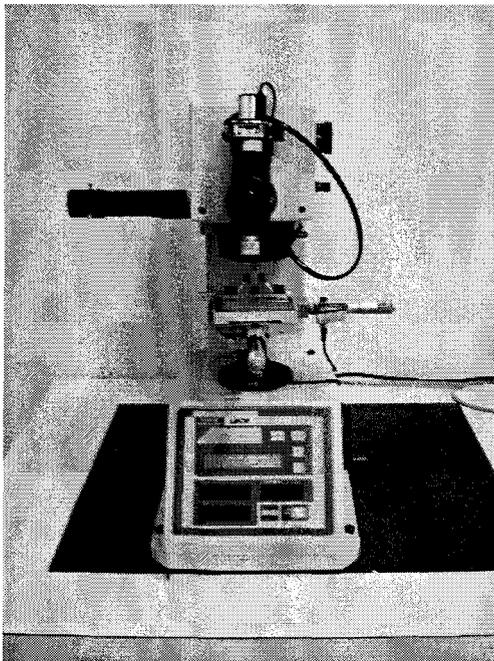
A titre d'exemple, l'échantillon référencé 5R54Q est l'échantillon numéro 5 (*Teneur en carbone en surface de 0,1 % et traitement pendant 40 minutes*). Il s'agit d'un échantillon témoin (*observation sur les méplats*) et de nuance 54SiCrV6. Enfin, la lettre Q indique que cet échantillon a été trempé et non revenu.

Pour visualiser la microstructure des matériaux dans la section après la trempée à l'huile et le revenu, une partie des échantillons est sectionnée puis polie avec du papier d'abord abrasif du grade 80 au grade 1200 avant d'être polie sur un drap comportant des particules diamantées dont la taille varie de 6 à 1 µm pour le stade de finition. Les échantillons sont ensuite attaqués avec une solution de Nital (mélange d'alcool éthylique et d'acide nitrique) concentrée à 2 %.

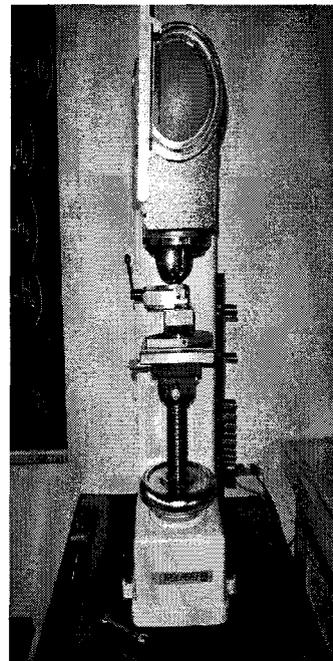
B Méthodes expérimentales.

B.1 Essais d'indentation conventionnelle et instrumentée.

Les profils de microduretés sont obtenus avec un indenteur Knoop utilisé sur une machine de microdureté Leco (**figure 31-(a)**). Pour chaque échantillon, trois essais d'indentation sont réalisés avec une charge appliquée de 0,5 N sur une section perpendiculaire à la surface décarburée de manière à fournir une valeur de dureté moyenne représentative à la profondeur de mesure. La première empreinte de dureté est effectuée à 20 μm de la surface libre et la dernière à une profondeur de 1000 μm environ vers le cœur du matériau. Les indentations discrètes prises perpendiculairement à la surface ont aussi été réalisées avec ce microduromètre pour les faibles charges, c'est-à-dire pour celles variant de 0,1 à 10 N. Pour les essais à des charges plus élevées, les indentations ont été faites à l'aide d'un macroduromètre Wölpert (**figure31-(b)**) dont les charges utiles varient discrètement de 10 N à 2500 N. Chaque mesure d'indentation a été renouvelée trois fois.



(a)



(b)

Figure 31. *Microduromètre Leco (a) et macroduromètre Wölpert (b).*

Les essais d'indentation en continu sur l'échantillon témoin ont été effectués sur une machine fabriquée par CSM Instruments. Il s'agit d'un micro-hardness tester. La charge maximale applicable est de 30 N avec une résolution de 100 μN . Les gammes de profondeur vont de 0 à 20 μm avec une résolution de 0,04 nm et de 0 à 200 μm avec une erreur de $\pm 0,3$ nm, ces données sont fournies par le constructeur. La force permettant de déterminer le point de contact initial entre

l'indenteur et le matériau est souvent prise égal à 0,01 N. Les vitesses de chargement et de déchargement sont égales à 50 % de la charge maximale. Toutes les mesures ont été également réalisées trois fois afin de contrôler la représentativité de la mesure.

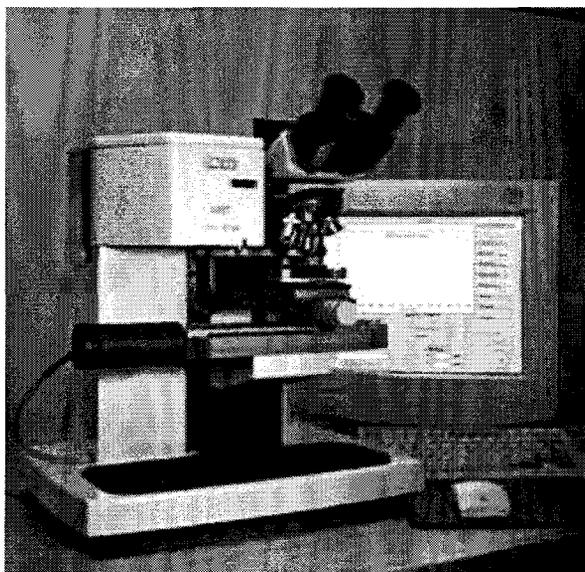


Figure 32. *Micro hardness tester de CSM Instruments.*

Pour les échantillons décarburés nécessitant des charges maximales plus élevées, nous avons sollicité l'université de Rennes 1 qui nous a aimablement réalisé les essais jusqu'à la charge maximale de 200 N.

B.2 Courants de Foucault.

La caractérisation par courants de Foucault a été réalisée sur les échantillons cylindriques traités sous une atmosphère oxydante. L'équipement utilisé pour les courants de Foucault est un Alphatest OMEGA 2000. Le synoptique d'une mesure typique est présenté sur la **figure 33**. Le générateur produit un courant sinusoïdal avec une fréquence F pouvant avoir une valeur de 0,5 Hz à 3 kHz et une intensité de 0,1 à 10 A. La perte énergétique provoquée par l'apparition de courants de Foucault dans le matériau génère une modification de la tension de sortie qui peut être analysée par transformation de Fourier. Cette transformation donne un spectre de phases et de fréquences. Il est possible de décrire la fondamentale ainsi que les harmoniques. Ici, l'étude s'est limitée aux harmoniques d'ordre 3, 5 et 7 associées à chaque échantillon étant donné que le signal injecté est un signal sinusoïdal. Les données sont alors analysées, dans un premier temps, en utilisant un polynôme de degré 2 pour lisser chaque paramètre (amplitude et phase) en relation avec la durée d'austénitisation, notamment pour déterminer l'intensité et la fréquence optimale.

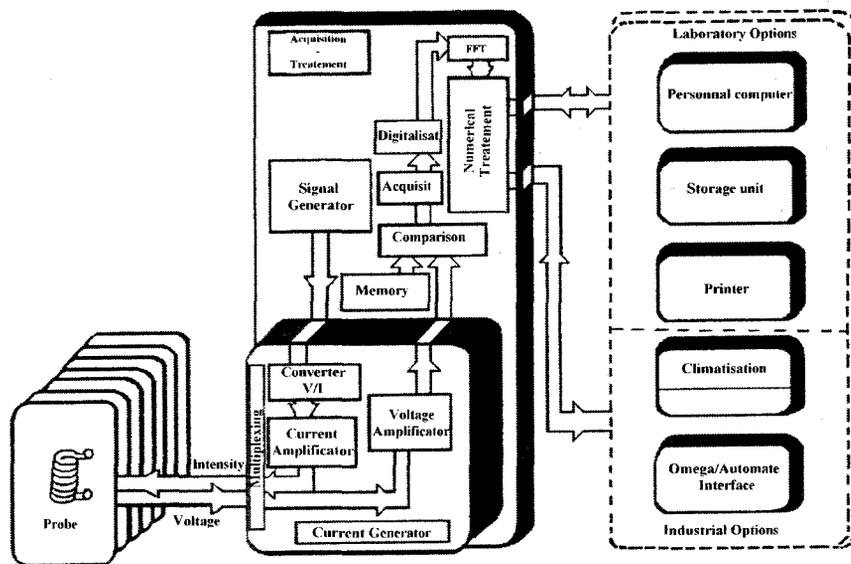


Figure 33. *Synoptique de l'équipement de courants de Foucault (OMEGA 2000).*

B.3 Essais de traction.

Les essais de traction ont été réalisés à l'aide d'une machine à commande servo-hydraulique de type INSTRON 8501 (figure 34) d'une capacité de ± 100 kN.

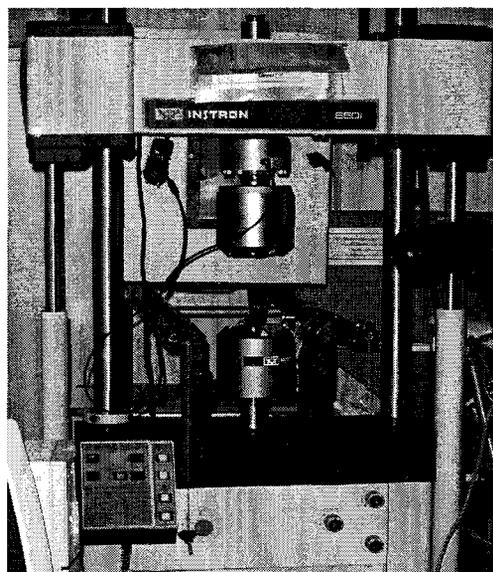


Figure 34. *Machine de traction INSTRON 8501.*

Les éprouvettes utilisées sont cylindriques et leurs dimensions, conformes à la norme NF A 03-151, sont données par la figure 35.

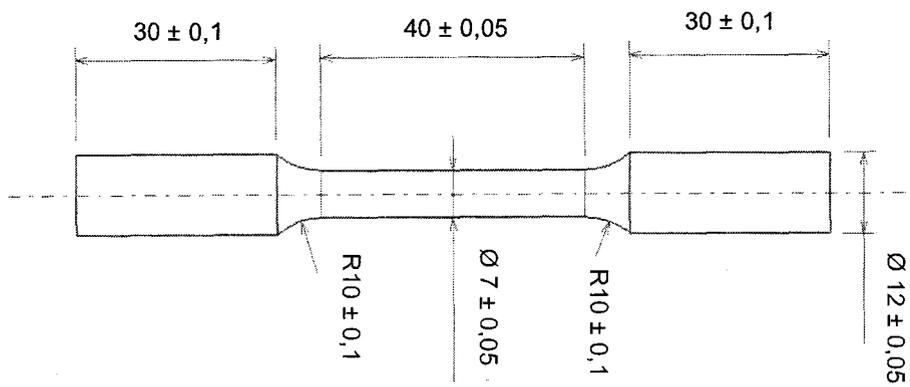


Figure 35. *Géométrie et dimensions des éprouvettes de traction.*

Les déformations sont mesurées à l'aide d'un capteur extensométrique à lames placé sur la longueur utile de l'éprouvette. Les essais de traction ont été réalisés sur trois éprouvettes pour chaque traitement thermique.

Chapitre III :

Résultats & Discussion :

Caractérisation de la décarburation par indentation, par courants de Foucault et comportement en traction.

A Préambule.

Avant d'étudier en détail le comportement mécanique d'un matériau modifié superficiellement, il est nécessaire de bien comprendre le processus qui a conduit à cette transformation et de bien caractériser la modification qui a eu lieu en surface. Ici, le processus est connu depuis longtemps car il s'agit de la diffusion du carbone hors du matériau. Par contre, cette perte en carbone se traduit manifestement par une modification de la microstructure d'une part et par une baisse de la dureté d'autre part. C'est pourquoi l'analyse que nous allons développer repose sur l'observation de la structure en microscopie optique et conjointement sur l'analyse de la dureté. La première partie est donc destinée à la détermination de la profondeur affectée par la décarburation en visualisant la limite de la zone modifiée avec le cœur du matériau. Nous verrons que cette méthode est loin d'être fiable car il est difficile de délimiter les deux zones. Nous allons donc plus nous intéresser à la caractérisation par indentation par des mesures le long d'une section droite, c'est ce qui est pratiqué aujourd'hui. A partir d'une bonne connaissance des profils de dureté, nous verrons qu'il est possible par des indentations dites normales à la surface modifiée de reconstruire le profil avec une assez bonne précision. Nous offrons là un outil de caractérisation qui permet de s'affranchir de la préparation de l'échantillon. En nous basant sur ces résultats, nous proposons d'utiliser l'indentation instrumentée qui doit permettre une mesure encore plus rapide de la variation de la dureté en fonction de la charge appliquée et donc de remonter plus rapidement à la profondeur de décarburation. Enfin, même si l'indentation semble un outil incontournable pour bien définir les modifications dues à la décarburation, nous appliquons la technique des courants de Foucault d'une manière prospective. Il s'agit d'étudier la sensibilité de cette technique aux modifications superficielles. Nous montrerons que cette technique semble bien adaptée pour un contrôle en continu dans une chaîne de production du fait de sa mise en œuvre rapide. Les résultats, fournis en termes de décomposition de signal en harmonique, donnent des informations utiles à la caractérisation et à la détermination de la profondeur de décarburation, en adéquation avec les résultats obtenus par indentation. Enfin, nous verrons si la perte de carbone en surface affecte les propriétés mécaniques de traction et dans quelle mesure la déformation plastique est modifiée par cette baisse, sachant que cet élément est primordial dans le mouvement des dislocations et donc dans l'arrangement du réseau formé par celles-ci.

B Analyse par microscopie optique.

B.1 Observation optique.

Un des premiers outils d'analyse de la décarburation est l'observation par microscopie optique de la microstructure du matériau. En particulier, il s'agit d'observer les différents aspects de la microstructure à la surface du matériau pour détecter un éventuel changement de celle-ci qui serait dû à la décarburation. Cette méthode est largement pratiquée dans le milieu industriel car elle fournit des informations essentielles sur l'homogénéité de la structure à la surface du matériau. Dans notre cas, l'observation optique nous permet de comparer les microstructures obtenues après trempe et après trempe et revenu sur les échantillons dont le traitement thermique a été réalisé sous atmosphère contrôlée ou sous atmosphère naturelle oxydante. Rappelons toutefois qu'il s'agit ici d'un contrôle visuel dont le résultat va fortement dépendre de l'opérateur lorsqu'il lui faudra définir la limite entre la zone décarburrée et le cœur du matériau. A titre d'exemple d'un contrôle industriel classique, la **figure 36** présente les microstructures à cœur obtenues pour l'échantillon référencé 7R54, traité dans une atmosphère contrôlée.

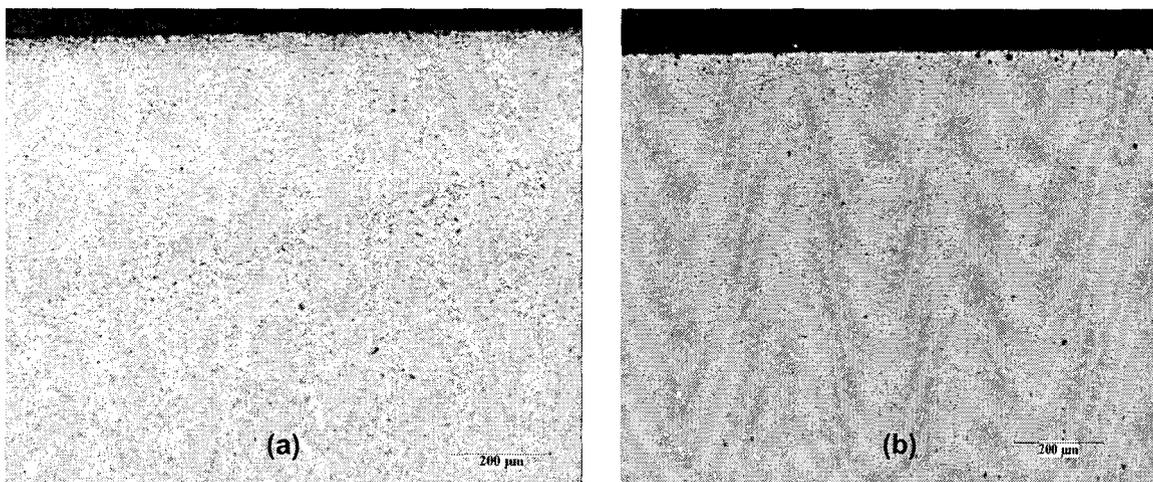


Figure 36. *Micrographies optiques en section de l'échantillon 7R54 après trempe (a) et après trempe et revenu (b).*

La **figure 36-(a)** représente la micrographie de l'acier trempé et la **figure 36-(b)** celle du même acier après revenu. Le faible grossissement volontairement choisi ne permet pas de distinguer les détails des phases présentes. L'observation réalisée dans ces conditions n'a d'autre objectif que de contrôler l'homogénéité globale du traitement. Nous nous plaçons ici en conditions industrielles, de cette manière, nous avons ainsi pu constater que la même microstructure avait été formée après traitement sur l'ensemble des éprouvettes testées. L'objectif du contrôle est donc de disposer d'une microstructure de référence prise à l'échelle de la décarburation (c'est-à-dire à l'échelle de quelques centaines de microns) de manière à distinguer les zones modifiées en surface des zones non décarburrées.

C'est en comparant les microstructures de surface avec celles de la **figure 36** qu'il nous a été possible de dire que la surface des échantillons montrés sur la **figure 37** présente un problème de décarburation superficielle.

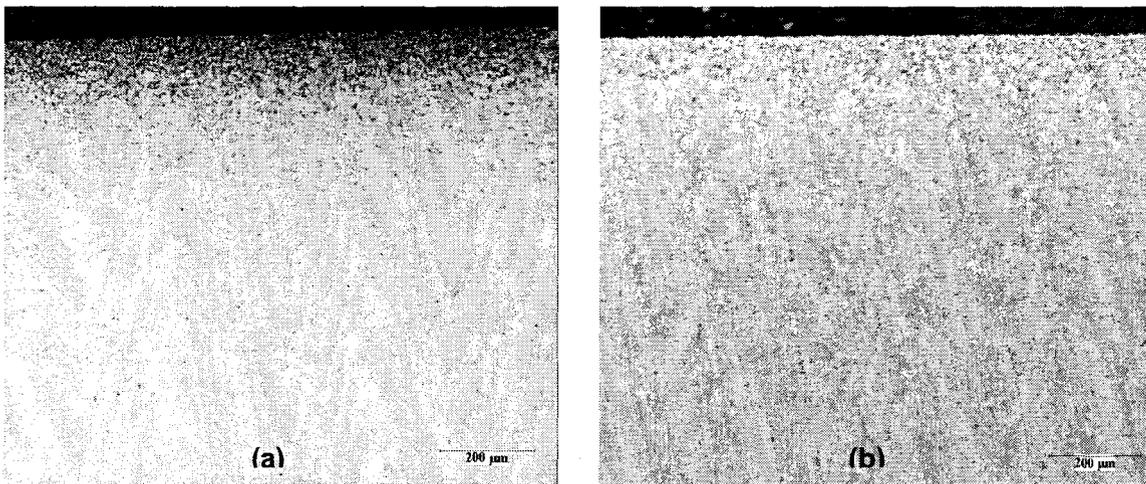


Figure 37. *Micrographies optiques en section de l'échantillon 3R54 après trempe (a) et après trempe et revenu (b).*

Sur plusieurs dizaines voire centaines de microns, on observe effectivement des différences notables avec la microstructure à cœur. Ces différences sont bien visibles en partant de la surface extérieure vers le cœur du matériau. Elles se traduisent par une variation de couleur. On passe ainsi d'un contraste plus sombre vers une couleur plus claire pour les échantillons trempés, la tendance s'inversant pour les échantillons trempés puis revenus. L'objectif de notre analyse n'est pas d'identifier l'origine de ces variations de couleurs entre les deux types de traitement thermique. Cependant, on peut supposer que la couleur sombre provient de la modification de la teneur en carbone de la martensite, qui peut être en latte ou en aiguille, et qu'après le revenu de cette martensite peu chargée en carbone située à l'extrême surface du matériau, on obtienne une structure qui s'apparente à la ferrite de couleur blanche.

Un autre paramètre dont on connaît l'influence sur l'apparence de la zone décarburrée est la nature de l'atmosphère environnante à la pièce pendant le traitement thermique. En effet, nous avons été amenés à étudier deux lots d'échantillons décarburrés. Un premier lot a été placé dans une atmosphère contrôlée afin d'obtenir un certain niveau voulu de décarburation mais aussi pour éviter la présence d'une couche d'oxydes formés avec l'oxygène de l'air, au contraire du second lot qui a été traité thermiquement dans l'atmosphère du four industriel avec lequel nous avons pu observer l'apparition de cette couche de calamine. Pour comparer valablement l'influence des deux types d'atmosphère, nous avons cherché à fixer les paramètres de traitement, c'est-à-dire la température et la durée d'austénitisation. Les échantillons ont été portés à une température de 920 °C pendant 110 mn. Dans l'atmosphère contrôlée, le potentiel carbone visé en surface est de 0,1 %. L'échantillon est référencé 3R54Q. Un échantillon de même nature a été placé dans une

atmosphère oxydante à la température d'austénitisation de 920 °C pendant une durée de 105 mn. La **figure 38** montre les structures en surface d'échantillons décarbures dans une atmosphère contrôlée (**figure 38-(a)**) et dans une atmosphère oxydante (**figure 38-(b)**).

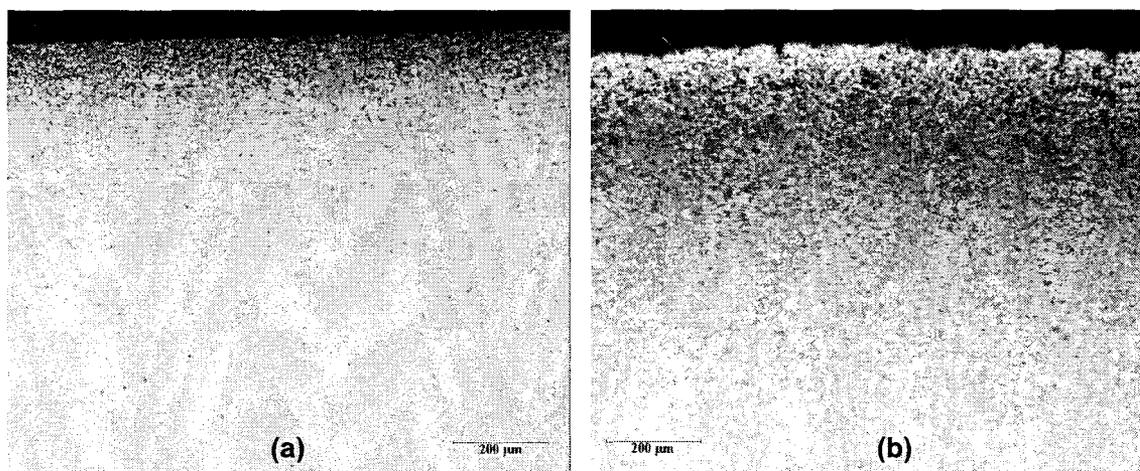


Figure 38. *Micrographies optiques de l'échantillon 3R54 trempé traité en atmosphère contrôlée (a) et en atmosphère oxydante (b).*

On observe que l'échantillon traité sous atmosphère oxydante possède une zone de décarburation supplémentaire qui se traduit par la formation d'un liseré blanc situé en extrême surface de la pièce. Cette zone nouvelle précède la zone plus sombre déjà observée auparavant. Cette analyse comparative, du fait aussi de la profondeur plus élevée affectée par la décarburation, confirme que l'air ambiant agit comme une forte pompe à carbone à cause de la combinaison naturelle du carbone avec l'oxygène de l'air. En effet, la vitesse de diffusion du carbone vers l'extérieur du matériau, conséquence de la cinétique chimique d'association de l'oxygène de l'air avec le carbone, est plus élevée comparée à la vitesse résultante de la création d'un gradient de carbone, ce gradient étant créé par la différence de potentiels carbone entre l'atmosphère et la teneur initiale en carbone du matériau. Ainsi, la diffusion du carbone due à la présence d'oxygène dans l'environnement de la pièce sera toujours plus rapide même si le potentiel carbone de l'atmosphère contrôlée est très faible.

En conclusion, dans le cas de l'austénitisation sous atmosphère contrôlée, la présence de carbone au sein du four de traitement limite le gradient de diffusion, contrairement aux échantillons traités dans l'air ambiant. Suite à ces différentes observations, nous proposons de définir optiquement le niveau de décarburation. Nous nous limiterons à la définition de la profondeur totale de décarburation, que ce soit pour les échantillons traités sous atmosphère contrôlée ou ceux traités sous atmosphère oxydante, même si on distingue dans certains cas plusieurs zones décarburees. La limite entre les zones étant fortement laissée à l'appréciation de l'opérateur, nous avons

cherché dans chacune des situations de décarburation à respecter au mieux la définition de la limite montrée sur la **figure 39**.

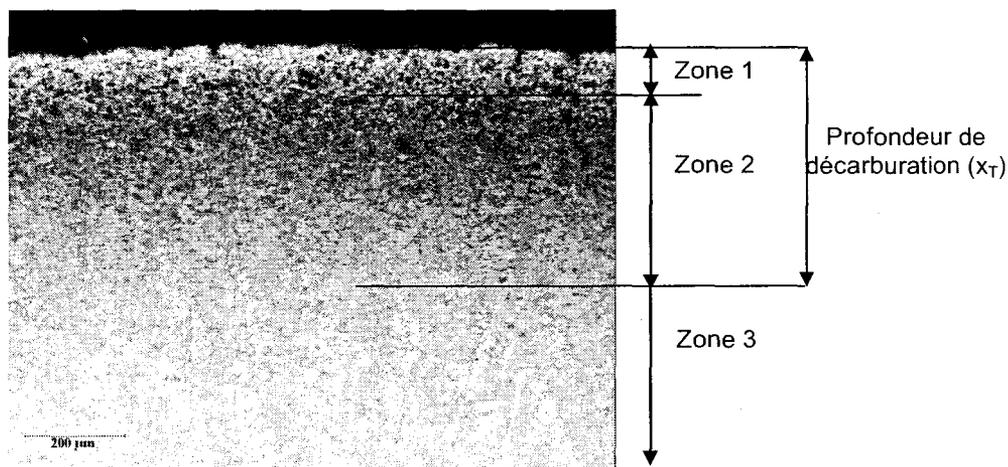


Figure 39. *Micrographie optique de l'échantillon 3R54 trempé traité en atmosphère oxydante pendant 105 min à 920 °C.*

Sur cet exemple montrant un échantillon fortement décarburé sous atmosphère oxydante, nous observons trois zones de couleurs distinctes bien visibles sur la micrographie de la **figure 39**. Proche de la surface, la couleur est principalement blanche et correspond à la structure presque entièrement composée de ferrite ou alors d'une martensite pauvre en carbone. Vers le cœur du matériau, la couleur devient plus sombre mais elle montre encore quelques taches blanchâtres. Cette zone correspond à une martensite à bas carbone associée à des points de ferrite qui prennent place où la diffusion du carbone est facilitée, c'est-à-dire dans les joints de grains ou le long des dislocations. Cette zone est commune pour les deux types d'atmosphère. Nous ne nous intéresserons pas dans la suite à la limite des zones 1 et 2. Ainsi, la limite de la zone décarburee qui conduira à la définition de la profondeur totale de décarburation correspond au changement de couleur entre les zones 2 et 3. Comme le changement est très graduel, il est difficile de localiser avec beaucoup de précision cette frontière entre la zone affectée et le cœur du matériau supposé sain. C'est pourquoi, dans la suite, pour minimiser cette erreur, plusieurs chercheurs du laboratoire ont confronté leur résultat sur la mesure de profondeur totale pour conduire à une valeur unique pour chaque échantillon.

B.2 Etude de la diffusion.

En se basant sur notre définition de la profondeur totale de décarburation précisée dans le paragraphe précédent, nous avons estimé les profondeurs totales de décarburation obtenues sur l'ensemble des échantillons décarbures dans une atmosphère oxydante. Le **tableau 5** rassemble l'ensemble de ces valeurs de profondeurs et reprend la durée d'austénitisation sachant que la

température de traitement est de 920 °C pour l'ensemble de ces éprouvettes.

Echantillon	A	B	C	D	E	F	G	H
Durée d'austénitisation (t en mn)	15	30	45	60	75	90	105	120
Profondeur de décarburation ($x_T \pm 15$ en μm)	0	90	95	155	185	245	280	320

Tableau 5. Profondeur de décarburation mesurée optiquement en fonction de la durée d'austénitisation.

Comme nous pouvons logiquement nous y attendre, la profondeur de décarburation est fonction de la durée d'austénitisation puisque le phénomène est gouverné par la diffusion du carbone dans la phase austénitique de l'acier. Pour discuter des variations des valeurs obtenues, nous utilisons l'équation (1) dérivée de la loi de Fick pour calculer le potentiel carbone à une profondeur donnée et l'équation (2) qui exprime le coefficient de diffusion du carbone dans la phase austénitique. Après calcul, nous trouvons que le coefficient de diffusion du carbone, D, est égal à $7,6 \cdot 10^{-8} \text{ cm}^2 \cdot \text{s}^{-1}$ à la température de 920 °C en ayant retenu $0,17 \text{ cm}^2 \cdot \text{s}^{-1}$ pour D_0 et $145 \text{ kJ} \cdot \text{mol}^{-1}$ pour Q_A .

D'un point de vue théorique, la profondeur totale de décarburation estimée optiquement doit correspondre à une profondeur où la concentration en carbone $C(x,t)$ est voisine de la concentration initiale en carbone C_0 du matériau, indépendamment de la durée d'austénitisation puisqu'il s'agit ici de la limite pour laquelle il n'y a plus de décarburation soit $C=C_0$. Dans ces conditions, le second terme de la relation (1) doit être constant et proche de 0. Il doit donc s'écrire en fonction de la fonction erreur de Gauss de la manière suivante :

$$\left\{ 1 - \frac{2}{\sqrt{\pi}} \int_0^{x/2\sqrt{Dt}} \exp^{-y^2} dy \right\} = \left\{ 1 - \text{erf} \left(\frac{x}{2\sqrt{Dt}} \right) \right\} = C^{te} \approx 0 \quad (102)$$

Cela signifie en d'autres termes que la fonction χ doit être égale à 1 ou encore que le terme associé à cette fonction est constant et proche de 2. Pour déterminer si cela est bien le cas, nous allons chercher le facteur k de telle sorte que la relation suivante soit respectée à la limite des deux zones :

$$\frac{x}{2\sqrt{Dt}} = k \text{ ou encore } x = 2 \cdot k \cdot \sqrt{Dt} \quad (103)$$

En représentant la profondeur de décarburation totale en fonction de la racine carrée de la durée d'austénitisation, nous devons obtenir une droite en accord avec la relation (103) dont la pente est reliée à la constante k et au coefficient de diffusion D. C'est effectivement ce que montre la figure 40.

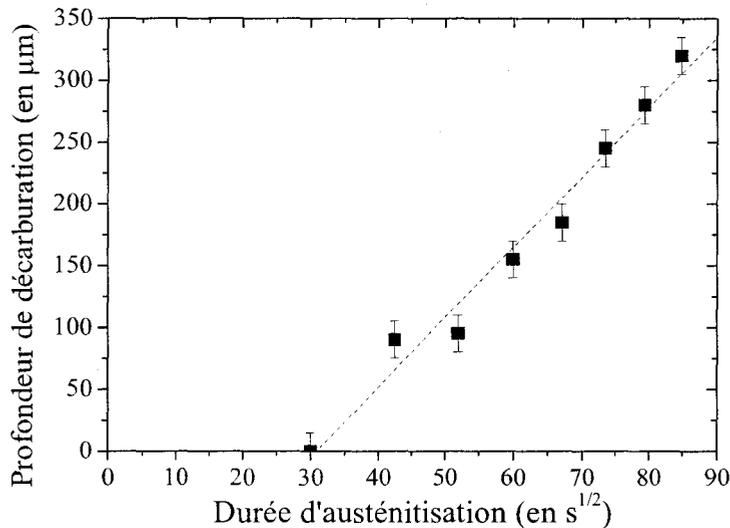


Figure 40. Profondeur de décarburation totale en fonction de la racine carrée de la durée d'austénitisation.

Le calcul de la pente s de la droite de la **figure 40** donne une valeur de $5,65 \cdot 10^{-4} \text{ cm} \cdot \text{s}^{-1/2}$. En utilisant l'équation (103) et la valeur du coefficient de diffusion (D), il est possible de calculer la constante k correspondante ($=s/2D^{1/2}$) qui est trouvée proche de 1 (1,025). Dans ces conditions, la fonction $\text{erf}(1)$ est seulement égale à 0,84, et non 1 comme cela devrait être le cas. Cela signifie que la mesure de la quantité $C(x,t)$ par microscopie optique correspond en fait à une profondeur où la teneur en carbone est égale à $C(x,t)=0,84 \cdot C_0+0,16 \cdot C_s$. Soit seulement 84% de la teneur en carbone initiale C_0 de l'acier étudié, si l'on suppose que le potentiel carbone en surface est de 0 %. Pour un potentiel carbone initial de 0,56 % et une potentiel de surface de 0,1 %, la valeur de $C(x,t)$ n'est que de 0,47 %. Elle est donc encore loin de la valeur initiale de C_0 .

En d'autres termes, cela signifie que la limite « vraie » de la zone affectée est plus profonde que celles déduites des observations optiques. D'autre part, comme on peut le voir sur la **figure 40**, la droite ne coupe pas les axes des abscisses et des ordonnées au point origine. Une explication possible pourrait être que les échantillons nécessitent une certaine durée pour atteindre la température de diffusion de 920 °C ou pour amorcer le phénomène de décarburation. La **figure 41** relative à l'échantillon A traité thermiquement pendant 15 minutes montre effectivement qu'aucune décarburation n'est observable et corrobore cette hypothèse de l'existence d'une période d'incubation.

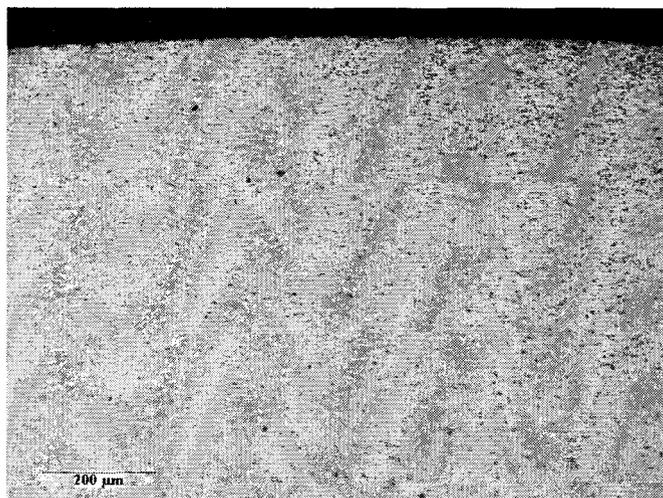


Figure 41. Micrographie optique de la surface de l'échantillon austénitisé pendant 15 mn.

Dans la suite, nous avons cherché à reproduire cette approche par observation optique pour contrôler le niveau de décarburation des échantillons traités thermiquement dans une atmosphère contrôlée. Les résultats obtenus pour la mesure des profondeurs totales de décarburation sont rassemblés dans le **tableau 6** dans lequel on rappelle les conditions importantes de décarburation, à savoir la durée d'austénitisation et le potentiel carbone visé en surface.

Echantillon	7R54Q	6R54Q	5R54Q	4R54Q	3R54Q	2R54Q	1R54Q
Durée d'austénitisation (t en mn)	20	40	40	40	40	110	150
Potentiel carbone de surface (en %)	0,54	0,4	0,3	0,2	0,1	0,1	0,1
Profondeur de décarburation (x ±15 en µm)	23	30	83	170	200	375	220

Tableau 6. Profondeur totale de décarburation mesurée optiquement sur les échantillons décarburés dans une atmosphère contrôlée.

Malheureusement ici, la même démarche ne peut être appliquée du fait que deux paramètres varient, le temps et le potentiel carbone de l'atmosphère. La comparaison ne peut se faire que sur les trois échantillons traités avec un potentiel carbone de 0,1 % en surface, mais le nombre de points relativement limité ne fournit pas de résultats exploitables. Cependant, quelques remarques peuvent être apportées. En effet, l'analyse du **tableau 6** montre que pour un potentiel carbone en surface constant et égal à 0,1 %, le niveau de décarburation est de l'ordre de plusieurs centaines de microns. Cependant, la variation des profondeurs ne suit pas de logique. En effet, l'échantillon 2R54Q possède un niveau de décarburation beaucoup trop important (375 µm) par rapport à celui obtenu pour l'échantillon 1R54Q. On ne dispose pas ici de suffisamment d'informations pour

écarter de l'étude un des échantillons par rapport à l'autre. Pour étayer cette discussion, l'analyse micrographique a été approfondie avec l'utilisation de grossissements d'image plus importants mais aucune observation visuelle n'a permis de trouver l'origine du problème. Dans la suite de l'étude, nous devons garder en mémoire cette singularité. Par contre, pour une durée d'austénitisation constante de 40 mn, on note une profondeur totale de décarburation qui augmente lorsque le potentiel carbone de surface diminue en accord avec ce que prévoit la théorie.

Par ailleurs, cette méthode nous a conduit à nous interroger sur les résultats obtenus sur l'échantillon 2R54Q dont la profondeur de décarburation reste élevée comparativement aux autres traitements sous atmosphère contrôlée, qui fournissent des niveaux de décarburation jusqu'à deux fois inférieurs. Ce résultat n'est pas en accord avec l'analyse des échantillons traités sous atmosphère oxydante. Ce type d'analyse aurait pu être reproduite sur les échantillons trempés-revenus mais les limites de l'analyse optique nous amène à dire que cette mesure reste qualitative et qu'elle n'est pas adaptée à un contrôle quantitatif de la décarburation. Ceci provient essentiellement du fait qu'il est très difficile de localiser avec précision la limite entre les zones décarburée et non décarburée. C'est d'ailleurs pourquoi les études de la décarburation s'accompagnent le plus souvent de mesures de propriétés mécaniques, en particulier de la dureté, comme le précise la norme AFNOR. Le chapitre suivant est donc consacré à la mesure conventionnelle de dureté pour l'établissement du profil de dureté dans une section perpendiculaire à la surface modifiée. Nous verrons aussi comment il est possible de quantifier la profondeur de décarburation à partir de mesures par indentation effectuées normalement à la surface modifiée.

C Analyse par indentation conventionnelle.

C.1 Comparaison observation optique/ profil de dureté.

Comme nous l'avons mentionné dans le chapitre bibliographique, les relations entre les valeurs de dureté et la microstructure des matériaux sont bien connues. Ces relations font intervenir la composition chimique des aciers avec des pondérations différentes en fonction de l'élément, l'élément carbone possédant le coefficient le plus élevé. L'influence de cet élément est très visible pour la martensite dont la dureté peut varier dans un rapport 8. C'est la raison pour laquelle la valeur de dureté d'un acier décarbure peut varier dans un intervalle de duretés important.

Nous avons vu aussi que l'analyse micrographique ne permet pas facilement de trouver la limite entre la zone décarburee et le cœur de l'acier non affecté. On se propose donc dans cette étude de comparer les profondeurs de décarburation mesurées par microscopie optique aux profondeurs de décarburation déduites de l'analyse des profils de dureté. La **figure 42** montre deux profils de dureté pour les échantillons austénitisés 900 secondes (référence A) et 7200 secondes (référence H) qui correspondent aux deux valeurs extrêmes des durées d'austénitisation des échantillons traités dans une atmosphère oxydante.

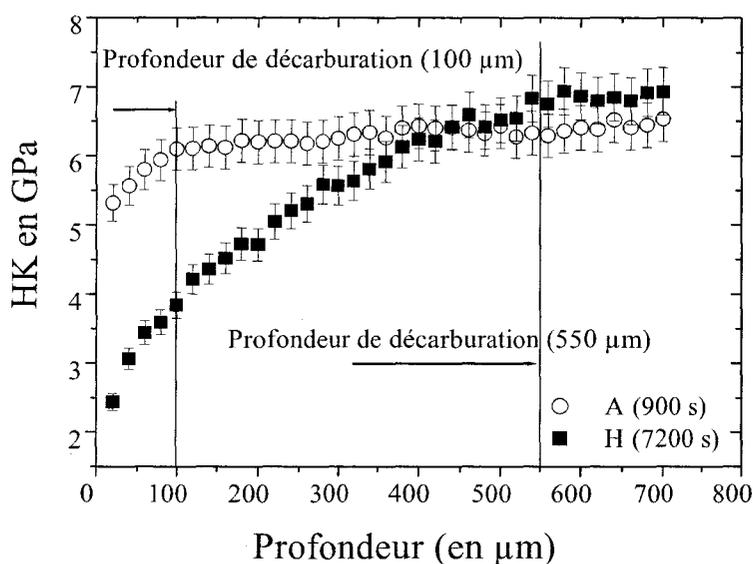


Figure 42. Profils de dureté des aciers austénitisés pendant 900 et 7200 secondes.

Pour cette série d'échantillons, nous avons observé des variations de dureté comprises logiquement entre les deux courbes présentées sur la **figure 42**. Ces courbes peuvent être divisées en deux zones. La première, où la dureté varie, est adjacente à la surface correspond à la zone décarburee. Dans cette zone, la valeur de la dureté évolue entre la valeur de la dureté superficielle et la dureté à cœur du matériau non affecté. La seconde zone située à droite, c'est-à-dire où la valeur de la dureté reste sensiblement constante, correspond au cœur du matériau. Comme la dureté est constante, on en conclut que le matériau est homogène et donc non affecté

par la décarburation. A titre d'exemple à partir de la lecture de la **figure 42**, on peut estimer que les profondeurs décarburrées sont de 100 μm pour l'échantillon A et de 550 μm pour l'échantillon H. Le **tableau 7** rassemble l'ensemble les profondeurs décarburrées obtenues pour chaque échantillon dont les durées d'austénitisation sont comprises entre 900 et 7200 secondes.

Echantillon	A	B	C	D	E	F	G	H
Durée d'austénitisation (t en s)	900	1800	2700	3600	4500	5400	6300	7200
Profondeur de décarburation ($x \pm 15$ en μm)	100	180	260	350	330	410	490	550

Tableau 7. Profondeurs totales de décarburation mesurées par indentation en fonction de la durée d'austénitisation.

La **figure 43** représente la variation de la profondeur totale de décarburation déduite des mesures par indentation en fonction de la racine carrée de la durée d'austénitisation comme le prévoit la **relation (103)**.

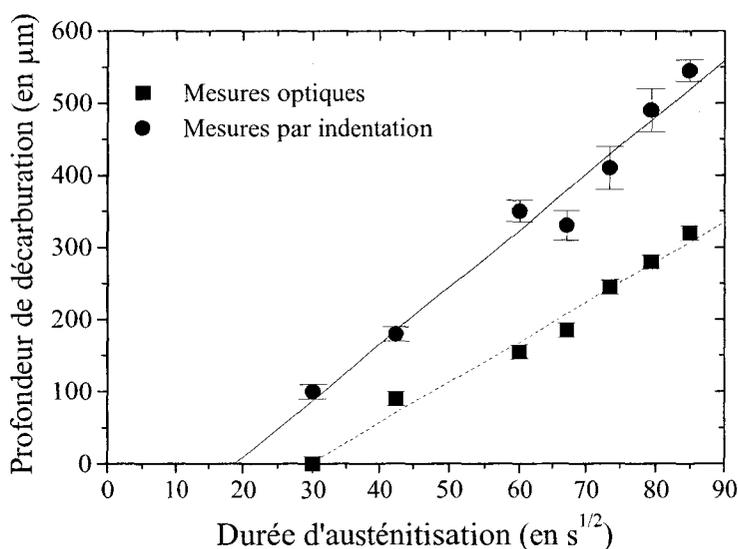


Figure 43. Profondeurs de décarburation déduites de mesures par indentation en fonction de la racine carrée de la durée d'austénitisation.

Pour mémoire, nous avons rappelé sur cette figure les résultats des profondeurs décarburrées estimées par les observations optiques. L'objectif de ce qui suit est donc de confronter les deux méthodes pour mettre en évidence, ou non, la pertinence de la méthode par indentation face à la méthode optique. Le calcul de la pente de la droite relative à la mesure par indentation (**figure 43**) donne une valeur de $7,93 \cdot 10^{-4} \text{ cm} \cdot \text{s}^{-1/2}$, qui doit être comparée à $5,65 \cdot 10^{-4} \text{ cm} \cdot \text{s}^{-1/2}$, valeur obtenue à partir des observations optiques. En utilisant la **relation (103)**, il est possible de calculer la constante k qui est trouvée ici proche de 1,44. La fonction $\text{erf}(1,44)$ est égale à 0,96. Ce résultat très intéressant montre que la concentration en carbone déduite des mesures par indentation

correspond à 96 % de la teneur initiale en carbone de l'acier comparée à 84 % obtenue à partir des analyses optiques en supposant une concentration nulle à l'extrême surface. Dans un autre exemple, en prenant $C_0=0,56$ % et $C_s=0,1$ %, on trouve que $C(x,t)$ est égale à $(0,96.C_0+0,04.C_s)$ ou encore 0,54 % correspond encore à 96 % de la concentration initiale C_0 , soit 12 % de plus que la méthode optique. Il est donc clair que la méthode par mesure de dureté est plus précise que la méthode optique pour déterminer la profondeur totale de décarburation.

De plus, comme nous l'avons constaté précédemment, la **figure 43** montre sans ambiguïté que les deux droites ne coupent pas les axes des ordonnées et des abscisses au point origine. Nous suggérons plutôt l'existence d'une durée nécessaire pour atteindre la température de diffusion. A partir des mesures par indentation, qui semblent ici plus réalistes que les mesures optiques, cette durée après calcul est voisine de 5 minutes alors que la durée estimée par mesures optiques est plus proche de 15 minutes. Mais le résultat essentiel de cette partie de l'étude est que l'indentation est plus adaptée pour décrire le phénomène de décarburation puisque la mesure par indentation détecte une profondeur de zone affectée plus élevée que celle obtenue par mesure optique, en accord d'ailleurs avec les calculs trouvés par la loi de diffusion de Fick.

Comme la détermination des profondeurs totales de décarburation est plus précise à partir des profils de dureté, nous avons estimé ces profondeurs sur l'ensemble des échantillons traités thermiquement en atmosphère contrôlée. La première étape consiste à comparer les différents échantillons entre eux selon leur état métallurgique, c'est-à-dire après trempe (**figure 44**) et après trempe puis revenu (**figure 45**). Sur ces figures, on note que tous les échantillons tendent à cœur vers une valeur de dureté voisine à 7,5 GPa pour les échantillons trempés et vers une valeur proche de 5,5 GPa pour les échantillons trempés-revenus. Cela montre par la même occasion que le revenu a pleinement joué son rôle puisque la dureté a chuté de plus de 30%. Cependant, on note que l'échantillon 2R54Q possède une dureté après trempe bien inférieure à la dureté atteinte à cœur par les autres échantillons. Notons que cette observation n'aurait pu se faire à partir des courbes de dureté obtenues après le revenu. Nous ne pouvons expliquer l'origine de cette chute de dureté. Rappelons aussi que cet échantillon présente une anomalie en analyse micrographique ce qui nous conforte dans notre choix de ne pas retenir cet échantillon dans l'interprétation du phénomène de décarburation. Nous l'étudierons toutefois pour montrer si la technique ou la méthode utilisée permet de mettre en évidence cette anomalie.

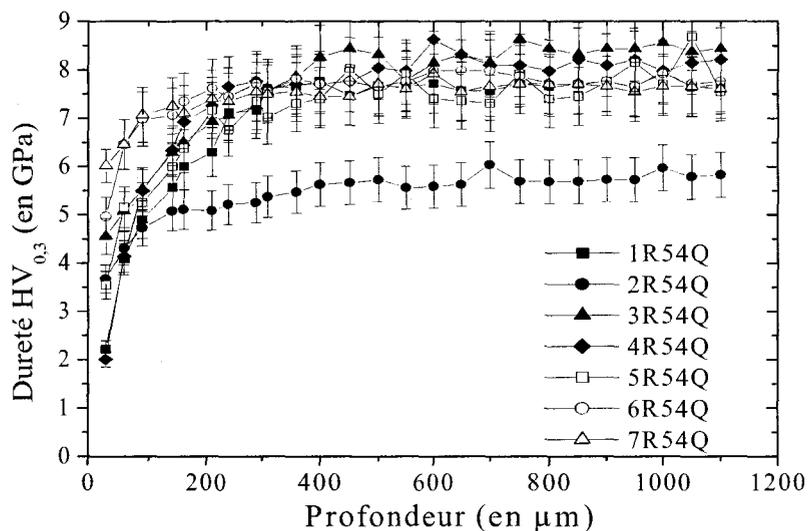


Figure 44. Profils de dureté obtenus sur les échantillons trempés.

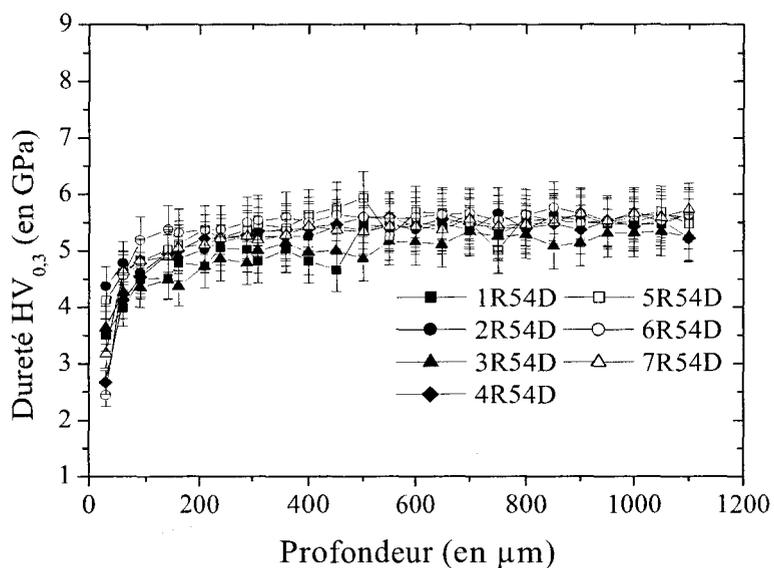


Figure 45. Profils de dureté obtenus sur les échantillons revenus.

Une deuxième étape consiste à étudier les évolutions de dureté pour chaque condition de traitement thermique, temps et température, et de comparer les profondeurs de décarburation obtenues après trempé puis trempé et revenu. La **figure 46** rassemble les profils de dureté pour chaque échantillon et par conséquent pour chaque durée de traitement à la même température d'austénitisation.

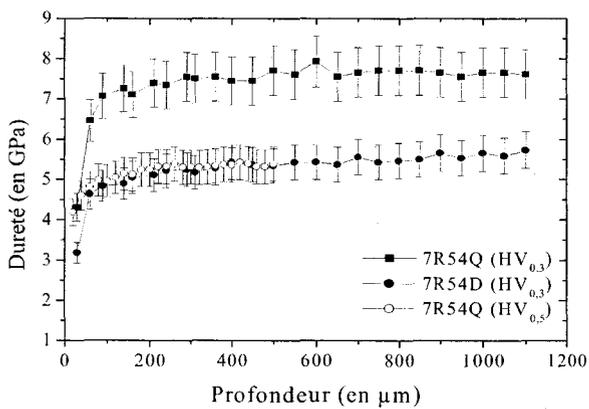
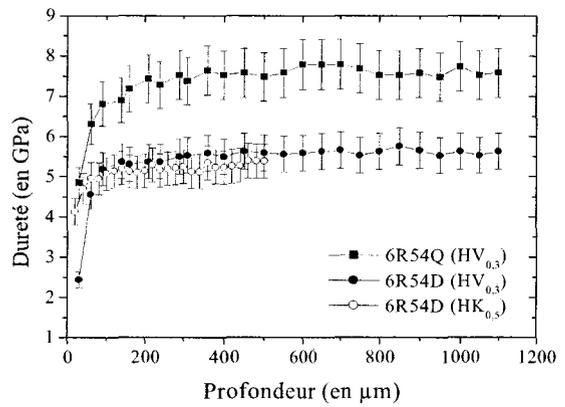
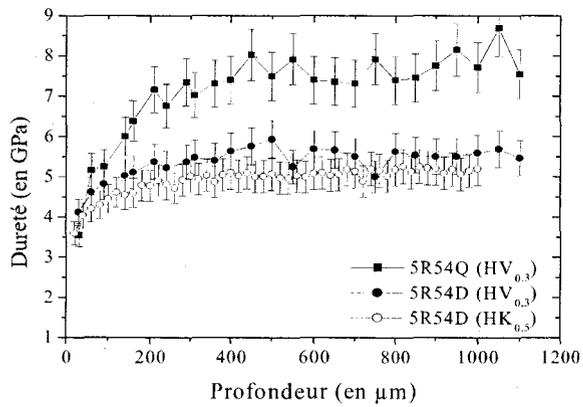
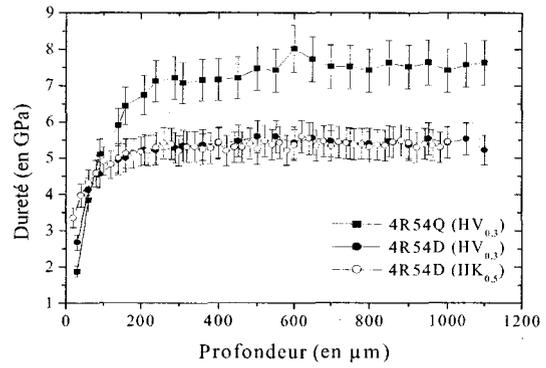
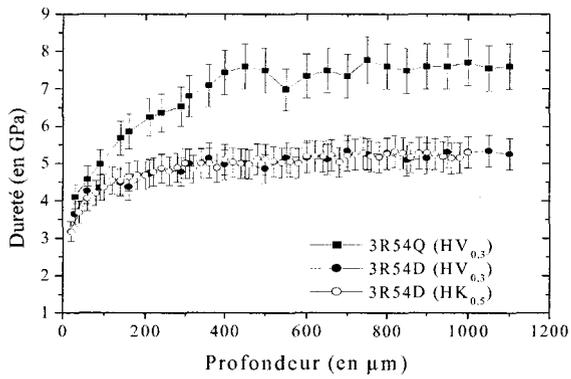
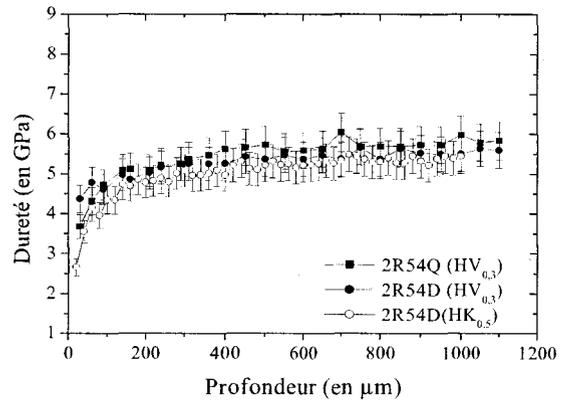
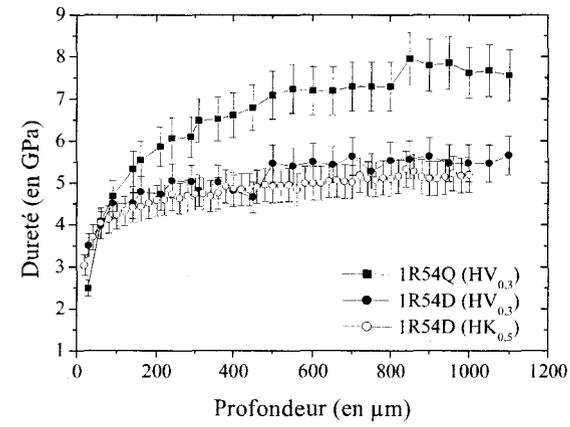


Figure 46. Profils de duretés Knoop et Vickers sur les échantillons trempés et revenus, décarburés sous atmosphère contrôlée.

Pour l'établissement du profil de dureté, nous avons réalisé des indentations en utilisant un indenteur Vickers et un indenteur Knoop de forme beaucoup plus allongée. Il est en effet très utilisé pour établir des filiations de dureté. De plus, dans cette gamme de valeurs de dureté, entre 2 et 6 GPa, on observe très peu de différences entre les deux nombres de dureté comme l'a bien montré Pertuz [9] dans son travail de doctorat. Toutefois, on peut remarquer que des différences de dureté apparaissent lorsque les mesures sont réalisées très près de la surface. On peut en partie attribuer cette différence à un effet de bord plus prononcé pour l'indenteur Vickers ou une localisation de la déformation plastique dans une zone plus homogène pour l'indenteur Knoop. Dans la suite, étant donné que les valeurs de dureté sont les mêmes, nous utiliserons les résultats des indentations Knoop pour tester ou valider les modèles que nous appliquerons. Pour ce qui suit, nous nous proposons seulement de donner les profondeurs totales de décarburation mesurées après traitements thermiques sur les échantillons trempés et trempés-revenus. Le **tableau 8** permet de comparer directement les valeurs des profondeurs décarburees.

Référence	1R54Q	2R54Q	3R54Q	4R54Q	5R54Q	6R54Q	7R54Q
Profondeur totale de décarburation en μm	800	400	450	250	400	200	150
Référence	1R54D	2R54D	3R54D	4R54D	5R54D	6R54D	7R54D
Profondeur totale de décarburation en μm	600	400	300	200	300	150	150

Tableau 8. Profondeurs de décarburation estimées après trempe et après trempe et revenu sur les échantillons traités sous atmosphère contrôlée.

De manière générale, on observe que les valeurs des profondeurs totales de décarburation estimées sur les échantillons trempés sont légèrement supérieures à celles mesurées sur les échantillons ayant subis un revenu après la trempe. Cet écart est bien montré sur la **figure 47** qui représente la profondeur totale de décarburation estimée sur les échantillons trempés en fonction de la profondeur estimée sur les mêmes échantillons après revenu. Il faut signaler aussi que les profondeurs sont arrondies à 50 microns près du fait de leur lecture difficile comme par exemple sur la **figure 46**.

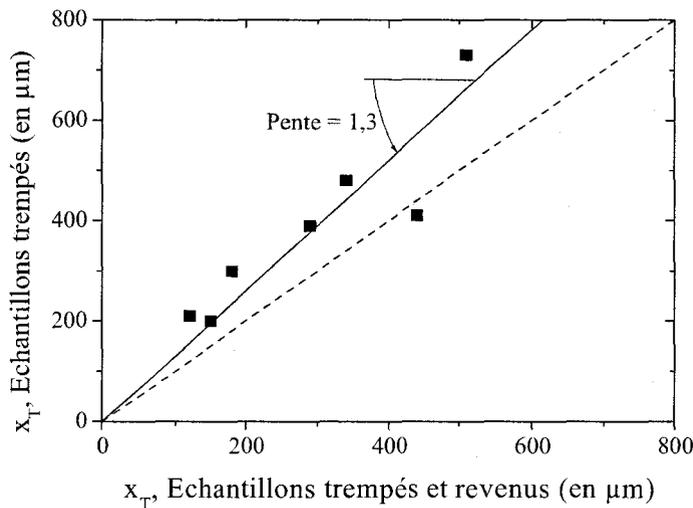


Figure 47. Comparaison des profondeurs totales de décarburation estimées sur les matériaux après trempe et après trempe et revenu.

Sur cette figure, on confirme que les valeurs mesurées après revenu sont sous-évaluées. Ce résultat peut surprendre car, de toute évidence, si le processus de décarburation était activé pendant le revenu, même faiblement du fait de la basse température et de la courte durée de maintien (420 °C pendant 1 heure), la profondeur de décarburation aurait dû augmenter après le revenu. Dans ces conditions, on peut penser que l'écart observé vient uniquement de la lecture des profils de dureté qui est rendue plus difficile pour les échantillons trempés et revenus du fait de la différence plus faible entre la dureté à cœur et la dureté en surface. Ainsi, le positionnement de la limite entre la zone décarburee et la zone non décarburee est plus imprécis. En résumé, ce résultat soulève un autre problème qui est que la dureté ne peut dans certains cas, comme après un revenu, être suffisante pour déterminer avec précision la profondeur totale de décarburation. Rappelons toutefois que la détermination de la profondeur reste plus appropriée avec des mesures par indentation que par des observations optiques.

Pour éviter trop d'erreurs sur la lecture de la limite entre les zones décarburees et non décarburees, nous cherchons dans ce qui suit, à modéliser les évolutions de dureté dans une section droite de l'échantillon pour ensuite établir un critère objectif de détermination de la profondeur de décarburation. Pour cela, nous nous appuyons sur les lois classiques de mélanges où la dureté de chaque phase se calcule en fonction de la composition de l'acier et surtout de la teneur en carbone.

C.2 Lois de mélange des phases.

C.2.1 Modèle prédictif de dureté.

A partir des relations relatives à la dureté des phases d'un acier et des lois de prédiction des phases après traitement thermique présentées dans le chapitre bibliographique, en particulier celles proposées par Murry [14], nous cherchons à développer un modèle prédictif de dureté qui s'appuie aussi en grande partie sur les lois de diffusion du carbone tirées des relations de Fick. Pour cela, quelques précautions sont à prendre. La première est de vérifier si la prédiction des phases obtenues après la trempe correspond à ce que nous observons. En effet, le carbone jouant un rôle déterminant, la diffusion de cet élément, et par conséquent la diminution de la quantité de carbone en surface, va modifier la cinétique de transformation des phases ainsi que leurs quantités respectives. Nous avons donc vérifié que la structure après trempe était principalement martensitique avec de l'austénite non transformée. Nous avons vérifié que la structure bainitique ne peut être présente en surface du matériau, sa présence n'ayant pas été observée lors des analyses micrographiques. De plus, ce point est confirmé en comparant les vitesses critiques de trempe martensitique aux vitesses de refroidissement calculées à partir des relations (17), (18) et (19). Nous avons ainsi trouvé que les vitesses de refroidissement sont supérieures à la vitesse critique de trempe martensitique, calculées à des profondeurs proches du cœur. La structure bainitique, si elle était présente, se situerait donc uniquement au niveau du cœur de l'échantillon et, dans tous les cas, en trop faible quantité pour modifier la valeur de la dureté. C'est pourquoi nous ne prendrons pas en compte cette structure dans la construction du modèle prédictif de dureté. Ce modèle ne va considérer que les duretés de la martensite et de l'austénite.

Le modèle prédictif en dureté s'appuie sur une loi simple des mélanges de forme linéaire additive. Elle précise qu'une propriété mécanique d'un mélange de phases P est la somme des propriétés individuelles P_i de chacune des phases, pondérées par leurs proportions relatives a_i , en masse ou en volume, au sein du mélange. La forme la plus générale est donc :

$$P = \sum_1^n a_n \cdot P_n \quad \text{avec} \quad \sum a_n = 1 \quad \text{et} \quad 0 < a_i < 1. \quad (104)$$

L'application de cette relation à l'étude de la dureté d'un acier trempé permet de relier la dureté globale du matériau à la dureté de la martensite et de l'austénite résiduelle sous la forme suivante :

$$HV(x) = y_{\gamma_{ret}} \cdot HV_{\gamma_{ret}} + (1 - y_{\gamma_{ret}}) \cdot HV_{Mart} \quad (105)$$

où $HV(x)$ représente la dureté totale de l'acier et $HV_{\gamma_{ret}}$, la dureté de l'austénite résiduelle, HV_{Mart} la dureté de la martensite et $y_{\gamma_{ret}}$ la proportion d'austénite résiduelle.

Cette relation n'est pas nouvelle. Elle est largement utilisée dans le milieu du traitement thermique mais la difficulté dans son application réside ici dans la détermination de chaque paramètre, dureté et quantité de phases, qui varie en fonction de la teneur en carbone, et par conséquent en fonction de la profondeur. C'est pourquoi nous utilisons les lois de la diffusion qui font le lien entre la concentration en carbone et la profondeur. Ces lois sont rappelées dans les **relations (1) et (2)** dans lesquelles ont été introduites les expressions de la dureté de la martensite et du calcul de la quantité d'austénite résiduelle par la relation de Koistinen et Marburger (**relation (15)**). Pour le calcul de la dureté de la martensite, nous considérons en première approximation la variation linéaire puisque la proportion initiale de carbone ne dépasse pas 0,6 % (voir **figure 7, chapitre C.1.2**).

Dans ces conditions, la **relation (105)** s'écrit :

$$HV(x) = \exp[-0.011 \times \{-423 \times (C_0 - (C_0 - C_S) \times \chi) + A\} - T_Q] \times HV_{\gamma_{ret}} + [1 - \exp[-0.011 \times \{-423 \times (C_0 - (C_0 - C_S) \times \chi) + A\} - T_Q]] \times \{P_H \times (C_0 - (C_0 - C_S) \times \chi) + H_{Fe}\} \quad (106)$$

où C_0 est la teneur initiale en carbone, C_S la teneur en carbone en surface et où le paramètre A dépend de la composition du matériau :

$A = 539 - 30,4Mn - 17,7Ni - 12,1Cr - 11Si - 7Mo$, où la teneur des éléments est exprimée en %

P_H et H_{Fe} sont les constantes définies dans l'équation de la dureté de la martensite en fonction du pourcentage de carbone (coefficients d'interpolation de la **figure 7** où $P_H=1116$ et $H_{Fe}=200$), T_Q est la température du milieu de trempe et χ représente la fonction erreur de

Gauss, soit $\chi = \operatorname{erfc}\left(\frac{x}{2\sqrt{Dt}}\right)$ pour simplifier l'écriture de la relation.

En pratique, il peut être difficile de prévoir la concentration en carbone en surface C_S à partir des conditions du traitement thermique si celui-ci a lieu dans une atmosphère non contrôlée. Par contre, il est possible d'accéder à la dureté en surface par une mesure en indentation à quelques microns de cette surface libre ou par un essai perpendiculairement à la couche de diffusion en utilisant une charge d'indentation relativement faible. C'est pourquoi nous reprenons la **relation (106)** en exprimant les teneurs en carbone en fonction des duretés pour obtenir une expression générale de la forme :

$$HV(x) = \exp[-0.011 \times \left\{ -423 \times \left(\frac{HV_C - H_{Fe}}{P_H} - \left(\frac{HV_C - H_{Fe}}{P_H} - \frac{HV_S - H_{Fe}}{P_H} \right) \times \chi \right) + A \right\} - T_i] \times HV_{\gamma_{ret}} + \left[1 - \exp \left\{ -0.011 \times \left[-423 \times \left(\frac{HV_C - H_{Fe}}{P_H} - \left(\frac{HV_C - H_{Fe}}{P_H} - \frac{HV_S - H_{Fe}}{P_H} \right) \times \chi \right) + A \right] - T_i \right\} \right] \times \left\{ B \times \left(\frac{HV_C - H_{Fe}}{P_H} - \left(\frac{HV_C - H_{Fe}}{P_H} - \frac{HV_S - H_{Fe}}{P_H} \right) \times \chi \right) + H_{Fe} \right\} \quad (107)$$

où HV_C et HV_S sont respectivement la dureté du matériau à cœur et en surface.

C.2.2 Application du modèle prédictif.

C.2.2.1 Cas des échantillons traités sous atmosphère contrôlée.

Pour valider le modèle prédictif, nous appliquons tout d'abord ce modèle au cas des échantillons traités thermiquement dans une atmosphère contrôlée, ces échantillons étant issus d'une même coulée et ayant subi les mêmes traitements thermiques. On impose ainsi une composition chimique et des conditions de trempe identiques. De plus, ces situations sont intéressantes à étudier car les potentiels de carbone en surface sont connus. Ainsi, tous les paramètres qui interviennent dans la **relation (107)** sont connus. A partir de cette relation, nous pouvons donc construire le profil de dureté qui s'appuie sur les seules connaissances des paramètres de traitement. La **figure 48** représente en traits pointillés la prédiction des profils de dureté, en prenant le coefficient de diffusion égal à $7,6 \cdot 10^{-8} \text{ cm}^2 \cdot \text{s}^{-1}$.

La construction des profils de dureté à partir de la prévision des différentes phases donne des résultats très satisfaisants quant à l'allure générale de la courbe. On constate en effet que les valeurs de dureté à cœur mesurées et prévues par le modèle sont pratiquement égales. Par contre, dans la zone de diffusion du carbone, on peut noter une légère dispersion dans certains cas mais il est très difficile d'attribuer cet écart, soit à un défaut du modèle, soit à des variations de mesures qui pourraient être dues à des effets de surface, c'est le cas des échantillons 4R54Q et 5R54Q. Ce phénomène est plus important pour l'échantillon 7R54Q qui ne devrait comporter aucune décarburation puisque le potentiel carbone dans le four à atmosphère contrôlée est celui du matériau, c'est à dire 0,54 %. Malgré tout, un autre résultat intéressant est que les profondeurs totales de décarburation prévues par le modèle ou mesurées semblent converger vers les mêmes valeurs.

Nous venons de voir qu'il est possible de construire les profils de dureté pour un échantillon dont on connaît parfaitement les conditions du traitement thermique qui ont conduit à la décarburation en surface. Les résultats sont corrects même si des écarts sont observés dans la zone superficielle. Toutefois, l'utilisation de ce modèle semble plus délicate pour des situations de décarburation non contrôlée. En effet, certains des paramètres nécessaires à l'application du modèle ne sont plus connus comme le potentiel carbone en surface, ou ils ne sont plus parfaitement maîtrisés, comme la durée ou la température dans le four d'austénitisation qui peuvent varier. Dans ce qui suit, nous cherchons à étudier les limites et les conditions d'application de ce modèle prédictif appliqué aux cas d'échantillons décarburés en atmosphère oxydante non contrôlée.

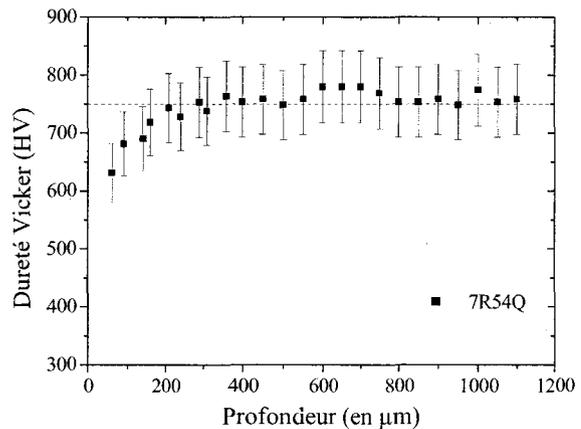
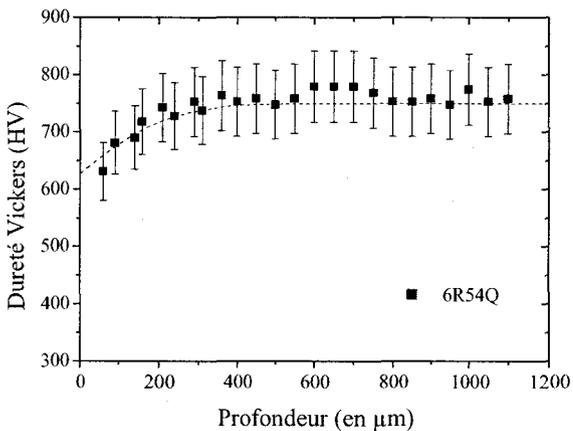
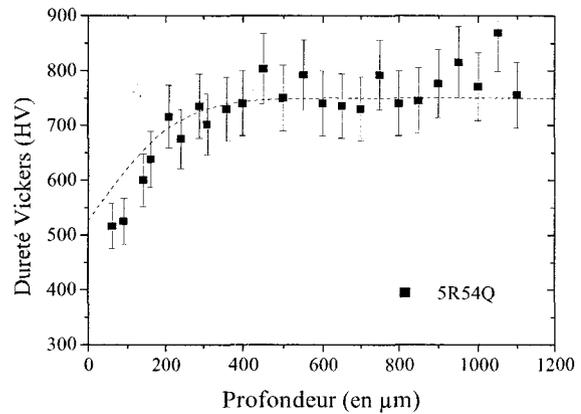
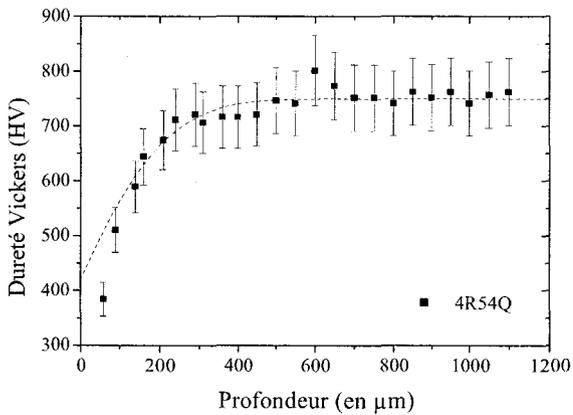
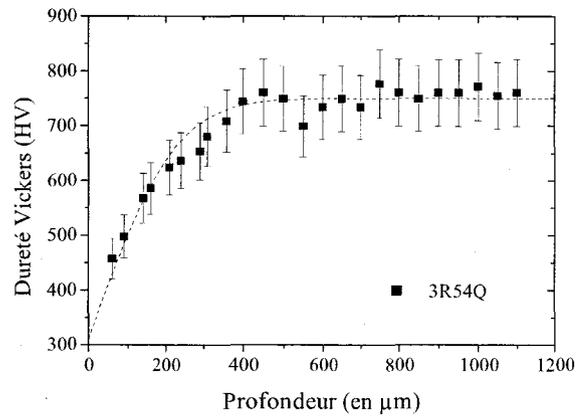
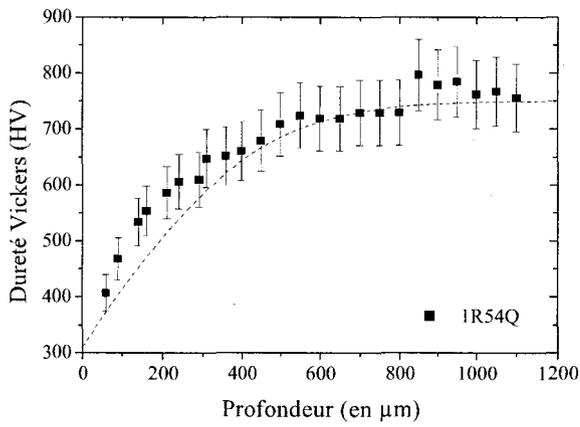


Figure 48. Construction des profils de dureté à partir des paramètres d'austénitisation des échantillons traités dans une atmosphère contrôlée.

C.2.2.2 Cas des échantillons traités sous atmosphère oxydante.

Dans cette étude, nous sommes confrontés à un problème qui est la connaissance du potentiel carbone de surface. Donc, dans une première partie, nous allons analyser les profils

expérimentaux de dureté pour remonter à la valeur de ce potentiel carbone. Nous verrons que les résultats sont globalement satisfaisants. C'est pourquoi nous appliquons cette approche en considérant la dureté de surface au lieu de la teneur en carbone, la dureté étant le paramètre retenu d'un point de vue de l'industrie mécanique. Nous mettrons ici en évidence d'autres problèmes, en particulier la pertinence du choix de la valeur de la dureté de surface et la nécessité d'adapter le coefficient de diffusion du carbone. Cette étude a porté sur les échantillons cylindriques austénitisés dans le four à gaz industriel à atmosphère oxydante. Les filiations de dureté ont été réalisées dans une section droite du barreau en utilisant un indenteur Knoop.

C.2.2.2.a.1 Critère basé sur la teneur en carbone superficielle.

Dans une première approche, nous appliquons la **relation (106)** pour représenter l'évolution de la dureté dans une section droite de l'échantillon en fonction des potentiels carbone. Cette relation fait intervenir plusieurs paramètres que l'on peut laisser libres de varier en l'absence de connaissances plus précises sur les conditions du traitement thermique, ou que l'on peut fixer si on suppose ces paramètres parfaitement connus. Dans notre cas, nous considérerons comme paramètres de lissage les concentrations C_0 et C_s , tous les autres paramètres étant supposés connus et constants. Il est clair que le modèle est validé si nous trouvons des teneurs initiales en carbone de l'acier C_0 et de surface C_s concevables.

Pour une meilleure lisibilité des courbes, nous n'avons représenté sur la **figure 49** que les variations observées pour seulement deux échantillons en prenant soin de prendre les situations extrêmes. Il s'agit des échantillons A et H.

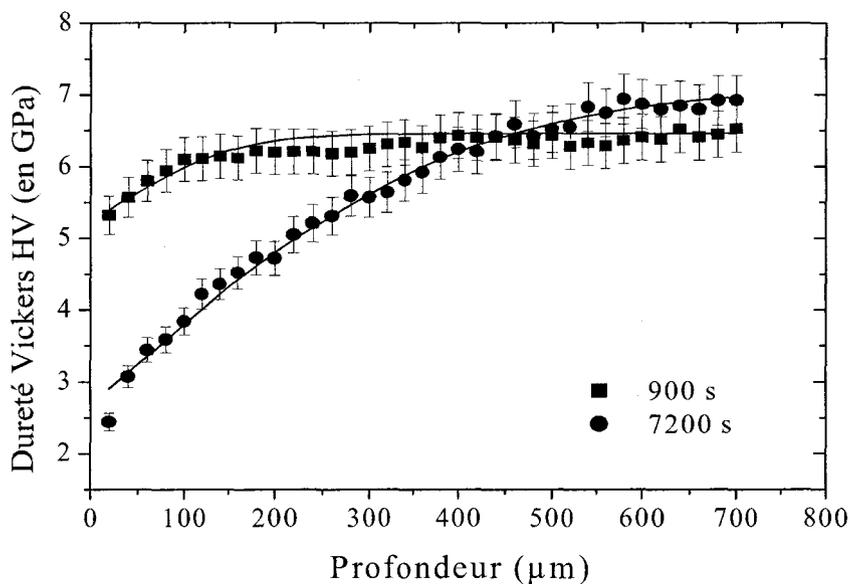


Figure 49. Application du modèle de dureté pour les échantillons décarburés pendant 900 secondes et 7200 secondes à 920 °C.

Avant de discuter plus en détail de l'application du modèle, nous pouvons comparer les profils de duretés sur les échantillons décarburés en atmosphère contrôlée (série 1 à 7) et ceux décarburés en atmosphère dite oxydante (série A à H). De manière générale, on remarque que les duretés à cœur sont comparables, autour de 7 GPa pour les premiers, et de 7,5 GPa pour les autres. Par contre, même si les conditions de décarburation ne sont pas les mêmes, la dureté mesurée en surface, jusqu'à 2 GPa pour les plus décarburés en atmosphère oxydante, reste bien inférieure à 4 GPa pour son homologue décarburé en atmosphère contrôlée. Ceci s'explique par une décarburation qui est beaucoup plus 'sévère' à l'air ambiant. Notons aussi que la valeur de 2 GPa est possible car elle peut correspondre à la dureté d'une martensite très peu chargée en carbone, voire à la dureté de la ferrite.

Concernant maintenant le modèle de dureté, l'observation de la **figure 47** montre qu'il permet de bien représenter les résultats expérimentaux. Ce modèle a donc été appliqué à l'ensemble des échantillons pour déterminer les paramètres de lissage, C_0 et C_s . Le **tableau 9** rassemble l'ensemble des teneurs en carbone en fonction de la durée de maintien à 920 °C.

Référence	t (s)	C_0	C_s
A	900	0,41	0,30
B	1800	0,46	0,33
D	3600	0,54	0,21
E	4500	0,55	0,23
F	5400	0,53	0,12
G	6300	0,54	0,10
H	7200	0,54	0,06

Tableau 9. Teneurs en carbone en surface et à cœur déterminées par lissage des duretés expérimentales obtenues sur les échantillons décarburés pendant des durées allant de 900 à 7200 secondes.

Les résultats rassemblés dans le **tableau 9** montrent que, pour la plupart des échantillons, la concentration en carbone à cœur prédite par le modèle est égale à la concentration théorique de 0,54 %. Ce résultat est très réconfortant même si une dérive importante est observée pour les deux premiers échantillons référencés A et B. Pour ces derniers, on note en effet une différence de près de 25% par rapport à la valeur théorique. Cette différence engendre une surestimation de la dureté à cœur de 50 HV environ, comme on peut le vérifier sur la **figure 49**. Cela met en évidence une certaine sensibilité du modèle vis-à-vis de son utilisation pour déterminer le potentiel carbone,

étant donné qu'une variation de dureté de 7 % provoque une erreur sur C_0 de l'ordre de 25 %. Une des explications pourrait venir de l'homogénéité de la barre dans laquelle ont été extraits les échantillons. Cela pose alors le problème de la réception des lots de matière et de leur contrôle. Mais, à ce stade de l'étude, nous ne savons expliquer cette différence.

Pour ce qui concerne la valeur estimée de la teneur en carbone en surface, les résultats obtenus semblent tout à fait cohérents, au moins dans leurs tendances. En effet, la teneur en surface varie de 0,30 % pour le moins décarburé vers 0,06 % pour l'échantillon le plus décarburé. Ce dernier résultat est d'autant plus intéressant que l'on observe une zone superficielle blanche apparentée à une martensite très pauvre en carbone ou encore à de la ferrite (limite de solubilité de 0,03 % sur le diagramme Fe-C).

Dans le modèle que vous venons de présenter, un paramètre n'a pas été pris en compte. Il s'agit de la présence éventuelle de calamine. C'est un oxyde de fer qui se forme en surface lorsque l'acier est placé dans une atmosphère oxydante. La présence de calamine entraîne une perte de matière en surface qui peut conduire à un décalage de la courbe de diffusion, donc de la courbe de dureté. Pour étudier son influence sur ce décalage, nous avons estimé le potentiel carbone de surface à partir des deux corrections de Lanteri *et al.* [7] et de Arnaud [8]. Les résultats obtenus, calculés à partir des équations (4) et (5) et du modèle de dureté, sont rassemblés dans le **tableau 10**. Pour mémoire, on rappelle les valeurs obtenues avec le modèle original.

Référence	t (s)	C_0	C_s (modèle initial)	C_s (Lanteri <i>et al.</i>)	C_s (Arnaud)
A	900	0,41	0,30	0,30	0,35
B	1800	0,46	0,33	0,32	0,30
D	3600	0,54	0,21	0,20	0,33
E	4500	0,55	0,23	0,24	0,38
F	5400	0,53	0,12	0,12	0,27
G	6300	0,54	0,10	0,09	0,30
H	7200	0,54	0,06	0,03	0,24

Tableau 10. Résultats déduits du modèle de diffusion modifié par la prise en compte des corrections dues à la présence éventuelle de calamine.

Les résultats montrent que l'introduction de la correction proposée par Arnaud [8] dans le modèle conduit à des concentrations de carbone en surface qui varient très peu avec la durée du traitement, de 0,24% pour le plus décarburé à 0,35 % pour le moins décarburé. Ce résultat ne va pas dans le sens de l'observation métallographique qui a mis en évidence une décarburation quasi-totale en surface de l'échantillon décarburé pendant 7200 secondes. Ce type de correction

traduit le fait que la couche de calamine jouerait plus un rôle de barrière à la diffusion du carbone. Par contre, l'utilisation de la correction de Lanteri *et al.* [7] donne des résultats très proches de ceux obtenus par le modèle initial. Ce résultat nous amène à la conclusion que la prise en compte de la formation de calamine dans un modèle de dureté n'apporte pas d'amélioration significative. C'est pourquoi, nous garderons le modèle original pour décrire les profils de dureté sans considérer la présence éventuelle de calamine.

C.2.2.2.a.2 Critère basé sur la valeur de dureté superficielle.

Une autre approche consiste à lisser les points expérimentaux en utilisant la dureté comme paramètres de lissage, c'est-à-dire la **relation (107)** plutôt que la **relation (106)**. Pour ce matériau, la valeur de la constante A est égale à 423. Ici encore, comme nous l'avons fait pour les concentrations en carbone, nous avons déterminé par lissage les valeurs de dureté en surface (H_s) et de dureté à cœur (H_c) même si cette dernière valeur est supposée connue. Un écart sur cette valeur peut aussi renseigner sur l'homogénéité du traitement ou mettre en évidence des problèmes de composition comme nous l'avons vu, en utilisant les teneurs en carbone comme paramètres de lissage. Dans ces conditions, la **figure 50** montre que le modèle est applicable également et qu'il permet de bien représenter les évolutions de dureté.

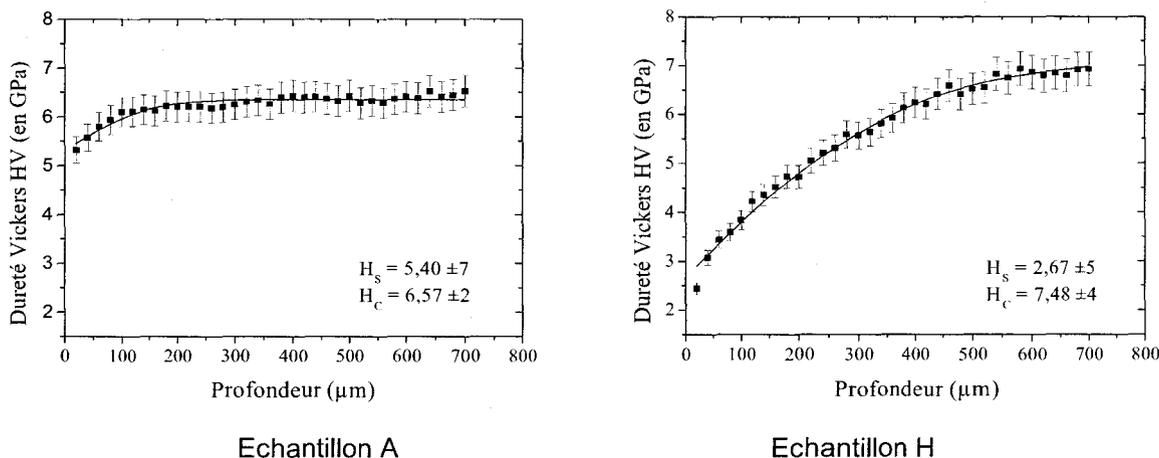


Figure 50. *Modèle en dureté lissé sur les valeurs de dureté en surface et à cœur. Cas des échantillons décarburés A et H.*

Pour discuter de la validité du modèle de dureté, nous avons comparé sur la **figure 51** les duretés mesurées expérimentalement à la surface et à cœur du matériau en fonction de celles déduites du modèle.

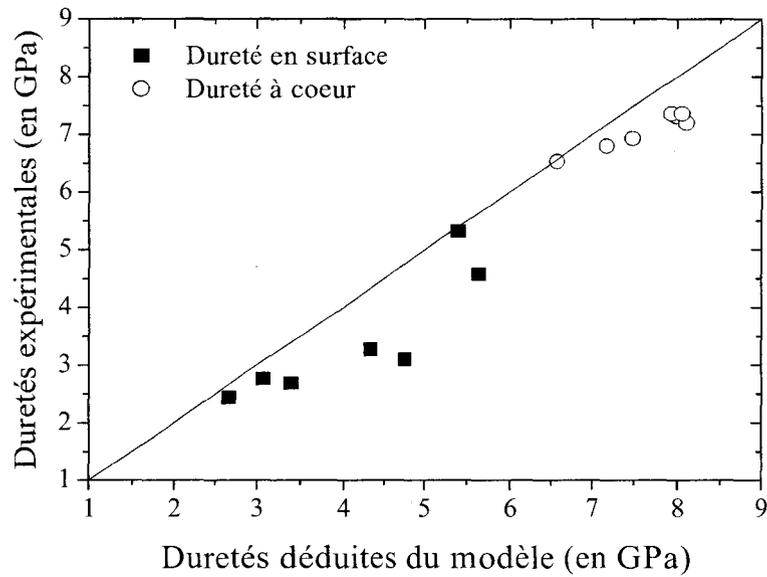


Figure 51. Comparaison des valeurs de duretés expérimentales et celles déterminées par le modèle.

La **figure 51** montre que globalement le modèle tend à donner les bonnes valeurs de dureté même si on peut observer une légère surestimation des duretés déduites du modèle comparées aux duretés mesurées en surface et à cœur du matériau. Pour expliquer cette surestimation, il faut se rapporter aux hypothèses faites dans la construction du modèle. On y voit deux origines probables pour expliquer cet écart. Il peut s'agir de la valeur du coefficient de diffusion en carbone pour lequel nous avons observé des écarts dans la bibliographie. Pour notre étude, nous avons considéré une valeur moyenne et un coefficient de diffusion constant égal à $7,6 \cdot 10^{-8} \text{ cm}^2 \cdot \text{s}^{-1}$. Dans le chapitre suivant, nous discutons de la valeur de ce coefficient de diffusion

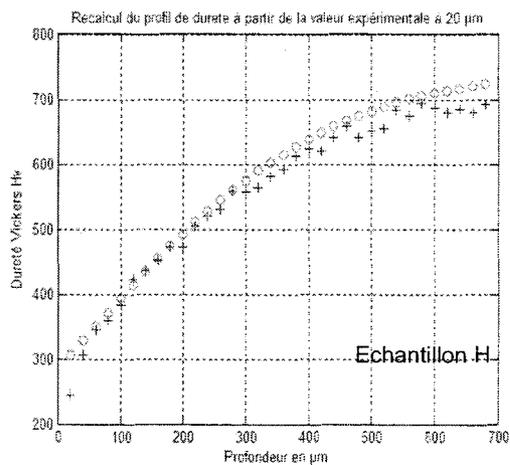
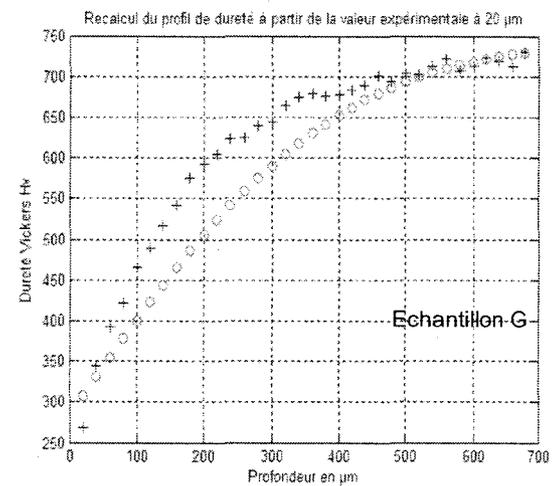
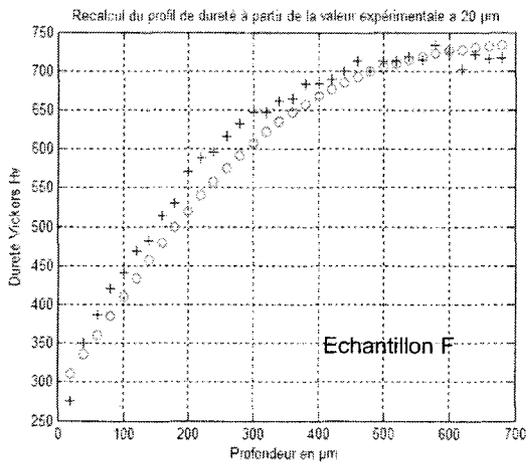
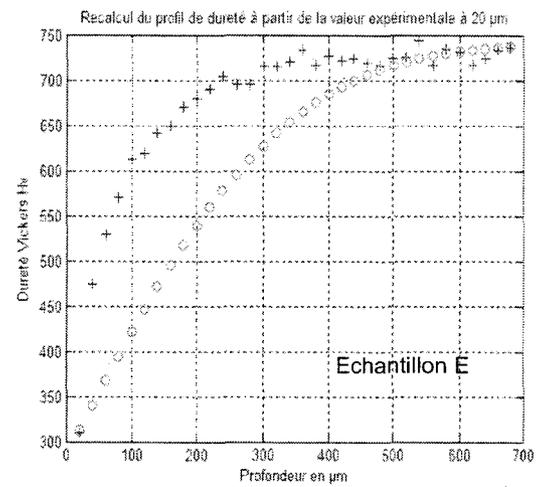
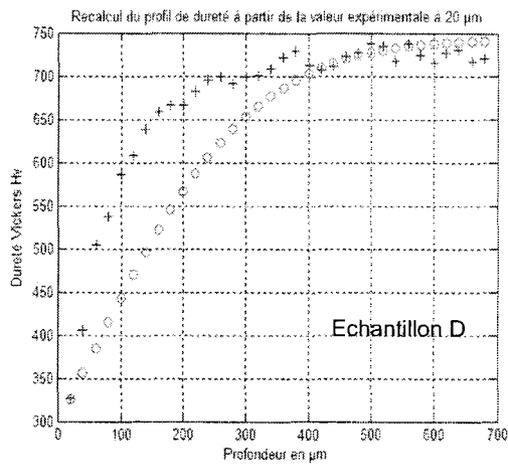
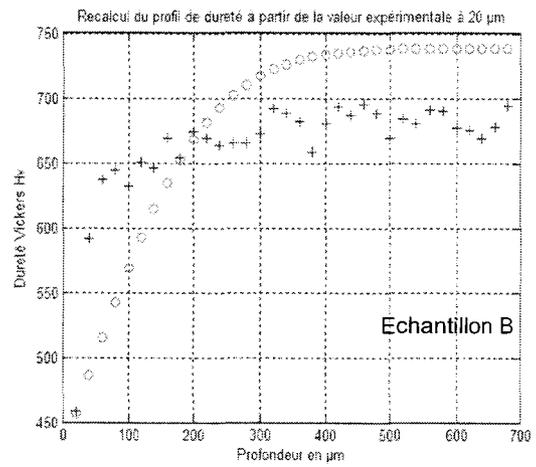
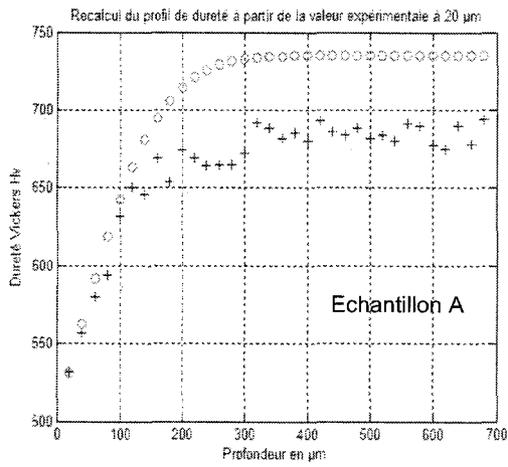


Figure 52. Construction des profils de dureté à partir de la dureté en peau (ronds) et comparaison avec les filiations de dureté expérimentales (croix).

C.2.2.2.a.3 Discussion sur le coefficient de diffusion.

Pour discuter sur la valeur du coefficient de diffusion, nous avons repris l'étude du modèle de dureté en supposant que la seule inconnue à déterminer est le potentiel carbone en surface. Nous appliquons le modèle décrit en termes de dureté. La **figure 52** (page précédente) qui montre toutes les courbes calculées et expérimentales révèlent quelques anomalies dans la construction des profils. Notons cependant que la forme générale est conservée et que les valeurs de duretés en surface coïncident.

L'analyse des différentes courbes appelle à plusieurs commentaires. Tout d'abord, on note pour les échantillons A et B une valeur expérimentale de dureté à cœur bien plus faible que la valeur prédite. La différence est d'environ 50 Hv. Ceci est en accord avec la valeur du potentiel carbone trouvé en surface dans le paragraphe précédent, 0,48 % au lieu de 0,54 %, ce qui traduit logiquement une dureté plus faible du fait de l'importance du carbone dans le calcul de dureté des phases. En effet, si on baisse par exemple le potentiel initial en carbone de 0,56 à 0,48 %, la courbe modélisée est bien meilleure pour représenter l'évolution des points expérimentaux (**figure 53**).

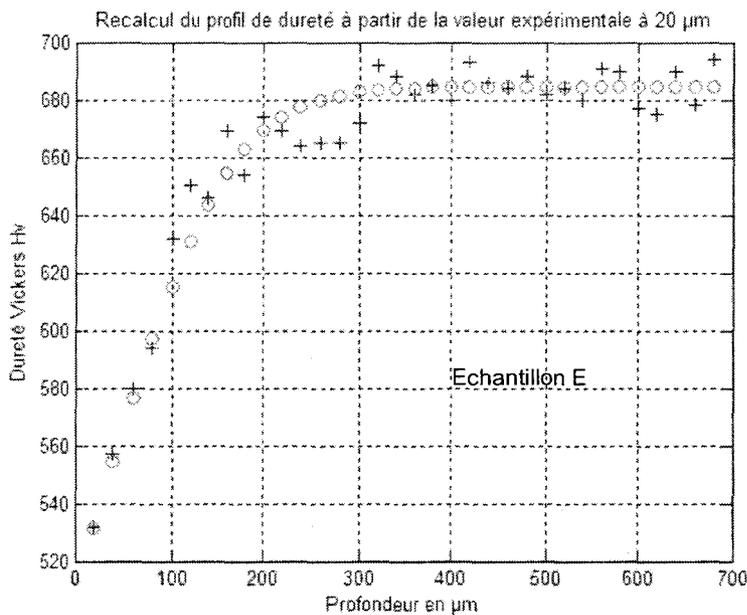


Figure 53. Construction du profil de dureté à partir de la dureté à 20 µm pour l'échantillon A en considérant un potentiel carbone à cœur de 0,48 %.

Un autre problème concerne l'inflexion des courbes qui peut être déterminante dans la mesure de la profondeur totale de décarburation. En effet, même si on observe que la dureté théorique tend bien vers la dureté à cœur, on note que les points de dureté qui traduisent la décarburation peuvent s'écarter plus ou moins de la courbe expérimentale. Par contre, on remarque que plus la durée de décarburation est élevée, plus la courbe théorique se rapproche de la courbe

expérimentale pour être pratiquement superposée pour l'échantillon traité pendant 7200 secondes (**figure 52**). On peut supposer, dans un premier temps, que la déviation observée au niveau de l'inflexion de la courbe est due à une valeur erronée du coefficient de diffusion. Pour étudier ce problème, on propose de prendre en compte la variation du coefficient de diffusion en fonction de la teneur en carbone comme le préconise Parrish [17] dans la relation suivante :

$$D = \frac{1,43 \cdot \exp\left(-\frac{19700}{T}\right) \cdot \exp\left(2,42 \cdot 10^{-3} \cdot \exp\left(\frac{6790}{T}\right) \cdot C\right)}{1 - 0,232 \cdot C} \quad (108)$$

où T est la température exprimée en Kelvin et C le pourcentage de carbone.

A titre d'exemple, le calcul à partir de la **relation (108)** due à Parrish [17] conduit pour un potentiel de 0,1 % à un coefficient de diffusion de $8,16 \cdot 10^{-8} \text{ cm}^2 \cdot \text{s}^{-1}$. Pour un potentiel carbone de 0,56 %, le calcul du coefficient de diffusion donne une valeur de $13,67 \cdot 10^{-8} \text{ cm}^2 \cdot \text{s}^{-1}$. On observe donc une très grande variation du coefficient de diffusion entre la surface et le cœur du matériau, c'est-à-dire jusqu'à 2 fois sa valeur. Malheureusement, l'introduction de ce calcul du coefficient dans le modèle prédictif en dureté ne permet pas d'améliorer les prédictions dans l'établissement du profil de dureté. La question sur l'évolution du coefficient de diffusion reste donc sans réponse. C'est pourquoi nous proposons de laisser libre ce paramètre dans le modèle de dureté pour ensuite étudier son évolution en fonction de la durée d'austénitisation. Pour cela, nous avons fixé les duretés en surface et à cœur en considérant celles mesurées expérimentalement. Les résultats obtenus montrent que les échantillons A et B donnent des valeurs de coefficients de diffusion très faibles. Par contre, les échantillons C et F présentent des coefficients de diffusion qui seraient bien trop élevés pour être considérés valablement dans cette étude. Pour disposer d'une relation entre les coefficients de diffusion et la durée du traitement, nous avons considéré seulement quatre coefficients de diffusion de manière à donner une tendance pour leur évolution.

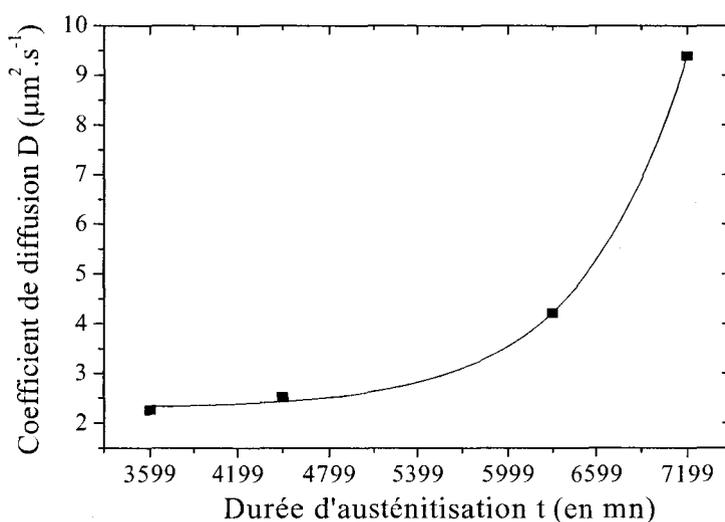


Figure 54. Evolution du coefficient de diffusion en fonction du temps sur quatre échantillons décarburés.

Etant donnée l'allure de la courbe obtenue sur la **figure 54**, une représentation mathématique sous forme exponentielle est la mieux adaptée. On peut d'ailleurs s'appuyer sur les travaux de Mittemeijer et Rozendaal [133] qui exprime le coefficient de diffusion par une fonction exponentielle du pourcentage de carbone. Dans notre cas, la relation qui convient est la suivante :

$$D(t) = 2,1 \cdot 10^{-4} \exp\left(\frac{t}{11,52}\right) + 2.29 \quad (109)$$

où t est la durée exprimée en secondes.

Bien que cette équation ne soit construite que sur quatre points, le coefficient de corrélation de 0,99 est très correct. De plus, on note sur la **figure 55** que la correction apportée au coefficient de diffusion permet de mieux représenter le profil de dureté expérimentale. Sur cette figure, les croix sont les points expérimentaux et les étoiles correspondent au profil construit avec le coefficient de diffusion recalculé.

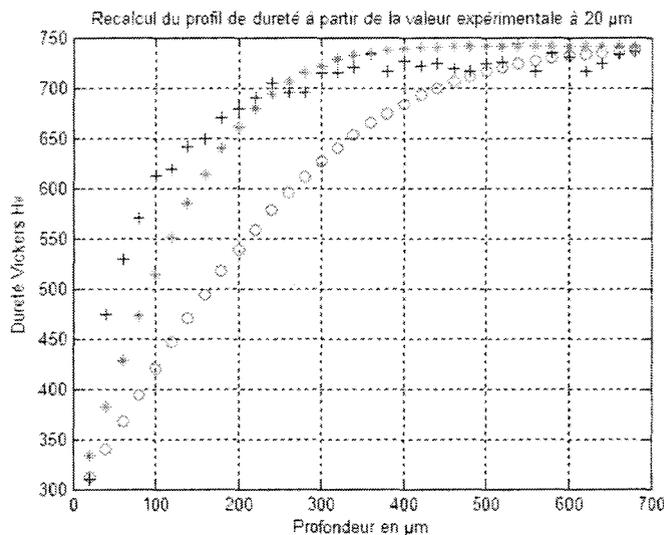


Figure 55. Construction du profil de dureté pour l'échantillon E (4500 s) avant (ronds) et après (étoiles) correction du coefficient de diffusion.

De manière générale, nous avons montré qu'il était possible de reconstruire le profil de dureté à partir de la connaissance de certains paramètres. Dans le cas où ces paramètres sont bien connus, le profil construit est en bon accord avec les résultats expérimentaux. Le problème devient beaucoup plus compliqué lorsqu'il manque certaines données essentielles comme le potentiel carbone en surface ou une connaissance précise du coefficient de diffusion. Dans ces conditions, il est toutefois possible de lisser les points expérimentaux pour remonter à ces données mais des erreurs peuvent survenir en particulier sur la dureté à cœur pour laquelle nous avons constaté des déviations. D'une autre manière, cette étude peut être utilisée pour caractériser l'homogénéité des échantillons et, de ce fait, peut permettre d'écarter certains d'entre-eux présentant de trop grandes dispersions.

En conclusion, les résultats sont globalement acceptables mais une étude systématique est rendue difficile du fait même de la complexité ou de la lourdeur des relations présentées ici. C'est pourquoi dans le chapitre suivant, nous allons nous attacher à décrire les variations de dureté par une loi mathématique plus simple dans laquelle pourrait intervenir un seul coefficient utilisé pour caractériser le niveau de décarburation. A terme, cet objectif permettrait et faciliterait la mise en place d'une méthode pour construire le profil de dureté à partir d'essais d'indentation réalisés perpendiculairement à la surface modifiée.

C.2.3 *Modèle descriptif de dureté.*

L'introduction d'un ou plusieurs paramètres de lissage rend le modèle purement descriptif. Ainsi, ce qui suit n'a d'autres vocations que de représenter les profils de dureté par une relation simple. En s'appuyant sur les lois de mélange précédemment décrites, on a pu remarquer globalement une association de loi linéaire pour représenter la dureté de chacune des phases et de loi de type exponentiel, en particulier celle décrivant le potentiel carbone dont la fonction erreur intègre une loi exponentielle. C'est pourquoi, dans une première approche, nous avons retenu la fonction suivante :

$$HV = A + B \exp(-k_p \cdot x) \quad (110)$$

Cette relation est ensuite appliquée à tous les échantillons décarburés, qu'ils soient décarburés dans une atmosphère contrôlée ou non.

C.2.3.1 Application aux échantillons décarburés sous atmosphère contrôlée.

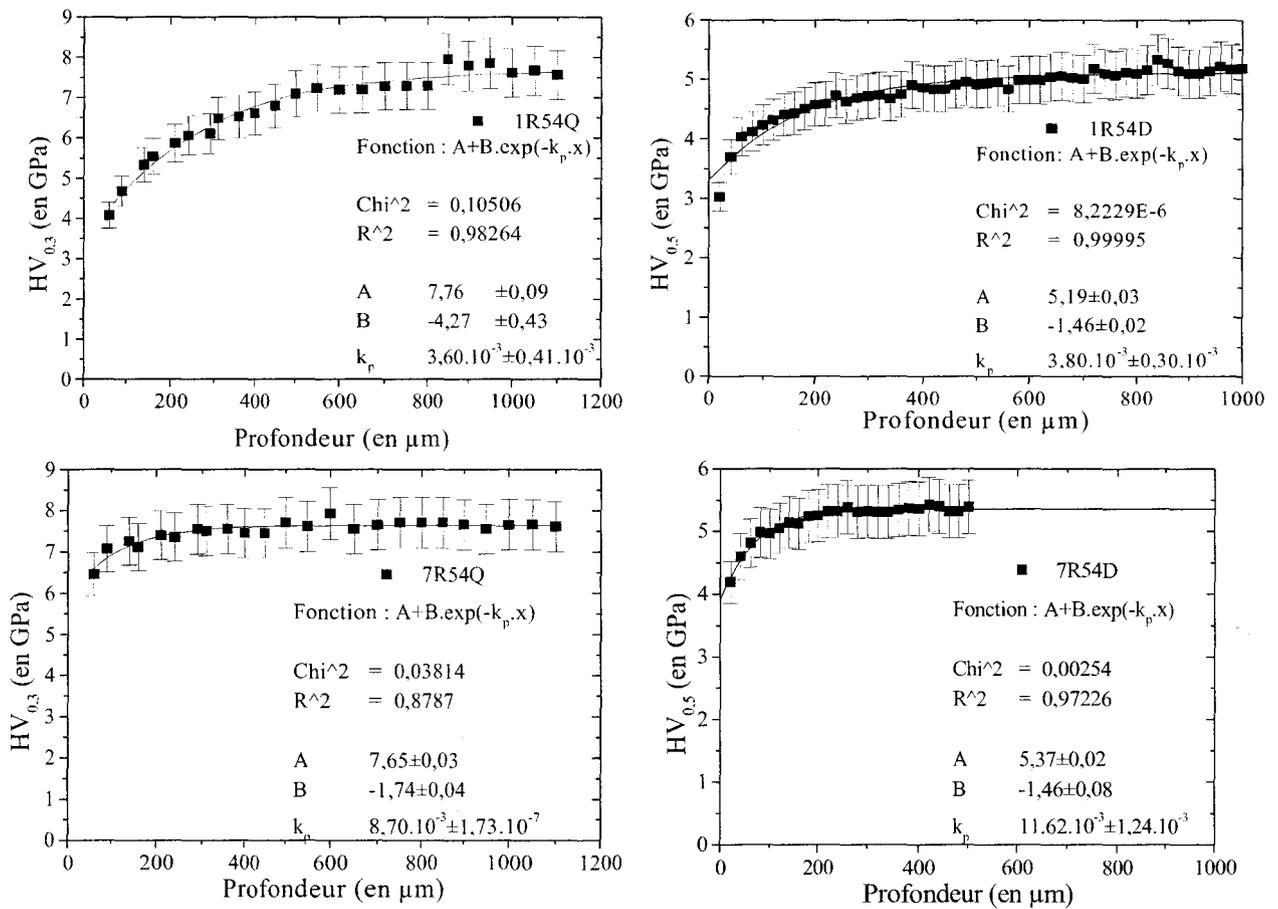
La **relation (110)** fait intervenir trois coefficients, A, B et k_p (P pour signifier mesure de dureté en profil) qui peuvent être obtenus facilement en lissant les points expérimentaux (**figure 56**). Nous avons limité la représentation aux échantillons 1 et 7, trempés et trempés-revenus pour éviter de trop charger la figure mais nous avons pu constater que la fonction proposée donnait de très bons résultats sur l'ensemble des échantillons étudiés.

Pour utiliser efficacement ce type de loi pour représenter l'évolution de la dureté, on peut s'interroger sur la représentativité des coefficients, en particulier des coefficients A et B. Pour cela, on peut étudier les valeurs limites de la fonction exponentielle. Donc, lorsque x est grand ou tend vers l'infini, la fonction exponentielle tend vers 0 et la dureté calculée doit tendre vers celle du matériau non décarburé, soit HV_C . Ainsi, on doit obtenir :

$$HV(x \rightarrow \infty) = A = HV_C \quad (111)$$

De la même manière, lorsque x est égal à 0, c'est-à-dire que l'on se trouve à la surface, alors la dureté calculée doit être égale à la dureté de surface HV_s , soit :

$$HV(x = 0) = A + B = HV_s \quad (112)$$



(a) après trempe

(b) après trempe et revenu

Figure 56. Représentation des profils de dureté par une loi exponentielle des échantillons décarburés en atmosphère contrôlée suivi d'une trempe et d'un revenu.

Des équations (111) et (112), il est possible d'exprimer les coefficients A et B de la loi exponentielle en fonction des duretés limites de la manière suivante :

$$\begin{cases} A = HV_C \\ B = -(HV_C - HV_S) \end{cases} \quad (113)$$

Dans ces conditions, la **relation (110)** s'écrit plus explicitement comme suit :

$$HV = HV_C - (HV_C - HV_S) \cdot \exp(-k_p \cdot x) \quad (114)$$

L'intérêt de cette nouvelle formulation est indéniable car, dans ce cas, la représentation des courbes de dureté fait intervenir un seul paramètre, le coefficient k_p , qui peut être alors utilisé pour caractériser le niveau de décarburation. Nous verrons dans la suite comment la valeur de ce coefficient peut être utilisée.

D'autre part, en l'absence de données sur les valeurs des duretés de cœur et surtout sur celles de surface, il est possible d'utiliser la courbe en lissant les points expérimentaux de manière à

accéder à ces paramètres de lissage. C'est ce que nous avons fait. Les valeurs des duretés HV_C et HV_S et du coefficient k_p trouvés pour l'ensemble des échantillons décarburés sont rassemblés dans les **tableaux 11** et **12**, respectivement pour les échantillons trempés et les échantillons trempés revenus. Dans ces tableaux, nous avons aussi reporté les erreurs sur chaque paramètre pour montrer finalement que l'erreur est très acceptable devant la valeur du paramètre considéré.

	HV_C (en GPa)	Erreur HV_C	HV_S (en GPa)	Erreur HV_S	k_p (en μm^{-1})	Erreur k_p
1R54Q	7,76	0,09	3,49	0,20	$3,6 \cdot 10^{-3}$	$0,4 \cdot 10^{-3}$
2R54Q	5,80	0,05	4,00	0,17	$5,0 \cdot 10^{-3}$	$0,8 \cdot 10^{-3}$
3R54Q	7,62	0,06	3,34	0,27	$5,5 \cdot 10^{-3}$	$0,5 \cdot 10^{-3}$
4R54Q	7,53	0,05	0,92	0,57	$10,4 \cdot 10^{-3}$	$0,9 \cdot 10^{-3}$
5R54Q	7,77	0,11	3,65	0,63	$6,6 \cdot 10^{-3}$	$1,3 \cdot 10^{-3}$
6R54Q	7,62	0,03	5,43	0,31	$9,3 \cdot 10^{-3}$	$1,4 \cdot 10^{-3}$
7R54Q	7,65	0,03	5,91	0,29	$8,7 \cdot 10^{-3}$	$1,7 \cdot 10^{-3}$

Tableau 11. Valeurs des paramètres de la relation exponentielle obtenus pour les échantillons trempés.

	HV_C (en GPa)	Erreur HV_C	HV_S (en GPa)	Erreur HV_S	k_p (en μm^{-1})	Erreur k_p
1R54D	5,19	0,03	3,73	0,06	$3,8 \cdot 10^{-3}$	$0,3 \cdot 10^{-3}$
2R54D	5,35	0,03	3,32	0,09	$5,1 \cdot 10^{-3}$	$0,4 \cdot 10^{-3}$
3R54D	5,20	0,02	3,53	0,09	$6,1 \cdot 10^{-3}$	$0,5 \cdot 10^{-3}$
4R54D	5,38	0,01	3,06	0,20	$13,1 \cdot 10^{-3}$	$1,2 \cdot 10^{-3}$
5R54D	5,12	0,02	3,78	0,09	$6,4 \cdot 10^{-3}$	$0,6 \cdot 10^{-3}$
6R54D	5,28	0,03	4,51	0,17	$11,0 \cdot 10^{-3}$	$3,2 \cdot 10^{-3}$
7R54D	5,37	0,02	4,19	0,09	$11,6 \cdot 10^{-3}$	$1,2 \cdot 10^{-3}$

Tableau 12. Valeurs des paramètres de la relation exponentielle obtenus pour les échantillons trempés revenus.

Pour valider notre approche, nous avons représenté la dureté HV_C déduite de la loi exponentielle, en fonction de la dureté à cœur expérimentale sur la **figure 57**. Dans la **figure 58**, nous avons représenté la dureté de surface HV_S en fonction de la dureté expérimentale mesurée à 20 μm pour

les échantillons revenus et 30 μm pour les échantillons trempés.

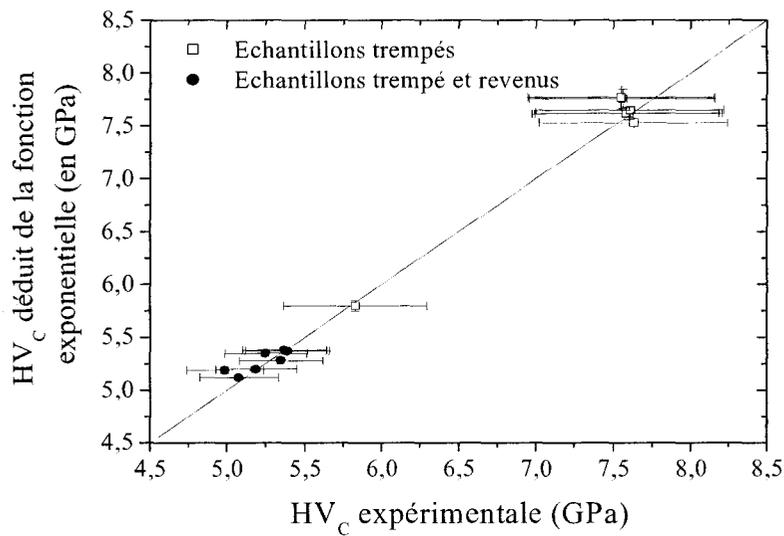


Figure 57. Représentation de la dureté à cœur déduite de la loi exponentielle en fonction de la dureté à cœur expérimentale.

On remarque sur la **figure 57** que les valeurs de dureté déduites du lissage sont identiques aux valeurs de dureté mesurées expérimentalement à cœur. Il n'en est pas tout à fait de même pour la valeur de la dureté en surface pour laquelle on observe une déviation par rapport aux valeurs expérimentales principalement pour les échantillons trempés (**figure 58**).

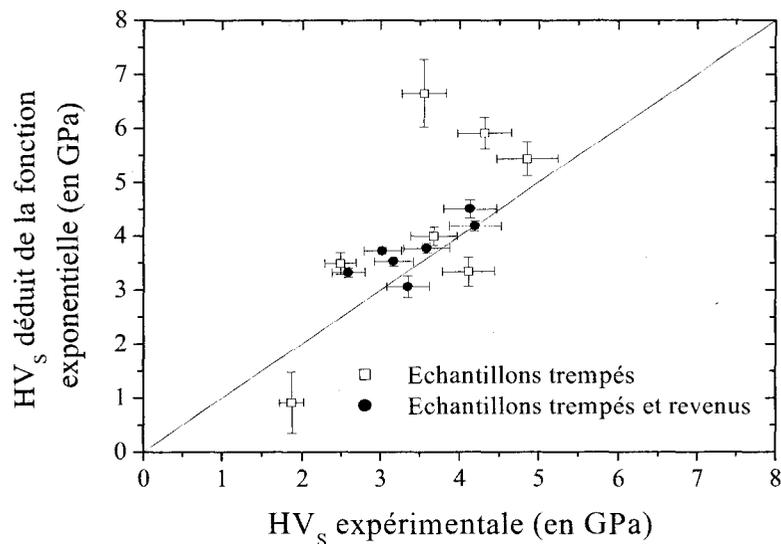


Figure 58. Représentation de la dureté en surface en fonction de la dureté en surface mesurée à 20 ou 30 μm respectivement pour les échantillons trempés et revenus et les échantillons trempés.

Finalement, ce résultat peut être expliqué à partir de la mesure des données expérimentales qui sont effectuées à 20 ou 30 μm de la surface et qui ne représente pas réellement la valeur de

dureté qui serait obtenue à l'extrême surface. On peut estimer l'erreur causée par le choix de HV_S . D'un point de vue mathématique, si on suppose que la variation est linéaire entre 0 et le point de mesure (20 ou 30 μm), on peut déduire de l'expression générale de la pente à la courbe une relation entre l'écart des duretés de surface et les paramètres généraux sous la forme :

$$\text{pente à l'origine} = \frac{HV_{\text{exp}}(x) - HV_S}{x} = k_p \cdot (HV_C - HV_S) \quad (115)$$

Soit encore :

$$HV_{\text{exp}}(x) - HV_S = x \cdot k_p \cdot (HV_C - HV_S) \quad (116)$$

où $HV_{\text{exp}}(x)$ représente la dureté expérimentale mesurée à la profondeur x (dans notre cas, 20 et 30 μm), et HV_C et HV_S sont les duretés respectives à cœur et en surface de l'échantillon.

On remarque donc que l'écart entre les duretés de surface déduites de la courbe et mesurées expérimentalement est d'autant plus grand que la mesure est effectuée loin de la surface et que l'écart entre la dureté à cœur et la dureté en surface est élevé. A la lecture des **tableaux 11** et **12**, on s'aperçoit de suite que l'écart sera plus important pour les échantillons trempés, mesure à 30 μm au lieu de 20 μm et écart entre les duretés limites deux fois plus élevée, ce qui conduit à un écart 3 fois plus grand pour les échantillons trempés que pour les échantillons trempés puis revenus. Maintenant que nous avons clairement identifié les coefficients A et B de la **relation (110)**, il reste à discuter sur la représentativité du coefficient k_p et le lien possible avec la profondeur de décarburation puisque ce coefficient k_p est exprimé en μm^{-1} . D'une manière générale, on peut voir sur la **figure 59** comment sont déplacées schématiquement les courbes en fonction de la valeur du coefficient k_p .

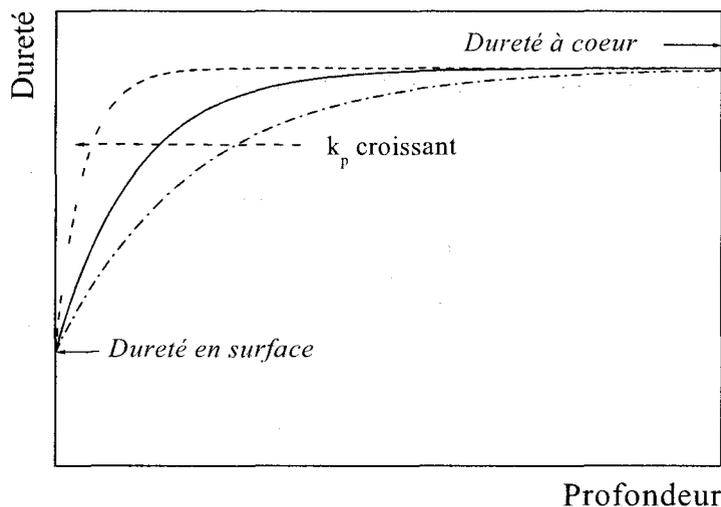


Figure 59. Représentation schématique des courbes exponentielles et influence de la valeur du coefficient k_p sur le déplacement des courbes à dureté de surface et dureté à cœur constantes.

On remarque que plus le coefficient k_p est élevé, plus les courbes sont déplacées vers la droite. Ceci traduit une plus faible décarburation. Nous avons donc cherché dans la suite à relier le coefficient k_p , qui s'exprime comme l'inverse d'une distance, en fonction de la profondeur totale de décarburation.

Pour discuter de cette relation, on suppose que la profondeur de décarburation totale correspond à la profondeur à laquelle la dureté mesurée est une fraction de la dureté à cœur, cette fraction étant proche de 1. La valeur de cette fraction est arbitraire et laissé au choix de l'utilisateur. Appelons λ cette fraction de dureté. Ici on pourra prendre par exemple 0,96 en accord avec la comparaison dureté/profil de carbone déduit de la loi de Fick. Dans ces conditions, la profondeur totale de décarburation vérifie l'équation suivante :

$$HV = HV_C - (HV_C - HV_S) \cdot \exp[-k_p \cdot x_T] = \lambda \cdot HV_C \quad (117)$$

qui peut se réduire à :

$$x_T = -\frac{1}{k_p} \cdot \ln \left[\frac{(1-\lambda) \cdot HV_C}{HV_C - HV_S} \right] \quad (118)$$

La **relation (118)** peut être retenue comme un critère de décarburation pour calculer d'une manière plus rigoureuse la profondeur de décarburation. En effet, la valeur obtenue ne dépend pas de l'opérateur puisqu'elle se calcule à partir d'extrapolation de points de dureté expérimentaux. N'oublions pas toutefois que ce calcul peut s'avérer long car il nécessite de nombreux essais d'indentation pour obtenir un profil précis en dureté.

Pour valider cette approche, nous avons donc calculé les valeurs des profondeurs totales de décarburation que nous comparons avec les valeurs expérimentales déterminées dans le chapitre précédent à partir des filiations de dureté réalisées le long d'une section droite.

	1R54Q	2R54Q	3R54Q	4R54Q	5R54Q	6R54Q	7R54Q
x_T (μm) estimée	800	400	450	250	400	200	150
x_T (μm) ($\lambda=0,96$)	730	410	480	300	390	210	200

	1R54D	2R54D	3R54D	4R54D	5R54D	6R54D	7R54D
x_T (μm) estimée	600	400	300	200	300	150	150
x_T (μm) ($\lambda=0,96$)	510	440	340	180	290	120	150

Tableau 13. Comparaison des profondeurs de décarburation estimées à partir des profils de dureté et calculées à partir de la **relation (118)** avec $\lambda=0,96$ pour les échantillons trempés (réf. Q) et trempés – revenus (réf. D).

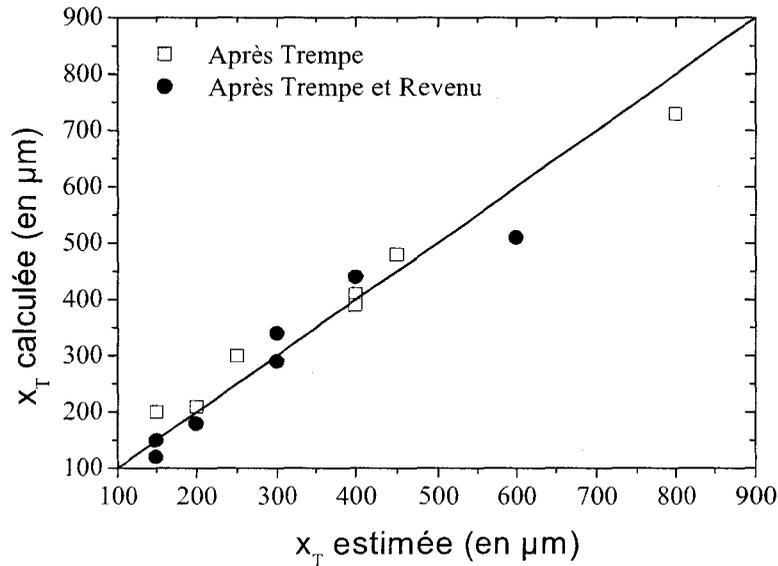


Figure 60. Représentation des profondeurs totales de décarburation calculées en fonction de celles estimées à partir des profils de dureté pour les échantillons trempés et les échantillons trempés puis revenus.

La **figure 60** montre une très bonne corrélation entre les profondeurs déduites du critère proposé et de la loi exponentielle et les profondeurs lues sur les profils de dureté. Nous avons vu précédemment la difficulté d'estimer avec précision la profondeur totale de décarburation c'est pourquoi nous suggérons d'utiliser la loi exponentielle et le critère de décarburation avec la valeur de 0,96 pour λ pour calculer la profondeur de décarburation. Même si on retrouve toujours cette différence de profondeurs selon que l'on considère les échantillons trempés ou ceux trempés puis revenus, la détermination à partir de la relation exponentielle permet de s'affranchir de l'erreur d'appréciation due à l'opérateur.

C.2.3.2 Application aux échantillons décarbures sous atmosphère non contrôlée.

Dans un souci de validation, nous avons appliqué cette loi aux filiations de dureté obtenues sur les échantillons traités dans une atmosphère oxydante. Cette partie de l'étude du modèle descriptif se limitera à l'étude des échantillons trempés. Comme le montre la **figure 61** représentant les filiations de duretés des échantillons A et H, le modèle permet de bien représenter les points expérimentaux. Le **tableau 14** collecte les valeurs des trois coefficients HKC, HKS et kP pour les échantillons référencés de A à H.

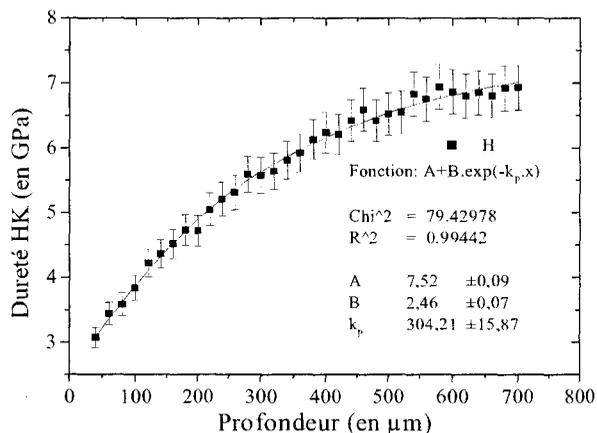
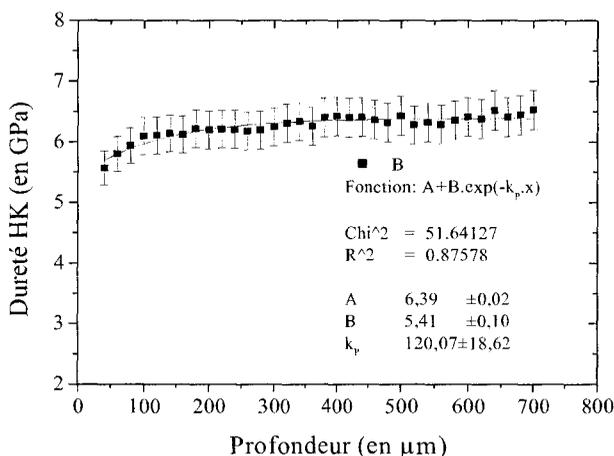


Figure 61. Représentation des profils de dureté par une loi exponentielle des échantillons décarburés en atmosphère non contrôlée puis trempés.

	HK _C (en GPa)	Erreur HK _C	HK _S (en GPa)	Erreur HK _S	k _p (en µm ⁻¹)	Erreur k _p
A	6,39	0,02	5,41	0,1	8,33E-03	4,47E-04
B	6,82	0,03	5,71	0,16	9,73E-03	4,69E-04
D	7,23	0,02	2,36	0,02	1,21E-02	3,00E-03
E	7,28	0,02	3,52	0,13	1,06E-02	2,43E-03
F	7,46	0,04	2,48	0,08	5,08E-03	6,10E-04
G	7,28	0,02	2,37	0,07	6,14E-03	1,34E-03
H	7,52	0,09	2,46	0,07	3,29E-03	2,07E-04

Tableau 14. Valeurs des paramètres de la relation exponentielle obtenus pour les échantillons traités sous atmosphère non contrôlée puis trempés.

En adoptant la même démarche que précédemment, nous comparons les duretés déduites de la fonction exponentielle aux duretés à cœur et en surface déduites de l'expérimentation. Il faut noter que les duretés surfaciques à 40 µm sont celles utilisées, afin de limiter les erreurs dues à des effets de mesure de duretés de surface. La **figure 62** propose de comparer les duretés expérimentales et déduites du modèle. Cette figure confirme la bonne représentativité du modèle quant à la détermination de la dureté en surface et de la dureté à cœur mais le plus important reste sans doute l'utilisation du paramètre k_p avec lequel il est possible de remonter à la profondeur totale de décarburation.

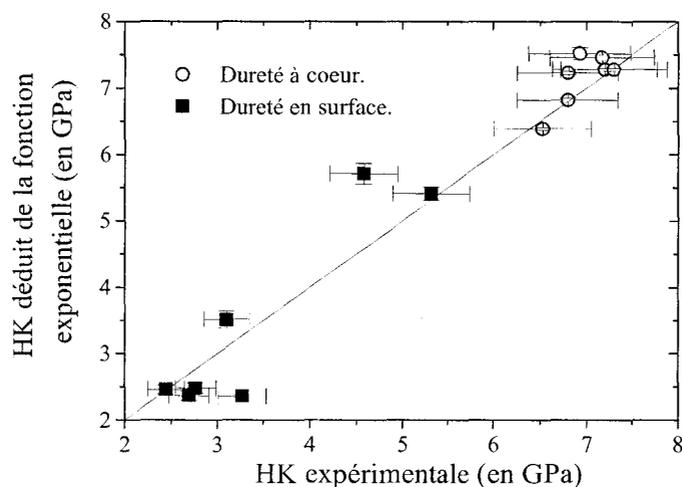


Figure 62. Comparaison des duretés Knoop à cœur et en surface déduites de la loi exponentielle avec les duretés expérimentales.

Les résultats du calcul par application de la **relation (118)** sont collectés dans le **tableau 15**.

	H	G	F	E	D	B	A
x_T (μm) estimée	550	490	410	330	350	180	100
x_T (μm) ($\lambda=0,96$)	860	460	550	240	230	140	160

Tableau 15. Comparaison des profondeurs de décarburation estimées à partir des profils de dureté et calculées à partir de la **relation (118)** avec $\lambda=0,96$ pour les échantillons austénitisés sous atmosphère non contrôlée puis trempés.

La **figure 63** représente l'estimation des profondeurs totales de décarburation déduites du modèle en fonction des valeurs estimées à l'aide des filiations de dureté.

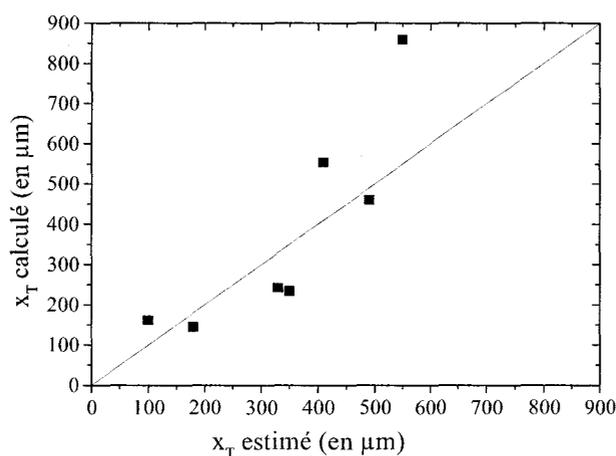


Figure 63. Représentation des profondeurs totales de décarburation calculées en fonction de celles estimées à partir des profils de dureté pour les échantillons austénitisés en atmosphère non contrôlée et trempés.

L'observation de la **figure 63** montre que l'estimation de la profondeur de décarburation déduite à l'aide de la **relation (118)** est acceptable. Une déviation importante existe cependant pour l'échantillon H pour lequel l'estimation de la profondeur de décarburation est surestimée de 30 %. Cette déviation peut s'expliquer par un nombre de points insuffisants dans la zone de transition (c'est-à-dire vers le cœur du matériau) comme le montre très bien la **figure 61**. En effet, plus de points de dureté à cœur du matériau obligerait la fonction mathématique à s'infléchir plus tôt et par conséquent, conduirait à une diminution de la profondeur totale de décarburation. Nous relevons ici une limitation dans l'application du modèle et nous suggérons d'ajouter à l'analyse quelques points de dureté mesurés vers le cœur du matériau.

Nous venons de développer deux méthodes différentes qui permettent de traduire mathématiquement les filiations de microdureté et d'obtenir les profondeurs totales de décarburation. La première méthode de nature prédictive s'appuie sur la connaissance des phases présentes et de leurs duretés respectives. Elle est intéressante dans la mesure où l'on connaît avec précision certains paramètres expérimentaux. La seconde méthode est purement descriptive. Elle présente l'avantage de ne faire intervenir qu'un seul paramètre de lissage en dehors des valeurs de dureté à cœur et en surface qui peuvent être soit imposées soit déterminées par le modèle. Dans cette méthode, nous proposons un outil simple indépendant de l'opérateur pour estimer la profondeur totale de décarburation. Ces deux méthodes bien qu'intéressantes et complémentaires restent longues à appliquer car elles nécessitent une préparation soignée d'une coupe de l'échantillon. C'est pourquoi nous cherchons à savoir dans le chapitre suivant s'il est possible d'obtenir des informations pertinentes par des essais d'indentation réalisés perpendiculairement à la surface décarburée.

C.3 Indentations normales (perpendiculaires).

C.3.1 Préambule.

Nous avons vu dans le chapitre précédent qu'il était possible de construire le profil de dureté d'un acier décarburé, de la surface vers le cœur du matériau, à partir des seules données de la diffusion, c'est-à-dire la température, la durée du traitement et le potentiel carbone en surface. Cette construction s'appuie sur les lois bien connues de la dureté des phases en fonction de la composition du matériau, dont le potentiel carbone. C'est pourquoi la loi de Fick qui prédit la variation de carbone en fonction de la profondeur est indispensable pour calculer la dureté en fonction de la teneur en carbone en tout point du matériau. On peut constater que la loi prédictive donne de bons résultats mais cependant elle est assez lourde dans son utilisation du fait des nombreux coefficients qui sont impliqués. C'est donc en partant de ce simple constat que nous avons cherché à décrire cette même évolution de la dureté en fonction de la profondeur avec une loi plus simple susceptible d'être introduite dans un modèle prédictif en indentation normale. Pour

définir cette loi, nous avons posé les conditions suivantes, à savoir qu'elle ne devait faire intervenir que les duretés extrêmes, c'est-à-dire celle du matériau non décarburé et celle à son extrême surface. Finalement, nous avons pu élaborer cette loi de type exponentielle avec un seul coefficient placé dans la fonction exponentielle. Par ailleurs, ce coefficient, associé aux duretés limites à cœur et en surface, est utilisé pour caractériser le niveau de décarburation du matériau.

L'idée qui va être développée dans la suite s'appuie sur cette relation simple. Il s'agit de déterminer la valeur de ce coefficient de décarburation à partir d'essais d'indentation réalisés perpendiculairement à la surface modifiée. Cette méthodologie présente l'énorme avantage de ne pas nécessiter la préparation d'une section droite de l'échantillon et la réalisation d'une série d'indentations avec un pas le plus réduit possible, de manière à augmenter la précision de la filiation de dureté. L'objectif est donc de réaliser une série d'indentations normales avec des charges appliquées variant de 0,1 à 2500 N de manière à couvrir au mieux l'étendue de dureté entre la dureté de surface accessible avec les plus petites charges et la dureté à cœur qui pourra être obtenue, ou au moins approchée, avec les charges les plus élevées. Rappelons que la décarburation peut affecter des profondeurs très élevées, de l'ordre du millimètre. C'est pourquoi on pense que l'étendue de charges retenue jusqu'à la charge maximum disponible devrait conduire à une bonne représentativité de la dureté entre les deux valeurs limites.

C.3.2 Description du modèle.

Sur un matériau massif supposé homogène, la zone de déformation plastique produite par indentation se développe sous l'indenteur selon une forme hémisphérique [138]. Le rayon de la sphère de déformation plastique se calcule à partir de la relation suivante :

$$b = \frac{d}{2} \cdot \left(\frac{E}{H} \right)^{1/2} \cot^{1/3} \xi \quad (119)$$

où E est le module d'élasticité, H la dureté, d la diagonale d'empreinte et ξ le demi angle entre les deux arêtes opposées égal à 74°.

Dans un matériau à gradient de propriétés mécaniques, on peut raisonnablement penser que la dureté mesurée résulte de la contribution mécanique de chacune des couches atteintes par la déformation, ces couches devant être supposées homogènes pour établir un modèle cohérent. Cependant, le développement de la zone plastique ne peut prendre la forme d'une demi-sphère du fait de l'existence même du gradient de propriétés. On peut donc s'attendre à une forme plus complexe à tendance elliptique comme le montre schématiquement la **figure 64**.

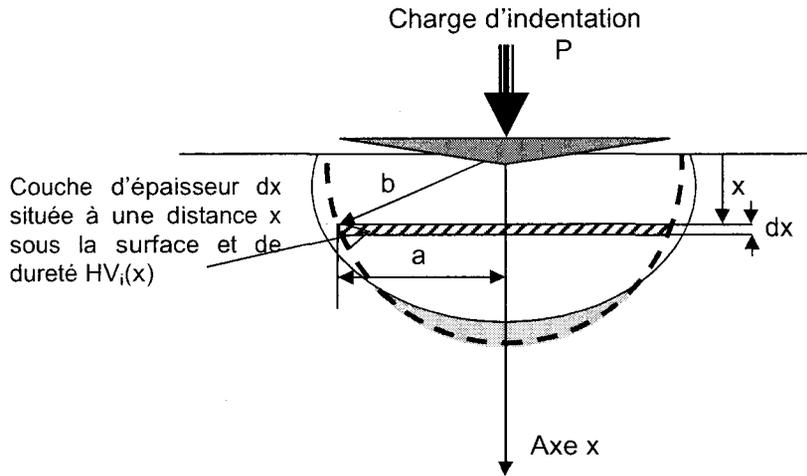


Figure 64. Schéma de la zone de déformation plastique sous l'empreinte d'indentation dans le cas d'une déformation homogène (demi-sphère en traits pointillés) et d'une déformation à gradient de propriétés (ellipse en traits pleins).

Pour écrire le modèle, la difficulté va résider dans l'écriture mathématique de la taille de zone plastique elliptique représentée en traits pleins sur la **figure 64** en fonction de la dureté individuelle HV_i de chacune des couches atteintes par la déformation. De plus, on se rend vite compte de la complexité du calcul car on ignore à ce stade du développement du modèle quelle est la valeur de dureté à la profondeur x dans le matériau même si on connaît au préalable la forme mathématique décrivant l'évolution du profil de la dureté. C'est pourquoi, dans un souci de simplicité, nous retiendrons comme hypothèse que le volume déformé sous l'empreinte reste une demi-sphère de rayon b calculé avec la **relation (119)**, la dureté H considérée dans l'expression étant la valeur expérimentale pour une certaine charge appliquée. Dans ces conditions, nous pouvons écrire la dureté mesurée perpendiculairement à la surface décarburée, notée HV_N (N pour normale), comme une contribution de chacune des couches de dureté HV_i de la manière suivante :

$$HV_N = \frac{\sum_{x=0}^b HV_i \cdot V_i}{V_{ZP}} \quad (120)$$

où V_i est le volume d'une tranche de dureté HV_i et V_{ZP} le volume total de la zone déformée plastiquement. Le volume V_{ZP} s'exprime très facilement en fonction du rayon de zone plastique b par :

$$V_{ZP} = \frac{2}{3} \cdot \pi \cdot b^3 \quad (121)$$

En prenant un pas suffisamment petit, cette sommation discrète peut être écrite comme une intégrale de la manière suivante :

$$HV_N = \frac{1}{V_{ZP}} \cdot \int_{x=0}^{x=b} HV(x) \cdot dV(x) \quad (122)$$

où x est la variable de profondeur qui varie de 0 (la surface libre) à b le rayon de zone plastique. On pourra vérifier aussi que l'intégration du volume élémentaire $dV(x)$ entre les bornes du calcul conduit au volume total de la zone plastique V_{ZP} .

Ce volume élémentaire, $dV(x)$, assimilé à un disque d'épaisseur dx , s'écrit naturellement en fonction du paramètre a défini sur la **figure 64** :

$$dV(x) = \pi \cdot a(x)^2 \cdot dx \quad (123)$$

où a est le rayon du disque considéré de dureté HV_i .

Le rayon du disque s'exprime en fonction des paramètres connus, x et b , grâce aux propriétés du triangle rectangle. La relation précédente devient alors :

$$dV(x) = \pi \cdot (b^2 - x^2) \cdot dx \quad (124)$$

Dans ces conditions, la **relation (122)** s'écrit :

$$HV_N = \frac{3}{2 \cdot b^3} \int_{x=0}^{x=b} HV(x) \cdot (b^2 - x^2) \cdot dx \quad (125)$$

La dureté normale peut alors se calculer dès l'instant où l'évolution de la dureté en fonction de la profondeur est connue. Le choix d'une relation simple de dureté trouve ici son utilité car elle permet de simplifier le calcul de l'intégrale. Dans le chapitre précédent, nous avons montré que la variation de dureté en profil suit une loi du type :

$$HV(x) = HV_C + (HV_S - HV_C) \cdot \exp(-k \cdot x) \quad (126)$$

où HV_S et HV_C sont respectivement les duretés de surface et à cœur. Le coefficient k peut prendre la valeur de k_p , si le coefficient est déterminé à partir de la représentation mathématique du profil de dureté ou la valeur de k_{\perp} , comme ici, s'il est déterminé par des mesures en indentation normale.

Pour en revenir à l'intégration, celle-ci peut se faire en deux parties. L'introduction de la **relation (126)** dans la **relation (125)** fait apparaître une intégrale complexe dont la solution est donnée dans la **relation (127)** :

$$\int x^2 \cdot \exp[\alpha \cdot x] = \frac{\exp[\alpha \cdot x] \cdot (\alpha \cdot x(\alpha \cdot x - 2) + 2)}{\alpha^3} \quad (127)$$

Après le développement mathématique de ce calcul intégral, le résultat du calcul conduit à la **relation (128)** :

$$HV_N = HV_C - \frac{3 \cdot (HV_S - HV_C)}{k_{\perp} \cdot b} \cdot \left(\frac{1}{k_{\perp}^2 b^2} - 1 \right) + \frac{3 \cdot (HV_S - HV_C)}{k_{\perp}^2 b^2} \cdot \exp[-k_{\perp} \cdot b] \cdot \left(1 + \frac{1}{k_{\perp} \cdot b} \right) \quad (128)$$

On remarque dans cette relation, applicable pour une charge d'indentation donnée, que la seule inconnue est le coefficient caractéristique de la décarburation k_{\perp} . Rappelons que nous avons choisi d'exprimer le rayon b en fonction de la dureté normale HV_N ce qui rend possible la résolution de cette équation, au contraire de relier b à la dureté $HV(x)$ à la profondeur x qui compliquerait singulièrement le calcul de l'intégrale. Ainsi, b s'écrit :

$$b = \frac{d}{2} \cdot \left(\frac{E}{HV_N} \right)^{1/2} \cot^{1/3} \xi \quad (129)$$

Il est clair que la résolution d'une telle équation autour de l'inconnue k_{\perp} n'est pas simple manuellement car les variables d , b et HV_N sont fonction les unes des autres. Cependant, la solution de l'équation (128) peut être déterminée par itération et c'est cette démarche qui va être appliquée dans le paragraphe suivant, où nous appliquons le modèle à la détermination du profil de dureté des échantillons décarburés trempés et revenus.

C.3.3 Application du modèle.

D'un point de vue purement théorique, la détermination de k_{\perp} par résolution de l'équation (128) peut se faire à partir d'un seul point expérimental (P , d) avec lequel on calcule une dureté HV_N . Mais, de manière à valider le modèle, nous avons réalisé des essais d'indentation par chargement normal avec des charges variant de 0,1 N à 2500 N. La figure 65 illustre les résultats obtenus, où la variation de la dureté Vickers est représentée en fonction de la charge appliquée exprimée en Newton.

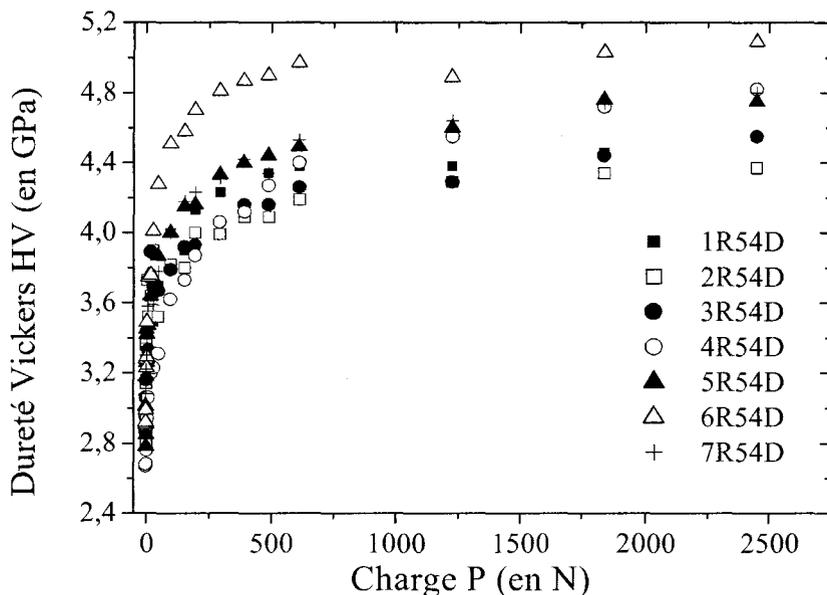


Figure 65. Variation de la dureté Vickers mesurée perpendiculairement à la surface des échantillons décarburés en fonction de la charge appliquée P .

Comme on peut le remarquer sur la **figure 65**, la dureté évolue entre une valeur proche de la dureté de surface et une valeur qui tend vers celle du matériau non décarburé. A ce stade de l'analyse, il est difficile de donner une forme mathématique à cette évolution. Nous pouvons par contre remarquer que la dureté mesurée sous les charges très faibles, voisines de 0,1 N, varie dans des proportions non négligeables en fonction du niveau de décarburation. Il n'est toutefois pas possible d'estimer ou de prévoir sa valeur à partir du niveau de décarburation. Un autre point important est de noter que les valeurs obtenues en surface, entre 2,6 et 2,8 GPa, sont inférieures à celles déduites par la représentation mathématique de la loi exponentielle des duretés mesurées dans la section droite qui sont voisines de 3,5 GPa (voir paragraphe précédent). D'un autre côté, pour les charges les plus élevées, les duretés obtenues tendent vers la même valeur proche de la dureté à cœur, ce qui était attendu, mais sans jamais l'atteindre car la dureté normale mesurée résulte de la contribution des couches superficielles décarburées situées avant. De plus, on peut voir globalement que la tendance n'est pas la même selon le niveau de décarburation. Pour éviter cette disparité, nous considérons que les duretés à cœur, notées HV_C dans la **relation (128)**, sont les valeurs de duretés déterminées expérimentalement sur chaque échantillon.

Nous avons vu dans la construction du modèle que la détermination du coefficient k_{\perp} pouvait se faire à partir d'un seul point expérimental. On imagine assez bien que la précision sur ce point expérimental sera déterminante pour la précision sur le coefficient k_{\perp} . Ainsi, nous avons lissé les points expérimentaux de manière à minimiser ces erreurs. Pour exprimer une relation simple entre la charge et la diagonale d'empreinte, nous disposons de nombreuses relations mathématiques. Comme nous ne cherchons pas ici à décrire un phénomène spécifique tel que l'effet de taille en indentation, nous ne retiendrons qu'une relation parmi les plus simples. Notre choix s'est orienté vers la relation de Meyer [88] qui relie la charge à la diagonale d'empreinte par la loi puissance :

$$P = a.d^m \quad (130)$$

où a et m sont des constantes caractéristiques du matériau, P la charge en N et d , la diagonale d'empreinte en mm.

La **figure 66** représente la variation de la charge en fonction des diagonales d'empreinte dans une échelle bi-logarithmique en relation avec la **relation (130)**. Cette loi permet de bien représenter l'évolution des points expérimentaux. Malheureusement, ce type de représentation a tendance à réduire les écarts, ce que montre très bien la **figure 66**.

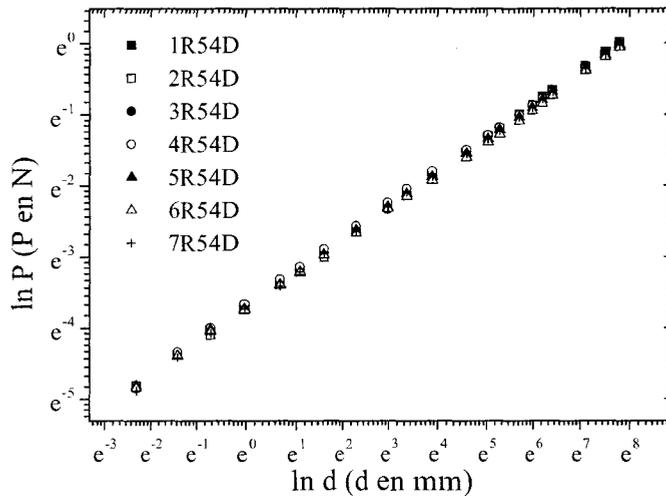


Figure 66. Représentation dans une échelle bi logarithmique de la variation de la charge P en fonction de la diagonale d'empreinte de l'indentation Vickers.

Toutefois, nous n'utiliserons cette relation mathématique que pour recalculer la dureté expérimentale en tout point, c'est-à-dire pour toute charge appliquée. Pour cela, nous devons disposer des coefficients a et m de la loi de Meyer. Ces coefficients sont rassemblés dans le **tableau 16**.

Référence	$a \cdot 10^4$	Erreur a	m	Erreur m	Corrélation R^2
1R54D	11,4	0,0004	2,112	0,0026	0,9997
2R54D	13,1	0,0002	2,086	0,0012	0,9999
3R54D	11,9	0,0002	2,103	0,0012	0,9999
4R54D	12,2	0,0002	2,105	0,0012	0,9999
5R54D	11,7	0,0002	2,115	0,0010	0,9999
6R54D	11,2	0,0003	2,138	0,0021	0,9998
7R54D	17,7	0,0002	2,058	0,0010	0,9999

Tableau 16. Valeurs des coefficients de la loi de Meyer pour les échantillons décarburés.

La lecture du **tableau 16** amène à plusieurs commentaires. Le premier est que la relation de Meyer permet de très bien représenter les points expérimentaux étant donné que la valeur du coefficient de corrélation est très proche de 1. Cependant, il ne semble pas exister de relation directe entre les valeurs des coefficients et le niveau de décarburation. Par ailleurs, nous avons vu précédemment dans la bibliographie qu'il existe une évolution de la dureté en fonction de la charge, surtout pour les faibles charges, appelée effet de taille. Il est donc nécessaire de

déterminer à partir de quelle valeur de charge le modèle proposé peut être appliqué. Ce problème est déterminant car il peut conduire à des interprétations erronées. Avant d'appliquer le modèle, nous avons donc étudié l'effet de taille en indentation du matériau homogène. Ces indentations ont été effectuées à cœur avec des charges comprises entre 0,10 et 2500 N, ce qui correspond à la gamme de charges utilisée pour caractériser la décarburation en indentation normale.

La **figure 67** représente les valeurs de dureté mesurées sur l'ensemble les échantillons décarburés en fonction de la charge appliquée. On observe que pour les charges les plus élevées, les duretés mesurées tendent vers une valeur constante de 5,3 GPa indépendamment du traitement thermique pratiqué. Cette valeur de dureté se retrouve d'ailleurs sur les profils de dureté des échantillons correspondants. Pour les plus faibles charges inférieures à environ 100 N, le phénomène de l'effet de taille en indentation est bien visible et montre que la dureté mesurée peut atteindre une valeur de 6,2 GPa sur certains échantillons. Ce résultat est très intéressant car il nous permet d'écarter les mesures réalisées avec des charges inférieures à 100 N. Nous verrons dans la suite dans quelle mesure ce critère de sélection de la charge limite peut affecter le résultat de l'application du modèle.

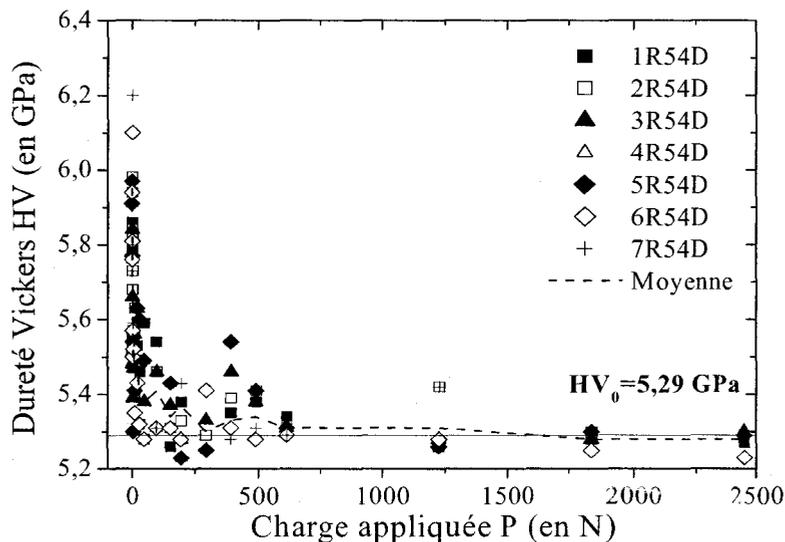


Figure 67. Valeurs des duretés mesurées à cœur des échantillons décarburés sous atmosphère contrôlée.

Pour analyser plus en détail l'effet de taille, nous avons représenté l'évolution du carré de la dureté Vickers en fonction de l'inverse la profondeur de l'empreinte, reliée à la diagonale d'empreinte par une relation géométrique simple :

$$h = \frac{d}{2 \cdot \tan \xi} \approx \frac{d}{7} \quad (131)$$

où ξ ($= 74^\circ$) est le demi-angle entre les arêtes opposées de l'indenteur Vickers.

Ce type de représentation est dû aux travaux de Nix et Gao [92, 93], Lam et Chong [94, 95] et

d'Abu Al-Rub [104] développés dans la partie bibliographique de ce mémoire. Les valeurs des variables d'interpolation sont rassemblées dans le **tableau 17**.

	β	HU_0 (GPa)	h^*	R^2
Nix et Gao	2	5,35	0,5228	0,91
Lam et Chong	1	5,23	0,0771	0,98
Abu Al-Rub	0,90	5,20	0,0475	0,98

Tableau 17. Valeurs des paramètres d'interpolation des modèles ISE de Nix et al. [92, 93], Lam et al. [94, 95] et Abu Al-Rub [104].

Les modèles utilisés pour représenter l'effet de taille ne semblent pas tous adaptés dans notre cas. Au regard des coefficients de corrélation, on note que le modèle de Nix et Gao ne donne pas une précision suffisante par rapport aux autres modèles. Par contre, les modèles de Lam et Chong [94, 95] ou de Abu Al-Rub [104] permettent de mieux représenter l'évolution de la dureté comme le montre la **figure 68**.

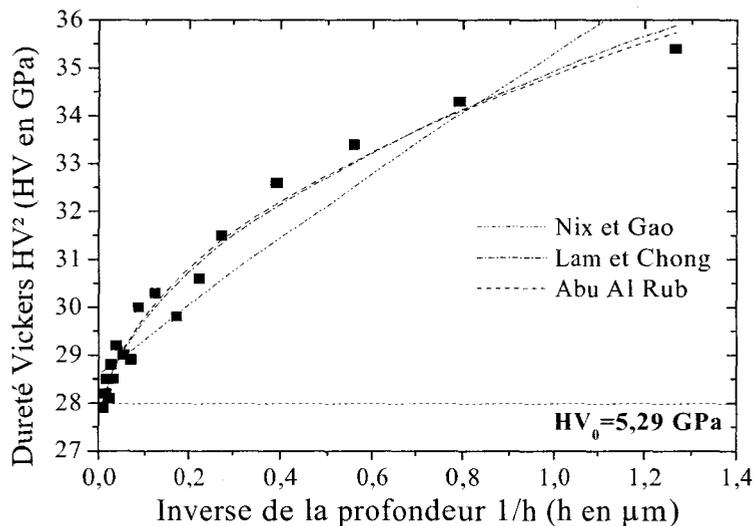


Figure 68. Représentation des modèles ISE pour décrire l'effet de taille à cœur des échantillons décarburés en atmosphère contrôlée.

L'objectif n'est pas ici de critiquer un modèle par rapport aux autres mais bien de mettre en évidence l'existence de l'effet de taille en vue d'une application plus rigoureuse du modèle que nous venons de présenter.

Donc, pour appliquer la **relation (128)** de notre modèle, nous devons disposer des valeurs des duretés de surface et à cœur, notées respectivement HV_S et HV_C . Pour HV_C , nous reprenons les valeurs déduites du lissage des profils de dureté où les valeurs expérimentales sont facilement

accessibles. Pour la dureté de surface, nous supposons au préalable ne pas connaître le profil de dureté et donc ne pas connaître la dureté de surface obtenue par l'extrapolation de la loi exponentielle. En effet, la méthode que nous mettons en place doit nous permettre d'obtenir cette valeur. On peut alors raisonnablement supposer que la dureté normale mesurée avec les plus petites charges disponibles sont représentatives de la dureté superficielle, à condition que l'effet de taille ne soit pas mis en jeu. Pour cela, nous considérons la dureté extrapolée avec le modèle de Meyer calculée avec une charge de 1 N. Le **tableau 18** regroupe les valeurs de HV_s et rappelle pour mémoire les valeurs de dureté à cœur HV_c et de dureté de surface HV_s déduites de la loi exponentielle ainsi que les valeurs expérimentales de dureté à cœur.

<i>Dureté (GPa)</i>	1R54D	2R54D	3R54D	4R54D	5R54D	6R54D	7R54D
HV_s (Meyer)	3,10	3,19	3,07	3,16	3,13	3,22	3,92
HV_s (loi expo)	3,73	3,32	3,53	3,06	3,78	4,51	4,19
HV_c (loi expo)	5,19	5,35	5,20	5,38	5,12	5,28	5,37

Tableau 18. Valeurs des duretés de surface (extrapolées) et à cœur des échantillons décarburés.

Nous pouvons constater à la lecture de ce tableau que les valeurs de dureté de surface sont sensiblement les mêmes que celles déduites de la loi exponentielle. Les duretés en surface sont assez proches les unes des autres pour la plupart des échantillons. On note cependant un écart important pour l'échantillon 6R54D où l'écart de dureté atteint 28 %. Malgré cette forte déviation, on obtient une moyenne des écarts proche de 11 % pour les 7 échantillons, ce qui est tout à fait acceptable. Ceci nous permet donc de valider notre choix quant à la détermination de la dureté en surface.

A cette étape du calcul, nous disposons de toutes les valeurs nécessaires à l'application du modèle, c'est-à-dire HV_c , HV_s , et les différents couples expérimentaux (P,d) utiles pour calculer la dureté normale, HV_N , et la taille de la zone plastique, b. Donc, pour chaque couple (P, d), en considérant uniquement les valeurs obtenues pour une charge supérieure à 100 N de manière à éliminer les effets de surface et l'influence trop marquée de l'effet de taille, nous résolvons **l'équation (128)** pour en déduire la valeur du coefficient k_{\perp} . Les coefficients k_{\perp} sont rassemblés dans le **tableau 19** en fonction de la charge appliquée.

P (N)	1R54D	2R54D	3R54D	4R54D	5R54D	6R54D	7R54D
100	11,12	7,92	8,50	6,58	10,90	19,88	12,83
156	7,86	6,22	7,88	5,87	10,62	17,69	10,15
200	9,34	6,79	7,09	5,97	9,58	20,35	8,11
300	8,71	5,48	6,75	5,97	10,24	22,44	7,90
400	6,67	5,35	6,66	5,58	10,03	22,88	7,09
500	8,04	4,76	5,98	5,92	9,74	23,17	6,82
625	7,67	4,82	6,13	6,33	9,57	27,78	6,04
1250	5,86	3,85	4,52	5,64	8,71	14,23	4,88
1875	5,67	3,37	4,71	6,23	11,78	23,17	5,31
2500	3,99	3,05	5,02	6,65	9,97	33,29	4,59
$k_{\perp} (\mu\text{m}^{-1})$	7,5	5,2	6,3	6,1	10,1	22,5	7,4
Ecart-type : \pm	2	1,5	1,3	0,4	0,8	2,7	2,6

Tableau 19. Valeurs des coefficients k_{\perp} des échantillons décarburés.

La lecture du **tableau 19** montre que les valeurs du coefficient k_{\perp} sont globalement indépendantes de la charge pour certains échantillons alors qu'elles décroissent légèrement pour d'autres. On ne peut expliquer ces différences de comportement entre un échantillon et un autre. Normalement ce coefficient devrait être constant pour valider le modèle. La dérive peut probablement venir de l'approximation faite sur la forme du volume déformé plastiquement qui ne suit pas parfaitement la forme d'une demi-sphère, ce choix ayant été fait pour faciliter le développement du modèle. Quelque soit les variations constatées, on peut toutefois remarquer sur la **figure 69** que la construction du profil à partir des essais d'indentation réalisés perpendiculairement à la surface modifiée (sans connaître le profil de dureté) permet à partir de la valeur moyenne pour le coefficient k_{\perp} de bien représenter l'évolution des points expérimentaux mesurés le long d'une génératrice dans une section droite de l'échantillon. Si on se réfère à l'objectif fixé, nous devons maintenant calculer la profondeur totale de décarburation à partir de l'application du modèle dit normal ou perpendiculaire à la surface. Pour calculer la profondeur totale de la décarburation, nous pouvons reprendre la même démarche que celle adoptée dans le paragraphe précédent, c'est-à-dire que nous pouvons appliquer la **formule (118)** en retenant k_{\perp} au lieu de k_p :

$$x_T = -\frac{1}{k_{\perp}} \cdot \ln \left[\frac{(1-\lambda) \cdot HV_C}{HV_C - HV_S} \right] \quad (132)$$

Les valeurs des profondeurs totales de décarburation sont maintenant comparées aux valeurs calculées avec la même relation mais auparavant appliquée aux données issues du lissage du profil de dureté. Le **tableau 20** et la **figure 69** donnent et montrent les prévisions de la profondeur totale décarburée à partir des indentations en profil et normale.

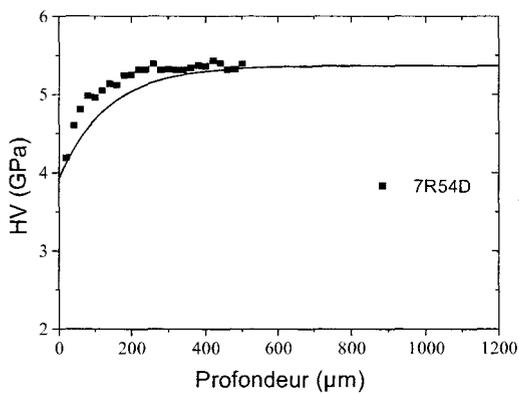
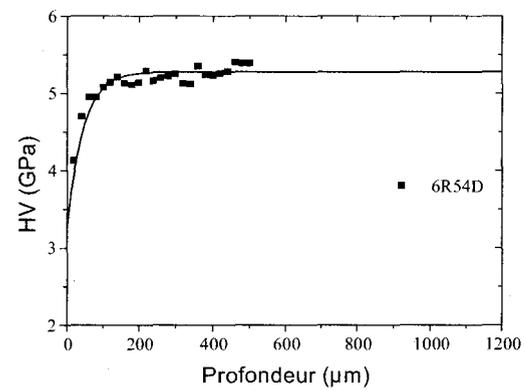
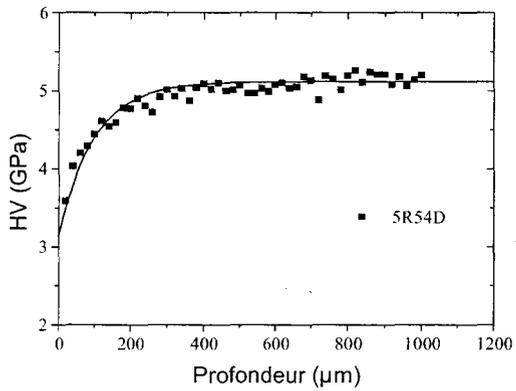
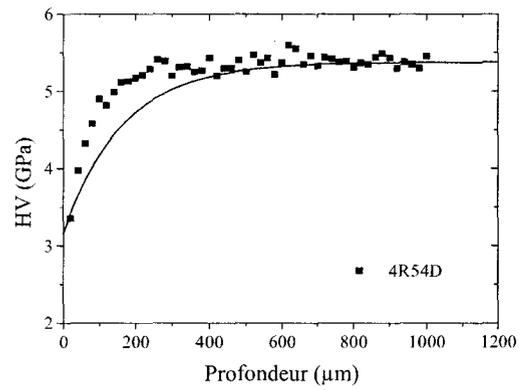
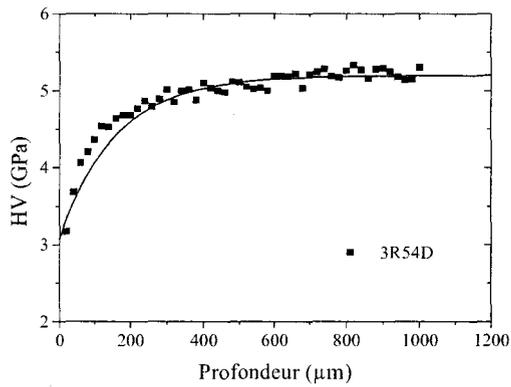
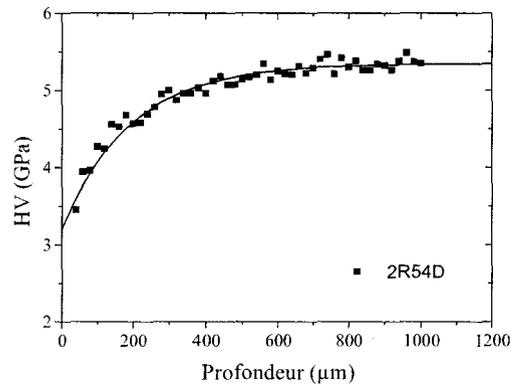
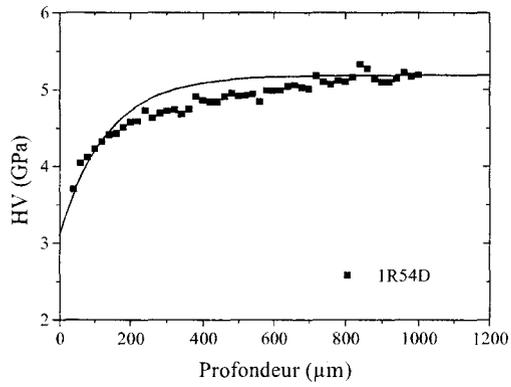


Figure 69. Application du modèle dans la détermination du profil de dureté à partir des mesures de dureté par indentation normale à la surface décarburée.

	1R54D	2R54D	3R54D	4R54D	5R54D	6R54D	7R54D
x_T (μm) <i>Normal</i>	310	440	370	380	230	100	260
x_T (μm) <i>Profil</i>	510	440	340	180	290	120	150

Tableau 20. Comparaison des profondeurs de décarburation estimées à partir de l'indentation « normale » et des profils de dureté calculées.

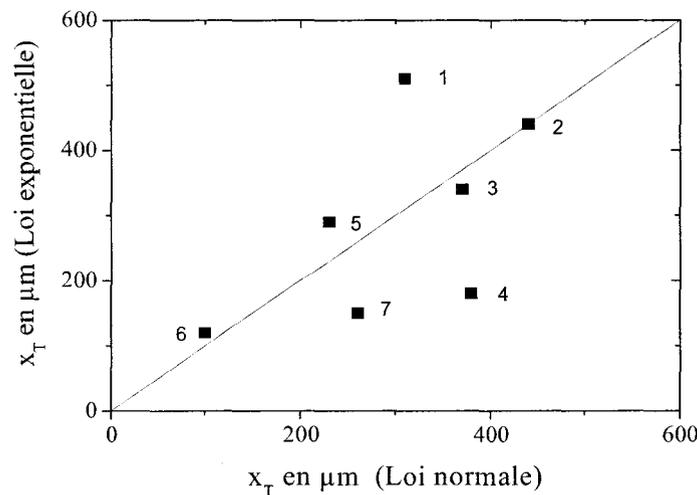


Figure 70. Comparaison des profondeurs de décarburation estimées en fonction du modèle utilisée.

Le modèle que nous avons présenté ici conduit finalement à une assez bonne représentation des profils de dureté et à des estimations correctes de la profondeur totale de décarburation quelque soit la méthode de chargement utilisée, c'est-à-dire normalement à la surface décarburrée ou le long d'une génératrice dans une section droite de l'échantillon (**figure 70**). Mais, même s'il a le mérite d'exister et de donner de bons résultats, il doit cependant être amélioré dans le sens où il réclame encore un grand nombre d'essais d'indentation même si ceux-ci sont réalisés normalement à la surface décarburrée et donc logiquement plus rapides à réaliser que dans une section droite. En particulier, ce futur modèle devrait pouvoir s'appuyer sur des logiciels de calculs plus puissants de manière à lisser tous les points expérimentaux en une seule fois pour conduire directement à la valeur du coefficient k mais aussi aux duretés de surface et à cœur.

Nous avons proposé un modèle pour reconstruire le profil de dureté à partir des essais d'indentation normale. Dans ce qui suit, nous discutons des variations de duretés observées en fonction de la charge appliquée. En fait, nous cherchons à éviter l'application du modèle pour établir un critère de décarburation à partir des seules données de l'indentation normale. Donc,

pour décrire ces variations, nous choisissons d'écrire un terme de variation relative en dureté pour représenter l'amplitude de la décarburation. On peut l'écrire comme suit :

$$\Psi(H) = \frac{HV_N - HV_C}{HV_S - HV_C} \quad (133)$$

où HV_N est la dureté mesurée, HV_S et HV_C respectivement les duretés en surface et à cœur du matériau.

D'une manière générale, pour les plus faibles charges, la valeur de la dureté mesurée est égale à la dureté de surface. Dans ces conditions, le paramètre $\Psi(H)$ est égal à 1. Au contraire, pour les charges les plus élevées, la dureté mesurée doit s'approcher de la dureté à cœur. Ainsi, le paramètre $\Psi(H)$ doit tendre vers la valeur 0. D'un point de vue pratique, on peut étudier la variation de ce paramètre en fonction de la profondeur d'empreinte. Une approche simple montre que dans une échelle semi-logarithmique la courbe prend une forme caractéristique dite « courbe en S ». La représentation mathématique d'une telle variation peut être obtenue à partir de plusieurs types de lois dont, entre autres, les deux lois suivantes :

$$\left\{ \begin{array}{l} (1): \Psi(H) = 1 - \exp[-k_1 \cdot h^{n_1}] \\ (2): \Psi(H) = \frac{1}{1 + k_2 \cdot h^{n_2}} \end{array} \right. \quad (134)$$

où k_1 , n_1 , k_2 et n_2 sont des constantes caractéristiques du niveau de décarburation. Pour une raison de commodité, la **relation (134)-(1)** sera appelée relation « *exponentielle* » et la **relation (134)-(2)** relation « *inverse* ».

La **figure 71** montre pour les échantillons trempés revenus l'évolution du paramètre de dureté, $\Psi(H)$, en fonction de la profondeur d'empreinte avec la loi « exponentielle ». La **figure 72** montre quant à elle la même évolution mais avec la loi « inverse ».

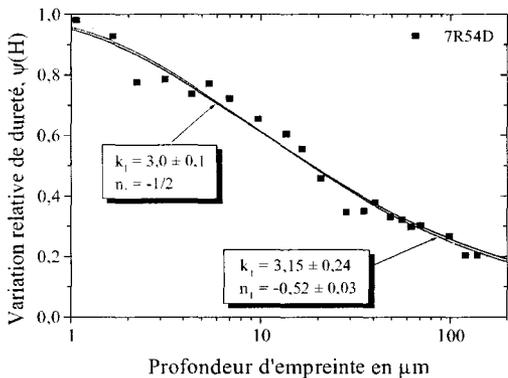
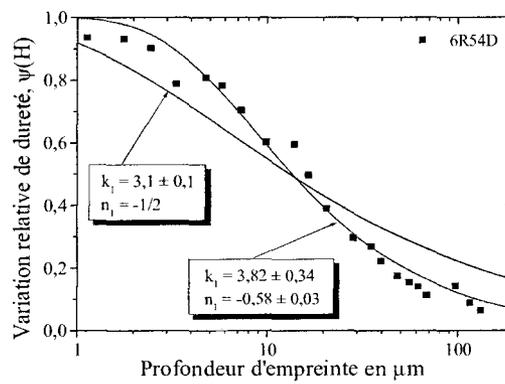
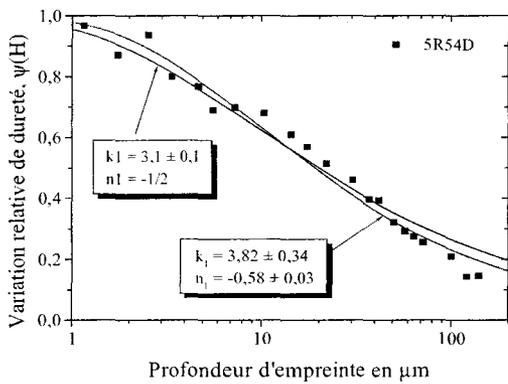
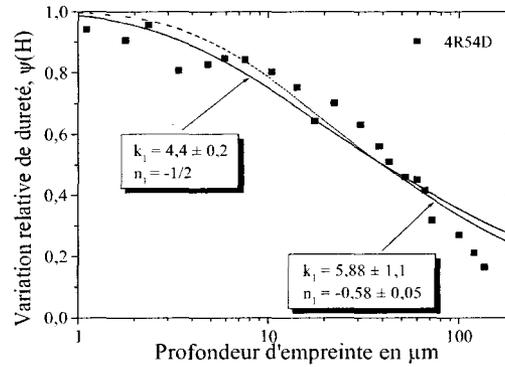
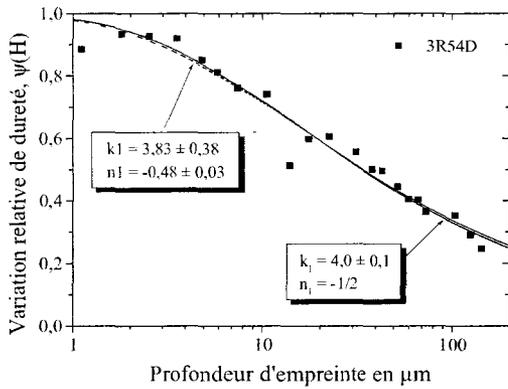
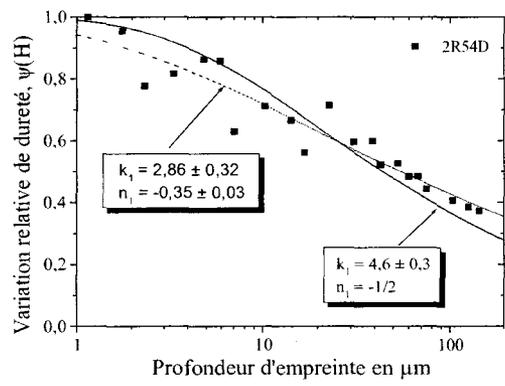
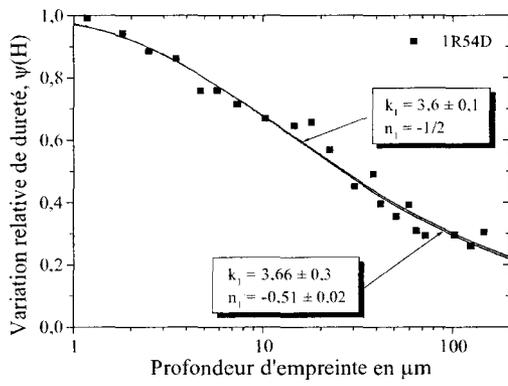


Figure 71. Application du modèle dans la détermination du profil de dureté à partir des mesures de dureté par indentation normale à la surface décarburée. Cas de la loi « exponentielle ».

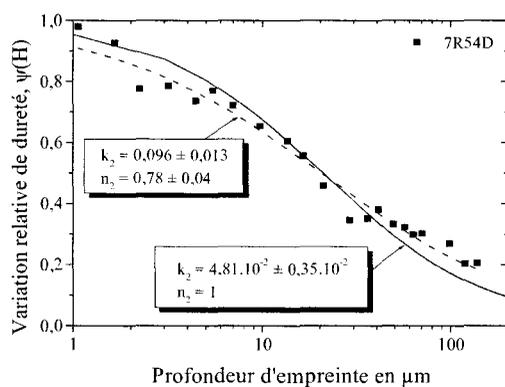
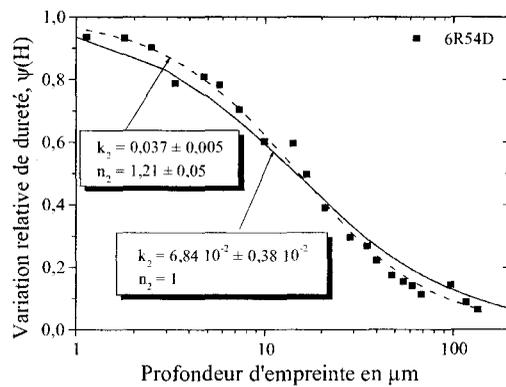
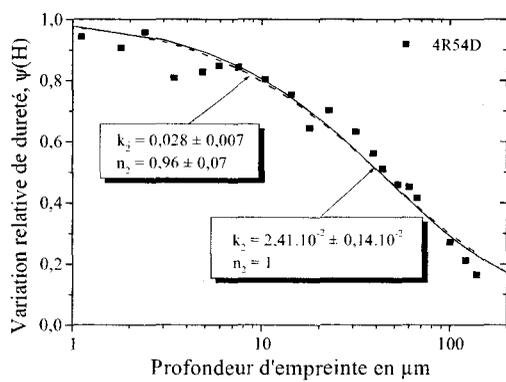
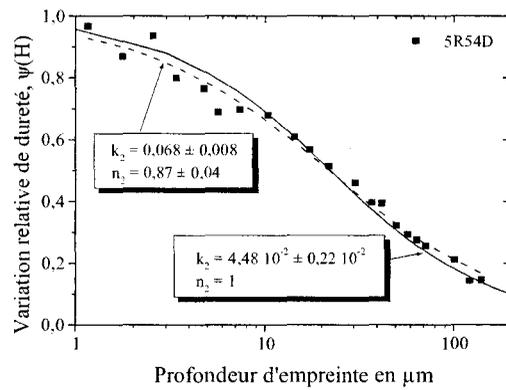
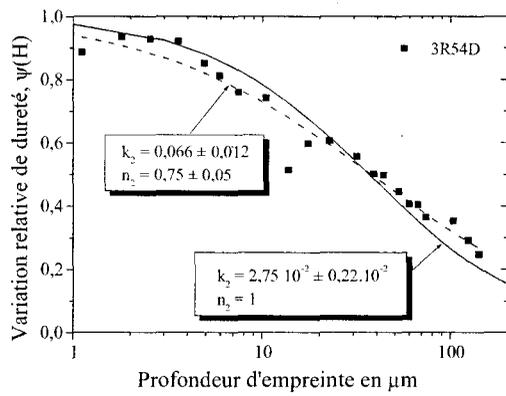
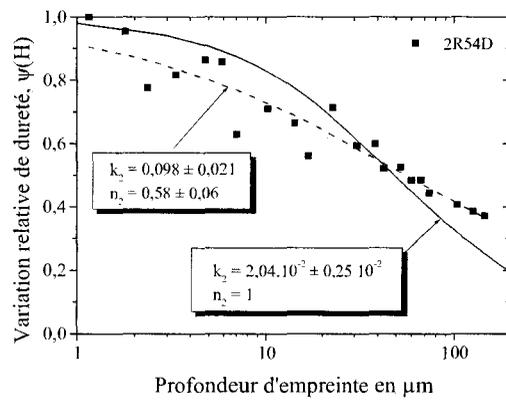
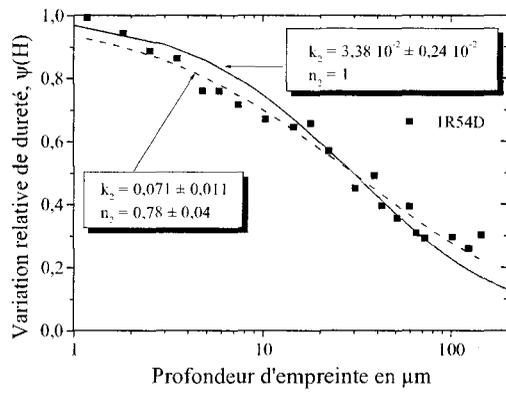
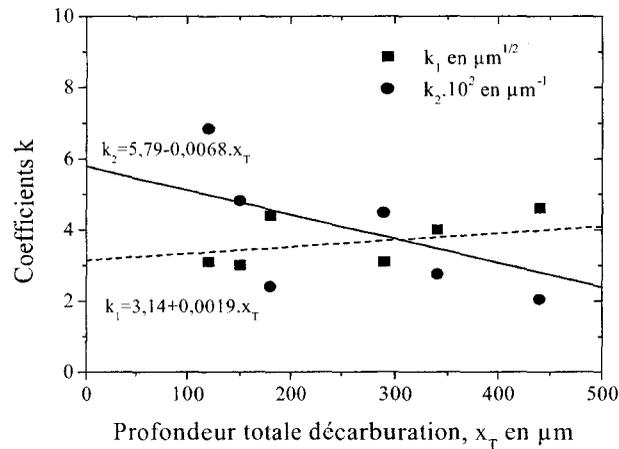


Figure 72. Application du modèle dans la détermination du profil de dureté à partir des mesures de dureté par indentation normale à la surface décarburée. Cas de la loi « inverse ».

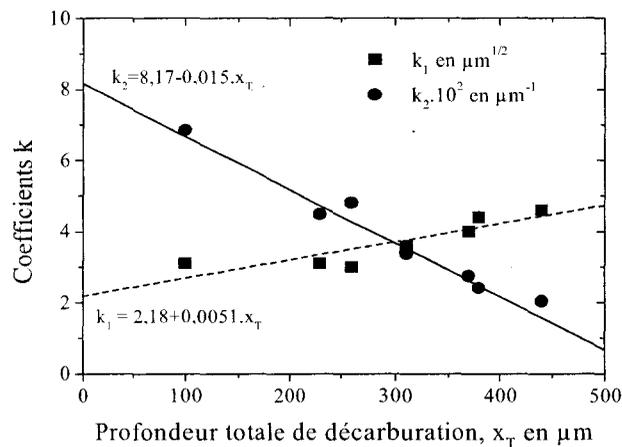
Tout d'abord, nous avons laissé les exposants n_1 et n_2 libres de varier en fonction de l'échantillon analysé. On s'aperçoit que globalement ces exposants varient peu avec le niveau de décarburation ce qui permet de considérer ces mêmes relations sous la forme suivante :

$$\begin{cases} \Psi(H) = 1 - \exp[-k_1 \cdot h^{-1/2}] \\ \Psi(H) = \frac{1}{1+k_2 \cdot h} \end{cases} \quad (135)$$

L'avantage de telles relations est qu'elles impliquent un seul coefficient que l'on va pouvoir utiliser pour caractériser la décarburation. Nous avons donc tracé sur la **figure 73** l'évolution de ces nouveaux coefficients (calculés avec $n_1=-1/2$ et $n_2=1$) en fonction de la profondeur totale de décarburation estimée à partir des profils de dureté et estimée à partir des essais d'indentation normale (**tableau 15**).



(a)



(b)

Figure 73. Variation des coefficients k_1 et k_2 en fonction de la profondeur totale décarburee (a) estimée à partir des profils de dureté et (b) estimée à partir des essais d'indentation normale en utilisant la **relation prédictive (133)**.

Il est très intéressant de noter sur la **figure 73** que les coefficients montrent une évolution régulière en fonction de l'estimation des profondeurs décarburées quelque soit d'ailleurs le modèle utilisé, exponentielle ou inverse.

Les études en indentation normale ont montré qu'il était possible de reconstruire le profil de dureté au moyen d'un modèle possédant une seule inconnue. Nous proposons aussi plusieurs approches pour estimer la profondeur totale de décarburation, soit à partir du modèle, soit à partir de la variation relative de la dureté dite normale. Dans tous les cas, la méthode reste longue car elle nécessite l'application de toute la gamme d'indentation en 0,1 et 2500 N. C'est pourquoi nous nous sommes intéressés à l'indentation instrumentée qui, en un seul enregistrement, permet d'obtenir la variation de la charge entre 0 et la charge maximale. Nous avons vu ici que l'étude de la décarburation par indentation normale demandait des niveaux de chargement élevés, qui ne sont pas présents sur les instruments classiques de charge-décharge. Nous avons tout de même défini un certain nombre de précautions et de calculs à effectuer pour bien interpréter les valeurs d'indentation sur un instrument à faible capacité (30 N). Par contre, l'étude des échantillons décarburés a été réalisée sur une machine dont la capacité maximum peut atteindre 200 N. Ces analyses ont été menées à l'université de Rennes.

D Analyse par indentation instrumentée.

Le paragraphe précédent a bien montré comment utiliser les mesures de dureté réalisées le long d'une section droite ou perpendiculairement à la surface décarburée pour obtenir un critère pertinent relatif à la profondeur totale de décarburation. Nous avons vu aussi que cette dernière méthode fournit des résultats satisfaisants et cohérents avec les mesures de dureté dans une section droite à l'échantillon. Cependant, la mise en place de cette technique demande un nombre important d'essais pour obtenir une quantité représentative de points expérimentaux. Pour limiter le nombre d'essais d'indentation, nous étudions ce que pourrait nous fournir la mesure d'indentation en continu ou instrumentée. L'objectif de ce chapitre est de montrer comment interpréter les résultats de l'indentation par charge-décharge pour l'appliquer ensuite à la caractérisation de la décarburation en surface. Mais avant d'étudier un phénomène de surface, il est important de bien maîtriser la technique de l'indentation instrumentée de manière à obtenir une valeur de dureté utilisable et comparable aux valeurs de dureté obtenues par indentation conventionnelle. Ici, nous ne retiendrons que la dureté Martens qui permet une comparaison directe avec la dureté Vickers du fait de la relation géométrique simple entre la profondeur d'empreinte et sa diagonale. En fait, on ne tient pas compte du retour élastique comme le prévoit la méthode d'Oliver et Pharr [49] qui analyse plus en détail la courbe au déchargement.

Cependant, avant d'analyser les résultats de l'indentation instrumentée, il est nécessaire de prendre quelques précautions. En particulier, il faut être prudent quant à la valeur de la profondeur fournie par l'instrument. Un terme correctif relatif à la déformation de l'instrument doit être considéré pour obtenir la valeur de la profondeur effectivement atteinte dans le matériau. D'autre part, afin de comparer les duretés conventionnelles aux duretés Martens, la durée d'application à la charge maximum doit être maintenue dans un essai instrumentée. En effet, il est reconnu que le maintien à la charge maximale induit un accroissement de profondeur dû au fluage du matériau. Cela est déjà prévu dans la bibliographie en particulier par l'application de modèles rhéologiques constitués d'assemblage de ressorts et d'amortisseurs. Généralement, ces assemblages sont conçus pour représenter le fluage d'un matériau polymère ou un matériau présentant une grande sensibilité au fluage. Dans notre cas, nous étudierons comment se comporte un acier lorsqu'il est soumis à une charge constante en indentation. Cette étude a pour but de prévoir l'accroissement de profondeur dû au fluage en fonction de la charge appliquée. Enfin, pour des mesures précises en profondeur, il faut tenir compte des imperfections de l'indenteur. Il est clair que l'extrémité de l'indenteur ne peut être parfaitement pointue. L'arrondi inévitable du bout d'empreinte conduit obligatoirement à des écarts dans le calcul de la profondeur d'empreinte dans le matériau et, par conséquent, dans le calcul de la surface d'indentation.

L'ensemble de ces analyses réalisées sur un matériau massif homogène doit nous permettre de proposer une méthode de calcul de la dureté Martens tout au long de la courbe de chargement. Cette approche est très intéressante car elle sous-entend qu'une seule courbe au chargement correctement corrigée puisse conduire directement à la valeur de la dureté absolue du matériau ainsi qu'à une étude de l'effet de taille en indentation. Cela laisse aussi sous-entendre qu'avec une seule courbe de charge-décharge, il est possible d'analyser l'amplitude de la décarburation et de remonter ainsi au critère de décarburation présenté dans le chapitre précédent. Dans ce chapitre, nous nous intéresserons uniquement au cas de l'indenteur Vickers.

D.1 Calcul de la dureté Martens avec un indenteur Vickers.

Pour des conditions de chargement données (vitesses de chargement et de déchargement, durée de maintien à la charge maximum, cycles de chargement...), le logiciel qui a été développé par la société CSM Instruments fournit un grand nombre d'informations déduites de l'analyse d'une courbe charge – décharge. Ces informations que l'on peut qualifier de données brutes sont ensuite traitées de manière à éliminer certaines erreurs dues à l'expérimentation. Cependant, on ne peut pas dans certains cas éviter des dérives de l'appareil. C'est pourquoi nous avons analysé les données brutes en vérifiant chaque étape du contrôle. Tout d'abord, nous étudions comment est prise en compte la déformation de l'instrument dans la mesure de la profondeur à l'aide de la compliance. Des relations expriment cette compliance mais les auteurs ne semblent pas tous d'accord sur leurs écritures. En effet, nous avons vu dans le chapitre bibliographie que des coefficients, plus ou moins pertinents, sont introduits dans ces relations pour prendre en compte certains types de phénomène. Nous verrons dans la suite comment rendre compatible les différentes approches proposées. De plus, il nous semble judicieux de considérer les défauts de la pointe de l'indenteur dans les différents calculs surtout pour les très petites charges pour lesquelles l'influence de ce type de défaut est amplifiée.

Parallèlement à cette discussion, notre objectif est d'utiliser au mieux les informations déduites de toute la courbe de chargement ce qui limiterait de manière conséquente le nombre d'expériences. Nous avons toujours en vue la caractérisation de la décarburation à partir d'une seule courbe d'indentation instrumentée. Mais, avec l'idée de comparer les résultats obtenus par charge-décharge à ceux obtenus en indentation conventionnelle, un autre problème se pose. En effet, il est recommandé par la norme de réaliser un essai d'indentation par chargement discret en appliquant la charge maximum pendant une durée de 15 secondes. Il est clair que l'application d'une charge, quelque soit sa valeur, va avoir tendance à enfoncer un peu plus le pénétrateur et par conséquent à augmenter la profondeur de l'empreinte. Cela va modifier la valeur de la dureté, il faut donc en tenir compte si on veut calculer la dureté tout au long de la courbe de chargement. Il est donc nécessaire d'estimer l'accroissement de profondeur dû à l'enfoncement du pénétrateur à

la charge maximum. Il s'agit typiquement du fluage que l'on peut aborder d'un point de vue mathématique par des lois de lissage ou par des modèles rhéologiques, basés sur un assemblage de ressorts et/ou d'amortisseurs, déjà présentés dans le chapitre bibliographie. Il semble a priori plus intéressant de travailler avec des modèles rhéologiques qui présentent l'avantage de relier les paramètres élastiques des ressorts et de viscosité pour les amortisseurs à des propriétés similaires pour le couple instrument – matériau. Toutefois, les formulations disponibles dans la bibliographie font intervenir plusieurs paramètres élastiques et de viscosité que l'on ne sait pas toujours comparer aux propriétés du matériau comme, par exemple, le module réduit. C'est pourquoi nous chercherons à construire un modèle rhéologique avec une approche simple mais originale pour faire intervenir ce module réduit. Avec ces différents types de correction, nous pouvons calculer la dureté Martens, comparable à la dureté Vickers, tout au long de la courbe de chargement limitant ainsi la multiplication des essais d'indentation. Pour éviter tout type de discussion, nous avons voulu étudier ces phénomènes et quantifier leurs influences sur un matériau connu. Nous avons choisi l'échantillon témoin fourni par CSM Instruments.

D.1.1 Données et résultats fournis par l'instrument.

Nous avons retenu l'échantillon de calibration fournit avec l'appareil par CSM Instruments. La calibration de cet échantillon de référence a été réalisée par le laboratoire allemand Deutscher Kalibrierdienst DKD spécialisé dans la calibration en indentation. La référence du certificat de calibration est DKD-K-06302. Pour cette calibration, l'indenteur utilisé est un indenteur Vickers et le cycle de mesure vérifie les conditions expérimentales suivantes, c'est-à-dire une force lors de l'essai de 1000 mN avec un rapport dP/dh constant. L'augmentation et la diminution de la charge pendant l'essai sont de 300 pas avec un temps de 0,1 s pour chaque pas. Le maintien de la charge à la charge maximale est de 15 secondes. Toutes les indentations ont été effectuées à une température constante de 20 °C. Avec ces conditions expérimentales, la dureté Martens, noté HM est de 5,13 GPa avec une erreur de 0,02 GPa. Il est intéressant de noter que la dureté de cet échantillon est proche de la valeur de dureté mesurée à cœur de nos échantillons trempés puis revenus. Ceci permet de valider la procédure dans une même gamme de dureté que celle de notre étude en décarburation. Le module élastique déduit de l'indentation, c'est-à-dire du calcul du module réduit, est de 242 GPa avec un coefficient de Poisson de 0,3. La composition de l'acier étudié est donnée dans le **chapitre II**.

Pour le calcul du module élastique réduit, il nous faut les caractéristiques du diamant de la pointe Vickers. Dans la bibliographie, on trouve les valeurs usuelles suivantes : 1140 GPa et 0,07 respectivement pour le module de Young et le coefficient de Poisson [134]. Les essais ont été effectués avec les charges appliquées maximum de 1, 5, 10, 15, 20 et 25 N. Les vitesses de chargement et de déchargement, exprimées en N/min, sont deux fois plus élevées en valeur que

la charge maximale exprimée en N. A la charge maximale, l'indenteur est maintenu durant 15 s en accord avec la norme sur la mesure de dureté en indentation conventionnelle. La **figure 74** rassemble les courbes obtenues avec toutes les charges appliquées. Chaque courbe est le résultat de trois essais, chacun des essais donnant des résultats proches garantissant ainsi la reproductibilité de l'essai.

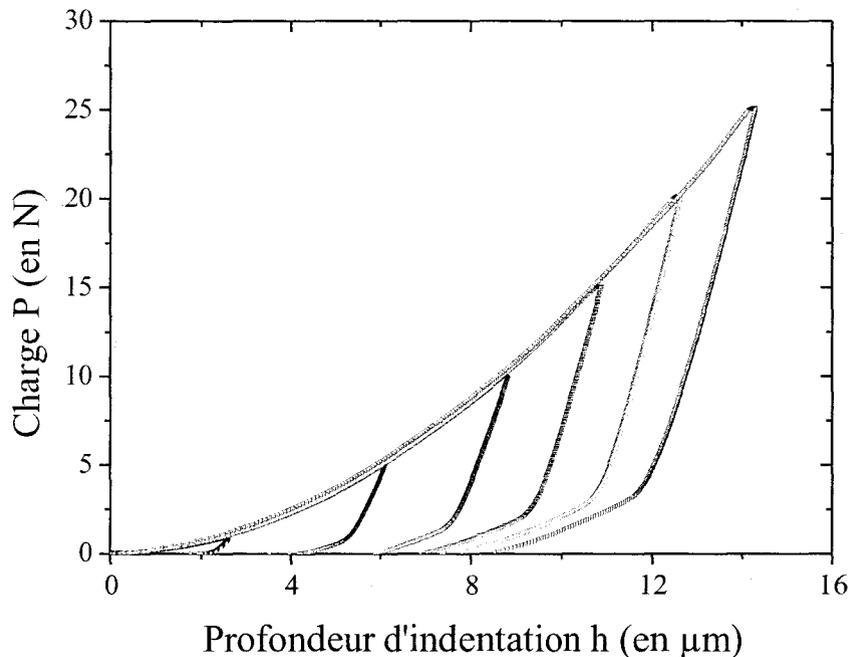


Figure 74. Courbes charge – profondeur obtenues par indentation instrumentée réalisée sur l'échantillon de référence avec différentes charges maximum.

Une première remarque tirée de la **figure 74** est que toutes les courbes sont superposées dans leur partie chargement. Ce résultat attendu nous permet de considérer seulement une des courbes dans un calcul global de la dureté Martens. Mais avant cela, il est possible d'extraire un grand nombre de données, nous n'en avons sélectionné que quelques-unes, à savoir les valeurs de dureté et du module d'élasticité ainsi que les pentes des courbes au déchargement. Notons aussi qu'il existe plusieurs méthodes d'analyse en particulier la méthode d'Oliver et Pharr [49], sans doute la plus utilisée qui cherche à représenter par une loi puissance une partie de la courbe au déchargement. Il y a aussi la méthode dite de la tangente, où les résultats principaux sont déduits du calcul de la tangente au début du déchargement. Enfin, nous avons également calculé la dureté Martens en utilisant la profondeur totale atteinte pendant l'essai. L'ensemble de ces données sont collectées dans le **tableau 21** en fonction de la charge maximum appliquée.

Méthode d'Oliver et Pharr :

P (N)	1	5	10	15	20	25
H (GPa)	7,33	7,10	6,88	6,74	6,70	6,68
E (GPa)	236,4	201,0	190,3	180,0	182,1	138,9
Su = (dP/dh) (N/μm)	2,82	5,61	7,70	9,09	10,63	11,04
h _c (μm)	2,36	5,36	7,70	9,53	11,04	12,36

Méthode de la tangente :

P (N)	1	5	10	15	20	25
H (GPa)	7,85	7,49	7,26	7,11	7,06	7,05
E (GPa)	235,7	207,1	197,6	189,0	191,2	148,4
Su = (dP/dh) (N/μm)	2,72	5,61	7,74	9,22	10,80	11,26
h _c * (μm)	2,28	5,22	7,50	9,28	10,75	12,03

Indentation Martens :

P (N)	1	5	10	15	20	25
HM (GPa)	5,43	5,07	4,90	4,78	4,77	4,47
h _m (μm)	2,64	6,11	8,79	10,90	12,60	14,54

Tableau 21. Valeurs des profondeurs d'indentation enregistrées et des valeurs de dureté correspondantes selon les méthodes d'Oliver & Pharr, de la tangente et calcul de la dureté Martens en fonction de la charge maximum appliquée.

Une première étude des résultats concerne l'étude de la dureté calculée sous toutes ses formes en fonction de la charge appliquée. Il est clair que la valeur de la dureté va dépendre de son mode de calcul, surtout si on compare la dureté Martens avec la dureté d'Oliver et Pharr. On pourra à ce sujet vérifier que la dureté Martens utilise le coefficient 26,43 alors que les autres calculs utilisent la valeur de 24,5 pour la constante C qui intervient dans le calcul la dureté H égale à $P/(C.h^2)$. Par contre, nous sommes en droit d'attendre les mêmes valeurs de dureté que l'on utilise la méthode d'Oliver et Pharr ou la méthode de la tangente car les parties de courbe au déchargement semblent parfaitement linéaires sur un grand domaine de charges. Pour discuter des résultats obtenus, nous traçons la dureté en fonction de la charge maximum appliquée comme le montre la **figure 75**. Comme on pouvait s'y attendre les duretés d'Oliver et Pharr et calculées avec la tangente sont largement supérieures à la dureté Martens, cela vient naturellement du mode de calcul. Par contre la dureté Martens est voisine de la dureté de calibration. Le plus surprenant est

sans doute la variation des valeurs de dureté en fonction de la charge, quelque soit le mode de calcul de la dureté. En effet, pour ces gammes de charge où l'effet de taille n'intervient pas, il est admis que la dureté est constante comme l'a bien montré Bückle [80].

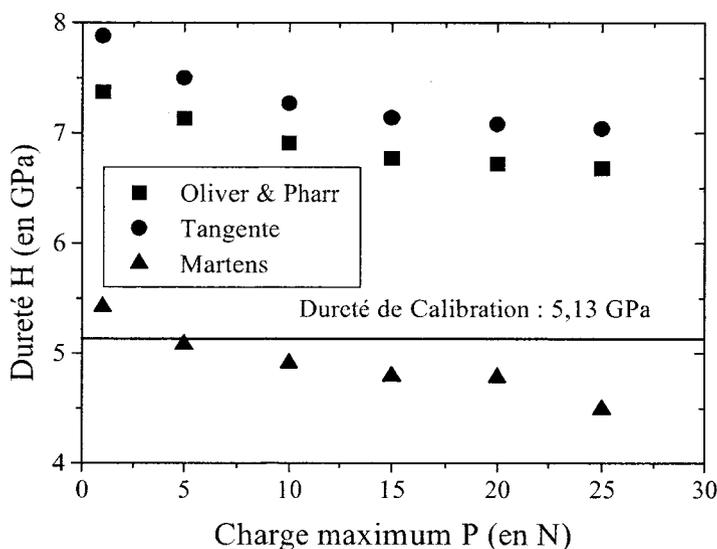


Figure 75. Duretés calculées selon les méthodes d'Oliver et Pharr et de la tangente et dureté Martens en fonction de la charge appliquée.

De la même manière, on peut s'interroger sur la variation des modules d'élasticité déduits de l'analyse des courbes au déchargement. La **figure 76** montre très bien que la valeur du module d'élasticité n'est pas constante et bien inférieure à la valeur attendue dans le certificat de calibration (i.e. 242 GPa).

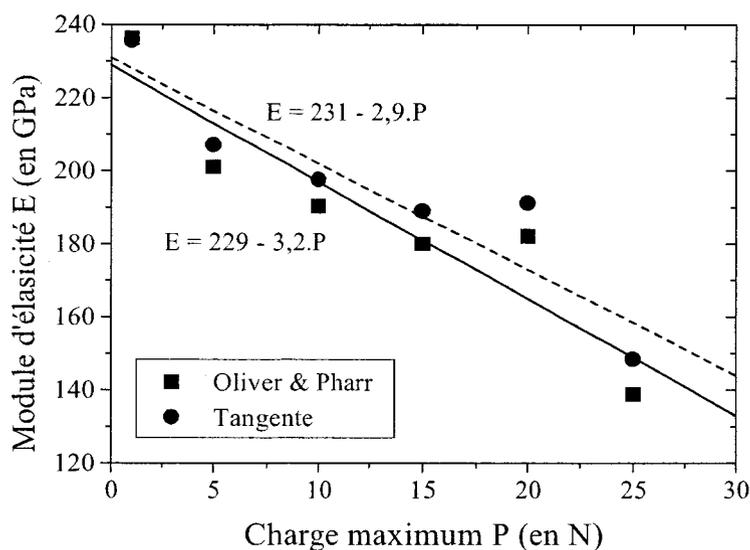


Figure 76. Modules d'élasticité calculés selon les méthodes d'Oliver et Pharr et de la tangente en fonction de la charge appliquée.

De toute évidence, la variation des valeurs du module d'élasticité n'a pas de réalité même si la tendance pour les charges très faibles est de tendre vers le module indiqué dans le fichier de calibration. Il faut donc être prudent quant à l'interprétation des résultats bruts et se poser les bonnes questions sur l'origine d'une telle déviation. Le premier problème à considérer est la prise en compte de la déformation de la machine qui intervient pendant l'essai d'indentation. Cette déformation est généralement appréciée en termes de compliance. En théorie, la valeur de la compliance est prise en compte par le logiciel. Mais, nous conseillons d'étudier ce paramètre expérimental qui peut être sensible à des déviations mécaniques toujours possibles après des utilisations prolongées.

D.1.2 Calcul de la compliance.

Nous rappelons ici que la compliance est introduite dans le calcul correctif de la profondeur de la manière suivante :

$$h_{cc} = h - C_f P \quad (136)$$

où h_{cc} et h sont respectivement les profondeurs après correction de la compliance et enregistrées par l'instrument, P la charge appliquée et C_f le terme de compliance.

La compliance C_f est accessible par la relation de Bulychev [53] qui relie la pente au début du déchargement en fonction de l'aire de contact et du module réduit :

$$S_u = \left(\frac{dP}{dh} \right)_{h=h_{max}} = \frac{2}{\sqrt{\pi}} E_r \sqrt{A_c} \quad (137)$$

où S_u est la rigidité du contact entre l'indenteur et le matériau lors du déchargement mesurée au maximum de pénétration h_{max} . A_c est l'aire de contact projetée. E_r est le module d'élasticité réduit défini par :

$$\frac{1}{E_r} = \frac{1-\nu_m^2}{E_m} + \frac{1-\nu_i^2}{E_i} \quad (138)$$

où les indices i et m font référence aux caractéristiques de l'indenteur et du matériau.

La relation de Bulychev a été modifiée par Oliver et Pharr [49] puis par Hay et al. [59] qui proposent d'écrire :

$$S_u = \left(\frac{dP}{dh} \right)_{h=h_{max}} = \beta \frac{2}{\sqrt{\pi}} E_R \gamma \sqrt{A_c} \quad \text{où} \quad \gamma = \pi \frac{\pi/4 + 0.1548 \cot \varphi \frac{(1-2\nu)}{4(1-\nu)}}{\left(\pi/2 - 0.8312 \cot \varphi \frac{(1-2\nu)}{4(1-\nu)} \right)^2} \quad (139)$$

où l'angle φ est égal à $70,3^\circ$ et représente le demi angle au sommet du cône équivalent possédant la même aire de contact qu'un indenteur Vickers [60], c'est-à-dire $4 \tan^2 \xi = \pi \tan^2 \varphi$ où ξ est le demi angle entre les faces opposées d'un indenteur pyramidal soit 68° .

Mais Troyon *et al.* [61] ont suggéré de prendre un seul coefficient α tel que $\alpha = \beta \cdot \gamma$, afin que celui-ci prenne en compte l'influence du défaut de la pointe de l'indenteur. Malheureusement, l'introduction de ce coefficient unique n'est pas, nous semble-t-il, pertinente du fait que l'on ne connaît pas sa valeur a priori. Par contre, la valeur du coefficient β est connue même si sa valeur est encore sujette à discussion. En effet, dans un article très récent, Antunes [57] rappelle que ce coefficient est associé à la géométrie de l'indenteur comme l'a souligné Pharr *et al.* [58]. En utilisant une simulation par éléments finis, King [55] donne une valeur très précise à ce facteur de correction pour des indenteurs non axisymétrique comme l'est l'indenteur Vickers. King [55] donne la valeur de 1,0124. Après King, d'autres valeurs de β ont été trouvées pour Vickers comme, par exemple, 1,07 by Dao *et al.* [56]. Une étude récente menée par Antunes [57] basée sur des résultats obtenus par simulations en trois dimensions en indentation Vickers sur plusieurs matériaux avec une large gamme de propriétés mécaniques trouve un facteur de correction très proche de 1,05 qui semble, de plus, quasi indépendante des propriétés du matériau. Nous retiendrons donc cette dernière valeur pour nos calculs. De plus, le calcul du coefficient β est assez simple à partir de la **relation (36)** puisqu'elle ne nécessite que la connaissance du coefficient de Poisson. Ainsi, à partir de sa valeur de 0,3, nous calculons un coefficient β de 1,07.

Pour tenir compte du défaut de pointe de l'indenteur et pour éviter d'introduire un coefficient β que l'on ne maîtrise pas, nous proposons de considérer le défaut de l'indenteur dans le calcul de l'aire de contact A_C de la **relation (139)**. Pour cela, nous disposons aussi de plusieurs relations présentées dans le chapitre bibliographie de ce document. Si le choix est possible, nous allons le limiter au calcul de l'aire de contact ne nécessitant aucune introduction de paramètre de lissage au contraire de ce que proposent par exemple Li *et al.* [66] ou Fisher-Cripps [52]. Notre choix va donc naturellement vers la relation proposée par Krell *et al.* [79] qui ne fait intervenir qu'un paramètre correctif, noté h_0 , accessible par une étude sur la pointe de l'indenteur pénétrant dans un matériau n'ayant pratiquement pas de retour élastique. La relation que nous proposons finalement d'adopter est la suivante :

$$C_t = C_f + \frac{1}{2 \cdot \beta \cdot \gamma \cdot E_r \cdot \tan \lambda \cdot \sqrt{(h_C - h_0)^2 - h_0^2}} \quad (140)$$

Pour vérifier cette relation, il convient de représenter la compliance, ou encore dh/dP , en fonction du paramètre de profondeur $1/((h_C - h_0)^2 - h_0^2)^{1/2}$ de manière à faire apparaître une relation linéaire si celle-ci se vérifie. La distance h_0 est estimée expérimentalement à partir de la valeur de c mesurée par une analyse en microscopie électronique à balayage en bout d'indenteur comme le suggèrent Krell et Schädlich [79]. Dans notre cas, la longueur caractéristique c mesurée est égale à 0,2 μm ce qui conduit à la valeur de 0,022 μm pour la valeur de la distance h_0 . La **figure 77** représente

l'inverse de la pente en fonction du paramètre de profondeur en utilisant la méthode d'Oliver et Pharr et la méthode de la tangente.

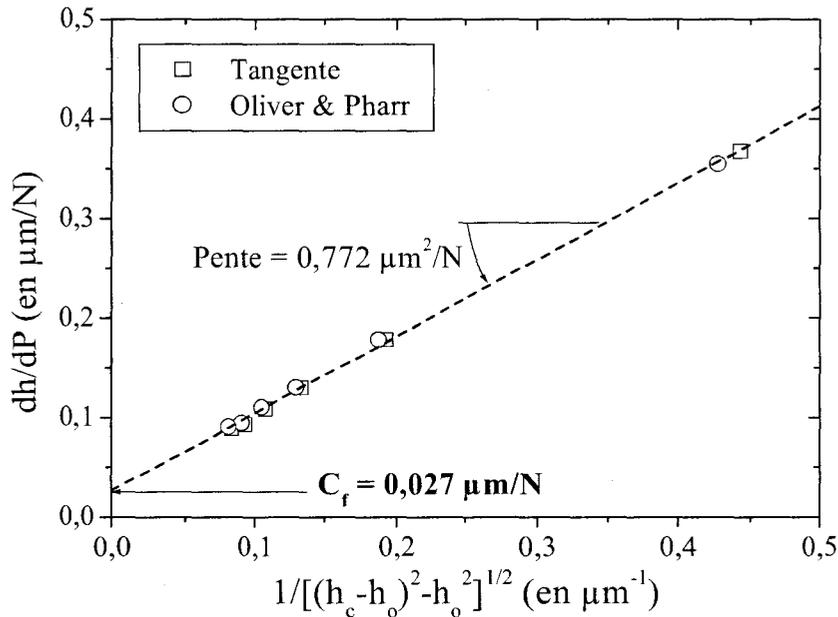


Figure 77. Courbe représentant l'inverse de la rigidité de contact en fonction de l'inverse de la profondeur pour l'échantillon de référence avec des charges appliquées variant de 1 à 25 N.

La **figure 77** fournit deux informations importantes, i.e. le terme de compliance correspondant à l'ordonnée à l'origine et la pente de la droite permettant de remonter au module d'élasticité du matériau.

En ce qui concerne la compliance, il est remarquable de noter sur cette figure que, quelque soit la méthode utilisée, les points calculés par la méthode d'Oliver et Pharr et les points calculés par la méthode de la tangente sont représentés par la même droite en accord avec la **relation (140)**. Ce résultat est cohérent puisque les courbes au déchargement sont pratiquement linéaires. Ainsi, les profondeurs calculées par la méthode de la tangente qui utilise les 15 premiers pourcents de la courbe au déchargement et la méthode d'Oliver et Pharr qui s'appuie sur la résolution des **équations (29), (30) et (31)** conduisent pratiquement à la même valeur.

La **figure 77** indique par interpolation linéaire une valeur de 0,027 $\mu\text{m}/\text{N}$ pour la compliance qui permet de calculer le déplacement vrai, ou la profondeur vraie, de l'indenteur dans le matériau. La relation à appliquer pour connaître cette profondeur réelle est donc la suivante :

$$h_{cc} = h - 0,027 \cdot P \quad (141)$$

Pour montrer l'influence de ce terme correctif, nous avons collecté dans le **tableau 22** les

profondeurs présentées dans le **tableau 21** à partir desquelles nous recalculons les duretés en utilisant les relations habituelles et en prenant soin de considérer le coefficient C adéquat.

	P (N)	1	5	10	15	20	25
Oliver & Pharr	h_c (μm)	2,333	5,225	7,430	9,125	10,500	11,685
	H (GPa)	7,50	7,33	7,39	7,35	7,40	7,47
Tangente	h_c^* (μm)	2.253	5.085	7,230	8,875	10,210	11,355
	H (GPa)	8,04	7,89	7,81	7,77	7,83	7,91
Martens	h_m (μm)	2,613	5,975	8,520	10,495	12,060	13,865
	HM (GPa)	5,54	5,30	5,21	5,15	5,20	4,92

Tableau 22. Valeurs des profondeurs d'indentation corrigées avec la compliance et des valeurs de dureté recalculées selon les méthodes d'Oliver & Pharr et de la tangente et le calcul de la dureté Martens en fonction de la charge maximum appliquée.

La **figure 78** reprend la **figure 75** avec les duretés recalculées en tenant compte de la compliance.

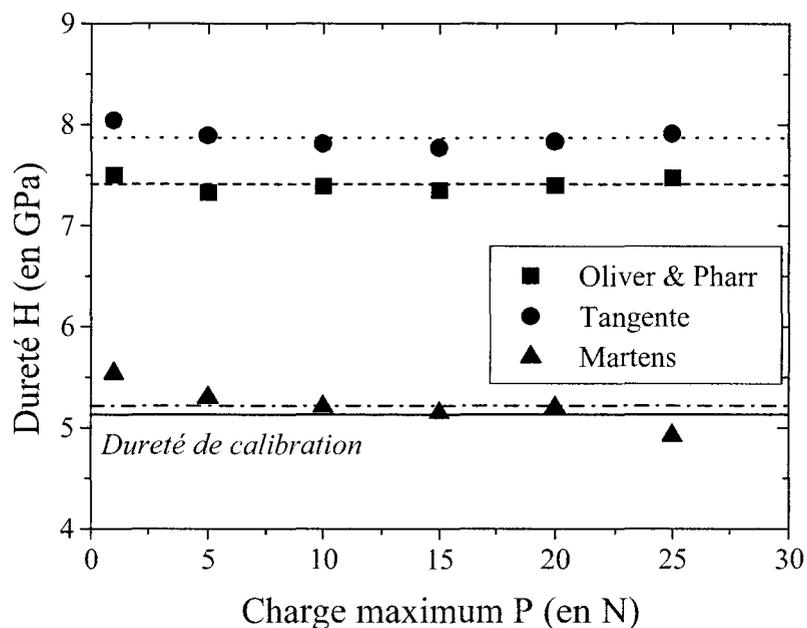


Figure 78. Duretés recalculées en tenant compte de la compliance selon les méthodes d'Oliver et Pharr et de la tangente et dureté Martens en fonction de la charge appliquée.

Il est très intéressant d'observer que la dureté recalculée en considérant la compliance devient quasi constante indépendamment de la charge appliquée, excepté peut être pour la charge de 1 N, qui doit traduire le début de l'effet de taille en indentation. Ce résultat est d'autant plus important qu'il permet de retrouver la valeur de la dureté indiquée dans le certificat de calibration lorsque la

dureté est calculée selon la méthode due à Martens. Nous verrons comment, dans la suite, nous pourrions utiliser la compliance pour remonter à la dureté Martens calculée sur l'ensemble de la courbe au chargement. Mais avant, nous étudions l'autre information capitale qui peut être déduite de la **figure 77**. Il s'agit en effet de la pente, égale ici à $0,772 \mu\text{m}^2/\text{N}$, dont l'expression permet de remonter au module d'élasticité du matériau par l'intermédiaire du module réduit. La valeur calculée du module réduit est de 206 GPa. En conséquence, le module d'élasticité du matériau est égal à 228 GPa, valeur qui s'écarte de la valeur de 242 GPa indiquée dans le certificat de calibration. Cet écart provient à notre avis de deux différences essentielles entre la méthode suivie par le laboratoire de calibration et la méthode proposée ici. La première vient de la valeur du coefficient β initialement égal à 1,012, valeur indiquée par Oliver et Pharr mais qui a évolué depuis faisant suite aux récentes recherches basées sur l'utilisation d'outils numériques pour sa détermination, en particulier la méthode par éléments finis. β est considéré aujourd'hui égal à 1,05. La deuxième différence provient de la considération du défaut de la pointe de l'indenteur dans le calcul, ou dans l'expression, de l'aire de contact. La **figure 79** reprend les points expérimentaux du **tableau 22** sans tenir compte de la correction sur l'aire de contact et représente l'inverse de la rigidité en fonction de l'inverse de la profondeur.

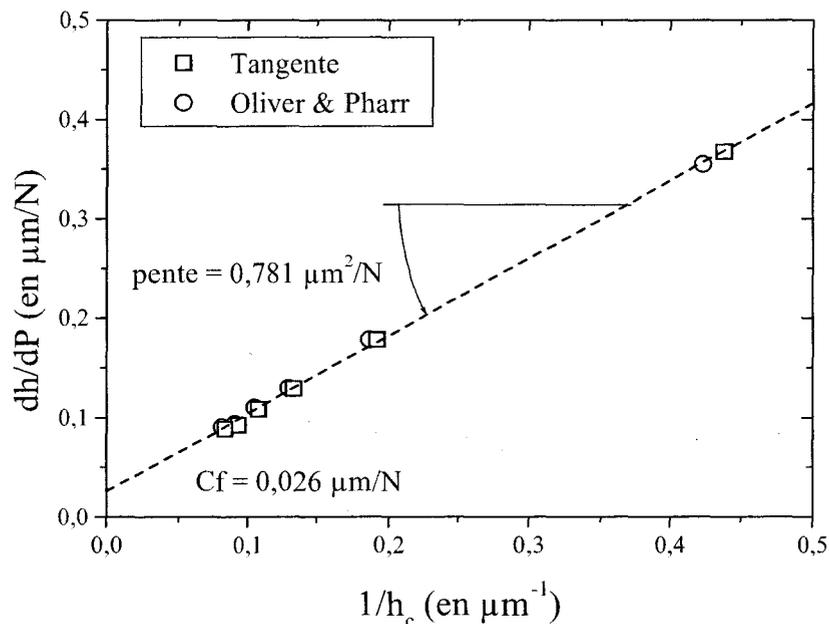


Figure 79. Courbe de l'inverse de la rigidité de contact en fonction de l'inverse de la profondeur pour l'échantillon de référence pour des charges de 1 à 25 N sans tenir compte de la correction de Krell [79] sur le calcul de l'aire de contact.

Cette figure montre que la linéarité est conservée et que les valeurs du coefficient C_f et de la pente sont très peu différentes de celles que nous avons calculées précédemment et indiquées sur la **figure 77**. Mais, le calcul dans les conditions originales probablement adoptées par le laboratoire de certification ($\beta=0,012$) nous ont conduit à une valeur de 237 GPa (pente de $0,781 \mu\text{m}^2/\text{N}$)

comme l'indique la **figure 79**. Cette valeur est très proche de celle du certificat et tend à confirmer que la différence provient des deux points que nous avons soulevés ici. Il reste cependant à confirmer notre démarche par d'autres études systématiques de détermination de la valeur du module d'élasticité par indentation instrumentée. Dans tous les cas, la valeur que nous trouvons par cette méthode est beaucoup plus réaliste que les valeurs indiquées par le logiciel, qui dépendent de la charge appliquée comme le montre bien la **figure 76**. Nous pensons que cet écart vient de la dérive due à la déformation de l'instrument, cette dérive n'étant pas prise en compte ici. Généralement, lorsque l'appareil est bien réglé, il n'y a pas de problèmes particuliers quant à la détermination de la profondeur ou de la vraie valeur du module d'élasticité mais il faut être vigilant si la valeur de la compliance évolue au cours du temps et par conséquent il est nécessaire de faire des contrôles réguliers.

Dans ce chapitre sur la compliance, nous avons montré qu'il était très important de connaître sa valeur de manière à obtenir des valeurs représentatives de la dureté. En effet, le calcul de la dureté Martens avec les profondeurs corrigées conduit à une valeur constante égale à la dureté donnée par le laboratoire de contrôle. De plus, cette dureté est indépendante de la charge comme l'a déjà souligné Bückle **[80]** dans un article déjà ancien, en discutant de l'effet de taille en indentation conventionnelle.

Rappelons que l'objectif est de calculer la dureté Martens sur l'ensemble de la courbe au chargement. Nous avons soulevé l'effet très important du fluage à la charge maximum. Si on veut calculer la dureté à partir de tout point de la courbe au chargement, il est donc nécessaire de prévoir l'accroissement de profondeur dû au fluage qui aurait eu lieu après un maintien de 15 secondes à la charge considérée. C'est l'objectif du prochain chapitre.

D.1.3 Etude du fluage par indentation.

Lors du maintien de la charge sur l'indenteur à la charge maximum, on observe très souvent un accroissement de la profondeur qui traduit le comportement au fluage du matériau. C'est pourquoi il avait été admis la règle générale du maintien pendant 15 secondes à la charge maximum après avoir constaté sur la plupart des matériaux métalliques que la profondeur n'évoluait pratiquement plus après cette durée de maintien. Sur l'échantillon que nous avons testé ici, nous avons représenté sur la **figure 80** l'accroissement de la profondeur dû au fluage en fonction du temps de maintien. On peut apporter plusieurs commentaires à la lecture de cette figure. Tout d'abord, l'évolution de la profondeur en fonction du temps suit la forme classique généralement rencontrée dans la plupart des cas **[67-69]**. On peut aussi remarquer que, au-delà de 10 secondes environ, l'accroissement de profondeur tend vers une valeur constante qui dépend de la charge de maintien. On note également que plus la charge est élevée, plus l'accroissement de profondeur est important, ce qui suit les règles de la logique.

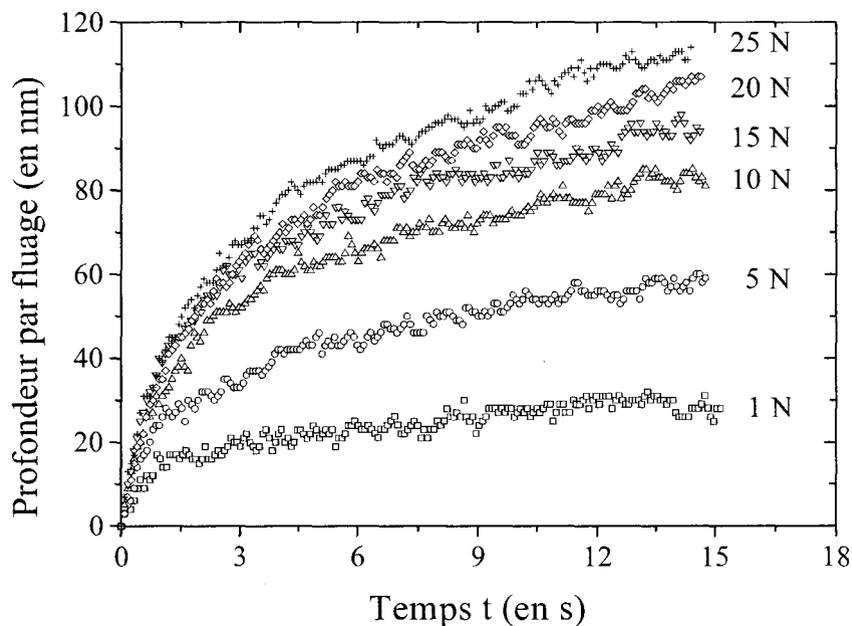


Figure 80. *Accroissement de profondeur due au fluage après 15 secondes de maintien à la charge maximum appliquée sur l'échantillon de calibration.*

La question que l'on peut se poser maintenant est de connaître l'influence de cette augmentation de profondeur sur la valeur de dureté Martens. Il faut rappeler ici que les valeurs de dureté Martens données dans les **figures 21** et **22** sont obtenues au terme des 15 secondes de maintien. La **figure 81** montre comment varie la dureté entre 0 et 15 secondes d'application de la charge maximum.

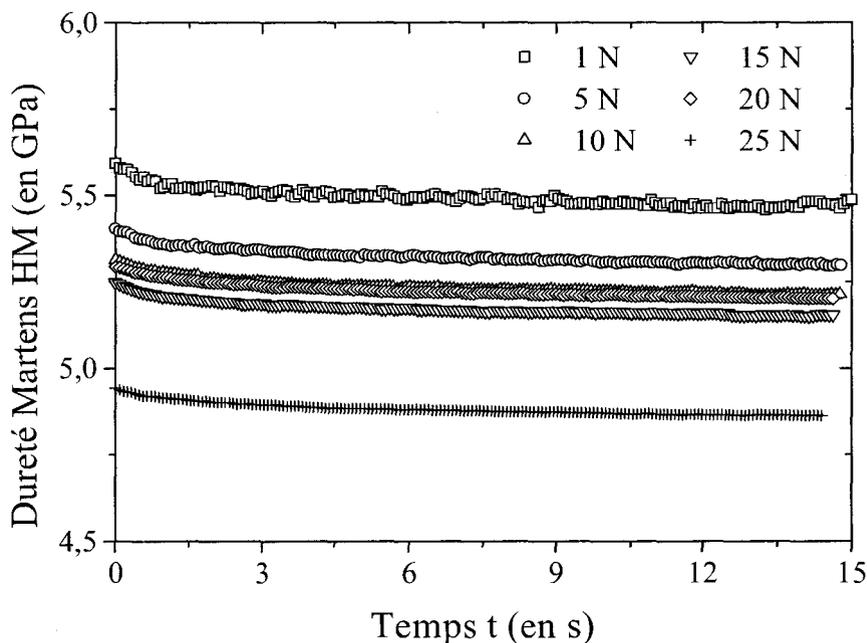


Figure 81. *Variation de la dureté Martens en fonction du temps de maintien et de la charge maximum appliquée.*

Sur la **figure 81**, on observe finalement peu de variations de la dureté Martens entre 0 et 15 secondes d'application de la charge, la dureté variant approximativement en moyenne de 0,15 GPa. Si cette valeur peut paraître relativement faible, nous verrons dans la suite qu'il est très important d'en tenir compte pour calculer la dureté Martens sur toute la courbe de chargement. Donc, l'idée qui est développée dans la suite est de calculer l'augmentation de profondeur obtenue après 15 secondes de maintien en fonction de la charge appliquée sachant que nous ne cherchons pas à décrire avec précision le comportement en fluage du matériau testé. La relation que nous voulons proposer doit être applicable quelque soit le niveau de chargement et donc tenir compte de la charge. Mais elle doit aussi être écrite en fonction de paramètres liés au matériau ou aux propriétés mécaniques de l'indenteur, qui sont aisément accessibles. Dans un premier temps, nous analysons les lois de Zen et Weng [135] qui proposent de relier la dureté au temps selon une loi puissance de forme générale :

$$H(t) = K \cdot t^{-1/n} \quad (142)$$

où $H(t)$ est la dureté Martens instantanée, K une constante que les auteurs expriment différemment en fonction de la vitesse de déformation, du module de cisaillement et d'une constante de dimension.

Indépendamment de l'expression du paramètre K , il est possible de représenter cette loi puissance en représentant la dureté instantanée $H(t)$ en fonction du temps dans une échelle logarithmique. La **figure 82** illustre parfaitement cette relation et confirme bien qu'une telle loi puissance est utilisable pour décrire le fluage par indentation.

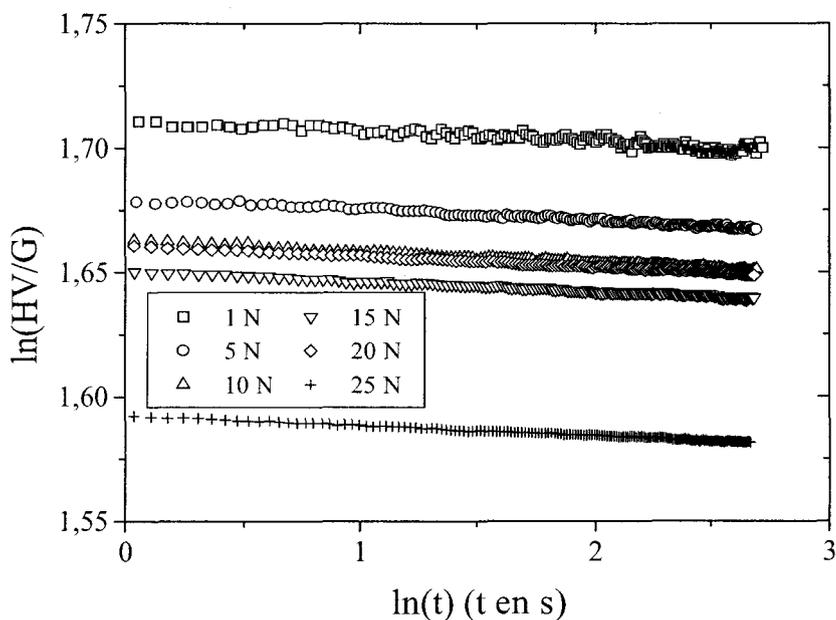


Figure 82. Variation du rapport $H(t)$ en fonction du temps dans une échelle logarithmique.

Malheureusement, une telle relation ne peut être que descriptive car il n'est pas possible

facilement de relier le coefficient K à des données physiquement interprétables. Il en est de même pour la valeur de l'exposant n constante et environ égale à 250, qui est très éloignée des valeurs obtenues par Zen et Weng [135] même s'il s'agit d'un matériau différent. Il apparaît donc difficile d'exprimer la variation de dureté due au fluage en fonction de la charge appliquée quelque soit sa valeur. C'est pourquoi, nous allons nous diriger vers les modèles rhéologiques qui présentent l'avantage de relier les paramètres impliqués dans les relations à des coefficients de viscosité ou à des modules d'élasticité. Il est clair, comme nous l'avons indiqué dans la bibliographie, que le modèle rhéologique à 4 éléments associant ressorts et amortisseurs est le plus performant pour représenter la variation des points expérimentaux. Ce modèle repris par Fischer-Cripps s'écrit comme suit :

$$h^2(t) = \frac{\pi}{2} P \cot \phi \left[\frac{1}{E_0} + \frac{1}{E_v} \left(1 - \exp \left[-t \frac{E_v}{\eta_v} \right] \right) + \frac{1}{\eta_M} t \right] \quad (143)$$

où les paramètres E et η représentent respectivement des modules d'élasticité et des coefficients de viscosité.

Même si on peut regretter que ces coefficients ne soient pas reliés plus explicitement à des propriétés rhéologiques du matériau ou du couple matériau-indenteur-instrument, nous avons appliqué ce modèle à toutes les charges maximum étudiées. La **figure 83** montre un exemple de lissage obtenu par application de la **relation (143)** aux résultats d'indentation obtenus à la charge maximum de 25 N.

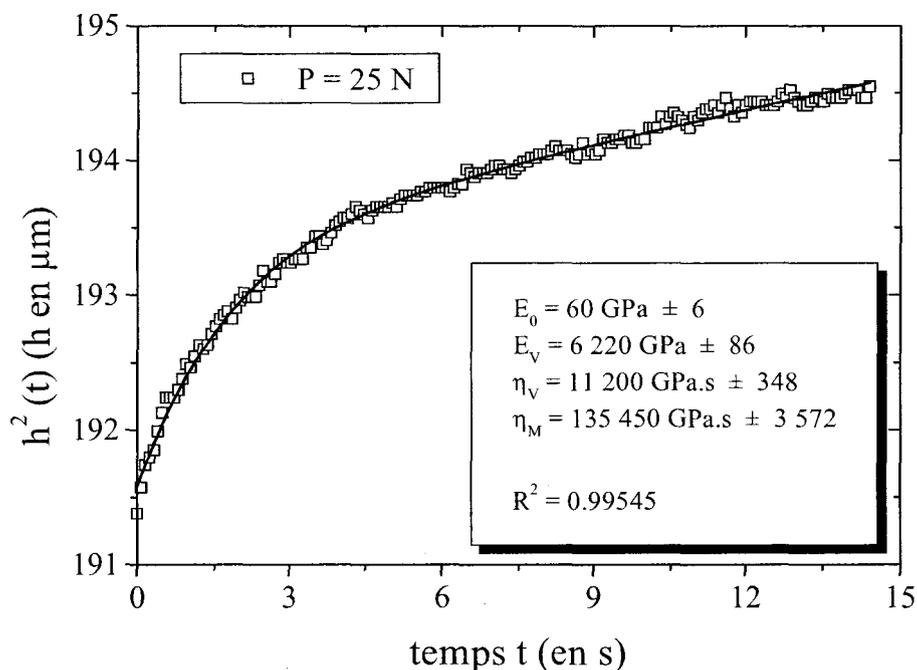


Figure 83. Variation du carré de la profondeur en fonction du temps de maintien et représentation du lissage de ces points avec le modèle rhéologique à 4 éléments présenté par Fischer-Cripps [75].

Nous pouvons constater sur cette figure que les points expérimentaux sont parfaitement représentés par le modèle rhéologique à 4 éléments dont la forme mathématique est exprimée par la **relation (143)**. Nous avons donc rassemblé dans le **tableau 23** toutes les valeurs des coefficients d'élasticité et de viscosité en fonction de la charge appliquée.

P (N)	1	5	10	15	20	25
E_0 (GPa)	1660	320	160	100	80	60
E_v (GPa)	128 810	29 910	13 110	9 530	7 370	6 220
η_v (GPa.s)	103 530	42 520	19 740	13 330	12 710	11 200
η_m (GPa.s)	2 478 230	573 750	336 900	224 010	172 580	135 450

Tableau 23. Valeurs des coefficients d'élasticité et de viscosité calculées par la **relation (143)** appliquée aux différentes charges maximum étudiées.

Il est clair ici que les paramètres sont très étroitement liés à la charge appliquée. Pour trouver une représentation mathématique de ces paramètres en fonction de la charge, nous avons représenté leurs évolutions dans une échelle bi logarithmique (**figure 84**).

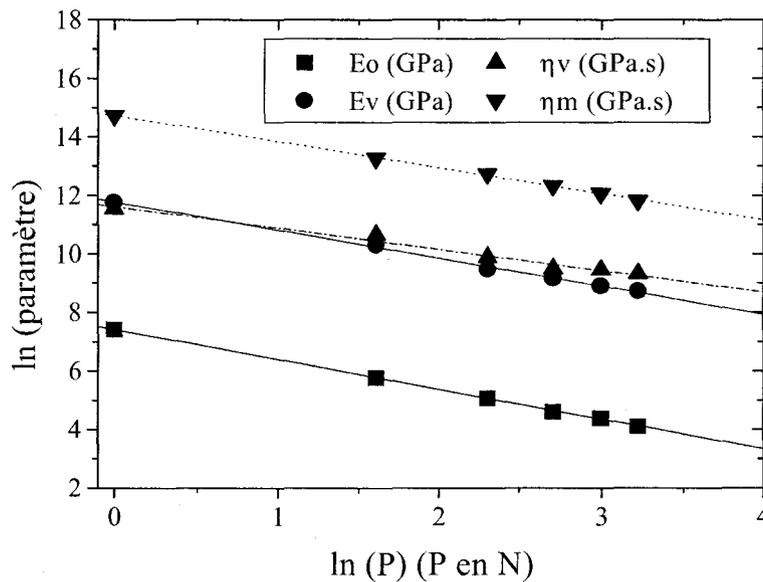


Figure 84. Variation des paramètres en fonction de la charge maximum dans une échelle bi-logarithmique.

La **figure 84** montre très bien que les variations de ces 4 paramètres obéissent à une loi puissance qui se présente sous la forme :

$$K = K_0 \cdot P^q \quad (144)$$

où K_0 est la valeur du paramètre K lorsque la charge P est égale à 1 N et q une puissance comprise entre 0,75 et 1 selon le paramètre considéré.

Le **tableau 24** reprend les valeurs de K_0 et de q pour les quatre paramètres étudiés.

Paramètre	E_0	E_v	η_v	η_M
K_0	1 660	129 830	110 860	2 485 500
q	1	0,96	0,73	0,89

Tableau 24. Valeurs des coefficients K_0 et q de la loi puissance représentant l'évolution des paramètres E_0 , E_v , η_v et η_M en fonction de la charge.

Les résultats obtenus par l'utilisation du modèle rhéologique à 4 éléments montrent que ce dernier est tout à fait adapté à la représentation mathématique des points expérimentaux. Il est effectivement possible d'intégrer la variation des paramètres avec la charge selon cette loi puissance dans un modèle plus global pour calculer l'augmentation de profondeur à toute charge d'indentation. Cela complique singulièrement l'écriture de la **relation (146)** mais elle reste malgré tout applicable. Par contre, on peut regretter du point de vue physique que les coefficients, que ce soient ceux relatifs aux modules d'élasticité ou aux coefficients de viscosité, ne soient pas plus explicitement liés aux propriétés du matériau étudié. C'est pourquoi on se propose de développer un modèle rhéologique en remplacement des modèles proposés par Vandamme [71], Shen [72], Anand [73] ou encore Fischer-Cripps [75] qui sont, de la même manière, pas complètement convaincants même si, on le rappelle, ils représentent parfaitement l'évolution des points expérimentaux. Le modèle que nous proposons doit être le plus simple possible et, en particulier, il doit faire intervenir le module réduit dont on connaît la valeur.

Pour cela, nous nous appuyons sur les modèles de Kelvin-Voigt et de Kelvin-Voigt combiné après avoir retiré le ressort placé préalablement en série. Pour pouvoir le retirer sans introduire un problème d'interprétation mathématique et exprimer l'augmentation de profondeur en fonction du temps, il faut analyser la variation de profondeur en termes d'accroissement, et non considérer directement la profondeur. Il faut donc considérer qu'à $t=0$ s, la variation de profondeur est nulle. Ainsi, dans les modèles, un amortisseur doit être placé en série ou en parallèle pour empêcher toute déformation à l'origine. Cela revient aussi à ne pas considérer l'histoire du chargement du matériau jusqu'à la charge maximum. Cette histoire sera prise en compte implicitement dans les coefficients de la nouvelle loi rhéologique. A partir de ces considérations générales, nous avons donc construit notre assemblage sur la base d'association de ressorts et d'amortisseurs comme indiqué sur la **figure 85**.

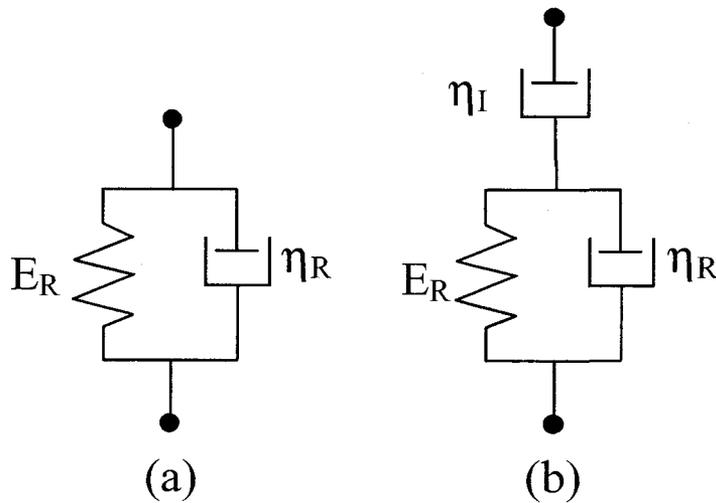


Figure 85. Modèles de fluage viscoélastique linéaire représentant en (a) uniquement l'échantillon et en (b) le couple échantillon/instrument.

Pour obtenir les lois de comportement associées à ces modèles rhéologiques, nous cherchons la solution en termes de contrainte et de déformation. Les solutions générales s'écrivent :

$$\begin{cases} \varepsilon(t) = \sigma_0 \left[\frac{1}{E_R} \left(1 - \exp \left[-t \frac{E_R}{\eta_R} \right] \right) \right] \\ \varepsilon(t) = \sigma_0 \left[\frac{1}{E_R} \left(1 - \exp \left[-t \frac{E_R}{\eta_R} \right] \right) + \frac{1}{\eta_I} t \right] \end{cases} \quad (145)$$

où les indices R et I font référence respectivement aux modules réduits, comprenant le matériau et l'indenteur, et aux coefficients de viscosité de l'instrument.

On remarque ici que la définition des assemblages considère le module réduit par l'intermédiaire du ressort. Les inconnues sont donc le, ou les, coefficients de viscosité selon le modèle retenu. Mais avant de les calculer, il faut expliciter les termes « déformation » et « contrainte » en les appliquant au cas de l'indentation. La contrainte σ_0 est la contrainte d'écoulement qui est reliée directement à la dureté Martens par un facteur de proportionnalité comme l'a montré Tabor [29]. La déformation, quant à elle, peut être définie comme la variation relative de profondeur d'indentation déjà considérée par Li et al. [66] dans l'interprétation de résultats au fluage par indentation. Dans ces conditions, la contrainte et la déformation s'écrivent comme suit :

$$\sigma_0 = \frac{HM}{C} = \frac{P}{26.43 \cdot C \cdot h_{cc}^2} \quad \text{et} \quad \varepsilon(t) = \frac{h_{cc}(t) - h_{cc}}{h_{cc}} \quad (146)$$

où h_{cc} est la profondeur corrigée tenant compte de la compliance. Elle est calculée à $t=0$ s. La constante 26,43 est la constante relative à l'aire de contact réelle du calcul de la dureté Martens. La constante C correspond, quant à elle, à la constante de Tabor [29].

Ainsi, en combinant les **relations (145)** et **(146)**, nous pouvons écrire :

$$\begin{cases} h_{cc}(t) - h_{cc} = \frac{P}{26.43 \cdot C \cdot h_{cc}} \left[\frac{1}{E_R} \left(1 - \exp \left[-t \frac{E_R}{\eta_R} \right] \right) \right] \\ h_{cc}(t) - h_{cc} = \frac{P}{26.43 \cdot C \cdot h_{cc}} \left[\frac{1}{E_R} \left(1 - \exp \left[-t \frac{E_R}{\eta_R} \right] \right) + \frac{1}{\eta_I} t \right] \end{cases} \quad (147)$$

où seuls les coefficients de viscosités, η_R et η_I , sont à déterminer puisque la constante C est a priori égale à 2,8 d'après Tabor [29] et le module réduit, E_R , égal à 206 GPa d'après les calculs sur la compliance dans le paragraphe précédent.

Afin de valider le modèle, nous laissons la constante C de Tabor [29] libre de varier de manière à voir si elle tend ou non vers une valeur proche de 3. Nous allons donc représenter les points expérimentaux avec les **relations (147)** relatifs aux modèles à 2 ou 3 éléments en déterminant les coefficients de viscosité et la constante C par lissage. A titre d'exemple, la **figure 86** montre les résultats obtenus pour les tests de fluage réalisés à la charge maximale de 25 N.

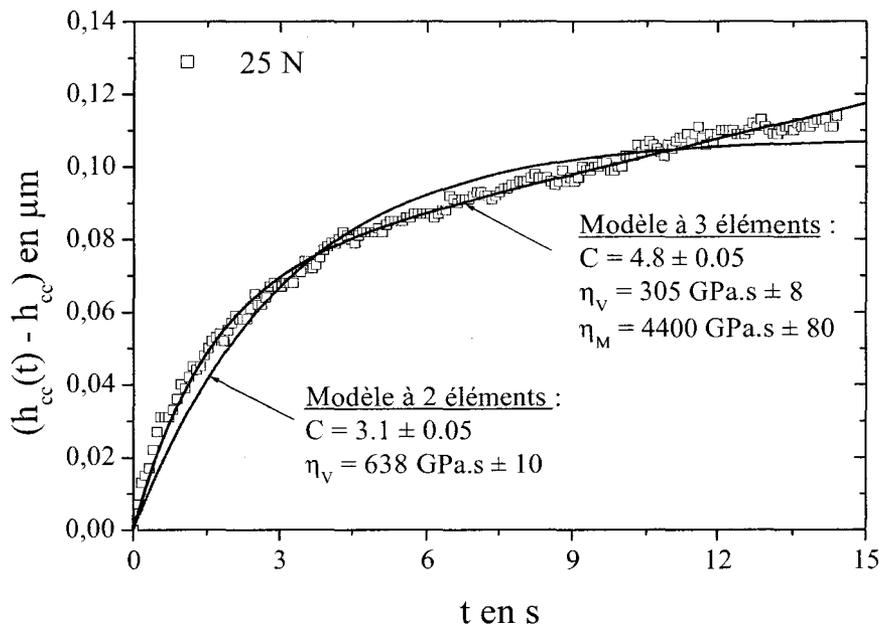


Figure 86. *Accroissement de la profondeur d'indentation due au fluage par application de la charge maximale de 25 N, pendant 15 s, et représentation des modèles rhéologiques à 2 et 3 éléments.*

La **figure 86** montre bien, et logiquement, que le modèle à 3 éléments permet de mieux représenter l'évolution des points expérimentaux par rapport au modèle à 2 éléments. Dans les deux cas, nous nous intéressons à l'étude de la variation du paramètre C et des coefficients de viscosité en fonction des charges maximales appliquées. Nous avons regroupé ces valeurs dans le **tableau 25**.

	P (N)	1	5	10	15	20	25	Moyenne
2 éléments	C	2,57	2,82	2,79	2,99	3,09	3,08	2,9 ± 0,2
	η_R (GPa.s)	489	594	546	532	644	638	570 ± 60
3 éléments	C	4,00	4,52	4,06	4,41	4,70	4,81	4,4 ± 0,3
	η_R (GPa.s)	151	233	273	248	326	305	260 ± 60
	η_I (GPa.s)	4 139	4016	5213	4900	4805	4400	4600 ± 470

Tableau 25. Valeurs et moyennes du coefficient C et des coefficients de viscosité en fonction de la charge appliquée.

La lecture de ce tableau est très intéressante car elle nous donne plusieurs informations essentielles. D'une part, le lissage des courbes par le modèle rhéologique que nous proposons conduit à une valeur du coefficient C de Tabor [29] proche de 3, valeur indiquée par l'auteur. Le choix du module réduit peut être ainsi validé car il permet de retrouver la bonne valeur de la constante. De plus, l'autre résultat très intéressant est le fait que ces coefficients, que ce soit la constante C ou les coefficients de viscosité, ne varient pas ou peu en fonction de la charge appliquée au contraire des coefficients du modèle rhéologique suggéré par Fischer-Cripps [75]. Cela est principalement dû au fait que nous considérons l'accroissement de profondeur et non la valeur réelle atteinte par le pénétrateur. En d'autres termes, les courbes de fluage représentées sur la **figure 86** commencent à 0 alors que celles de la **figure 83** commencent à la valeur atteinte à la charge maximum avant le maintien. On peut ainsi s'affranchir de cette dépendance et proposer un modèle simple dans lequel les coefficients de viscosité peuvent être obtenus par un seul essai d'indentation instrumenté. Malgré tout, on peut s'interroger sur les valeurs des coefficients de viscosité dont les valeurs très élevées peuvent surprendre. En réalité, très peu d'études ont été entreprises sur le comportement en fluage de matériaux très peu sensibles à ce type de comportement. On peut toutefois citer les travaux de Vandamme [71] qui, utilisant les modèles de Maxwell, obtient les valeurs de 260 GPa.s et de 2580 GPa.s pour les deux coefficients de viscosité sur une pâte de ciment. Ces valeurs sont d'un ordre tout à fait comparable à celui que nous trouvons, nous pouvons donc proposer ces valeurs pour décrire le comportement en fluage par indentation de l'acier étudié.

Comme les coefficients sont indépendants de la charge appliquée, il est désormais possible de généraliser le calcul de la profondeur d'indentation due au fluage de manière continue, c'est-à-dire entre 0 N et la charge maximale. En conclusion, nous proposons de calculer la profondeur d'indentation corrigée, appelée h_t , en fonction de la compliance C_f et du déplacement dû au fluage Δh_{fluage} de la manière suivante :

$$h_t = h - C_f \cdot P + \Delta h_{\text{fluage}} \quad (148)$$

$$\text{avec } \Delta h_{\text{fluage}} = h_{\text{cc}}(t) - h_{\text{cc}} = \frac{P}{26.43 \cdot C \cdot (h - C_f P)} \left[\frac{1}{E_R} \left(1 - \exp \left[-t \frac{E_R}{\eta_R} \right] \right) + \frac{1}{\eta_l} t \right] \quad (149)$$

où h est la profondeur de pénétration enregistrée à chaque charge P , t est le temps de maintien, ici 15 s. Les autres paramètres, E_R , η_R et η_l , ont les valeurs moyennes indiquées dans le **tableau 26**.

Nous venons de voir qu'il était possible à chaque charge appliquée de corriger la profondeur d'empreinte en tenant compte de la compliance de l'instrument et de prévoir l'accroissement de profondeur dû au maintien à la charge donnée. Nous disposons alors de la profondeur adéquate pour calculer la dureté Martens sur l'ensemble de la courbe au chargement. Le détail du calcul fait l'objet du prochain paragraphe.

D.1.4 Calcul de la dureté Martens en continu.

La dureté Martens, HM , est définie comme le rapport de la charge appliquée sur l'aire de contact réelle. Lorsque celle-ci est calculée à partir de la profondeur de pénétration corrigée h_t , qui considère la compliance du bâti ainsi que le fluage, nous pouvons écrire :

$$HM = \frac{P}{26.43 \cdot h_t^2} \quad (150)$$

où HM est exprimée en MPa si la profondeur d'indentation, h_t , est donnée en mm et la charge P en N.

Dans le calcul de la dureté Martens qui s'appuie ici sur la profondeur d'indentation, nous devons prendre en compte l'imperfection géométrique de l'indenteur car la forme arrondie de la pointe va modifier la profondeur atteinte. Nous disposons là encore de plusieurs lois nous permettant de corriger la profondeur en incluant un terme correctif pour décrire l'arrondi de la pointe. La relation la plus facile que nous avons déjà appliquée est celle proposée par Krell [79], celle-ci ayant été utilisée pour exprimer le terme de rigidité à partir duquel nous avons calculé la compliance. Ainsi, la profondeur que nous proposons d'utiliser pour le calcul de la dureté est la suivante :

$$h_{\text{cg}}^2 = (h_t - h_0)^2 - h_0^2 \quad (151)$$

où h_{cg} est la profondeur corrigée, h_t la profondeur qui tient compte de la compliance et du fluage. La profondeur h_0 a la valeur de 0,022 μm précédemment définie.

Finalement, nous suggérons de considérer la profondeur h_{cg} à la place de la profondeur h_t dans le calcul de la dureté Martens de la **relation (150)**.

Pour représenter l'évolution de la dureté Martens, nous avons choisi arbitrairement la courbe

d'indentation obtenue avec une charge maximale de 20 N. Cela est rendu possible du fait que toutes les courbes se superposent dans leur partie relative au chargement comme nous l'avons constaté sur la **figure 74**. On note aussi une légère différence en termes de dureté Martens obtenue par la courbe de chargement à 25 N, c'est pourquoi nous l'avons volontairement écarté de l'étude de la dureté Martens, mais il serait logiquement préférable de considérer la charge la plus élevée de manière à obtenir le maximum d'informations.

En parallèle, pour confirmer les résultats trouvés par l'indentation instrumentée, nous avons effectué des essais de dureté conventionnelle avec des charges d'indentation couvrant au mieux la plage de 0,1 à 20 N, étant donné que nous ne pouvons appliquer des charges plus faibles avec notre appareil d'indentation conventionnelle. Les résultats obtenus sont rassemblés dans le **tableau 26**. Ces résultats ont été trouvés après trois essais réalisés à chaque charge.

P (N)	0,10	0,25	0,50	1,0	2,0	3,0	5,0	10,0	20,0
d (µm)	4,75	7,84	11,88	17,62	25,54	31,56	41,36	58,68	82,50
±	0,11	0,15	0,13	0,16	0,18	0,15	0,16	0,24	0,30
HU (GPa)	8,05	7,39	6,44	5,85	5,57	5,47	5,31	5,28	5,34
±	0,30	0,21	0,12	0,10	0,08	0,05	0,04	0,05	0,04

Tableau 26. Valeurs des diagonales d'empreinte et calculs des duretés Vickers correspondantes obtenues en indentation conventionnelle.

La dureté Martens est calculée avec la **relation (150)** qui tient compte de toutes les corrections, compliance, fluage, défaut de l'indenteur. Cette dureté est calculée tout au long de la courbe de chargement, c'est-à-dire lorsque l'indenteur est encore en contact avec le matériau. Dans ces conditions, le matériau épouse parfaitement la forme de l'indenteur. C'est pourquoi la profondeur d'empreinte est reliée à la diagonale par la relation classique déduite de la géométrie de l'indenteur. Alors, les valeurs de la dureté Martens et de la dureté Vickers doivent être les mêmes puisque les relations découlent l'une de l'autre par l'intermédiaire de cette simple relation géométrique, c'est-à-dire, $h=d/7$ environ. Nous pouvons donc comparer directement les deux nombres de dureté comme le montre la **figure 87** sur laquelle sont conjointement représentées la dureté Martens calculée sur l'ensemble de la courbe au chargement de l'essai d'indentation instrumentée réalisée à 20 N et la dureté Vickers dont les valeurs sont rassemblées dans le **tableau 26**.

De manière à mieux apprécier les améliorations dues à chaque correction, nous avons représenté sur la **figure 87** la dureté Martens calculée à partir de la profondeur enregistrée (h), de la profondeur qui considère la compliance de l'instrument (h_{cc}), de la profondeur corrigée en ajoutant

l'augmentation de profondeur due au fluage (h_f) et enfin de la profondeur qui tient compte de l'imperfection géométrique en bout d'indenteur (h_{cg}). Chaque correction étant ajoutée à la précédente de manière à visualiser ce que l'on peut désigner par l'incrément de correction.

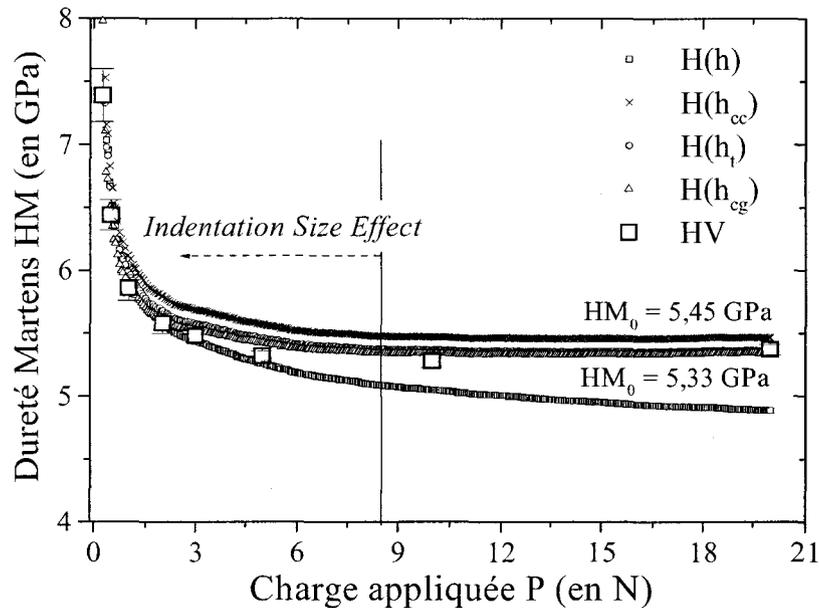


Figure 87. Duretés Vickers conventionnelles et universelles en fonction de la charge P . La dureté universelle est calculée à partir de la courbe de chargement des différentes profondeurs corrigées (h , h_{cc} , h_{ds} et h_{cg}).

La première remarque que nous pouvons faire est que l'utilisation des données non traitées de la profondeur conduit à une dureté Martens qui varie de façon continue avec la charge appliquée. En fait, elle ne respecte pas la condition avancée par Bückle [89] qui confirme que le nombre de dureté n'évolue plus au-delà d'une certaine charge, généralement voisine de 10 N. Ce résultat est d'ailleurs confirmé par la variation de la dureté Vickers qui montre bien que sa valeur ne change plus pour une charge supérieure à 5 N. Mais nous ne disposons ici que de deux valeurs au-delà de cette charge. On voit d'ailleurs les limitations de l'indentation conventionnelle pour discuter de l'effet de taille en indentation vu le faible nombre de données disponibles. Pour la dureté Martens, on peut constater aussi sur cette figure que sa valeur devient constante dès qu'une correction est apportée à la valeur de la profondeur. La charge critique donnant une dureté constante est trouvée voisine de 8 N.

Pour ce qui concerne les valeurs de dureté aux charges élevées, la dureté Martens de 5,45 GPa correspond à celle calculée avec la compliance. Cette valeur de dureté plus élevée, que l'on peut qualifier d'instantanée, est attendue parce qu'elle n'inclue pas le maintien à la charge appliquée. On peut utiliser cette valeur pour discuter des évolutions de dureté mais elle n'est pas comparable avec la dureté Vickers. Par contre, si on prend maintenant en compte le fluage par application de la charge pendant 15 secondes, la profondeur résultante est naturellement plus élevée et, par

conséquent, la dureté plus faible. C'est ce que nous pouvons observer sur la **figure 87** où la dureté Martens passe de 5,45 à 5,33 GPa. Il faut dire que cette diminution n'est pas importante, légèrement plus élevée que l'écart type. Par contre, la prise en compte du fluage est très importante puisque les valeurs de dureté que l'on retrouve sont les mêmes que celles obtenues en indentation conventionnelle. On peut d'ailleurs bien le voir en comparant cette valeur de 5,33 GPa aux valeurs de dureté Vickers obtenues pour les charges appliquées de 5, 10 et 20 N rassemblées dans le **tableau 26** et dont la valeur moyenne est égale à 5,31 GPa.

Ce résultat est très satisfaisant à ce stade de l'étude. Mais on peut alors s'interroger sur la nécessité de prendre en compte les imperfections du bout de l'indenteur. En effet, sur la **figure 87** et pour les charges élevées, aucune différence n'est visible entre les valeurs de dureté Martens, tenant compte ou non de l'arrondi du bout d'empreinte. Les courbes semblent effectivement superposées. On peut alors se demander pourquoi faire cette dernière correction qui n'influe finalement que sur quelques dizaines de nanomètres. La réponse à cette question se trouve dans l'analyse de l'effet de taille pour les charges d'indentation plus faibles.

Pour représenter cet effet de taille, nous disposons de beaucoup de relations mathématiques basées sur des considérations physiques plus ou moins pertinentes. Comme nous ne cherchons pas ici à discuter des valeurs déduites de l'analyse ISE, nous proposons d'utiliser la relation de Nix et Gao [92, 93] pour représenter l'évolution de la dureté en fonction de la profondeur. Cette relation est bâtie sur la théorie du gradient de plasticité. Elle est certainement une des plus utilisées dans ce domaine. La **figure 88** représente donc la variation du carré de la dureté Martens en fonction de l'inverse de la profondeur pour respecter la relation suivante :

$$\left(\frac{HM}{HM_0} \right)^2 = 1 + \frac{h^*}{h} \quad (152)$$

où HM_0 est la dureté Martens absolue et h^* une profondeur caractéristique de l'effet de taille et du matériau analysé.

Comme nous l'avons fait pour représenter la dureté Martens avec la charge appliquée, nous analysons l'effet de taille en utilisant tous les types de correction pour montrer là-encore le bénéfice de chacune d'entre-elles. Tout d'abord, avant de comparer les courbes, on peut remarquer que le nombre de dureté atteint pour les très faibles charges est très élevé, proche de 40 GPa selon la correction apportée à la profondeur. Cette valeur est très éloignée de la dureté absolue voisine de 5 GPa. Cependant, lorsque les corrections sont réalisées, ce nombre de dureté peut décroître dans une proportion importante puisqu'il peut chuter jusqu'à 25 GPa.

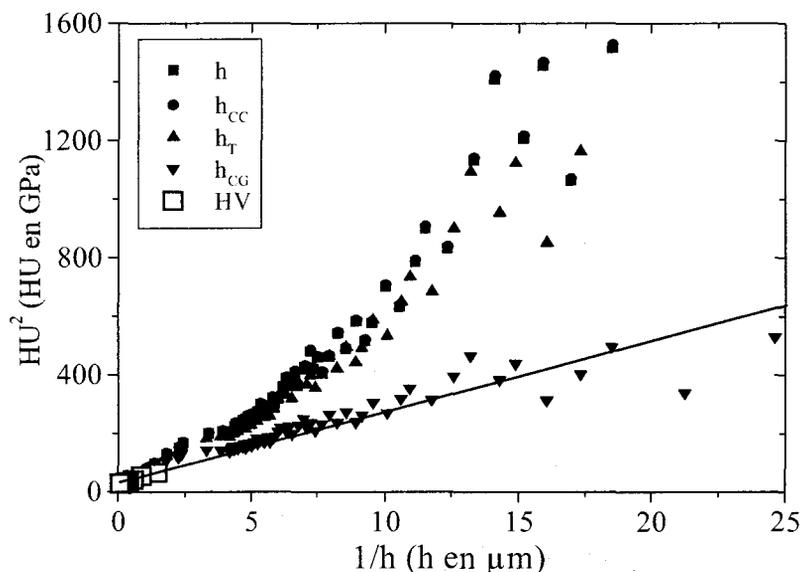


Figure 88. Dureté Martens et dureté Vickers au carré en fonction de l'inverse de la profondeur pour l'ensemble des points de la courbe au chargement dans une représentation due à Nix et Gao [92, 93].

D'autre part, on peut remarquer que seule la correction complète sur la profondeur peut conduire à une représentation linéaire selon le modèle de Nix et Gao [92, 93]. On voit donc ici sans ambiguïté que la correction de Krell [79] ou une correction équivalente sur la forme arrondie de la pointe de l'indenteur se justifie, ou tout au moins, amène à réfléchir quant à une analyse approfondie de l'effet de taille en indentation. En effet, des auteurs comme Ro et *al.* [136] ont discuté de tel phénomène pour expliquer une non-linéarité dans la représentation de Nix et Gao. Même si cela peut être vérifié dans certaines situations particulières, nous préconisons d'être prudent et de bien vérifier la mesure et les corrections à apporter sur la valeur de la profondeur considérée avant d'analyser cet effet.

De plus, à la lecture de la **figure 88**, on peut noter que la dureté Vickers, dont les points sont situés en bas et à gauche de la figure, ne peuvent représenter correctement l'effet de taille même si on observe à une échelle agrandie que les points de dureté Vickers suivent aussi une loi linéaire dans la représentation de Nix et Gao. C'est ce que montre la **figure 89** qui limite la valeur maximum de la dureté à 8 GPa pour une profondeur minimum de 1 μm . A ce grossissement de la **figure 88**, l'ensemble des points de dureté pourrait être représenté par une droite mais on remarque ici que la dureté Vickers conventionnelle suit la dureté Martens corrigée avec le plus haut degré de correction. On montre aussi, à titre de curiosité, que la dureté calculée avec uniquement la profondeur d'enregistrement est la seule à montrer une droite pour les charges élevées. Malheureusement, cela n'a, nous semble-t-il, aucune signification physique utile à la compréhension des mécanismes de déformation en indentation.

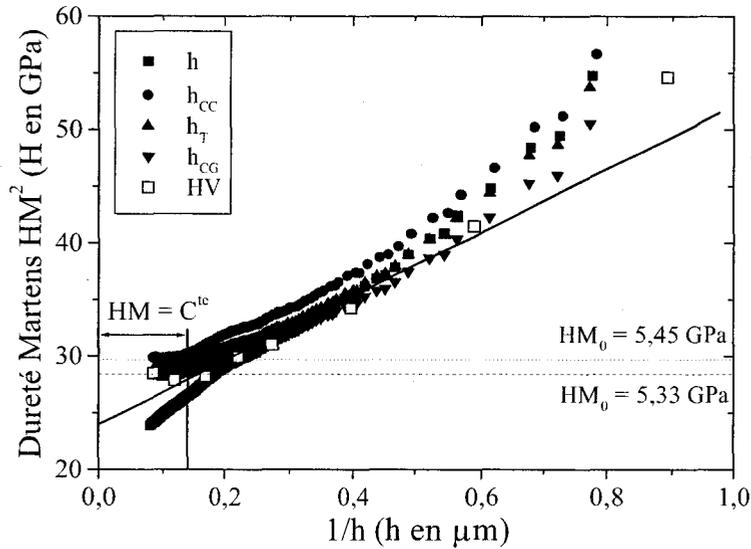


Figure 89. Dureté Martens et dureté Vickers au carré en fonction de l'inverse de la profondeur pour un niveau de chargement élevé ($H < 8$ GPa et $h > 1$ μm) dans une représentation due à Nix et Gao [92, 93].

En conclusion, on voit bien que la dureté Vickers et la dureté Martens suivent la même droite en confirmant aussi que la dureté est constante pour les très grandes charges. Ce qu'il faut bien noter c'est qu'il a fallu environ 25 essais d'indentation de 1 minute chacun pour construire la courbe de dureté conventionnelle pour ne pouvoir finalement discuter qu'avec peu de précision de l'effet de taille dû au manque de données expérimentales. D'un autre côté, il nous a suffi d'une seule courbe de chargement moyennant quelques corrections pour construire la même courbe mais avec une précision sans comparaison dû au grand nombre de points expérimentaux. Il nous semble donc opportun de construire ce genre de courbe de dureté pour discuter plus valablement de l'effet de taille. C'est pourquoi nous avons été plus loin en utilisant d'autres modèles, en particulier ceux de Chong [94, 95] et Abu Al-Rub [104] pour analyser l'ISE. A titre de rappel, les relations (153) et (154) suivantes sont celles proposées respectivement par ces auteurs :

$$\frac{HM}{HM_0} = 1 + \sqrt{\frac{h^*}{h}} \quad (153)$$

$$\left(\frac{HM}{HM_0}\right)^\beta = 1 + \left(\frac{h^*}{h}\right)^{\beta/2} \quad (154)$$

Comme nous l'avons signalé dans le chapitre bibliographie, l'intérêt de la relation d'Abu Al-Rub [104] est de pouvoir retrouver la relation de Nix et Gao [92, 93] ou de Chong [94, 95] si la valeur de l'exposant β est égal respectivement à 2 ou à 1. Nous avons appliqué ces deux relations plus celle de Nix et Gao à l'ensemble de nos résultats en utilisant chaque type de correction. Le tableau 27 collecte les valeurs de l'exposant, β , de la dureté Martens absolue, HM_0 , et de la profondeur caractéristique, h^* .

Type de Profondeur	β	HM ₀ (GPa)	h*(μm)	R ²
1: Enregistrée h	1	2,48	7,98	0,984
	2	2,88	8,65	0,968
	8.60	5,00	4,20	0,913
2: 1+compliance h _{CC}	1	2,62	7,90	0,976
	2	3,82	4,68	0,973
	5.53	5,46	2,29	0,971
3: 2+fluage h _T	1	3,02	4,35	0,985
	2	3,97	3,81	0,976
	4.25	5,33	1,97	0,985
4: 3+défaut indent. h _{CG}	1	3,86	1,16	0,994
	2	5,15	1,00	0,988
	1.74	4,87	1,13	0,993

Tableau 27. Valeurs des paramètres d'interpolation des modèles ISE de Nix et Gao [92, 93], Chong et Lam [94, 95] et de Abu Al Rub [104].

La première observation tirée de ce tableau est que, quelque soit le modèle utilisé, le coefficient de corrélation est très correct. Cela veut dire que la zone où la dureté Martens est constante n'a que peu d'influence sur la corrélation linéaire des autres points expérimentaux. Cette zone apparaît négligeable devant l'étendue de la linéarité et n'a que relativement peu d'effet sur la valeur de la dureté absolue trouvée par extrapolation. Cela permet d'écartier les modèles pour lesquels la dureté Martens absolue est trouvée égale à la moitié de la valeur de 5,3 GPa bien mise en évidence sur la **figure 87**. Dans ces conditions, cela permet de ne retenir que le modèle de Abu Al-Rub [104] pour les corrections partielles 1, 2 et 3 du **tableau 27** et Nix et Gao pour la correction 4. Pour Abu Al-Rub [104], l'exposant β est largement supérieur à 2 excepté pour la correction complète. Cela ne nous semble pas avoir de signification physique puisque l'on attend un coefficient compris entre 1 et 2. Donc, il semble que seule la correction finale nous conduise à des résultats cohérents. Notons également que les coefficients β et h^* sont décroissants lorsque l'on incrémente le degré de correction. A tel point que la profondeur critique, h^* , passe progressivement de 8 μm à 1 μm . Cette dernière valeur nous permet d'ailleurs d'écrire la relation de Nix et Gao de la façon suivante :

$$\left(\frac{HM}{HM_0}\right)^2 = 1 + \frac{1}{h} \quad (155)$$

Ce résultat très intéressant nous conforte dans l'idée d'effectuer toutes les corrections décrites ici pour aboutir à une valeur de dureté Martens représentative du matériau étudié. Dans le chapitre

suisant, nous mettons en pratique ces méthodes de calculs de la dureté Martens à partir des courbes de chargement instrumenté avec des charges maximum très élevées. Ceci est appliqué aux échantillons décarburés trempés puis revenus.

D.2 Application à la décarburation.

Comme nous venons de le voir, une étude systématique par indentation nécessite une référence obtenue sur un matériau vierge de tout type de défaut. C'est pourquoi la première partie de ce chapitre est consacré à la mise en place et à la validation du protocole d'analyse du matériau sain. Il s'agit de déterminer la compliance et le comportement au fluage du couple matériau/instrument. Il s'agit aussi de confirmer si la méthode de calcul de la dureté Martens conduit toujours à une valeur quasi-constante lorsqu'elle est calculée sur toute la phase de chargement. A partir de ces différents points qui seront de nouveau précisés, nous analysons l'effet de la décarburation à partir de l'évolution de la dureté Martens calculée sur toute la courbe au chargement. Puis, nous discutons des effets combinés, pour les charges les plus faibles, de l'effet de taille et de l'influence de la décarburation.

De plus, nous avons mis en évidence dans le chapitre relatif à la mesure conventionnelle de la dureté que les grandes profondeurs affectées par le phénomène de décarburation rendaient nécessaire l'utilisation de charges d'indentation très élevées. C'est pourquoi les essais d'indentation instrumentée ont été réalisés au Laboratoire de Recherche LARMAUR de Rennes qui dispose d'une machine d'essais avec une capacité maximum de 200 N. Cela nous a amené à déterminer les caractéristiques de leur appareil en termes de compliance et de comportement à la charge maximum pendant le temps de maintien.

D.2.1 Etude du matériau sain.

Pour étudier le comportement de la machine et du matériau, nous avons réalisé différents essais d'indentation instrumentée à des charges maximum régulièrement espacées entre 25 et 200 N. Le choix de ces charges s'est imposé par le système de mesures du déplacement qui limite la précision sur la profondeur atteinte par l'indenteur pour les plus faibles charges et d'autre part par rapport à la capacité maximum de l'instrument. Pour étudier le fluage, la charge maximum a été maintenue pendant 45 secondes.

La **figure 90** rassemble l'ensemble des courbes charge-décharge obtenues dans ces conditions sur le matériau sain. Cette figure montre clairement que les courbes au chargement se superposent. Pour certaines courbes, la fin du déchargement n'est pas représentée car plusieurs cycles ont été réalisés par le laboratoire entre 10 et 100 % de la charge maximum de manière à

minimiser les effets de la plastification de fond d'empreinte. Nous ne prendrons pas en compte ces cycles dans la suite de l'étude.

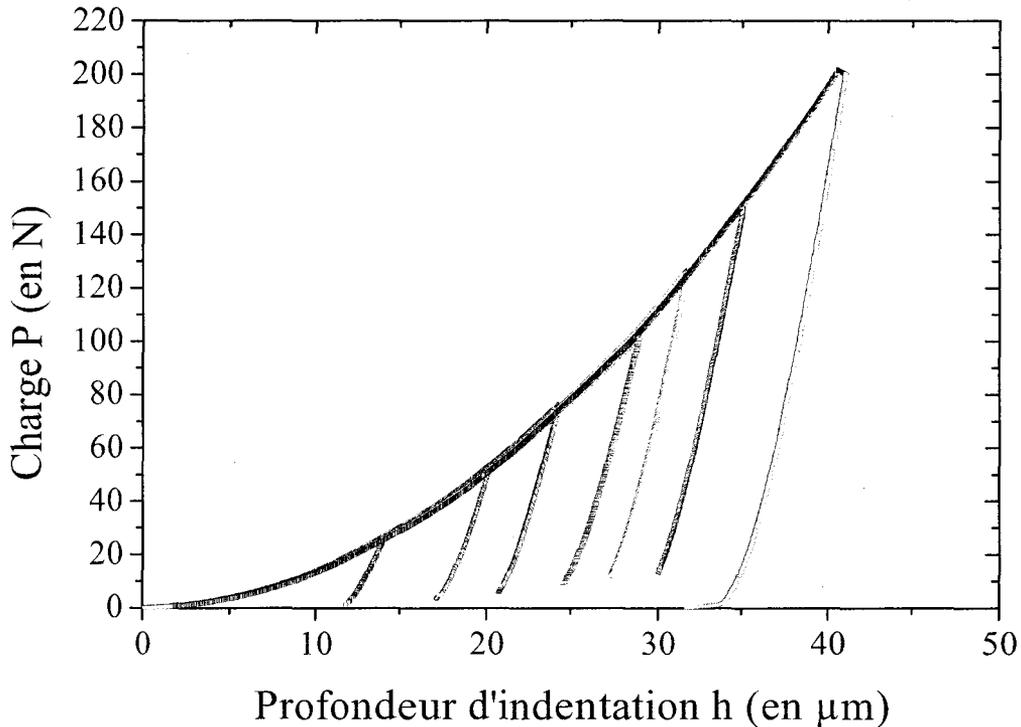


Figure 90. Courbes charge – profondeur obtenues par indentation instrumentée réalisée sur le matériau sain soumis à différentes charges maximum d'indentation.

Pour déterminer la compliance en appliquant la méthode d'Oliver et Pharr [49], on rappelle qu'il est nécessaire de représenter la courbe au déchargement par une loi non linéaire sous la forme :

$$P = B(h - h_f)^m \quad (156)$$

où P est la charge appliquée et h la profondeur enregistrée. B et m sont des coefficients dépendants de la nature du matériau. Le déplacement total, h_f , peut être déterminé après le retrait complet de l'indenteur ou obtenu par régression.

Comme il est précisé par les auteurs et généralement admis par les constructeurs, en particulier CSM Instruments, cette représentation mathématique doit se faire entre 40 % et 98 % de la charge maximum de manière à éliminer les effets possibles du fluage à la charge maximum (apparition d'un nez au tout début du déchargement) et pour ne pas prendre en compte la « virgule » à la fin du déchargement correspondant le plus souvent à un artefact de mesure dû à l'appareil lui-même. Dans ces conditions, nous avons lissé toutes les courbes au déchargement présentées sur la **figure 90**. Les valeurs des paramètres de lissage obtenus sont collectées dans le **tableau 28**.

P_{\max} (N)	25	50	75	100	125	150	200
h_{\max} (μm)	14,1	20,1	24,3	28,8	31,7	35,1	41,0
h_f (μm)	11,7	17,0	20,4	24,2	26,6	29,3	34,5
B	7,4	11,5	12,7	13,2	15,2	15,0	17,9
m	1,41	1,28	1,30	1,31	1,30	1,31	1,29

Tableau 28. Valeurs des coefficients de lissage de la loi puissance d'Oliver et Pharr [49].

Les valeurs de h_{\max} sont obtenues par lecture directe de l'enregistrement, elle tient compte du maintien à la charge maximum pendant 45 secondes. Les autres paramètres sont obtenus par lissage. On peut remarquer que l'exposant m est sensiblement constant et égal à 1,3. Il suit donc les hypothèses des auteurs comme quoi ce paramètre n'est fonction que de la nature du matériau. Il n'en est pas de même pour le coefficient B qui croit avec la charge maximum ou la profondeur maximum. A titre de curiosité, il correspond à environ la moitié de la profondeur h_f . On peut aussi remarquer que le rapport de la profondeur maximum, h_{\max} , sur la profondeur caractéristique, h_f , est constant et égal à 0,84. Dans ce qui suit, nous nous intéressons seulement à la détermination de la compliance qui s'appuie sur cette loi puissance. Mais pour cela, il faut connaître au préalable la pente, S_u , calculée à la profondeur maximum. Elle correspond à la dérivée de la **relation (156)**, soit :

$$S_u = \frac{dP}{dh} = m \cdot B \cdot (h_{\max} - h_f)^{m-1} \quad (157)$$

Il faut aussi calculer h_c à partir des coordonnées du point maximum et de la pente S_u de la manière suivante :

$$h_c = h_{\max} - \varepsilon \cdot \frac{P_{\max}}{S_u} \quad \text{avec } \varepsilon \text{ égal à } 0,75 \text{ pour un indenteur Vickers} \quad (158)$$

Le **tableau 29** rassemble ces valeurs et rappelle pour mémoire les valeurs des coordonnées du point maximum.

P_{\max} (N)	25	50	75	100	125	150	200
h_{\max} (μm)	14,1	20,1	24,3	28,8	31,7	35,1	41,0
S_u (N/ μm)	14,9	20,2	24,8	27,8	32,2	33,9	39,7
h_c (μm)	12,8	18,2	22,0	26,1	28,8	31,8	37,2
$A_c = 24,5 h_c^2$ ($\times 10^{-3} \cdot \mu\text{m}^2$)	4,0	8,1	11,9	16,7	20,3	24,8	33,9

Tableau 29. Valeurs des coefficients de lissage de la loi puissance due à Oliver et Pharr [49].

Pour déterminer la valeur de la compliance, il faut représenter l'inverse de la pente en fonction soit de l'inverse de la racine de la profondeur ou de l'inverse de l'aire projetée de l'empreinte. Nous avons choisi ici de représenter sur la **figure 91**, $(1/S_u)$ en fonction de $(1/A_c^{0.5})$ en accord avec la relation présentée dans la partie bibliographique de ce document :

$$\frac{1}{S_u} = C_f + \frac{\sqrt{\pi}}{2} \cdot \frac{1}{\beta \cdot \gamma \cdot E_R} \cdot \frac{1}{\sqrt{A_c}} \quad (159)$$

où E_R est le module réduit et β et γ des constantes qui prennent respectivement les valeurs de 1,05 et 1,07 comme nous l'avons montré auparavant.

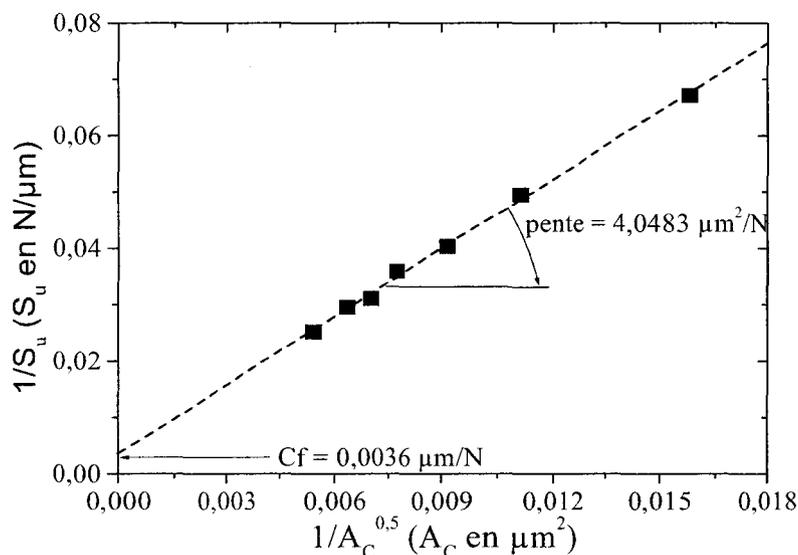


Figure 91. Courbe de l'inverse de la rigidité de contact en fonction de l'inverse de la profondeur pour l'échantillon homogène.

La **figure 91** nous fournit directement la valeur de la compliance, soit $C_f = 0,0036 \mu\text{m}/\text{N}$. Quant à la valeur de la pente, elle nous conduit à la valeur du module réduit à l'aide de la **relation (35)**. Le calcul nous donne un module E_R égal à 194,8 GPa ce qui nous ramène à la valeur du module élastique du matériau par la relation classique reliant le module réduit aux modules du matériau et de l'indenteur avec les coefficients de Poisson respectifs. Nous obtenons la valeur de **213,6 GPa** en parfait accord avec le module d'élasticité attendu des aciers. Cette valeur sera par ailleurs confirmée par les essais de traction (*Voir chapitre IV*). De nouveau donc dans l'expression de la rigidité de contact, on valide la présence du coefficient d'Oliver et Pharr, β , et du facteur de correction de Hays, γ , en écartant la nécessité d'introduire le coefficient α suggéré par Troyon [61].

La deuxième étape de l'analyse concerne l'étude du fluage à la charge maximum. Avant d'appliquer le modèle que nous avons développé dans le chapitre précédent, nous avons remarqué un problème lié à la machine d'indentation instrumentée à ces niveaux de chargement avec laquelle il semble difficile de maintenir la charge maximum constante. Ceci est en effet bien

montré sur la **figure 92** qui représente la variation de la charge en fonction du temps de maintien durant les 45 secondes. Cette dérive est expérimentale et nous n'en tiendrons pas compte dans la suite étant donné qu'elle ne couvre que 0,6 % de la valeur de la charge maximale.

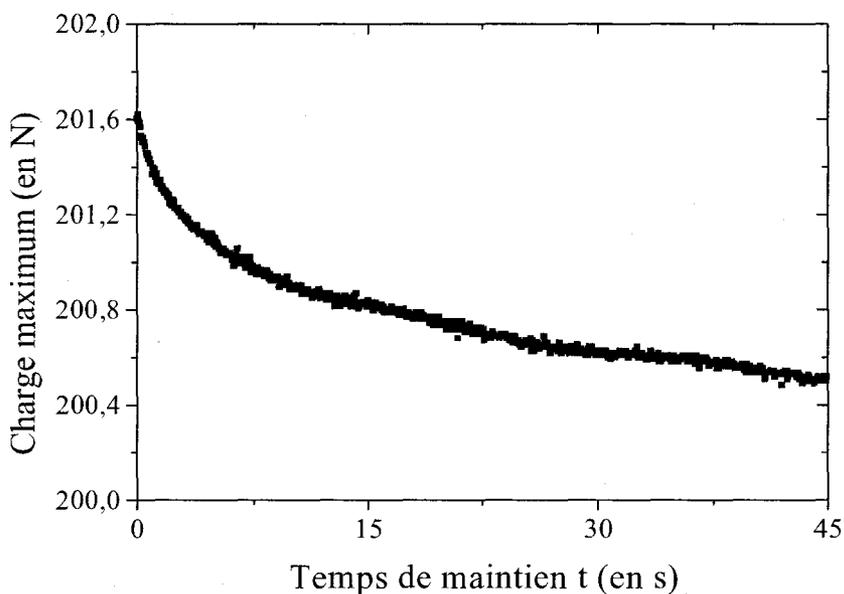


Figure 92. Variation de la charge maximum en fonction du temps de maintien.

Pour appliquer notre modèle rhéologique à 3 éléments, nous représentons tout d'abord sur la **figure 93** l'augmentation de la profondeur d'empreinte, noté Δh jusqu'à présent, en fonction du temps de maintien. Puis, dans une deuxième étape, nous appliquons le modèle rhéologique. Il est représenté par la courbe en trait plein sur la **figure 93**. Une nouvelle fois, notre modèle permet de bien représenter cet accroissement de profondeur en fonction du temps.

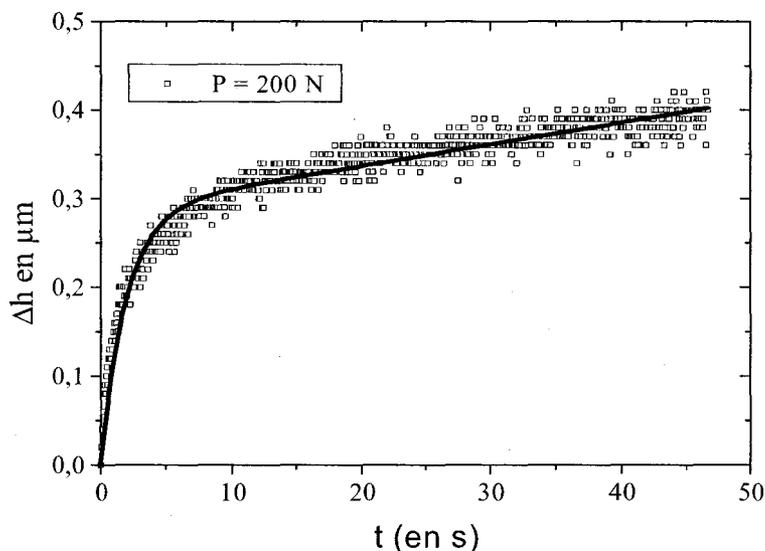


Figure 93. Variation de l'accroissement de profondeur d'empreinte en fonction du temps de maintien à la charge maximum de 200 N.

Nous avons montré auparavant que les coefficients du modèle sont indépendants de la charge appliquée, c'est pourquoi nous ne déterminons ces coefficients qu'à partir d'une seule courbe de chargement, ici 200 N. Les valeurs obtenues pour le coefficient C et les coefficients de viscosité sont présentées dans le **tableau 30** :

P (N)	25
C	3,3
η_R (GPa.s)	390
η_l (GPa.s)	22 900

Tableau 30. Valeurs du coefficient C et des coefficients de viscosité réduit et lié à l'instrument.

Les valeurs trouvées sont en accord avec celles obtenues avec l'acier utilisé pour valider le modèle. Nous pouvons maintenant calculer la dureté Martens à partir de ces données en appliquant la relation suivante :

$$HM = \frac{P}{26.43 \cdot h_t^2} \quad (160)$$

où HM est exprimée en MPa si la profondeur d'indentation, h_t , est donnée en mm et la charge P en N.

Dans la relation donnant HM, la profondeur considérée est :

$$h_t = h - C_f \cdot P + \Delta h_{\text{fluage}} \quad (161)$$

$$\text{avec } \Delta h_{\text{fluage}} = h_{cc}(t) - h_{cc} = \frac{P}{26.43 \cdot C \cdot (h - C_f P)} \left[\frac{1}{E_R} \left(1 - \exp \left[-t \frac{E_R}{\eta_R} \right] \right) + \frac{1}{\eta_l} t \right] \quad (162)$$

A titre indicatif, nous rappelons les valeurs utiles à ce calcul, soit :

$$C_f = 0,0036 \text{ } \mu\text{m/N}$$

$$C = 3,3$$

$$E_R = 194,8 \text{ GPa}$$

$$\eta_R = 390 \text{ GPa.s}$$

$$\eta_l = 22900 \text{ GPa.s}$$

$$t = 15 \text{ s}$$

C'est donc à partir de ces valeurs que nous avons calculé la dureté Martens du matériau homogène sur toute la courbe au chargement. Nous avons vu que les courbes au chargement se superposent (**figure 90**). Il est donc inutile de calculer la dureté sur l'ensemble de ces courbes. Nous avons donc limité notre étude à la courbe correspondant au chargement maximum appliqué, celui qui est appliqué d'ailleurs aux échantillons décarburés. La **figure 94** représente l'évolution de

la dureté Martens en fonction de la profondeur d'empreinte corrigée, la charge variant de 0 à P_{\max} , avec P_{\max} égal 200 N.

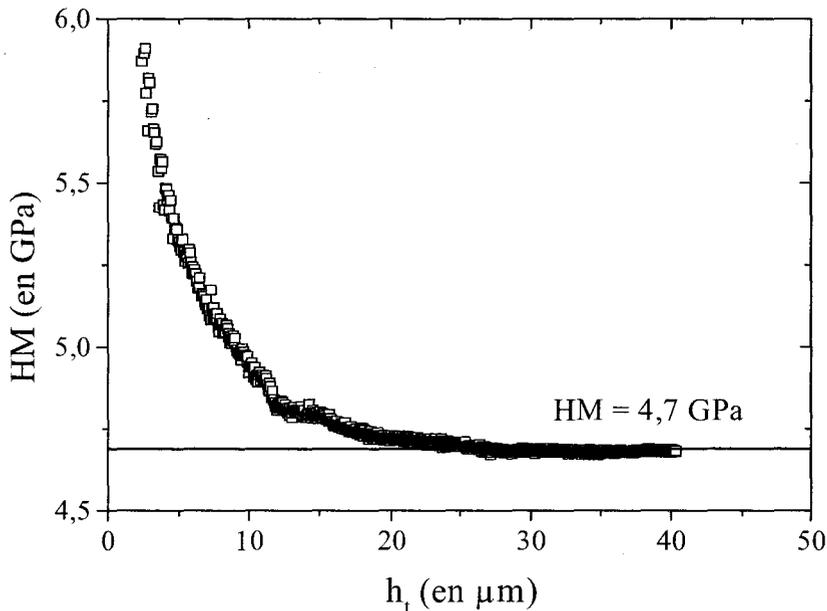


Figure 94. Variation de la dureté Martens en fonction de la profondeur d'empreinte corrigée, avec la dureté calculée sur l'ensemble de la courbe au chargement correspondant à la charge maximum de 200 N.

Cette figure montre clairement qu'au-delà d'une certaine charge, la dureté Martens calculée est constante et égale à 4,7 GPa. La valeur de la dureté est plus faible que celle trouvée par indentation conventionnelle (environ 5,2 GPa). Cet écart peut provenir du choix concernant la considération du point zéro. Pour notre étude, ceci n'a pas de conséquence importante du fait que toutes les courbes de chargement ont été analysées en suivant la même procédure de calibration. Dans la suite, nous considérons donc cette valeur de 4,7 GPa comme étant la dureté Martens à cœur des échantillons décarburés. De plus, on remarque pour les plus faibles profondeurs d'empreinte que la dureté Martens augmente traduisant l'effet de taille en indentation. Pour donner un ordre de grandeur à ce phénomène, la charge appliquée pour obtenir une profondeur de 10 μm est légèrement supérieur à 10 N. Elle est de 45 N pour la profondeur d'empreinte de 20 μm. Cela reste en accord avec les observations de Bückle [80, 81] sur la valeur de la charge pour laquelle il n'y a pas d'effet de taille en indentation.

D.2.2 Etude des matériaux décarburés.

Nous venons de voir que sur le matériau homogène, la dureté Martens varie de façon décroissante lorsque la charge augmente en accord avec les observations faites auparavant sur l'effet de taille en indentation. Ceci a été observé jusqu'à présent sur des matériaux homogènes. Mais qu'en est-il

sur un matériau présentant une baisse de dureté en surface, comme c'est le cas dans la décarburation ? En fait, on devrait observer une compétition entre les deux phénomènes, c'est-à-dire la baisse de dureté due à la décarburation et la hausse de dureté due à cet effet de taille en indentation. Ainsi, nous devons obtenir une diminution de la dureté pour des charges les plus faibles puis une augmentation lorsque le pénétrateur s'enfonce de plus en plus dans le matériau jusqu'à retrouver, ou tout au moins tendre vers la dureté du matériau sain. C'est ce que nous pouvons observer sur la **figure 95** qui représente la variation de la dureté Martens en fonction de la profondeur pour chaque situation de décarburation.

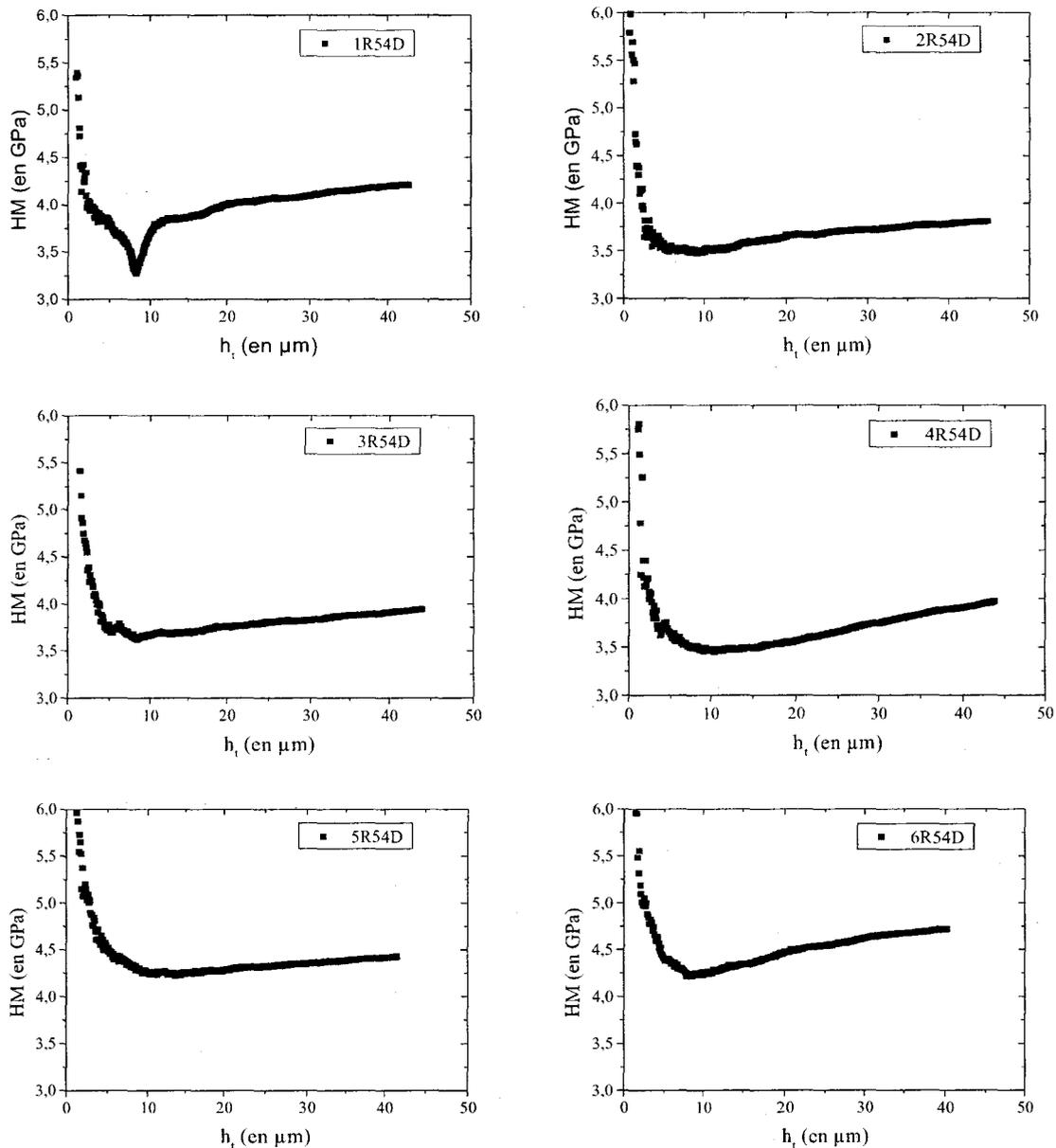


Figure 95. Variation de la dureté Martens en fonction de la profondeur d'empreinte corrigée, pour chaque situation de décarburation.

Une première remarque est que les courbes présentent la même allure excepté la courbe relative à l'échantillon 1R54D qui présente une rupture brutale peu avant 10 microns de profondeur. Ceci se retrouve de manière plus ou moins accentuée sur chacune des courbes réalisées sur cet échantillon. Aucun élément ne nous permet en ce moment d'identifier l'origine de ce problème. Mis à part ce point toutefois important, les valeurs de dureté évoluent dans des proportions qui semblent en adéquation avec le niveau de décarburation. Rappelons à cet effet que dans la référence de l'échantillon, plus le premier numéro est élevé, plus le niveau de décarburation est faible. C'est pourquoi nous trouvons logiquement des valeurs comprises entre 3,5 et 3,8 GPa pour l'échantillon 2R54D alors qu'elles varient entre 4,2 et 4,7 GPa pour l'échantillon 6R54D montrant ainsi que la décarburation est plus faible pour ce dernier.

Pour étudier la décarburation plus en détail, il est clair que la partie intéressante est la seconde partie pour laquelle on peut supposer que l'effet de taille est négligeable. De manière arbitraire, nous avons fixé à 20 microns la limite inférieure de la profondeur d'empreinte considérée pour l'étude de la décarburation. Cette valeur correspond au début de l'augmentation de la dureté Martens pour les échantillons décarburés et à la profondeur à laquelle le matériau homogène présente une dureté constante (**figure 94**). Pour comparer les niveaux de décarburation entre eux, nous avons donc représenté sur la même **figure 96** la variation de la dureté Martens en fonction de la profondeur d'empreinte entre 20 μm et la profondeur maximale.

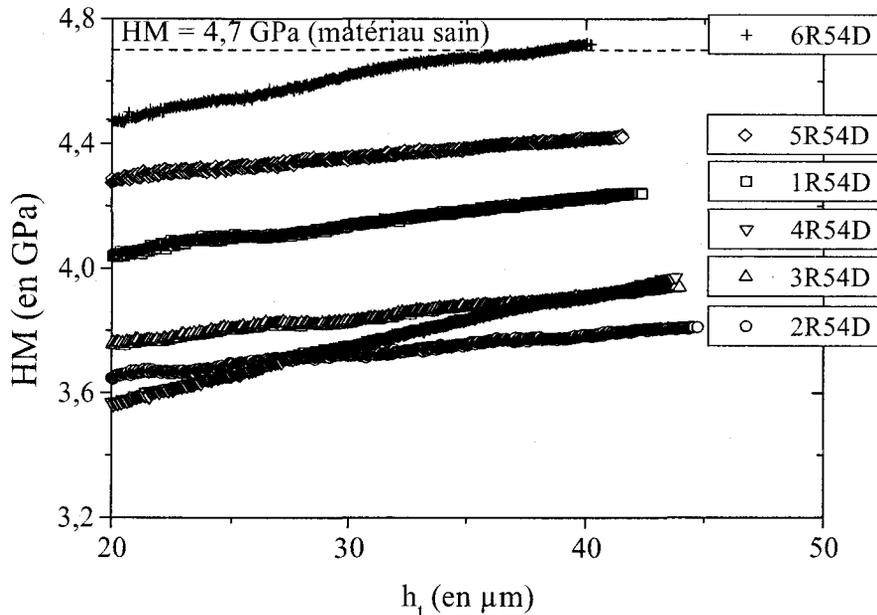


Figure 96. Variation de la dureté Martens en fonction de la profondeur d'empreinte corrigée prise entre 20 μm et la profondeur maximale.

L'idée à développer maintenant est d'exploiter au mieux et le plus simplement possible ces courbes soit pour déterminer un critère de décarburation, soit pour accéder à la profondeur totale

de décarburation. A la lecture de la **figure 96**, on s'aperçoit que les variations peuvent être assimilées à des droites dont l'ordonnée à l'origine obtenue par extrapolation, c'est-à-dire pour une profondeur nulle, peut être assimilée à la dureté en extrême surface indépendamment du phénomène d'échelle. D'autre part, il est possible de déterminer la profondeur d'empreinte pour laquelle la dureté mesurée est égale à la dureté du matériau homogène ou encore pour laquelle les couches superficielles deviennent négligeables dans la mesure de la dureté. La **figure 97** montre les droites obtenues ainsi que les duretés en surface et les points correspondant à la dureté du matériau homogène.

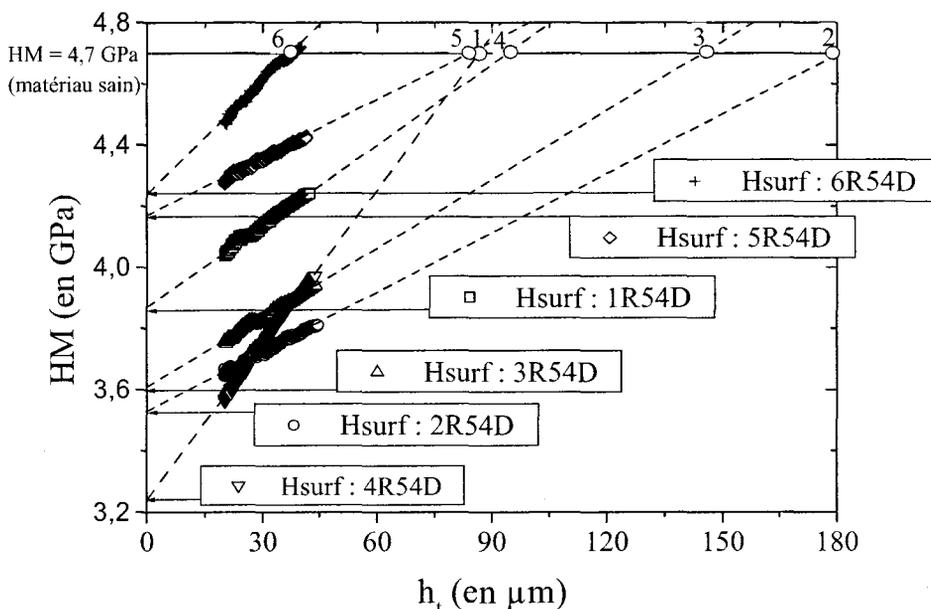


Figure 97. Représentation linéaire de la variation de la dureté Martens en fonction de la profondeur d'empreinte montrant la dureté extrapolée en surface et les points où la dureté mesurée est égale à la dureté du matériau homogène.

Sur cette figure, nous avons repéré la dureté Martens de surface ainsi que les profondeurs d'empreinte critiques pour lesquelles les duretés mesurées par indentation instrumentée sont égales à la dureté Martens du matériau homogène. Les valeurs obtenues sont rassemblées dans le **tableau 31**.

Echantillon	1R54D	2R54D	3R54D	4R54D	5R54D	6R54D
H_{surf} (GPa)	3,87	3,53	3,61	3,24	4,17	4,24
$h_{critique}$ (μm)	94,2	180,8	144,9	86,5	84,1	37,4

Tableau 31. Valeurs de la dureté en surface obtenue par extrapolation et de la profondeur critique à laquelle la dureté mesurée est égale à la dureté Martens du matériau homogène.

Même si nous avons observé un écart pour la dureté Martens du matériau homogène mesurée par indentation conventionnelle (environ 5,2 GPa) et par indentation instrumentée (4,7 GPa), il semble au contraire que les valeurs de dureté en surface déterminées par extrapolation sont en très bon accord avec celles obtenues par lissage du profil de dureté avec la loi exponentielle (Voir **tableau 16**). Nous confirmons ainsi que l'extrapolation linéaire peut bien être utilisée pour obtenir la valeur de la dureté en peau du matériau décarburé.

Pour la profondeur critique que nous avons définie, il doit exister un lien avec la profondeur totale de décarburation même si on garde en mémoire que cette profondeur où la dureté mesurée est celle du matériau sain prend en compte toute la zone de décarburation. Elle ne peut donc en aucun cas être associée directement à la profondeur totale de décarburation. Pour prendre en compte les dispersions dans la mesure de cette profondeur, nous avons calculé une valeur moyenne de la profondeur estimée par deux techniques différentes, à savoir par l'établissement du profil de dureté et par le modèle dit exponentiel développé avec l'indentation conventionnelle normale. Les valeurs obtenues par ces deux méthodes sont accessibles dans le **tableau 18** du paragraphe C.3.3. Le **tableau 32** reprend les valeurs des profondeurs critiques et les compare aux profondeurs moyennes de décarburation totale.

Echantillon	1R54D	2R54D	3R54D	4R54D	5R54D	6R54D
$h_{\text{critique}} (\mu\text{m})$	94,2	180,8	144,9	86,5	84,1	37,4
x_T moyen en μm	410	440	355	280	260	110

Tableau 32. Valeurs de la dureté en surface obtenue par extrapolation et de la profondeur à laquelle la dureté mesurée est égale à la dureté du matériau homogène.

La valeur obtenue pour l'échantillon 1R54D est à l'évidence trop faible comparativement à celles obtenues pour les autres échantillons. Ce résultat est attendu étant donné l'allure anormale que présente la courbe charge – décharge de la **figure 95**. Même si les valeurs de ces deux grandeurs sont très différentes, nous montrons que leur rapport est sensiblement le même comme le montre la **figure 98**.

Ce rapport de proportionnalité est égal à 0,38, valeur de la pente de la droite passant par l'origine. Pour avoir un ordre d'idée de ce que peut représenter cette valeur, il est peut être plus judicieux de parler en termes de taille de zone plastique par exemple. Nous savons, comme nous l'avons indiqué avant, que le rayon de zone plastique est relié à la diagonale d'empreinte ou encore à la profondeur d'empreinte par la relation:

$$b = \frac{d}{2} \cdot \left(\frac{E}{H}\right)^{1/2} \cdot \cot^{1/3} \xi = \frac{7h}{2} \cdot \left(\frac{E}{H}\right)^{1/2} \cdot \cot^{1/3} \xi \quad (163)$$

où b est le rayon de zone plastique, d et h sont respectivement la diagonale et la profondeur d'empreinte, E et H sont respectivement le module d'élasticité et la dureté du matériau et enfin ξ le demi angle au sommet de l'indenteur mesuré entre les arêtes de la pyramide (74°).

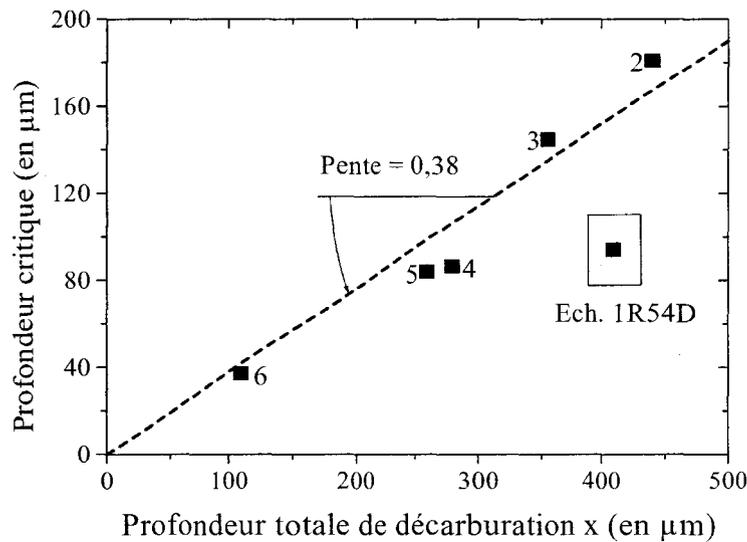


Figure 98. Relation entre la profondeur critique calculée après analyse des courbes de chargement en continu et la profondeur totale critique de décarburation.

Un calcul simple en prenant E égal à 213,6 GPa et H la dureté Martens du matériau homogène (4,7 GPa) conduit à :

$$b = 15,5 h \quad (164)$$

où encore à :

$$b_{\text{critique}} \approx 6 x_T \quad (165)$$

ce qui donne une estimation de ce que doit être la zone plastique pour pouvoir négliger le phénomène de surface dans la mesure de dureté.

Quoiqu'il en soit, on dispose à nouveau d'un outil de caractérisation de la décarburation qui s'obtient par l'utilisation d'un seul enregistrement de la charge en fonction de la profondeur d'empreinte moyennant quelques précautions d'emploi. Il faut également bien préciser ici que ce résultat a été obtenu avec un appareil de charge-décharge développé avec une capacité de chargement maximum de 600 N qui n'est pas aujourd'hui disponible sur le marché. Les instruments classiques actuellement accessibles sont les appareils de nanoindentation, clairement inexploitable pour ce qui nous intéresse ici, et les appareils de microindentation limités en charge maximum à quelques Newtons. Ce type de capacité n'est pas non plus suffisant pour analyser la décarburation car les profondeurs affectées peuvent atteindre quelques centaines de microns.

E Caractérisation par courants de Foucault.

E.1 Relation avec la profondeur de décarburation.

L'étude sur la caractérisation de la décarburation par courants de Foucault peut paraître en retrait vue le chapitre relativement conséquent sur la caractérisation par indentation. En fait, il s'agit d'une étude prospective sur la faisabilité et la mise en place d'un tel outil de caractérisation dans une chaîne de fabrication. L'avantage important que cette technique peut apporter est une mise en place techniquement plus facile que l'indentation, c'est pourquoi elle a attiré toute notre attention. L'objectif principal est de voir si les courants de Foucault peuvent mettre en évidence des défauts de surface comme un manque de carbone par rapport au matériau sain. Ensuite, il s'agit de proposer un outil mathématique déduit de l'analyse du signal de sortie pour donner une estimation de la profondeur totale de décarburation. Cette étude a été entreprise sur un seul lot d'échantillons décarburés. Elle n'a pu être reconduite sur une autre série d'échantillons, des problèmes de disponibilité de l'appareil étant survenu pendant l'étude.

Nous avons donc appliqué la méthodologie décrite dans le chapitre bibliographique sur les courants de Foucault. Les éprouvettes cylindriques décarburées sont passées dans une bobine excitée par un champ magnétique. Les perturbations du signal sont enregistrées par le système d'analyse détaillé dans le chapitre II de ce mémoire. Ce système donne une description complète du signal perturbé ou non et de ses harmoniques. Comme il s'agit d'un signal sinusoïdal, seules les harmoniques de numéros impairs, c'est-à-dire les numéros 3, 5 et 7, sont utilisés pour caractériser la décarburation. Les harmoniques se présentent sous forme de nombre complexe avec une partie réelle et une partie imaginaire. Les résultats sont rassemblés dans le **tableau 33**.

Les parties imaginaires de l'harmonique correspondent à la phase du signal. Ces parties sont le plus souvent utilisées pour vérifier la pertinence des données expérimentales. La **figure 79** représente la variation de la partie imaginaire de l'harmonique en fonction de la durée d'austénitisation. De manière générale, les harmoniques de numéros élevés varient très peu avec la durée d'austénitisation ou le niveau de décarburation. Pour l'harmonique n°3, la variation est plus prononcée et s'écarte d'autant plus de 0 que la profondeur décarburée est élevée. Par contre, on note un écart très prononcé pour l'échantillon C qui a pourtant une faible profondeur de décarburation comparativement aux autres échantillons. Il est clair en effet que les valeurs des harmoniques de cet échantillon ne sont pas du tout en accord avec les autres résultats. Nous utilisons donc cette information pour écarter l'échantillon C de l'étude et nous confirmons ainsi l'utilité de l'analyse de la partie imaginaire d'autant plus que nous pouvons voir dans le **tableau 33**, que la partie réelle des harmoniques pour cet échantillon C varient dans le même ordre de grandeur que les échantillons voisins.

Echantillons	A	B	C	D	E	F	G	H	
Durées d'austénitisation (minutes)	15	30	45	60	75	90	105	120	
Profondeur de décarburation ($x_T \mu\text{m}$)	100	180	260	350	330	410	490	550	
Partie imaginaire de l'harmonique (en rad modulo 2π)	3	-16	-70	-646	-52	-46	-164	-222	-672
	5	-8	52	464	-14	-42	-26	-18	138
	7	-4	-32	-354	6	36	64	66	22
Partie réelle de l'harmonique (en dB)	3	4	-24	8	-92	-130	-240	-304	-540
	5	-2	-4	12	28	52	150	192	422
	7	2	-2	-40	-18	-16	-68	-94	-254

Tableau 33. Parties réelles et imaginaires de la transformée de Fourier du signal de sortie.

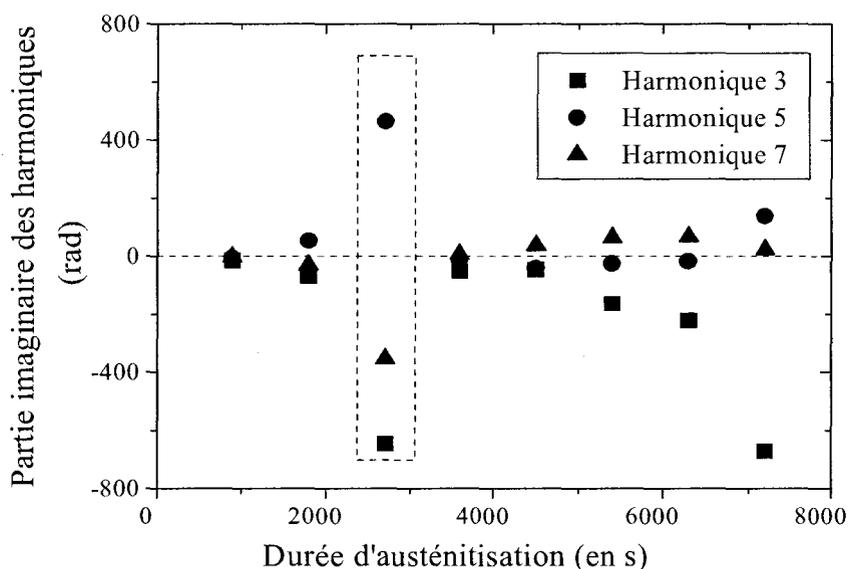


Figure 99. Parties imaginaires des harmoniques 3, 5 et 7 en fonction de la durée d'austénitisation.

On peut aussi remarquer sur cette figure qu'il semble difficile d'extraire une relation intéressante entre la partie imaginaire et la durée d'austénitisation. Mais il n'en est pas de même pour l'étude de la partie réelle comme le montre la **figure 100** représentant les résultats associés à la partie réelle des harmoniques en fonction de la durée d'austénitisation.

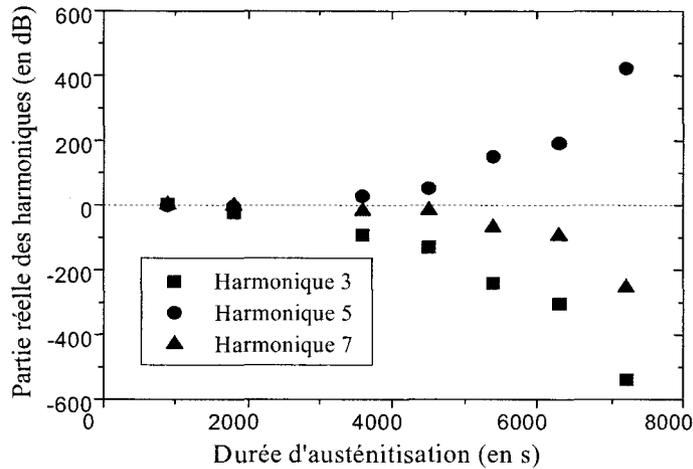


Figure 100. Parties réelles des harmoniques 3, 5 et 7 en fonction de la durée d'austénitisation.

Comme on peut le remarquer sur cette figure, l'amplitude du signal varie continument avec la durée d'austénitisation. Pour les durées les plus courtes correspondant à peu, voire pas, de décarburation, le signal reste proche de 0. Par contre, dès que la profondeur totale de décarburation, le signal augmente de façon exponentielle. On pourra aussi remarquer que plus le numéro de l'harmonique est élevé, plus le niveau du signal diminue. C'est pourquoi généralement, on se limite aux premières harmoniques. Etant donné que la profondeur de décarburation est directement reliée à la durée d'austénitisation, nous avons représenté l'évolution du signal réel des harmoniques en fonction de cette profondeur comme le montre la **figure 101**.

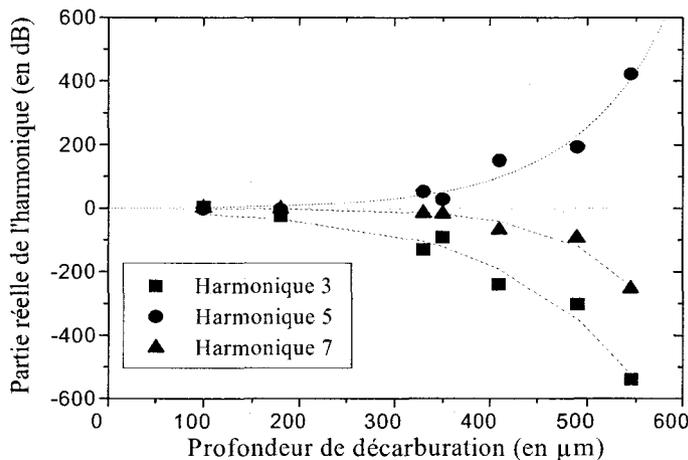


Figure 101. Parties réelles des harmoniques 3, 5 et 7 en fonction de la profondeur de décarburation estimée à partir des filiations de dureté.

De la même manière que le met en évidence la **figure 100**, la **figure 101** montre que les variations des harmoniques du signal des courants de Foucault sont aussi reliées très étroitement à l'étendue de la décarburation. Pour caractériser le niveau de décarburation, on peut utiliser une seule des trois harmoniques. Nous verrons en effet dans la suite que les harmoniques sont reliées

entre-elles. Donc, quelque soit le numéro de l'harmonique considéré, on s'aperçoit que la variation suit une loi exponentielle qui peut être croissante ou décroissante selon le numéro d'ordre. La formule générale pouvant être retenue pour relier la partie réelle de l'harmonique à la profondeur totale de décarburation est la suivante :

$$R_i = \pm \exp(A_i + B_i \cdot x_T) \quad (166)$$

où R_i est la partie réelle de l'harmonique (i), x_T la profondeur totale de décarburation. Le signe (-) est introduit dans les harmoniques 3 et 7 et le signe (+) dans l'harmonique 5.

Les coefficients A_i et B_i traduisent l'allure générale de la fonction exponentielle et par conséquent l'amplitude de la variation de la partie réelle de l'harmonique. Comme le montre la **figure 101**, ces coefficients doivent être dépendants de l'ordre de l'harmonique. Le **tableau 34** rassemble les valeurs de ces coefficients pour chaque ordre de l'harmonique et en considérant la profondeur totale de décarburation mesurée par filiations de dureté.

Harmonique	Coefficients A_i	Coefficients B_i
N°3	2,27	0,0073
N°5	0,43	0,0102
N°7	-1,51	0,0128

Tableau 34. Valeurs des coefficients de la loi exponentielle entre la partie réelle de chaque harmonique en fonction de la profondeur totale de décarburation mesurée par filiations de dureté.

Comme semble l'indiquer le **tableau 34**, les coefficients A_i et B_i sont liés au numéro de l'harmonique. De manière à relier la **relation (166)** au numéro d'ordre de l'harmonique, nous avons représenté la variation des coefficients en fonction de ce numéro d'ordre sur la **figure 102**.

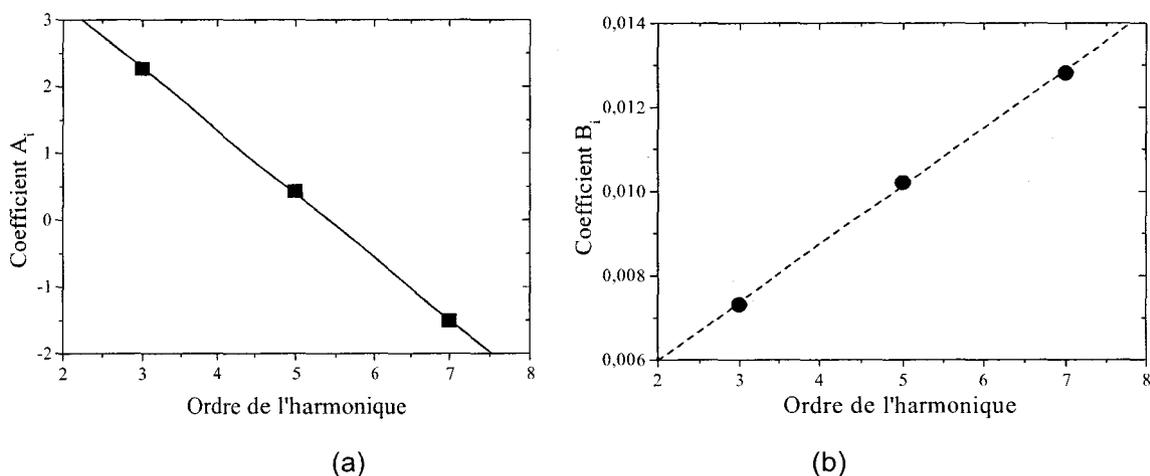


Figure 102. Représentation des coefficients A_i et B_i en fonction de l'ordre de l'harmonique respectivement sur les figures (a) et (b).

D'une manière très claire, nous montrons sur ces figures que les coefficients varient linéairement avec le numéro d'ordre de l'harmonique. Les équations correspondantes s'écrivent simplement :

$$\begin{aligned} A_i &= 5,12 - 0,945 \cdot N \\ B_i &= 0,0032 + 0,0014 \cdot N \end{aligned} \quad (167)$$

où N est le numéro d'ordre de l'harmonique.

A l'aide de ces relations, il est maintenant possible de représenter la variation de la partie réelle de l'harmonique en fonction à la fois du numéro d'ordre et de la profondeur totale de décarburation mais le fait que les deux coefficients dépendent du numéro de l'harmonique complique en partie l'utilisation de la **relation (166)** qui devient :

$$R_i = \pm \exp \left[(5,12 - 0,945 \cdot N) + (0,0032 + 0,0014 \cdot N) \cdot x_T \right] \quad (168)$$

C'est pourquoi, dans un souci de simplification, nous étudions maintenant une combinaison de la partie réelle et de la partie imaginaire sous forme de module de la réponse des courants de Foucault. Ce module correspond à la racine carrée de la somme des carrés de chacune des parties, réelle et imaginaire. Il s'exprime simplement de la manière suivante :

$$|Z| = \sqrt{\text{Re}^2 + \text{Im}^2} \quad (169)$$

Les valeurs des modules des différentes harmoniques sont rassemblées dans le **tableau 36**.

Echantillons		A	B	C	D	E	F	G	H
Durées d'austénitisation (minutes)		15	30	45	60	75	90	105	120
Profondeur de décarburation (x_T μm)		100	180	260	350	330	410	490	550
Module	3	17	74	646	106	138	291	376	862
	5	8	52	464	31	67	152	193	444
	7	4	32	356	19	39	93	115	255

Tableau 35. Module de la transformée de Fourier du signal de sortie.

Dans la première partie de ce chapitre, nous avons étudié la variation des différents paramètres issus de l'analyse des courants Foucault en fonction de la durée d'austénitisation mais il est bien clair que l'intérêt de la méthode réside dans l'étude des variations en fonction de la profondeur de décarburation. Nous nous limitons donc à cette étude même si on sait par avance que les variations seront moins régulières du fait même des dispersions observées dans la mesure de la profondeur de décarburation par filiation de dureté. Nous avons donc représenté le module en fonction de la profondeur de décarburation sur la **figure 103**.

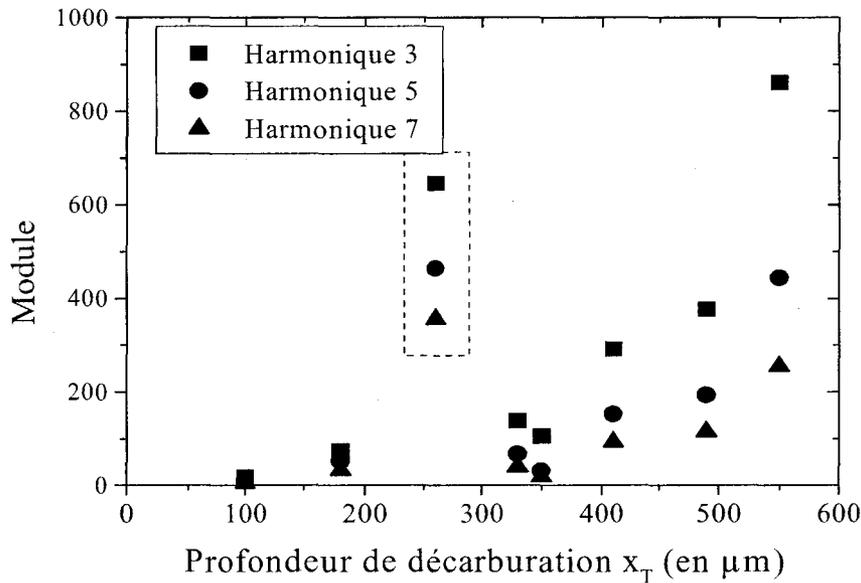


Figure 103. Module des vecteurs pour les harmoniques d'ordre 3, 5 et 7 en fonction de la profondeur totale de décarburation.

De la même manière que précédemment, on montre que l'échantillon C n'est pas exploitable du fait que la valeur de son module s'écarte très fortement de sa valeur supposée qui devrait être encadrée par celles obtenues pour les échantillons B et D. Ce point étant éliminé, nous observons pour les autres points une augmentation très rapide du module, une nouvelle fois de type exponentielle. Dans ce cas, nous représentons la variation du module en coordonnées semi-logarithmiques. La **figure 104** montre une variation linéaire simple à analyser.

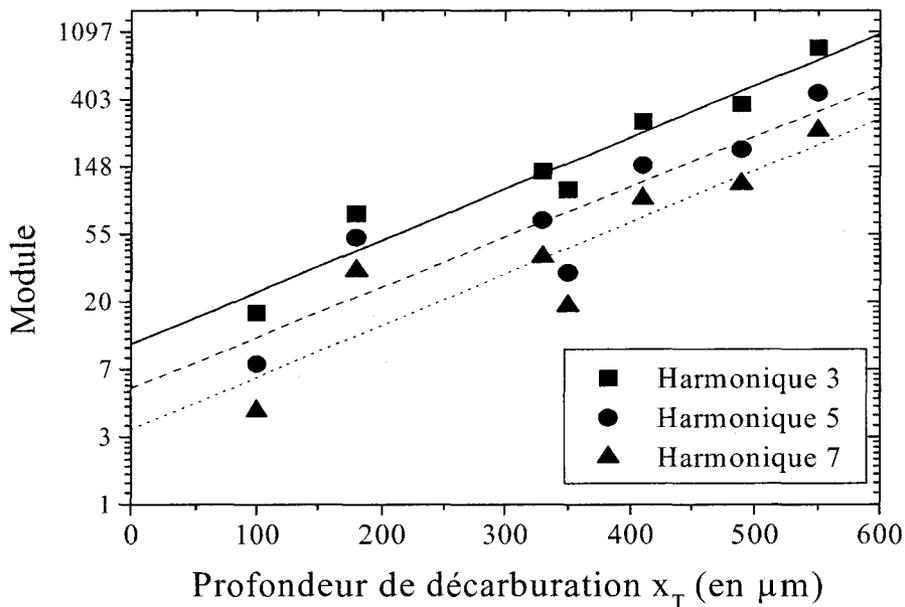


Figure 104. Module des vecteurs pour les harmoniques d'ordre 3, 5 et 7 en fonction de la profondeur totale de décarburation en représentation semi-logarithmique.

En coordonnées semi-logarithmiques, la relation est linéaire et peut se mettre sous la forme :

$$\ln(\Pi) = \alpha_i + \beta_i \cdot x_T \quad (170)$$

Les valeurs des coefficients α_i et β_i pour chaque harmonique sont collectées dans le **tableau 37**.

Harmonique	Coefficients α_i	Coefficients β_i
N°3	2,378	0,00765
N°5	1,727	0,00745
N°7	1,117	0,00766

Tableau 36. Valeurs des coefficients α_i et β_i pour chaque harmonique et pour la profondeur totale de décarburation mesurée par filiations de dureté.

Les résultats obtenus pour le module sont beaucoup plus intéressants que ceux obtenus avec la partie réelle de l'harmonique car on voit ici que le coefficient directeur de la droite, β_i , est constant. La valeur que nous retiendrons pour ce coefficient est $7,6 \cdot 10^{-3}$ exprimée en μm^{-1} . Le coefficient α_i quant à lui évolue linéairement en fonction du numéro d'ordre comme le montre très bien la **figure 105**.

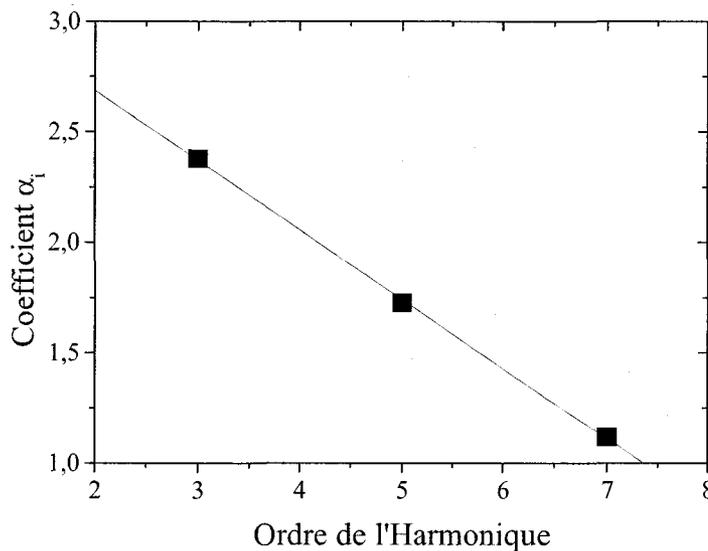


Figure 105. Représentation des coefficients α_i en fonction de l'ordre de l'harmonique.

L'équation correspondante à cette variation linéaire est la suivante :

$$\alpha_i = 3,317 - 0,315 \cdot N \quad (171)$$

où N est le numéro d'ordre de l'harmonique.

Comme le coefficient β_i est constant, l'expression du module s'en trouve simplifiée. Si on décompose chacun des termes, on peut, en combinant les **relations (170) et (171)**, écrire la

relation suivante :

$$\Pi = \exp[3,317] \cdot \exp[-0,315 \cdot N] \cdot \exp[7,610^{-3} \cdot x_T] \quad (172)$$

Qui peut prendre la forme suivante :

$$\Pi = \Pi_0 \cdot 0,73^N \cdot \exp[7,610^{-3} \cdot x_T] \quad (173)$$

dans laquelle le module Π_0 prend la valeur de 27,6.

Pour contrôler la validité de cette relation, nous avons représenté les points expérimentaux relatifs au module en fonction de la profondeur totale de décarburation puis tracé la **relation (173)** sur la **figure 106**.

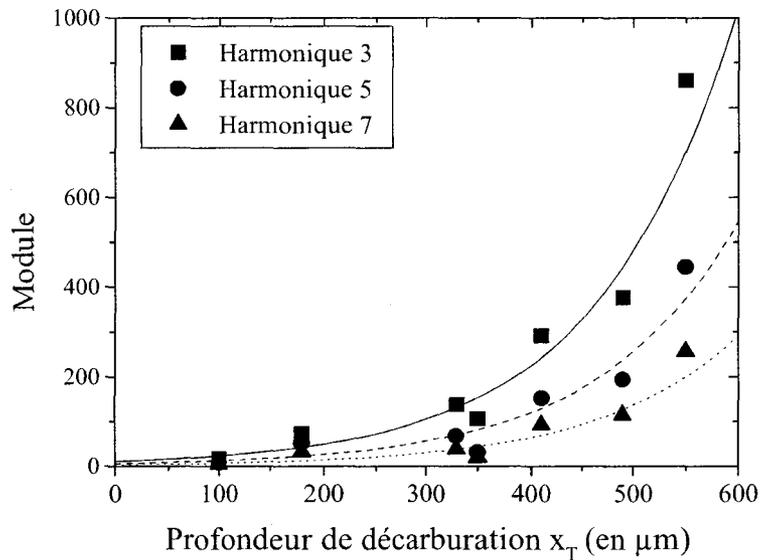


Figure 106. Représentation du module en fonction de la profondeur de décarburation en utilisant le modèle représenté par la **relation (173)**.

Ce résultat, tout à fait convenable, permet de calculer une profondeur critique de décarburation qui est reliée à la valeur du module sous la forme suivante déduite de la **relation (173)** :

$$x_{T\text{critique}} = 131,6 \cdot \ln \left[\left(\frac{\Pi}{\Pi_0} \right) \cdot 0,73^{-N} \right] \quad (174)$$

Pour utiliser cette relation dans le cadre d'un contrôle industriel, il suffit de tester la pièce avec les courants de Foucault et d'analyser les réponses, en particulier le module. La profondeur totale de décarburation ainsi calculée peut être ensuite comparée à une valeur critique.

A partir des valeurs du module collectées dans le **tableau 35**, nous pouvons comparer les profondeurs calculées à partir de la **relation (174)** avec les valeurs mesurées par indentation. Le **tableau 37** rassemble l'ensemble de ces profondeurs.

Echantillons	A	B	D	E	F	G	H
Durées d'austénitisation (minutes)	15	30	60	75	90	105	120
Profondeur de décarburation (x_T μm)	100	180	350	330	410	490	550
Profondeur de décarburation estimée par la relation (167) x_{TE} en μm	3	61	254	301	336	434	468
	5	44	290	222	324	432	463
	7	36	309	241	335	450	478

Tableau 37. Estimation de la profondeur totale décarburrée pour chaque harmonique à partir du modèle représenté par la **relation (174)**.

La **figure 107** permet de visualiser la concordance des deux types de mesure, par indentation et par application du modèle sur les courants de Foucault. De manière globale, la correspondance est très correcte excepté pour l'échantillon B qui s'écarte de la droite identité. Par contre, on ne peut affecter l'origine de cet écart aux courants de Foucault car l'indentation présente elle-même des limites comme nous avons pu le constater dans les chapitres précédents.

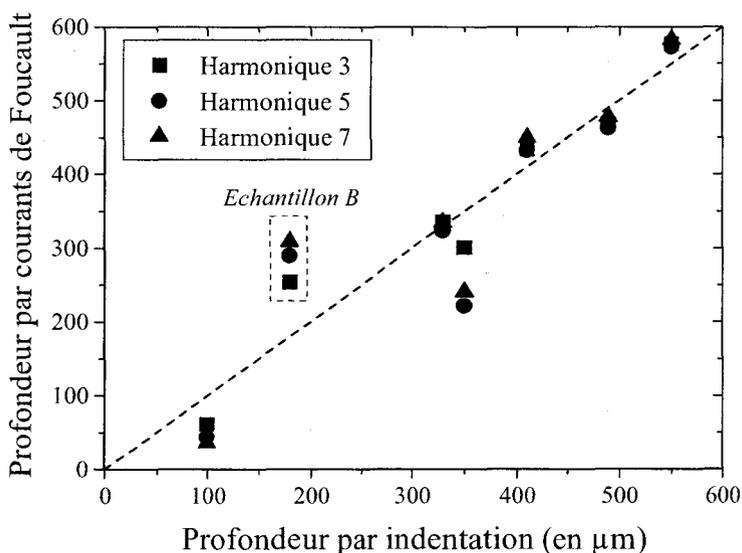


Figure 107. Représentation de la profondeur totale de décarburation estimée par le modèle sur des courants de Foucault en fonction de la profondeur totale de décarburation mesurée par indentation.

En conclusion, nous avons montré que les courants de Foucault peuvent être utilisés pour caractériser la décarburation. Nous avons aussi proposé un modèle simple ne faisant intervenir que le numéro d'ordre de l'harmonique utilisée. Nous constatons d'ailleurs que quelque soit l'ordre de l'harmonique, la correspondance entre les deux mesures de profondeur est bonne. Nous allons voir maintenant dans le chapitre qui suit comment est affectée l'harmonique lorsque l'on s'intéresse à des mesures plus en profondeur au lieu d'une mesure globale comme l'est la

profondeur totale de décarburation. Nous étudions donc la relation entre les courants de Foucault et la mesure de dureté effectuée à différentes profondeurs à partir de la surface de l'échantillon.

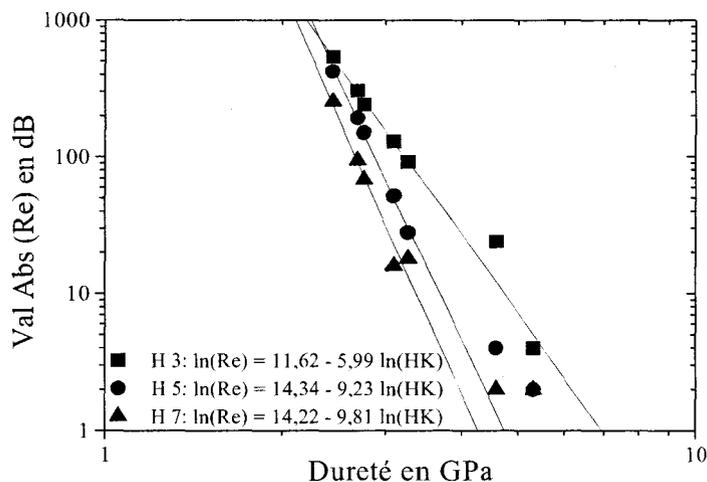
E.2 Relation courants de Foucault/dureté.

Pour montrer la relation entre l'analyse des courants de Foucault et la dureté, nous avons représenté les deux paramètres importants que sont la partie réelle et le module de l'harmonique comme nous l'avons montré dans le paragraphe précédent en fonction de la dureté Knoop mesurée à 20 μm de la surface. Pour mémoire, les valeurs de dureté Knoop sont rappelées dans le **tableau 38** en fonction de la durée de traitement de l'échantillon.

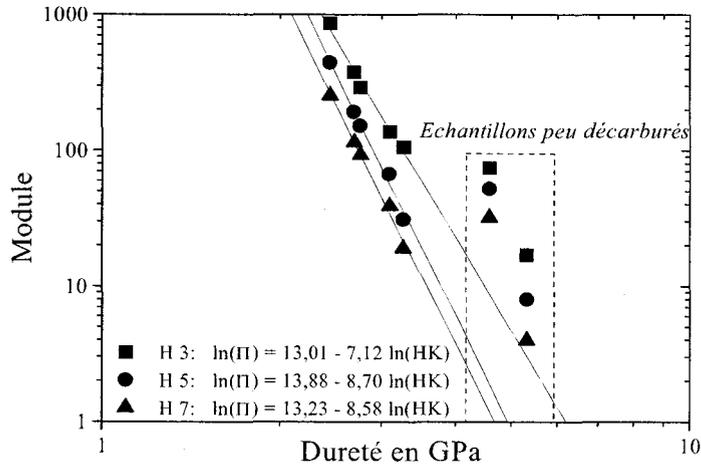
Echantillons	A	B	D	E	F	G	H
Durées d'austénitisation (minutes)	15	30	60	75	90	105	120
Dureté Knoop à 20 μm en GPa	5,32	4,58	3,27	3,10	2,76	2,69	2,44

Tableau 38. Dureté Knoop mesurée à 20 μm de la surface en fonction de la durée de traitement et la référence de l'échantillon.

Si la partie réelle de l'harmonique, notée Re, est directement reliée au phénomène étudié, l'association de la partie imaginaire dans le module permet en plus de discuter de la pertinence des résultats comme nous l'avons souligné dans le paragraphe précédent. C'est pourquoi la **figure 108** montre conjointement la valeur absolue de la partie réelle et le module de l'harmonique en fonction de la dureté Knoop mesurée à 20 μm de la surface.



(a)



(b)

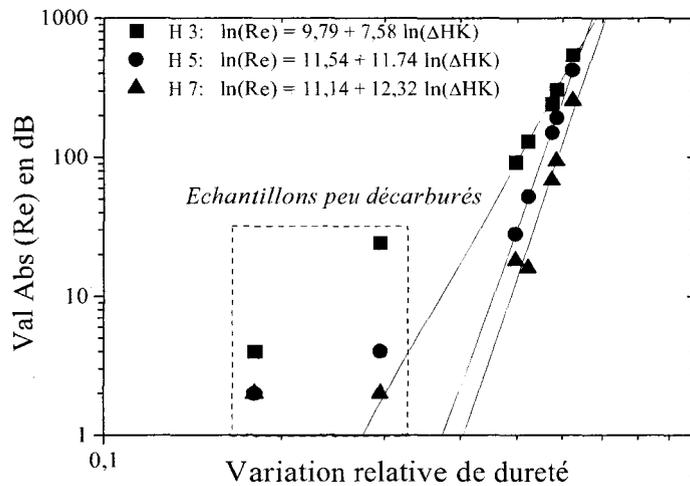
Figure 108. Représentation de la valeur absolue de la partie réelle (a) et du module (b) des harmoniques en fonction de la dureté Knoop mesurée à 20 μm .

Nous voyons très bien qu'en coordonnées bi-logarithmiques, la représentation est linéaire quelque soit le numéro de l'harmonique. Cependant, pour les duretés Knoop les plus élevées, c'est-à-dire pour les échantillons les moins décarburés, la représentation du module montre une déviation très marquée par rapport à la droite. Notons toutefois que le lissage des points sur les cinq premiers points peut se justifier par le coefficient de corrélation qui est très proche de 1. Ceci confirme aussi a posteriori l'existence d'un problème rencontré sur les points A et B. Si pour le B nous sommes convaincus qu'il y a eu un problème de mesure, il n'en est pas de même sur l'échantillon A pour lequel la mesure tend vers l'intervalle de tolérance de l'instrument de mesure. Pour confirmer ou non cette hypothèse, nous proposons de discuter en terme de variation relative de la dureté. Ce terme permet à notre avis de mieux rendre compte de l'amplitude de la décarburation. De manière générale, il s'écrit :

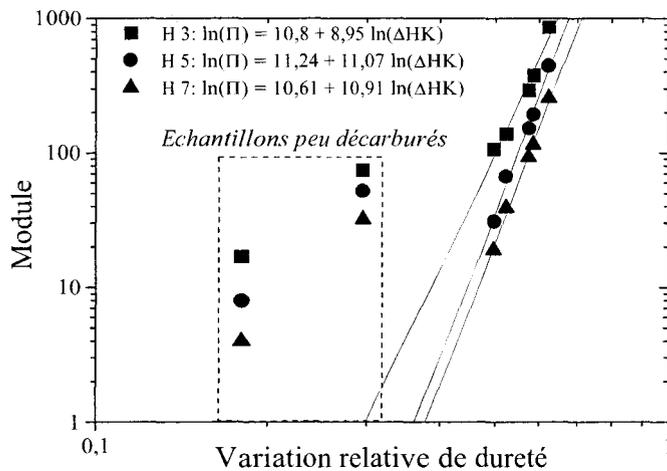
$$\Delta HK = \frac{HK_{\text{coeur}} - HK_{\text{surface}}}{HK_{\text{coeur}}} \quad (175)$$

où HK_{coeur} représente la dureté du matériau non décarburé ou encore celle mesurée à cœur du matériau et HK_{surface} est la dureté mesurée à 20 μm de la surface. Sa valeur résulte d'une moyenne de cinq valeurs de manière à minimiser les erreurs de mesure surtout à proximité de la surface.

La **figure 109** représente dans une échelle bi-logarithmique la partie réelle et le module de chaque harmonique en fonction de la variation relative de dureté Knoop. De nouveau, et logiquement, on observe une variation linéaire mais les problèmes liés aux échantillons A et B sont encore plus prononcés puisque la déviation s'observe aussi avec la valeur absolue de la partie réelle de l'harmonique. Cette déviation n'était pas constatée précédemment sur la **figure 108**.



(a)



(b)

Figure 109. Représentation de la valeur absolue de la partie réelle (a) et du module (b) des harmoniques en fonction de la variation relative de dureté Knoop mesurée à 20 μm .

En plus de ces observations intéressantes, il nous semble pertinent de comparer les harmoniques entre-elles puisque la théorie nous dit que plus le numéro de l'harmonique est élevé, plus elle caractérise le phénomène à une profondeur plus élevée. Pour nous rendre compte de cette particularité, nous avons représenté le module en fonction de la dureté mesurée à des profondeurs différentes (20, 40, 60, 80 et 100 μm). Pour éviter d'alourdir inutilement le document, nous n'avons pas représenté l'ensemble de ces courbes qui n'apporte pas d'éléments nouveaux pour la discussion. Par contre, nous avons représenté l'évolution du coefficient de corrélation, R^2 , en fonction de la profondeur à laquelle s'est faite la mesure de la dureté et ceci pour chaque harmonique. La **figure 110** montre ces évolutions.

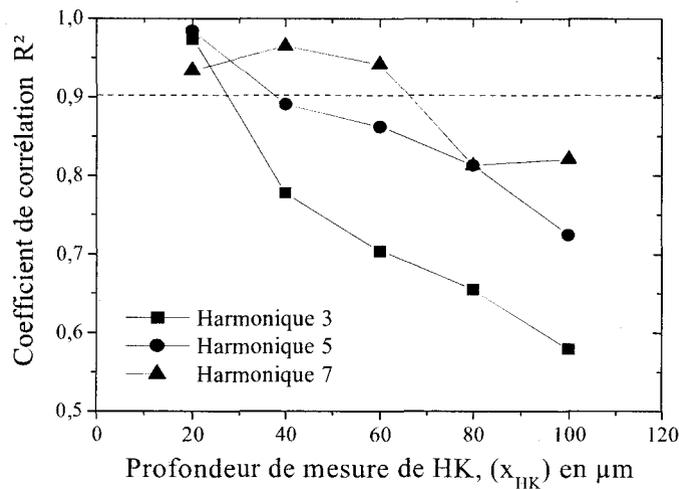


Figure 110. Coefficient de corrélation R^2 en fonction de la profondeur à laquelle a été effectuée la mesure de la dureté Knoop.

Comme nous l'avons montré juste avant, on remarque que pour les très faibles profondeurs de mesure de dureté, chaque harmonique peut être retenue pour caractériser le phénomène de décarburation car le coefficient de corrélation est acceptable. Par contre, au fur et à mesure que l'on considère une mesure de dureté plus profonde, le coefficient de corrélation chute dans des proportions qui peuvent être très importantes. Par exemple, pour l'harmonique d'ordre 3, le coefficient passe de 0,98 à 0,58 entre 20 et 100 μm . On observe aussi que plus le numéro de l'harmonique est élevé, plus la décroissance du coefficient de corrélation est faible. Ainsi, on note même que le coefficient de corrélation pour l'harmonique 7 est supérieur à celui de l'harmonique 5 et qu'il reste même au dessus de 0,9 encore pour une mesure de dureté à 60 μm . Ce résultat va tout à fait dans le sens de la théorie qui suggère de considérer les harmoniques à numéro élevé pour caractériser plus en profondeur un phénomène donné.

Ceci conclut ce chapitre sur la caractérisation de la décarburation par indentation et par courants de Foucault. Je renvoie le lecteur à la conclusion générale pour se faire une opinion des propositions que nous faisons dans ce domaine. Le chapitre suivant est destiné à étudier le comportement mécanique en traction des aciers décarburés.

F Comportement en traction.

Dans le chapitre précédent sur la caractérisation de la décarburation par indentation et par courants de Foucault, nous avons développé plusieurs modèles. Ces modèles permettent d'estimer la profondeur totale de décarburation. A partir de ces données importantes, nous étudions dans ce chapitre le comportement mécanique des aciers et l'influence du niveau de décarburation sur les propriétés mécaniques de traction. Même si le comportement en traction n'a pas d'incidence directe sur la problématique industrielle, il n'en est pas moins intéressant d'étudier cet essai car nous avons montré dans le chapitre bibliographique un lien étroit entre l'indentation et les propriétés de traction. Nous voulons ici voir si les propriétés de traction sont altérées ou non en présence d'une décarburation superficielle. Nous verrons dans quelle mesure l'effet est prononcé sur les caractéristiques mécaniques nominales mais aussi sur les caractéristiques liées au comportement du matériau dans le domaine plastique. Il faut garder en mémoire que la décarburation est un phénomène localisé alors que l'essai rend compte du comportement global.

F.1 Etude du matériau homogène.

Avant une étude détaillée de l'influence de la décarburation sur le comportement en traction, nous proposons de bien comprendre les mécanismes de déformation par traction et d'analyser les paramètres les plus pertinents à considérer. Pour cela, nous nous appuyons sur l'étude du matériau de base non décarburé, que nous supposons homogène. Nous avons donc réalisé un essai de traction sur une éprouvette normalisée (voir chapitre II pour ses dimensions). La courbe que nous obtenons est dite conventionnelle (**Figure 111**).

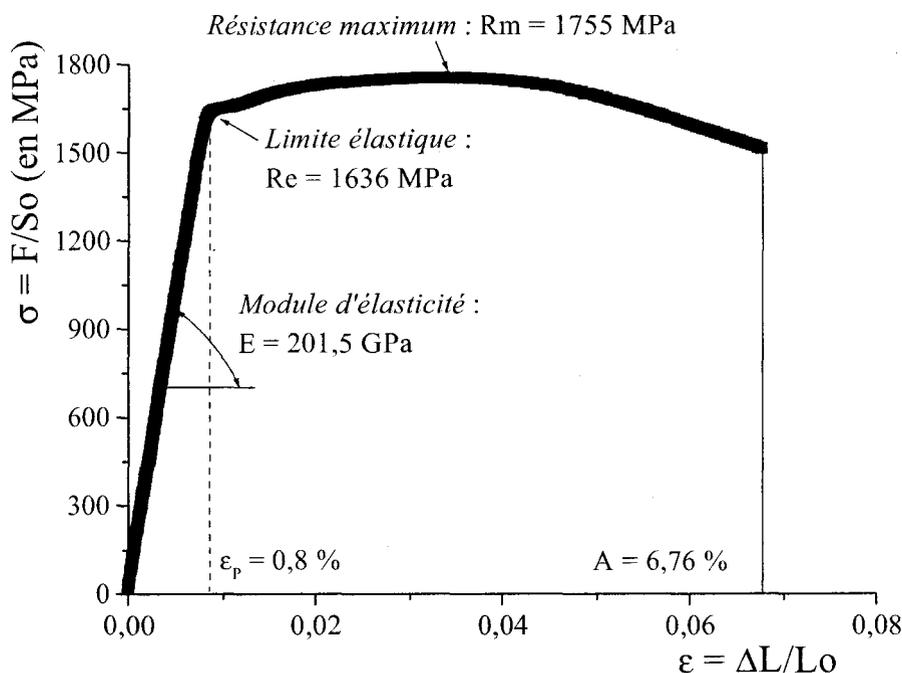


Figure 111. Courbe de traction conventionnelle de l'acier à ressort 54SiCrV6.

Cette courbe représente la variation du rapport de l'effort divisé par la section initiale minimale, σ en MPa, en fonction de la déformation conventionnelle, ε , (variation de longueur rapportée à la longueur initiale). Cette figure présente les trois domaines généralement rencontrés que sont le domaine élastique au tout début de l'essai, le domaine intermédiaire de déformation plastique et enfin le domaine de striction avant la rupture du matériau. Dans notre étude, nous nous intéressons plus particulièrement aux deux premiers stades de déformation. Pour ce qui concerne les caractéristiques mécaniques conventionnelles, les plus classiques que l'on puisse déduire d'une courbe de traction sont le module d'élasticité, E , la limite élastique, R_e , le pourcentage de déformation élastique maximum, ε_p , la contrainte maximum, R_m , et l'allongement total à rupture, A . Ces valeurs trouvées pour l'acier homogène sont directement notées sur la **figure 111**. Par une mesure de section avant et après essai directement sur l'éprouvette, on peut aussi calculer le coefficient de striction qui vaut ici 66,4 %. Un autre paramètre moins usité est la résilience par traction, notée W , que l'on peut obtenir simplement à partir de la courbe en calculant l'aire sous la courbe du domaine élastique. Avec cette définition, le calcul se fait en appliquant la relation :

$$W = \int_0^{\varepsilon_p} \sigma \cdot d\varepsilon \quad (176)$$

En supposant que la loi de Hooke, $R = E \cdot \varepsilon$, est vérifiée, la relation donnant la résilience devient :

$$W = \frac{1}{2} R_e \cdot \varepsilon = \frac{R_e^2}{2 \cdot E} \quad (177)$$

où la résilience W , exprimée en MPa, est relié au module d'élasticité grâce à la loi de Hooke.

Avec les valeurs indiquées sur la **figure 111**, le calcul de la résilience donne 6,54 MPa.

Pour l'étude du domaine de déformation plastique, il faut tenir compte de la variation de la section au cours de l'essai, ce qui est souvent négligé dans le domaine élastique. Dans ces conditions, on parle de contrainte vraie, σ_v , et de déformation vraie, ε_v . Les paramètres vrais de traction s'expriment en fonction des paramètres conventionnels de la manière suivante :

$$\sigma_v = R \cdot (1 + \varepsilon) \text{ et } \varepsilon_v = \ln(1 + \varepsilon) \quad (178)$$

Le passage de la courbe conventionnelle à la courbe vraie est bien montré sur la **figure 112** où la courbe conventionnelle est déplacée vers des contraintes plus élevées et vers des déformations plus petites.

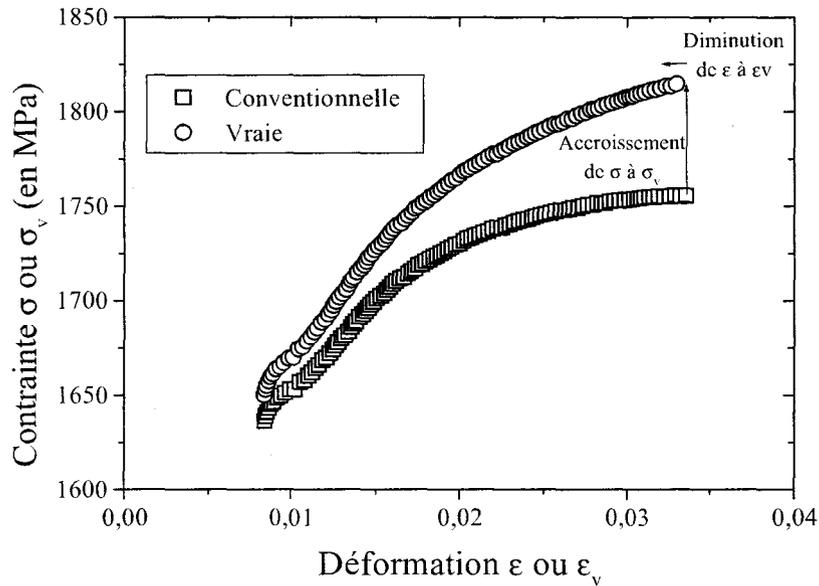


Figure 112. Courbes de traction conventionnelle et vraie relatives à la déformation plastique de l'acier à ressort 54SiCrV6.

Pour sélectionner les limites du stade de la déformation plastique, nous avons retenu l'ensemble des valeurs de contraintes comprises entre les limites R_e et R_m . C'est pourquoi nous pouvons voir au début des courbes de déformation plastique, sur une faible étendue du domaine plastique total, un accident dans la progression de la contrainte. Ceci traduit le passage de manière non homogène entre le domaine élastique et le domaine plastique qui est interprété en termes de localisation de la déformation plastique en tête des éprouvettes. Lorsque cette déformation a envahie complètement l'éprouvette, la déformation devient homogène et la courbe suit de nouveau une tendance progressive monotone. Ce phénomène peut être expliqué par deux types d'instabilités dites de Piobert Lüders [137] et Portevin-Le Chatelain [138].

Nous ne nous intéressons pas à ce phénomène transitoire et nous éliminerons les points correspondants pour mieux décrire la partie monotone de la déformation.

Par contre, pour décrire la variation de la contrainte vraie en fonction de la déformation vraie, on dispose d'une batterie de relations qui peuvent représenter plus ou moins bien les points expérimentaux selon la nature du matériau étudié ou de l'existence d'un phénomène particulier.

Les principales relations sont rappelées ci-dessous avec leur auteur :

Hollomon	$\sigma_v = K_H \cdot \varepsilon_v^{n_H}$	
Ludwig	$\sigma_v = \sigma_0 + K_L \varepsilon_v^{n_L}$	
Swift	$\sigma_v = K_S (\varepsilon_0 + \varepsilon_v)^{n_S}$	(179)
Voce	$\sigma_v = \sigma_S - K_V \exp[n_V \cdot \varepsilon_v]$	
Ludwigson	$\sigma_v = K_1 \cdot \varepsilon_v^{n_1} + \exp[K_2] \cdot \exp[n_2 \cdot \varepsilon_v]$	

où les coefficients K_i et n_i sont déterminés expérimentalement.

Dans l'utilisation de ces relations, une question se pose sur le choix de la déformation vraie : Doit-elle être totale ou plastique. En effet, il est plus généralement admis l'utilisation de la déformation vraie plastique que rappelle Satyanarayana et *al.* [139] mais d'autres auteurs comme Kumar Panda et *al.* [140] parlent de contrainte vraie sans préciser si elle est plastique ou non. C'est pourquoi, nous étudierons les deux aspects en soulevant les points importants quant au choix de l'une ou de l'autre partie de la déformation plastique considérée. Ce choix est possible car les relations ont été établies pour décrire mathématiquement un phénomène. Elles ne sont pas issues de théories, comme par exemple celle sur les dislocations. A notre connaissance, il n'est pas imposé un choix par rapport à un autre.

Cela mis à part, il est clair que la relation la plus connue et sans doute la plus utilisée est celle que l'on doit à Hollomon. Malheureusement, dans certains cas, elle ne peut s'appliquer du fait de certaine déviation due à certains phénomènes particuliers. Pour étudier l'applicabilité de ces relations, il est bien entendu que l'échelle linéaire n'est pas toujours la plus exploitable, c'est pourquoi nous utiliserons une échelle adaptée pour représenter l'ensemble de ces relations. En effet, on peut écrire les relations d'une autre manière, soit par exemple :

$$\begin{aligned}
 \text{Hollomon} \quad & \ln \sigma_v = \ln K_H + n_H \cdot \ln \varepsilon_v \\
 \text{Ludwig} \quad & \ln \left(\frac{\sigma_v - \sigma_0}{K_L} \right) = n_L \cdot \ln \varepsilon_v \\
 \text{Swift} \quad & \ln \left(\frac{\sigma_v}{K_S} \right) = n_S \cdot \ln(\varepsilon_0 + \varepsilon_v) \\
 \text{Voce} \quad & \ln \left(\frac{\sigma_s - \sigma_v}{K_V} \right) = n_V \cdot \varepsilon_v \\
 \text{Ludwigson} \quad & \sigma_v = K_1 \cdot \varepsilon_v^{n_1} + \exp[K_2] \cdot \exp[n_2 \cdot \varepsilon_v]
 \end{aligned} \tag{180}$$

Dans la suite, nous reprenons chacune de ces relations en l'appliquant pour représenter la variation de la contrainte vraie en fonction de la déformation vraie totale et de la contrainte vraie plastique. La **figure 113** représente la loi de Hollomon appliquée en considérant la déformation totale ou la déformation plastique respectivement avec la contrainte vraie totale ou la déformation vraie plastique.

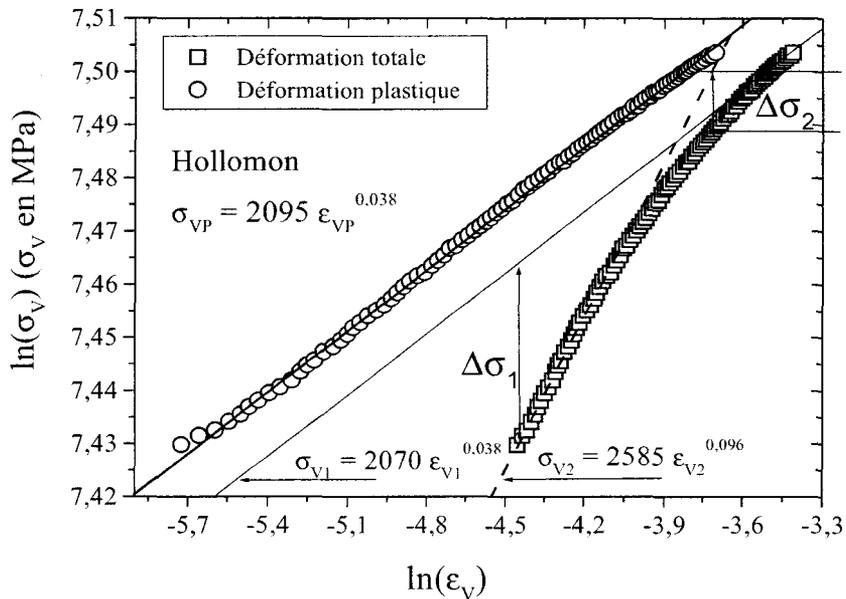


Figure 113. Relation d'Hollomon appliquée à l'étude du domaine plastique en considérant soit la déformation totale, soit la déformation plastique.

Cette figure est très intéressante car elle montre à l'évidence que la loi d'Hollomon s'applique parfaitement en considérant la déformation plastique alors que ce n'est pas le cas avec la déformation totale. La relation d' Hollomon s'écrit :

$$\sigma_p = 2095 \cdot \varepsilon_p^{0,038} \quad (181)$$

Elle donne les principales caractéristiques plastiques de notre matériau homogène. Conjointement à cette relation, la discussion du comportement plastique en déformation totale est aussi intéressante car elle peut éventuellement mettre en évidence un changement de comportement pendant la plastification du matériau. La première approche consiste à dire que le coefficient d'écroissage de la loi d'Hollomon est conservé, c'est-à-dire que la pente n est égale à 0,038. Dans ces conditions, on observe un décalage en x d'autant plus important que la contrainte est faible. Pour représenter la variation globale du domaine plastique, il faut alors modifier la loi d'Hollomon en ajoutant un terme qui doit s'écrire simplement en fonction de la déformation. Pour le déterminer, nous représentons sur la **figure 114** l'écart entre la contrainte vraie expérimentale et la relation d'Hollomon représentée en trait plein par $\sigma_{V1}=2070 \cdot \varepsilon_v^{0,038}$ sur la **figure 113**.

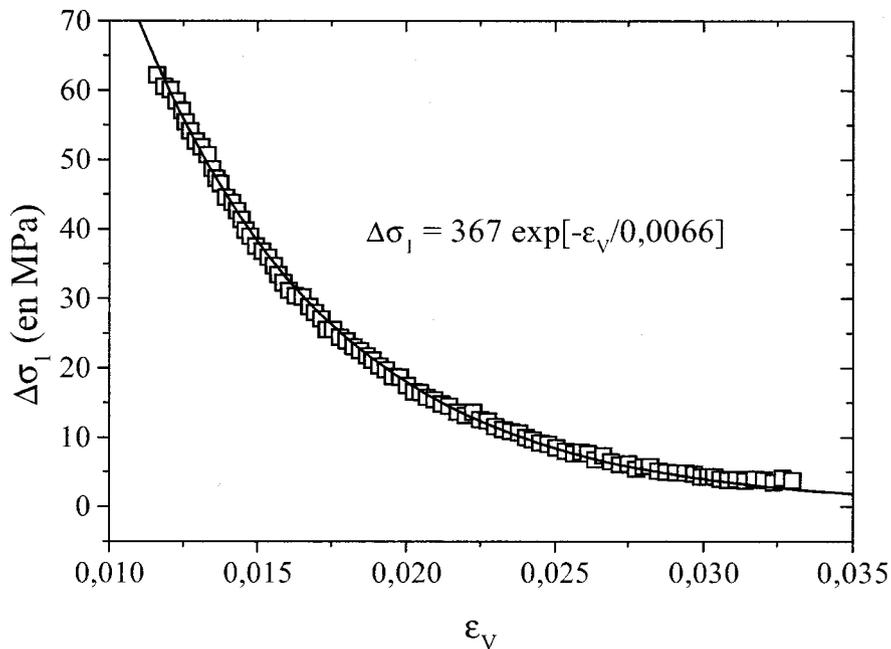


Figure 114. Terme de déviation égal à $\Delta\sigma_1$ par rapport à la loi d'Hollomon en fonction de la déformation totale.

Cette figure montre clairement une variation de type exponentielle du terme correctif en fonction de la déformation totale. Le terme de lissage prend alors une forme qui s'apparente très fortement au terme additionnel de la relation de Voce [141]. Dans ces conditions, il convient d'ajuster la loi d'Hollomon de la manière suivante :

$$\sigma_v = 2070 \cdot \varepsilon_v^{0,038} - 367 \exp\left[-\frac{\varepsilon_v}{0,0066}\right] \quad (182)$$

qui prend une forme plus générale :

$$\sigma_v = K_H \cdot \varepsilon_v^{n_H} - K_{C1} \exp\left[-\frac{\varepsilon_v}{\varepsilon_{C1}}\right] \quad (183)$$

où K_{C1} et ε_{C1} peuvent être utilisés pour caractériser un phénomène qui intervient d'avantage dans la première partie de la déformation plastique.

De la même manière, on peut considérer dans une deuxième approche que la courbe varie selon une loi d'Hollomon sur la première partie du domaine plastique selon la loi $\sigma_{v2}=2585 \cdot \varepsilon_v^{0,096}$. Pour la deuxième moitié, c'est-à-dire en fin de déformation plastique, il convient d'introduire aussi un terme correctif pour tenir compte de cette déviation. La **figure 115** représente cette variation en fonction de la déformation et montre très bien sur quelle étendue du domaine cette déviation n'a pas lieu d'être prise en compte ($\Delta\sigma_2=0$) et quelle forme mathématique elle doit prendre.

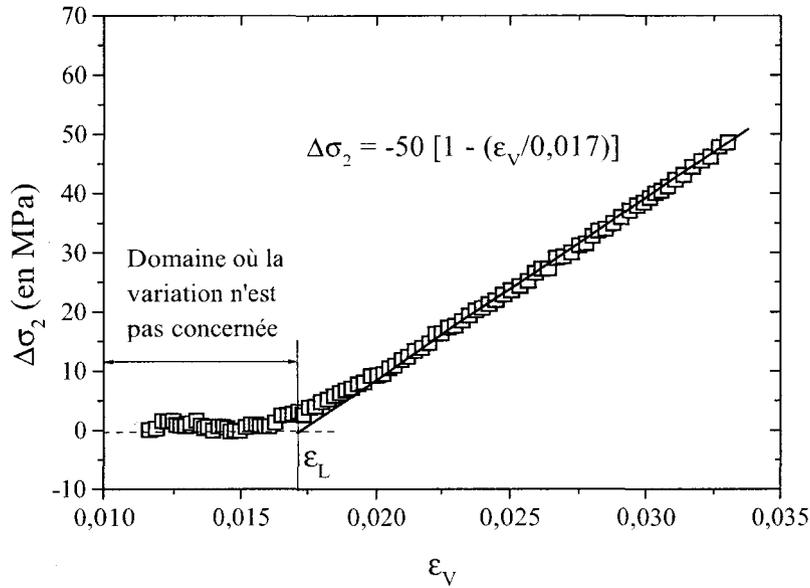


Figure 115. Déviation $\Delta\sigma_2$ par rapport à la loi d'Hollomon en fonction de la déformation totale.

Il est clair que le terme de déviation $\Delta\sigma_2$ suit une variation linéaire en fonction de la déformation totale. La contrainte vraie en fonction de la déformation vraie totale prend alors la forme générale :

$$\sigma_v = \sigma_{\text{Hollomon}} - \Delta\sigma_2 = 2585 \cdot \varepsilon_v^{0,096} + 50 \cdot \left[1 - \frac{\varepsilon_v}{0,017} \right] \quad (184)$$

où le second terme n'est utilisé que lorsque la déformation plastique est supérieure à 0,017.

D'une manière générale, la relation s'écrit :

$$\sigma_v = K_H \cdot \varepsilon_v^{n_H} + K_{C2} \cdot \left[1 - \frac{\varepsilon_v}{\varepsilon_{C2}} \right] \quad (185)$$

où K_{C2} et ε_{C2} peuvent être utilisés pour caractériser un phénomène dont l'effet serait cette fois plus prononcé dans la deuxième partie de la déformation plastique.

On voit ici que le choix du type de déformation, totale ou plastique, prend tout son sens et peut conduire à des interprétations différentes en particulier pour dire si la loi d'Hollomon permet de représenter l'évolution des points expérimentaux sur l'ensemble du domaine ou seulement sur une partie. Nous verrons dans la suite si l'un ou l'autre de ces paramètres additionnels (K_{C1} , K_{C2} , ε_{v1} , ε_{v2}) peuvent être utilisés pour discuter de l'effet de la décarburation sur les propriétés de traction. Mais avant, nous allons voir si les autres formulations permettent aussi bien, voire mieux, de discuter des évolutions constatées dans le domaine plastique. Par rapport à la relation de Hollomon, Ludwig introduit une contrainte constante qui devrait, comme on peut raisonnablement le supposer, prendre la valeur de la limite d'élasticité de manière à décrire la déformation plastique en termes de supplément de contraintes. Etudions la relation suivante :

$$\ln(\sigma_V - \sigma_y) = \ln K_L + n_L \cdot \ln \varepsilon_V \quad (186)$$

avec $\sigma_y = 1685 \text{ MPa}$ correspondant à la limite vraie d'élasticité.

La **figure 116** représente $\ln(\sigma_V - \sigma_y)$ en fonction de la déformation vraie, ε_V .

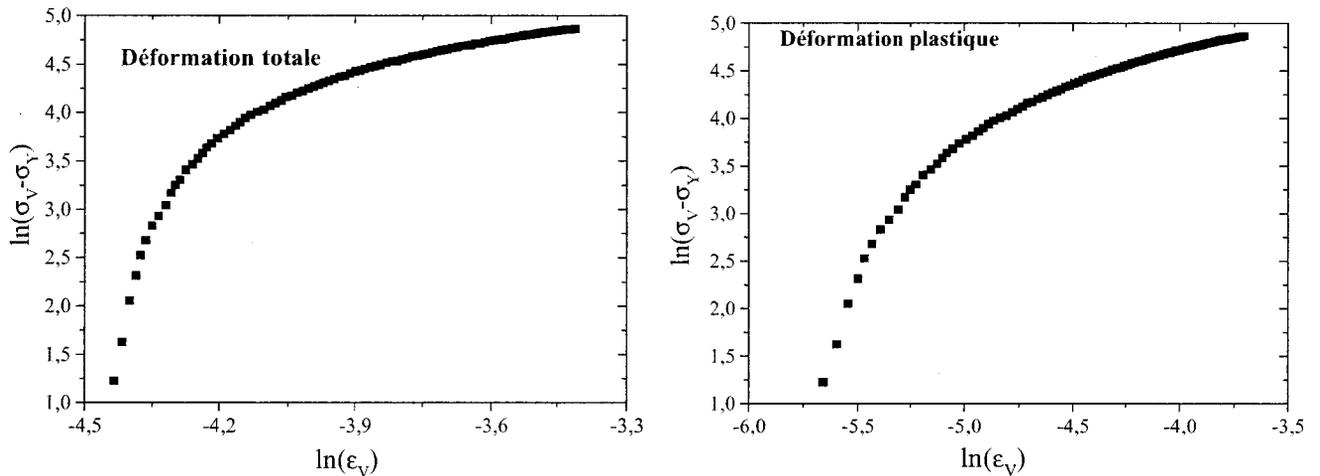


Figure 116. Représentation de la loi de Ludwig en prenant la limite vraie d'élasticité pour la contrainte constante.

Alors que nous devrions obtenir des droites, les courbes sont très loin d'être linéaires. On peut donc supposer que la **relation (186)** doit être lissée en laissant libre de varier la valeur de cette contrainte σ_y . Dans ces conditions, les points expérimentaux seront mieux représentés mais les valeurs obtenues, disponibles dans les deux relations ci-dessous, n'ont pas de réelle signification physique, en tous cas, elles n'ont pas de valeurs comparables à une caractéristique mécanique calculée précédemment.

$$\begin{aligned} \sigma_V &= 1905 - 4,7 \cdot \varepsilon_V^{-0,87} \\ \sigma_{Vp} &= 1430 + 840 \cdot \varepsilon_{Vp}^{0,21} \end{aligned} \quad (187)$$

Quant à la **relation (179)** due à Swift [108], le lissage des points expérimentaux considérant la déformation plastique conduit à une valeur nulle de la déformation ε_0 en accord avec la très bonne représentation de la loi d'Hollomon. Dans l'autre cas, cette relation est tout à fait adaptée car la déformation ε_0 après lissage est trouvée égale à la valeur de la déformation à la fin du domaine élastique. L'écart que nous observons est dû au passage élastique – plastique qui se produit sur quelques millièmes de pourcents. Elle permet donc de représenter très correctement l'évolution de la contrainte vraie en fonction de la déformation vraie totale comme le montre la **figure 117**.

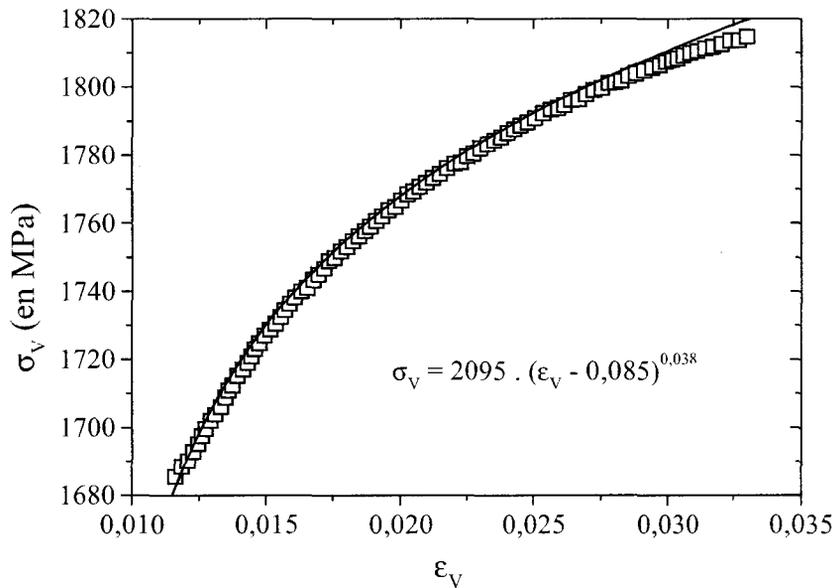


Figure 117. Représentation de la loi de Swift [108] en considérant la déformation totale.

Finalement, la loi de Swift [108] peut être considérée comme une adaptation de la loi d'Hollomon dans le cas où c'est la déformation vraie totale qui est considérée.

La relation de Voce [141] présente un intérêt dans le sens où elle peut être réécrite de la manière suivante, pour faire intervenir un taux de variation de la contrainte plastique entre la limite d'élasticité et la résistance maximum. La forme la plus pertinente pour cette relation est donc :

$$\frac{\sigma_s - \sigma_v}{K_v} = \exp(n_v \epsilon_v) \text{ ou encore } \frac{\sigma_M - \sigma_v}{\sigma_M - \sigma_Y} = \exp\left[-\frac{\epsilon_v}{\epsilon_c}\right] \quad (188)$$

où ϵ_c est une déformation caractéristique du matériau étudié ($\epsilon_c = -1/n_v$). σ_n et σ_y doivent être les contraintes limites de la déformation plastique

Pour valider cette expression, nous avons laissé libre de varier les contraintes σ_M et σ_Y de manière à confronter les résultats obtenus par le lissage à ceux déduits de la courbe vraie de traction. Si on se rapporte à cette courbe, les valeurs respectives de σ_M et σ_Y devraient être 1815 MPa et 1650 MPa. Par lissage, nous avons obtenu :

$$\begin{cases} \sigma_M = 1830 \text{ MPa} \\ \sigma_Y = 1380 \text{ MPa} \end{cases} \text{ lorsque la déformation totale est prise en compte,}$$

$$\text{et } \begin{cases} \sigma_M = 1830 \text{ MPa} \\ \sigma_Y = 1630 \text{ MPa} \end{cases} \text{ lorsque la déformation plastique est considérée.} \quad (189)$$

Il est intéressant de noter que lorsque c'est la déformation plastique qui est retenue, les contraintes σ_M et σ_Y sont tout à fait comparables aux valeurs expérimentales. Dans l'autre cas, la valeur de σ_Y ne représente pas de contrainte caractéristique. Néanmoins, nous avons représenté

sur la **figure 118** la **relation (188)** dans une échelle semi-logarithmique. On note que, indépendamment de la déformation considérée, les droites se superposent. En d'autres termes, nous obtenons une valeur identique pour la pente. La déformation caractéristique qui en découle pour représenter le comportement en traction du matériau est donc ε_c égale à 0,0104.

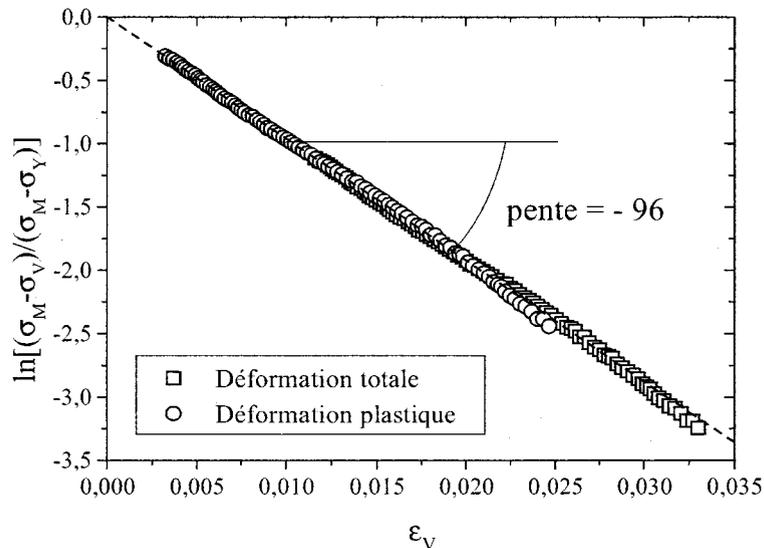


Figure 118. Représentation de la relation de Voce [141].

A priori, à la lecture des **relations (179)**, c'est la loi de Ludwigson qui paraît être la plus complète car elle fait intervenir deux termes, un terme relatif à une loi puissance comparable à celle de Hollomon et le second relatif à une loi exponentielle similaire à celle proposée par Voce [141]. On peut donc s'attendre à une parfaite description des points expérimentaux. Mais on peut se poser la question quant à la pertinence de cette loi sachant que la loi d'Hollomon est parfaitement vérifiée, comme nous l'avons montré en considérant la déformation plastique. Par contre, ce type de loi peut être plus utile dans le cas où la déformation totale est considérée puisque le second terme peut alors représenter les écarts à la loi d'Hollomon. C'est ce que nous avons mis en évidence en exprimant l'écart de contraintes $\Delta\sigma_1$ dans la **relation (182)** en fonction d'une exponentielle. Mais le terme est apparemment à retrancher et le fait d'imposer une fonction exponentielle, telle que $(+\exp[K_2])$, empêche de trouver un signe négatif. Nous avons tout de même lissé les points expérimentaux avec la formule de Ludwigson pour en déduire les paramètres de lissage. La **figure 119** montre effectivement que cette relation permet de bien représenter l'évolution des points expérimentaux mais il n'en est pas de même pour les paramètres que l'on ne peut pas rapprocher de valeurs représentatives de traction déjà trouvées avec les autres modèles, en particulier la puissance qui est 10 fois plus élevée que celle déduite par la loi d'Hollomon.

Le lissage des points expérimentaux a conduit aux valeurs des paramètres suivantes :

$$\begin{aligned} \sigma_v &= 2800 \cdot \varepsilon_v^{0,33} + \exp[7,03] \cdot \exp[-6,67 \cdot \varepsilon_v] \quad \text{pour la déformation totale.} \\ \sigma_v &= 1810 \cdot \varepsilon_{vp}^{0,39} + \exp[7,32] \cdot \exp[-3,16 \cdot \varepsilon_{vp}] \quad \text{pour la déformation plastique.} \end{aligned} \quad (190)$$

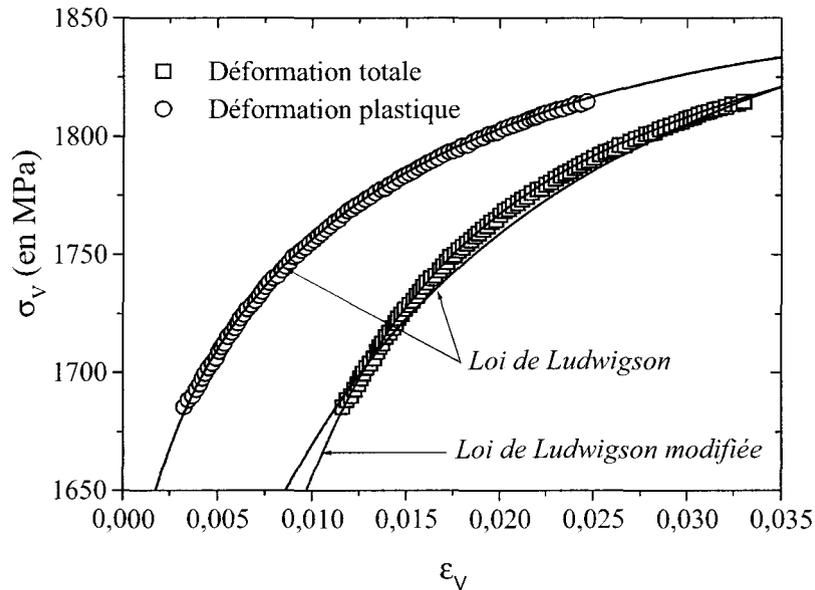


Figure 119. Représentation de la relation de Ludwигson.

D'un autre côté, il nous semble intéressant d'étudier la même relation sans prendre connaissance de la **relation (183)** que nous proposons et dont la forme est comparable. La différence provient essentiellement de la possibilité du coefficient devant l'exponentielle d'être négatif. Cette relation est représentée sur la **figure 119** sous le nom de loi de Ludwигson modifiée. Elle montre que le lissage est bien meilleur. Mais, dans ces conditions, les paramètres de lissage sont complètement différents comme on peut le constater dans l'équation suivante :

$$\sigma_v = 2070 \cdot \varepsilon_v^{0,038} - \exp[6] \cdot \exp[-160 \cdot \varepsilon_v] \quad (191)$$

où l'exposant retrouve une valeur comparable à celle d'Hollomon. De plus, si on présente les deux derniers paramètres de lissage autrement, on peut écrire :

$$\sigma_v = 2070 \cdot \varepsilon_v^{0,038} - 400 \cdot \exp\left[-\frac{\varepsilon_v}{0,00625}\right] \quad (192)$$

qui est identique à la **relation (183)**. En effet, je rappelle les valeurs des coefficients, 367 et 0,0066 obtenus avec cette relation et qui sont à comparer aux valeurs de 400 et 0,00625 trouvées ici.

A la vue de ces résultats, il nous semble plus judicieux d'écrire la loi de Ludwигson sous une forme plus générale reprise par la **relation (183)** laissant ainsi la liberté au coefficient de l'exponentielle d'être positif ou négatif selon le cas.

En conclusion, nous venons de voir que plusieurs relations peuvent être comparées et donner des résultats différents selon la manière dont on les utilise. Le choix de l'une ou l'autre de ces relations se justifie à posteriori par le phénomène que l'on cherche à étudier. En effet, les modèles

mathématiques présentés ne cherchent qu'à décrire une évolution de la contrainte en fonction d'une déformation dans le domaine plastique, à charge ensuite à l'utilisateur de considérer tel ou tel paramètre de lissage pour caractériser au mieux le comportement du matériau. Il est vrai aussi que le choix va aller vers la relation contenant le moins de paramètres de lissage comme c'est le cas dans les relations d'Hollomon ou de Voce.

Dans ce qui suit pour l'étude du phénomène de décarburation, il nous paraît opportun d'étudier les paramètres de la loi d'Hollomon en considérant la déformation plastique d'une part et la déformation totale d'autre part en tenant compte de modifications qu'on lui a apporté. Ensuite, nous utiliserons la relation de Voce qui ne fait intervenir qu'un seul paramètre appelé déformation caractéristique par l'auteur.

F.2 Influence de la décarburation sur les propriétés de traction.

Des essais de traction ont été réalisés sur les éprouvettes décarburées trempées. Les courbes conventionnelles de traction sont rassemblées sur la **figure 120**.

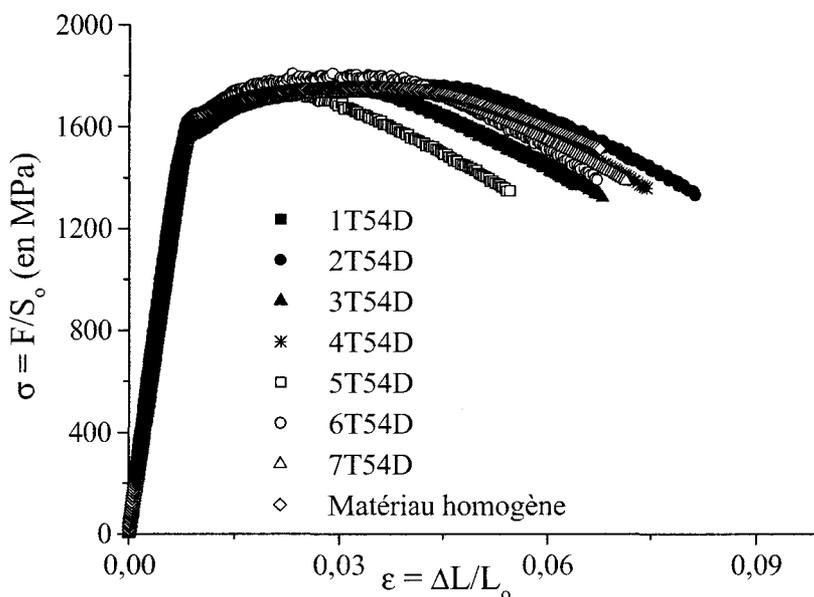


Figure 120. Courbes conventionnelles de traction de l'acier à ressort 54SiCrV6 en fonction des différents traitements thermiques de décarburation.

De manière générale et à cette échelle d'observation, les courbes se superposent dans le domaine élastique. Des différences visibles interviennent surtout dans le domaine de striction. Pour ce qui nous intéresse, c'est à dire le domaine plastique, aucune différence significative n'est visible sur ces courbes. Pour ce qui concerne les caractéristiques conventionnelles, nous les avons rassemblées dans le **tableau 39** en fonction de leur niveau de décarburation. Nous rappelons ici que, plus le numéro de référence est élevé, moins la décarburation est prononcée. Dans ces conditions, l'échantillon référencé 7 est le plus comparable au matériau homogène.

	E (GPa)	Re (MPa)	R_m (MPa)	ε_p	A% (%)	Z% (%)	W (Pa)
1T54D	204,5	1562	1738	0,0075	6,69	66,0	5,96
2T54D	215,3	1584	1768	0,007	8,10	63,9	5,83
3T54D	209,3	1551	1751	0,0073	6,80	69,1	5,75
4T54D	208,3	1568	1791	0,0074	7,44	68,0	5,90
5T54D	205,4	1569	1719	0,0074	5,44	66,2	6,00
6T54D	207,2	1587	1782	0,0076	6,72	57,2	6,08
7T54D	198,8	1567	1742	0,0077	7,14	64,8	6,18
Sain	201,5	1636	1755	0,0081	7,29	66,4	6,64
Moyenne	206,3	1578	1756	0,0075	6,95	65,2	6,04
Ecart-type	5	26	24	0,0003	0,77	3,6	0,22

Tableau 39. *Tableau récapitulatif des propriétés mécaniques de traction déduites des courbes conventionnelles de traction.*

La **figure 120** présente des courbes de traction dont l'allure générale est celle des matériaux élastoplastique. L'analyse des propriétés mécaniques relatives au domaine élastique collectées dans le **tableau 39** montre que les valeurs des modules d'élasticité et de la limite élastique sont suffisamment proches pour être considérées indépendantes du niveau de décarburation. Ainsi, le module d'élasticité moyen est égal à 206 GPa environ avec une erreur de 2 % et la limite élastique moyenne est de 1578 MPa avec une erreur inférieure à 2 %. Il en est de même pour les valeurs de la résistance maximum qui est proche de 1755 MPa en valeur moyenne. Rappelons que la valeur du module d'élasticité trouvé en indentation instrumentée est de 213,6 GPa, proche de la valeur obtenue par traction. Pour ce qui concerne le domaine plastique, on peut s'interroger sur les variations éventuelles. Nous verrons dans la suite que certaines des lois plastiques sont suffisamment sensibles pour mettre en évidence une dépendance des paramètres avec le niveau de décarburation. Pour terminer avec les paramètres conventionnels, on peut noter une variation très faible de la résilience qui semble augmenter lorsque le matériau devient de plus en plus homogène. Mais globalement rien de très significatif sur l'ensemble de ces paramètres ne permet de dégager une quelconque tendance de l'influence de la décarburation.

Nous nous sommes donc intéresser plus particulièrement aux modes de déformation plastique en reprenant les lois que nous avons sélectionnées précédemment. Nous n'avons pas repris toutes les courbes dans ce chapitre pour ne pas alourdir inutilement le document mais elles ont la même forme générale que celles présentées dans la partie précédente. Le **tableau 40** reprend

l'ensemble des valeurs des paramètres de lissage pour chaque modèle testé et pour chaque échantillon.

Loi de Hollomon : $\sigma_{vp} = K_H \cdot \varepsilon_{vp}^{n_H}$ (déformation plastique)								
Paramètres	1T54D	2T54D	3T54D	4T54D	5T54D	6T54D	7T54D	Mat Réf
K_H	2159	2155	2177	2243	2117	2201	2117	2095
n_H	0,048	0,045	0,049	0,051	0,045	0,048	0,044	0,038

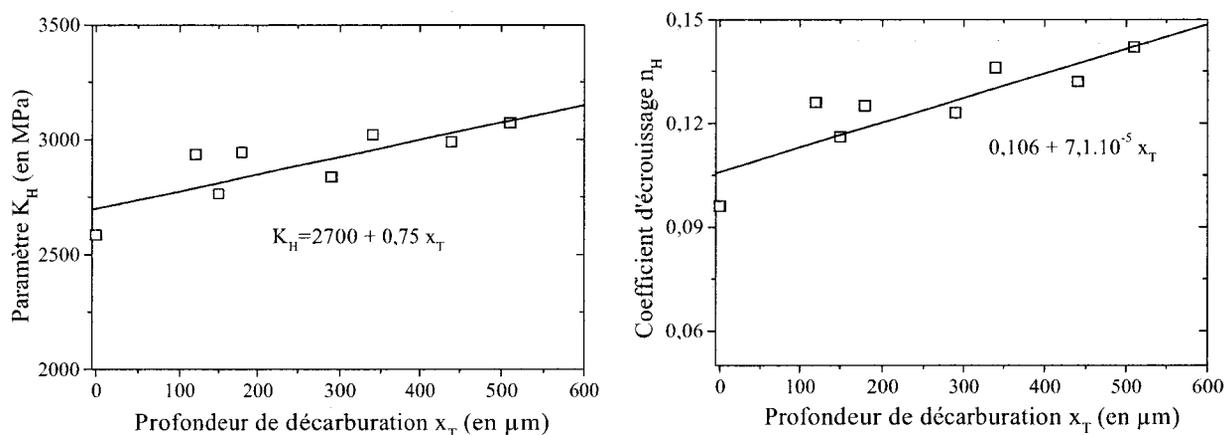
<u>Loi 1</u> de Hollomon modifiée : $\sigma_v = K_H \cdot \varepsilon_v^{n_H} - K_{c1} \exp\left[1 - \frac{\varepsilon_v}{\varepsilon_{c1}}\right]$ (déformation totale)								
Paramètres	1T54D	2T54D	3T54D	4T54D	5T54D	6T54D	7T54D	Mat Réf
K_H	2130	2130	2149	2209	2101	2171	2092	2070
n_H	0,048	0,045	0,049	0,051	0,045	0,048	0,044	0,038
K_{c1}	451	457	429	545	323	417	397	367
ε_{c1}	0,0066	0,0064	0,0064	0,0058	0,0082	0,0067	0,0066	0,0066

<u>Loi 2</u> de Hollomon modifiée : $\sigma_v = K_H \cdot \varepsilon_v^{n_H} + K_{c2} \cdot \left[1 - \frac{\varepsilon_v}{\varepsilon_{c2}}\right]$ (déformation totale)								
Paramètres	1T54D	2T54D	3T54D	4T54D	5T54D	6T54D	7T54D	Mat Réf
K_H	3073	2990	3022	2945	2839	2936	2764	2585
n_H	0,142	0,132	0,136	0,125	0,123	0,126	0,116	0,096
K_{c2}	87,5	77,7	84,8	75,9	54,5	64,2	64,8	50,0
ε_{c2}	0,016	0,016	0,016	0,017	0,015	0,016	0,017	0,017

Loi de Voce : $\frac{\sigma_M - \sigma_{vp}}{\sigma_M - \sigma_y} = \exp\left[-\frac{\varepsilon_{vp}}{\varepsilon_c}\right]$ (déformation plastique)								
Paramètres	1T54D	2T54D	3T54D	4T54D	5T54D	6T54D	7T54D	Mat Réf
ε_c	0,0094	0,0101	0,0093	0,0088	0,0103	0,0092	0,0101	0,0104

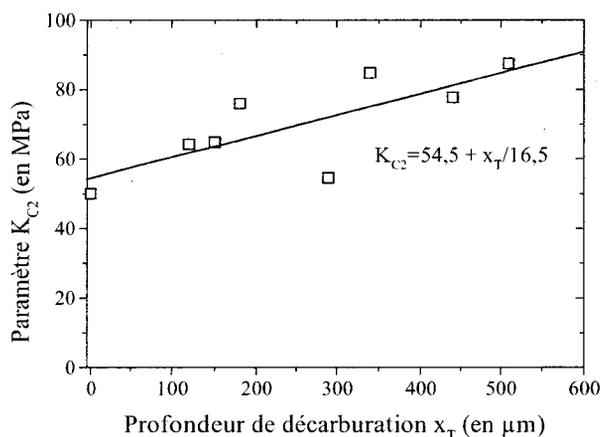
Tableau 40. Valeurs des paramètres de lissage de la loi d'Hollomon modifiée ou non et de la loi de Voce pour chaque échantillon.

Pour étudier la sensibilité d'un modèle au phénomène de décarburation, il convient de représenter l'évolution de chacun des paramètres en fonction d'un terme lié à la profondeur de décarburation. Mais une lecture attentive du **tableau 40** montre que les modèles représentant le comportement du matériau sur la zone de déformation entière plastique ne sont pas pertinents puisque les paramètres sont relativement constants. Il s'agit de la loi d'Hollomon, de la loi 1 de Hollomon modifiée et de la loi de Voce qui tous cependant représentent correctement l'ensemble des points expérimentaux avec les mêmes coefficients. Pour la loi 2 de Hollomon modifiée, le premier terme représente la première partie de la déformation plastique et le second la déviation par rapport à cette première partie. Nous allons nous intéresser plus à cette relation qui semble plus sensible à l'effet de la décarburation. Pour cela, nous représentons sur la **figure 121** l'évolution des paramètres de la loi 2 de Hollomon modifiée en fonction de la profondeur de décarburation.



(a) Paramètre K_H .

(b) Paramètre n_H .



(a) Paramètre K_{C2} .

Figure 121. Paramètres K_H , n_H et K_{C2} de la loi 2 de Hollomon modifiée en fonction de la profondeur totale de décarburation estimée à partir des profils de dureté.

Pour les trois paramètres considérés, le quatrième restant constant et voisin de 0,016, la tendance est à l'accroissement lorsque la profondeur totale de décarburation augmente. Cela se traduit de manière schématique par une modification de la forme des courbes comme l'indique la **figure 122**.

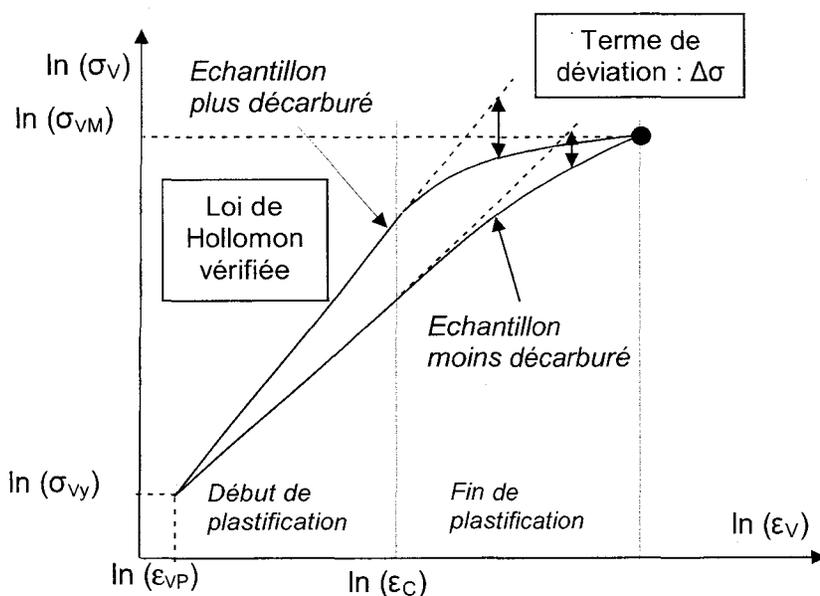


Figure 122. Schéma expliquant le déplacement des courbes de plastification en fonction de l'évolution des paramètres de la loi et donc du niveau de décarburation.

La tendance observée ici est finalement assez surprenante dans le sens où plus le matériau est décarburé dans sa zone superficielle, plus le niveau de contrainte dans le domaine plastique est élevé pour un niveau de déformation identique. Il faut ajouter cependant que les valeurs de la contrainte vraie au début et en fin de plastification sont les mêmes indépendamment de la décarburation. Il s'agit d'un phénomène localisé où le mouvement des dislocations est lié à la fois à la quantité de carbone qui joue autant de points d'ancrage et lié aussi à une modification de la structure (martensite moins chargée en carbone). Il est cependant délicat d'expliquer plus en détail le processus de plastification en l'absence d'informations précises sur le réseau de dislocations.

Conclusion Générale.

L'objectif de cette étude est la caractérisation de la décarburation et, plus précisément, la détermination de la profondeur totale de décarburation. Les outils mis en œuvre sont essentiellement l'observation optique et l'indentation. L'analyse bibliographique sur ce sujet a montré la complémentarité de ces deux techniques qui sont les méthodes préconisées par la norme ISO 3887 relative à la caractérisation de ce phénomène. L'analyse des aciers décarburés, en atmosphère contrôlé ou non, a quant à elle très bien montré les limites de l'observation optique sur la mesure de la profondeur. C'est pourquoi nous avons principalement axé notre étude sur les différentes possibilités d'analyse que fournit l'indentation. Dans ce vaste champ d'application, trois grandes approches ont été retenues. Il s'agit de l'établissement du profil de dureté à partir d'essais d'indentation conventionnelle sur une section droite de l'échantillon. La deuxième approche consiste à construire ce profil de dureté par d'essais d'indentation conventionnelle réalisés perpendiculairement à la surface modifiée. Enfin, la troisième approche s'appuie sur le développement récent de l'indentation instrumentée qui permet d'obtenir un grand nombre d'informations à partir d'une seule courbe charge-déplacement. Dans chacune de ces approches, nous avons toujours eu comme objectif la détermination de la profondeur totale de décarburation à l'aide de modèles mathématiques simples. Dans ce qui suit, nous reprenons chacune d'entre-elles pour montrer l'essentiel des travaux réalisés :

- 1) Pour établir le profil de dureté, nous avons montré qu'il était possible de le faire à partir des lois disponibles dans la bibliographie. Ces lois concernent d'une part la connaissance de la concentration en carbone en tout point de la pièce à partir des lois classiques de Fick sur la diffusion et d'autre part les relations entre la dureté des phases présentes et la composition du matériau de base. Dans le cas où les conditions de la diffusion sont parfaitement connues, c'est-à-dire température du traitement, durée et nature du milieu, le modèle ainsi construit permet de représenter très correctement l'évolution des points expérimentaux. Il n'en est pas toujours de même en l'absence de ces informations. Cependant, même dans ces conditions plus difficiles, le modèle permet de remonter à des valeurs utiles comme la concentration en carbone à la surface. Ces relations sont complexes à utiliser du fait des nombreux paramètres pris en compte. C'est pourquoi nous avons utilisé une loi dite exponentielle pour représenter l'allure des évolutions de la dureté. Cette loi est très intéressante malgré son caractère descriptif et non prédictif. En effet, elle permet de représenter le profil de dureté uniquement à partir des duretés de surface et à cœur, généralement connues ou facilement accessibles, et d'un seul paramètre de lissage qui est ensuite utilisé pour la caractérisation de la décarburation. A ce stade de l'étude, le facteur introduit dans la loi exponentielle permet d'estimer sans erreur de l'opérateur la profondeur

totale de décarburation avec une très bonne représentativité.

- 2) La connaissance de cette loi exponentielle nous a permis de proposer un modèle bâti sur des indentations conventionnelles prises perpendiculairement à la surface décarburrée. Ce modèle permet de construire le profil de dureté dans une section de la pièce sans nécessiter de préparation spécifique de celle-ci. Ce modèle bien que très prometteur reste compliqué à utiliser du fait que le paramètre à déterminer se trouve sous plusieurs formes dans une même relation. Cela impose le développement de petits programmes de calcul pour trouver la valeur de ce coefficient point par point ou par lissage de l'ensemble des points expérimentaux. La première méthode a été appliquée avec succès. Dans l'objectif de déterminer un critère de décarburation, nous avons montré qu'il n'était pas forcément indispensable de connaître le profil de dureté. En effet, nous proposons de calculer la variation relative de la dureté entre les duretés de surface et à cœur puis de la représenter en fonction de la profondeur atteinte par l'indentation par une relation de type exponentielle ou inverse. Le paramètre unique qui découle de ces représentations peut servir pour caractériser la décarburation et établir un critère. Nous n'avons pas poussé plus loin cette étude car il nous semblait plus judicieux de développer l'analyse d'une courbe complète charge-déplacement obtenue par indentation instrumentée.

- 3) L'indentation instrumentée est assez récente comparée à l'indentation conventionnelle. C'est pourquoi sur un matériau connu nous avons voulu bien poser les bases de l'analyse des courbes obtenues par chargement et déchargement de l'indenteur. Nous avons ainsi confirmé l'utilisation des coefficients pertinents d'Oliver et Pharr et de Hays dans l'expression de la rigidité de contact donnant la compliance et le module d'élasticité du matériau. Nous avons aussi justifié la prise en compte du défaut de la pointe de l'indenteur dans cette relation par l'analyse de l'effet de taille en indentation. Pour comparer les duretés instrumentées et conventionnelles faites avec un temps de maintien à la charge d'indentation maximum, nous avons développé un modèle rhéologique simple qui, comparativement à ceux disponibles dans la bibliographie, permet de relier les coefficients élastiques du ressort et de viscosité des amortisseurs à des propriétés du couple matériau/indenteur. Ce modèle permet de connaître, en tout point du chargement, l'accroissement de profondeur d'empreinte qui serait due à un maintien de la charge donnée. A partir de ces nouveaux développements, nous proposons de calculer la dureté Martens (comparable à la dureté Vickers) à partir d'une profondeur corrigée tenant compte de la compliance de l'instrument, du fluage par application de la charge pendant 15 secondes et du défaut de l'indenteur. Cette base de calcul validée avec des mesures de dureté Vickers conventionnelle sert à l'analyse des échantillons décarburrés. Ainsi, nous mettons bien en évidence que la décarburation se traduit logiquement par une augmentation de la valeur de la dureté lorsque la profondeur d'empreinte augmente. Il faut

cependant être prudent sur les premiers microns de l'indentation où l'effet de taille est très marqué. Nous avons dans notre cas défini les limites d'application d'un modèle linéaire qui permet par extrapolation à une profondeur nulle de retrouver la dureté en surface et par extrapolation où la dureté mesurée est égale à la dureté du matériau non décarburé de calculer une profondeur critique. Cette profondeur critique est ensuite reliée à la profondeur totale de décarburation par un facteur de proportionnalité.

Finalement, nous proposons différentes manières d'accéder à la profondeur totale de décarburation en allant de méthodes longues à une méthode beaucoup plus rapide puisqu'elle ne nécessite qu'une seule mesure par indentation instrumentée. Même si cette dernière méthode est très rapide, elle est difficilement utilisable dans une chaîne de production pour un contrôle en continu. C'est d'ailleurs pourquoi nous avons analysé les mêmes échantillons par courants de Foucault. Les résultats obtenus sont très encourageants puisque nous avons pu établir un modèle de calcul de la profondeur totale de décarburation en s'appuyant uniquement sur la connaissance du module du signal de sortie analysé en termes d'harmoniques. Ce calcul très rapide doit être transposable dans un contrôle en continu moyennant quelques ajustements en fonction de la nature du matériau et de la forme de la pièce à analyser.

Pour terminer ce travail de recherche, nous avons voulu étudier l'influence de la décarburation sur les propriétés mécaniques de traction. La diversité des relations pour décrire l'évolution de la contrainte dans le domaine plastique nous a demandé un effort de clarification. Finalement, il est possible d'utiliser différents types de relations en partant de celle d'Hollomon, sans doute la plus connue, à celle de Voce en passant par des adaptations nécessaires que nous proposons en fonction du type de déformation considérée, plastique ou totale. Nous montrons aussi que certaines de ces lois sont plus pertinentes que d'autres car elles sont plus sensibles pour décrire le phénomène de décarburation qui reste malgré tout localisé sur quelques centaines de microns à la surface du matériau.

Ce travail ouvre d'autres perspectives d'études en indentation comme l'indentation instrumentée utilisant une bille. Comme nous l'avons signalé dans la partie bibliographique, des méthodes inverses sont disponibles pour faire le lien entre la courbe d'indentation et la courbe de traction. Les premiers essais que nous avons obtenu, et qui ne sont pas présentés ici, sur l'analyse par éléments finis d'une courbe d'indentation obtenue avec un indenteur bille sur le matériau homogène se sont révélés très encourageants et mériteraient d'être poursuivis dans le cas des matériaux modifiés superficiellement. Mais là encore, il faut être prudent quant aux hypothèses posées. Par exemple, la bille en carbure doit être absolument considérée comme déformable si on veut coller au mieux aux résultats expérimentaux. Il est malgré tout concevable que l'apport des éléments finis se traduirait par une meilleure compréhension du comportement en indentation et

sans doute par une meilleure précision des résultats obtenus.

Une autre voie de recherche est l'étude du comportement en fatigue des ressorts décarburés à partir de la connaissance rendue maintenant plus précise des niveaux de décarburation. Cette étude pourrait englober le suivi par diffraction des rayons X des microdéformations et/ou des contraintes résiduelles de surface en fonction du nombre de cycles de sollicitation. Il nous semble intéressant dans un premier temps d'étudier les microdéformations qui sont reliées au réseau de dislocations. En effet, nous avons vu dans l'étude de la plastification par traction que le niveau de décarburation conduisait à une modification du comportement plastique. Ce travail est d'ailleurs prévu au laboratoire et devrait occuper, je pense pour un certain temps, un autre chercheur.

Bibliographie.

- [1] M. Gerl. **Phénomènes de transport**. *Techniques de l'Ingénieur*, Volume A, Art.247. 1976.
- [2] Roy, I. Manna. **Mathematical modelling of localized melting around graphite nodules during laser surface hardening of austempered ductile iron**. *Optics and Lasers in Engineering*, Volume 34 (2000) 369-383.
- [3] E. Gamsjager, T. Antretter, C. Schmaranzer, W. Preis, C.M. Chimani, N.K. Simha, J. Svoboda, F.D. Fischer. **Diffusional phase transformation and deformation in steels**. *Computational Materials Science*, Volume 25 (2002) 92-99.
- [4] Y.J. Lan, D.Z. Li, Y.Y. Li. **Modelling austenite decomposition into ferrite at different cooling rate in low-carbon steel with cellular automaton method**. *Acta Materiala*, Volume 52 (2004) 1721-1729.
- [5] M. Kumar, R. Sasikumar, P. Kesavan Nair. **Competition between nucleation and early growth of ferrite from austenite - Studies using cellular automaton simulations**. *Acta Materiala*, Volume 46, Issue 17 (1998) 6291-6303.
- [6] I.S. Golovin, J.O. Nilsson, G.V. Serhantova, S.A. Golovin. **Anelastic effects connected with isothermal martensitic transformations in 24Ni4Mo austenitic and 12Cr9Ni4Mo maraging steels**. *Journal of alloys and Compounds*, Volume 310 (2000) 411-417.
- [7] V. Lanteri, J. Metivier. **La décarburation : principe de base et rôle des éléments d'addition ou impuretés**. *Rapport Interne ARA* (1992).
- [8] P. Arnaud. **Oxydation et décarburation des aciers pour ressorts au cours du cycle de fabrication**. *Revue de Métallurgie*, CIT (juin 1981) 539-547.
- [9] D. Chicot, D. Mercier, F. Roudet, K. Silva, M.H. Staia, J. Lesage. **Comparison of instrumented Knoop and Vickers hardness measurements on various soft materials and hard ceramics**. *Journal of European Ceramics Society*, Volume 27, Issue 4 (2007) 1905-1911.
- [10] L. Ferranti, Jr. , R.W. Armstrong, N.N. Thadhani. **Elastic/plastic deformation behaviour in a continuous ball indentation test**. *Material Science and Engineering*, A371 (2004) 251-255.
- [11] S. Kucharski, Z. Mroz. **Identification of plastic hardening parameters of metals from spherical indentation tests**. *Material Science and Engineering*, A318 (2001) 65-76.
- [12] M. Erdogan, S. Tekely. **The effect of martensite volume fraction and particle size on the tensile properties of surface-carburized AISI 8620 steel with dual-phase core microstructure**. *Materials Characterization*, Volume 49, Issue 5 (2002) 445-454.
- [13] K.W. Andrew. **Empirical formulae for the calculations of some transformations temperatures**. *Journal of Iron Steel Institute*, Volume 203 (1965) 721-727.
- [14] G. Murry. **Transformations dans les aciers**. *Techniques de l'Ingénieur*, Volume M1, Art.115. 1998.
- [15] W. Steven, A.G. Haynes. **The temperature of formation of martensite and bainite in low-alloy steels. Some effects of chemical composition**. *Journal of Iron Steel Institute*, Volume 183 (1956) 349-359.
- [16] G. Parrish. **The influence of the microstructure on the properties of case-carburized components**. A.S.M., Metals Park, Ohio (1980).
- [17] G. Parrish, G.S. Harper. **Production gas carburizing**, Pergamon Press, New York (1985).

- [18] J. Lesage. **Propriétés mécaniques et microstructurales des aciers carbonitrurés.** HDR Université des Sciences et Technologies de Lille, 1990.
- [19] D.P Koistinen, R.E Marburger. **A general equation prescribing the extent of the austenite martensite transformation in pure iron, carbon alloys and plain carbon steels.** *Acta Metallurgica*, Volume 7 (1959) 58-59.
- [20] M.C. Van Bohemen, J. Stietsma, M.J.M Hermans, I.M. Richardson. **Kinetics of the martensite transformation in low-alloy steel studied by means of acoustic emission.** *Acta Materiala*, Volume 51, Issue 14 (2003) 4183-4196.
- [21] K. Hashiguchi, J.S. Kirkaldy, T. Fukuzumi, V. Pavaskar. **Prediction of the equilibrium, paraequilibrium and no-partition local equilibrium phase diagrams for multicomponent Fe-C base alloys.** *Calphad*, Volume 8, Issue 2 (1984) 173-186.
- [22] G. Krauss. **Martensite in steels : strength and structure,** *Materials Sciences and Engineering*, Volumes 273-275 (1999) 40-57.
- [23] A. Constant, G. Henry. **Les principes de base du traitement thermique des aciers- Transformations au revenu et évolution des propriétés mécaniques en cours de revenu.** *Revue Traitement Thermique*, Volumes 173-83 (1983) 47-54.
- [24] R.W.K. Honeycombe, H.K.D. Bhadeshia. **Steels: microstructure and properties** (2nd edition), Edward Arnold, London (1995).
- [25] W.J. Nam, C.S. Lee, D.Y. Ban. **Effects of alloy additions and tempering temperature on the sag resistance of Si-Cr spring steels.** *Materials Science and Engineering*, A289 (2000) 8-17.
- [26] R. Blondeau, Ph. Maynier, J. Dollet. **Révision de la dureté et de la résistance des aciers au carbone et faiblement alliés d'après leur structure et leur composition.** *Traitement Thermique*, Volumes 83-74 (1973) 33-40.
- [27] J. Chmiela, D. Slota, J. Cybo. **Logistic description of alloy hardness profile,** *Materials Characterization*, Volume 46 (2001) 169-173.
- [28] W.C. Oliver, G.M. Pharr. **An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments.** *Journal of Materials Research*, Volume 7, n°6 (1992) 1564-1583.
- [29] D. Tabor. **Hardness of Metals**, Oxford London (1951).
- [30] L. Prantl, *Nachr. Ges. Wiss., Gottingen, Math. Phys.* Volume K1 (1920) 74.
- [31] R. Hill, E.H. Lee, S.J. Tupper. **A method of numerical analysis of plastic flow in plane strain and its application to the compression of a ductile material between rough plates.** *Transaction ASME, Journal of Applied Mechanics*, Volume 18 (1951) 46-52.
- [32] F.J. Locket. **Indentation of a rigid-plastic material by a conical indenter.** *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, Volume 11 (1963) 345-355.
- [33] R.T. Shield. **On plastic flow of metals under conditions of axial symmetry.** *Proceeding of the Royal Society*, Volume A233 (1955) 267-285.
- [34] A. Ishlinsky. **The axi-symmetrical problem in plasticity and the Brinell plasticity.** *Journal of Applied Mathematics and Mechanics*, Volume 8 (1944) 233-244.
- [35] R.F. Bishop, R. Hill, N.F. Mott. **The theory of indentation and hardness tests.** *Proceeding of Physics Society*, Volume 57 (1945) 147-159.

- [36] D.M. Marsh. **Plastic flow in glass.** *Proceeding of Royal Society*, Volume A279 (1964) 420-435.
- [37] K.L. Johnson. **The correlation of indentation experiments.** *Journal of Mechanics and Physics of Solids*, Volume 18 (1970) 115-126.
- [38] P. Montmitonnet, M.L. Edlinger, E. Felder. **Finite element analysis of elastoplastic indentation : Part I – Homogenous Media.** *Journal of Tribology transaction ASME*, Volume 115 (1993) 10-14.
- [39] A.F. Bower, N.A. Fleck, A. Needleamn, N. Ogbonna. **Indentation of a power law creeping solid.** *Proceeding of Royal Society*, Volume A441 (1963) 97-127.
- [40] M.E. Stevenson, M. Kaji, R.C. Bradt. **Microhardness anisotropy and the indentation size effect on the basal plane of single crystal hematite.** *Journal of the European Ceramic Society*, Volume 22 (2002) 1137-1148.
- [41] A.E. Giannakopoulos, S. Suresh. **Determination of elastoplastic properties by instrumented indentation.** *Scripta Materiala*, Volume 40 (1998) 1191-1198.
- [42] H. Wang, H. Bongaert. **Three dimensionnal finite element simulation of Vickers indentation on coated systems.** *Material Science Engineering*, A163 (1993) 43-50.
- [43] J.M. Olaf. **Finite element analysis of indentation experiments.** *Proceeding of First International Conference on Contact Mechanics* (1993) 69-76.
- [44] A.E. Giannakopoulos, P.L. Larsson, R. Vestergaard. **Analysis of Vickers indentation.** *International Journal of Solids and Structures*. Volume 31, issue 19 (1993) 2679-2708.
- [45] P.L. Larsson, A.E. Giannakopoulos. E. Söderland. D.J. Rowcliff, R. Vestergaard. **Analysis of Berkovitch indentation.** *International Journal of Solids and Structures*, Volume 33, issue 2 (1996) 221-248.
- [46] W.C. Oliver, R. Hutchings, J.B. Pethica. **Microindentation techniques in materials science and engineering.** *ASTM*, Philadelphia (1986) 90-108.
- [47] M.F. Doerner, W.D. Nix. **A method for interpreting the data from depth-sensing indentation instrument.** *Journal of Material Research*, Volume 1, Issue 4 (1986) 601-609.
- [48] K.K. Tho, S.Swaddiwudhipong, Z.S. Liu, K. Zeng. **Simulation of instrumented indentation and material characterization.** *Journal of Materials Science and Engineering*, A390 (2005) 202-209.
- [49] W.C. Oliver, G.M. Pharr. **Measurement of hardness and elastic modulus by instrumented indentation: Advances in understanding and refinements to methodology.** *Journal of Material Research*, Volume 19, Issue 1 (2004) 3-20.
- [50] I.N. Sneddon. **The relation between load and penetration in the axisymmetric Boussinesq problem for a punch of arbitrary profile.** *International Journal of Engineering Science*, Volume 3 (1965) 47-57.
- [51] Y. Cheng, C. Cheng. **What is indentation hardness?** *Surface and Coating Technology*, Volumes 133-134 (2000) 417-427.
- [52] A.C. Fisher-Cripps. **Critical review of analysis and interpretation of nanoindentation test data.** *Surface and Coatings Technology*, Volume 200 (2006) 4153.
- [53] S.I. Bulychev, V.P. Alekhin, M.Kh. Shorshorov, A.P. Ternovskij, G.D. Shnyrev. **Determining Young's modulus from the indenter penetration diagram.** *Zavod. Lab.*, Volume 39 (1973) 1137-1142.

- [54] H. Hertz. **On the contact of elastic solids.** *Miscellaneous Papers, Macmillan, London* Chapter 5 (1896) 146–183.
- [55] R.B. King. **Elastic analysis of some punch problems for layered medium.** *International Journal of Solids and Structures.* Volume 23, n°12 (1987) 1657-1664.
- [56] M. Dao, N. Chollacoop, K.J. Van Vliet, T.A. Venkatesh, S. Suresh. **Computational modelling of the forward reverse problems in instrumented sharp indentation,** *Acta Materialia,* Volume 49, Issue 19 (2001) 3899–3918.
- [57] J.M. Antunes, L.F. Menezes, J.V. Fernandes. **Three-dimensional numerical simulation of Vickers indentation tests,** *International Journal of Solids and Structures,* Volume 43, Issues 3-4 (2006) 784–806.
- [58] G.M. Pharr, W.C. Oliver, F.R. Brotzen. **On the generality of the relationship between contact stiffness, contact area and elastic modulus during indentation.** *Journal of Material Research,* Volume 7, n°3 (1992) 613-617.
- [59] J.C. Hay, A. Bolshakov, G.M. Pharr. **Critical examination of the fundamental relations used in the analysis of nanoindentation data.** *Journal of Material Research,* Volume 14 (1999) 2296.
- [60] R.G. Veprék, D.M. Parks, A.S. Argon, S. Veprék. **Non-linear finite element constitutive modeling of mechanical properties of hard and superhard materials studied by indentation.** *Materials Science and Engineering: A,* Volume 422, Issues 1-2 (2006) 205-217.
- [61] M. Troyon, L. Huang, **Comparison of different analysis methods in nanoindentation and influence on the correction factor for contact area.** *Surface and Coatings Technology,* Volume 201, Issues 3-4 (2006) 1613-1619.
- [62] J.L. Meneve, J.F. Smith, N.M. Jennett, S.R.J. Saunders. **Surface mechanical property testing by depth sensing indentation.** *Applied Surface Science,* Volumes 100-101 (1996) 64-68.
- [63] K. Herrmann, N. M. Jennett, W. Wegener, J. Meneve, K. Hasche, R. Seemann. **Progress in determination of the area function of indenters used for nanoindentation.** *Thin Solid Films,* Volumes 377-378 (2000) 394-400.
- [64] J. Woïgard, J-C. Dargentou, C. Tromas, V. Audurier. **A new technology for nanohardness measurements: principle and applications.** *Surface and Coatings Technology,* Volumes 100-101 (1998) 103-109.
- [65] C.M. Segedin. **The relation between load and penetration for a spherical punch.** *Mathematika 4,* Volume 25 (1957) 156–161.
- [66] H. Li, and A.H.W. Ngan. **Indentation size effects on the strain rate sensitivity of nanocrystalline Ni–25at.%Al thin films.** *Scripta Materialia,* Volume 52 (2005) 827.
- [67] P. Lemoine, J.P. Quinn, P. Maguire, P. Papakonstantinou, N. Dougan. **Rheological analysis of creep in hydrogenated amorphous carbon films.** *Thin Solid Films,* Volume 514, Issues 1-2 (2006) 223-230.
- [68] J. C. Sánchez-López, C. Donnet, J. L. Loubet, M. Belin, A. Grill, V. Patel, C. Jahnes **Tribological and mechanical properties of diamond-like carbon prepared by high-density plasma** *Diamond and Related Materials.* Volume 10, Issues 3-7 (2001) 1063-1069.
- [69] S.P. Wen, F. Zeng, Y. Gao, F. Pan. **Indentation creep behavior of nano-scale Ag/Co multilayers.** *Scripta Materialia.* Volume 55, Issue 2 (2006) 187-190.

- [70] P.M. Sargent, M.F. Ashby. **Indentation creep**. *Material Science and Technology*, Volume 8 (1992) 594-601.
- [71] M.Vandamme, F.J. Ulm. **Viscoelastic solutions for conical indentation**. *International Journal of Solids and Structures*, Volume 43, Issue 10 (2006) 3142-3165.
- [72] J. Shen, D.J. Green, R.E. Tressler, D.L. Shelleman. **Stress relaxation of a soda lime silicate glass below the glass transition temperature**. *Journal of Non-Crystallographic Solid*, Volume 324 (2003) 277-288.
- [73] L. Anand, N.M. Ames. **On modeling the micro-indentation response of an amorphous polymer**. *International Journal of Plasticity*, Volume 22 (2006) 1123-1170.
- [74] X. Li, B. Bhushan. **A review of nanoindentation continuous stiffness measurement technique and its applications**. *Material Characterisation*, Volume 48 (2002) 11-36.
- [75] A. C. Fischer-Cripps. **A simple phenomenological approach to nanoindentation creep**. *Material Science and Engineering*, A385 (2004) 74-82.
- [76] G. Kermouche, J.L. Loubet, J.M. Bergheau. **Cone indentation of time-dependent materials: The effects of the indentation strain rate**. *Mechanics of Materials*, Volume 39, Issue 1 (2007) 24-38.
- [77] J. Lemaitre, J.L. Chaboche. **Mechanics of Materials**. Cambridge University Press, Cambridge (1994).
- [78] A.C. Fischer-Cripps, P. Karvanková, S. Vepřek. **On the measurement of hardness of super-hard coatings**. *Surface and Coatings Technology*, Volume 200 (2006) 5645-5654.
- [79] A. Krell, S. Schädlich. **Depth sensing hardness in sapphire and in sintered sub- μm alumina**. *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials*, Volume 19 (2001) 237-243.
- [80] H. Bückle, J.H. Westbrook, H. Conrad. **The Science of Hardness Testing and Its Research Applications**. ASME, Metal Park, OH, (1973) 199.
- [81] H. Bückle. *Metallurgical Review*, Volume 4 (1950) 13.
- [82] A. Pertuz. **L'indentation Vickers et Knoop des matériaux massifs ou revêtus : dureté, ténacité et adhérence**. *Thèse de doctorat de l'Université des Sciences et technologie de Lille*, Décembre 2003.
- [83] A.L. Norbury, T. Samuel. **The recovery and sinking-in or pilling-up of material in the brinell test and the effect of these factors on the correlation of the brinell with certain other hardness tests**. *Journal of Iron Steel Institute*, Volume 117 (1928) 673-687.
- [84] R. Hill, B. Storackers, A.B. Zdunek. **A theoretical study of the Brinell hardness test**. *Proceedings of Royal Society*, Volume A423 (1989) 301-330.
- [85] B. Taljat, T. Zacharia, F. Kosel. **New analytical procedure to determine stress-strain curve from spherical indentation data**. *International Journal of Solids and Structures*, Volume 33, Issue 3 (1998) 4411-4426.
- [86] A. Nayebi. **Caractérisation des aciers nitrurés par indentation continue**. *Thèse de Mécanique de l'Université de Rennes* (2002).
- [87] F. Kick. **Das Gesetz der proportionalen Widerstande und seine Anwendung**. Delidzig, Felix, 1885.
- [88] E. Meyer, *Z. ver. Deutsche Ing.*, Volume 52 (1908) 645-654.
- [89] C. Hays, E.G. Kendall. **Analysis of Knoop hardness**. *Metallurgica*, Volume 6 (1973) 275-282.

- [90] S.J. Bull, T.F. Page, E.H. Yoffe. **An explanation of the identification size effect in ceramics.** *Philosophy Magazine Letter*, Volume 59 (1989) 281-288.
- [91] H. Li, R.C. Bradt. **The microhardness indentation load/size effect in rutile and cassiterite single crystals.** *Journal of Materials Research*, Volume 28 (1993) 917-926.
- [92] W.D. Nix, H. Gao. **Indentation size effects in crystalline materials: A law for strain gradient plasticity.** *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, Volume 46, Issue 3 (1998) 411-425.
- [93] H. Gao, Y., W. D. Nix, J. W. Hutchinson. **Mechanism-based strain gradient plasticity - I. Theory.** *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, Volume 47, Issue 6 (1999) 1239-1263.
- [94] A.C.M. Chong, D.C.C. Lam. **Strain gradient plasticity effect in indentation hardness of polymers.** *Journal of Materials Research*, Volume 14 (1999) 4103-4110.
- [95] D.C.C. Lam, A.C.M Chong. **Effect of cross-link density on strain gradient plasticity in epoxy.** *Materials Science and Engineering*, A281 (2000) 156-161.
- [96] J. Gong, J. Wu, Z. Guan. **Examination of the indentation size effect in low-load Vickers hardness testing of ceramics.** *Journal of the European Ceramic Society*, Volume 19 (1999) 2625-2631.
- [97] J. Gong, Z. Zhao, Z. Guan, H. Miao. **Load-dependence of Knoop hardness of Al₂O₃-TiC composites.** *Journal of the European Ceramic Society*, Volume 20 (2000) 1895-1900.
- [98] J. Gong, Y. Li. **Energy-balance analysis for the size effect in low-load hardness testing.** *Journal of Material Science*, Volume 35 (2000) 209-213.
- [99] J. Gong, J. Wu, Z. Guan. **Analysis of the indentation size effect on the apparent hardness for ceramics.** *Materials Letters*, Volume 38 (1999) 197-201.
- [100] X. Qiu, Y. Huang, W.D. Nix, K.C. Hwang, H. Gao. **Effect of intrinsic lattice resistance in strain gradient plasticity.** *Acta Materiala*, Volume 49 (2001) 3949-3958.
- [101] T.Y. Zhang, W.H. Xu. **Surface effects on nanoindentation.** *Journal of Materials Research*, Volume 17 (2002) 1715-1720.
- [102] T.Y. Zhang, W.H. Xu, M.H. Zhao. **The role of plastic deformation of rough surfaces in the size-dependent hardness.** *Acta Materiala*, Volume 52 (2004) 57-68.
- [103] K. Sangwal, B. Surowska, P. Blaziak. **Analysis of the indentation size effect in the microhardness measurement of some cobalt-based alloys.** *Material Chemistry and Physics*, Volume 77 (2002) 511-520.
- [104] R.K. Abu Al-Rub, G.Z. Voyiadjis. **Analytical and experimental determination of the material intrinsic length scale of strain gradient plasticity theory from micro- and nano-indentation experiments.** *International Journal of Plasticity*, Volume 20 (2004) 1139-1182.
- [105] I. Manika, J. Maniks. **Size effects in micro- and nanoscale indentation.** *Acta Materiala*, Volume 54 (2006) 2049-2056.
- [106] J.H. Hollomon. **Tensile deformation.** *Trans. AIME*, Volume 162 (1945), 268-290.
- [107] J. Lesage, D. Chicot, O. Bartier, M. Zampronio, P.E.V. De Miranda. **Influence de l'hydrogène sur le comportement en traction d'un acier faiblement allié nitruré ioniquement.** *La Revue de Métallurgie - CIT/Science et Génie des Matériaux* (Décembre 1998) 1511-1518.
- [108] H. W. Swift. **Plastic instability under plane stress.** *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, Volume 1, Issue 1 (1952) 1-18.

- [109] P. Ludwig. **Element der Technologischen Mechanik**. Springer, Berlin (1909) 32–44.
- [110] D.C. Ludwigson. **Modified stress–strain relation for fcc metals and alloys**. *Metallurgica Transaction*, Volume 2 (1971) 2825–2828.
- [111] Y. Son, Y.K. Lee, K.T. Lee, K.T. Park, C.H. Lee, D.H. Shin. **Ultrafine grained ferrite-martensite dual phase steels fabricated via equal channel angular pressing: Microstructure and tensile properties**. *Acta Materialia*, Volume 53 (2005) 3125-3134.
- [112] Y.P. Cao, J. Lu. **A new method to extract the elastic properties of metal materials from an instrumented spherical indentation loading curve**. *Scripta Materiala*, Volume 52 (2004) 4023-4032.
- [113] G. Sundararaja, Y. Tirupataiah. **The hardness-flow stress correlation in metallic materials**. *Bulletin of Material Science*, Volume 17, n°6 (1994) 747-770.
- [114] S.D. Mesarovic, N.A. Fleck. **Spherical indentation of elastic-plastic solids**. *Proc. Royal Soc. Lond.* Volume 455 (1999) 2707-2728.
- [115] W.H. Robinson, S.D. Trum. **Stress-strain curve for aluminium from a continuous indentation test**. Volume 12 (1977) 1961-1965.
- [116] B. Taljat, T.Zacharia, F.M. Haggag. **Analysis of ball-indentation load-depth data: Part I. Determining elastic modulus**. *Journal of Material Research*, Volume 12, Issue 4 (1997) 601-609.
- [117] S. Jayaraman, G.T. Hahn, W.C. Oliver, C.A. Rubin, P.C. Bastias. **Determination of monotonic stress-strain curve of hard materials from ultra-low-load indentation tests**. *International Journal of Solids and Structures*, Volume 35, Issues 5-6 (1998) 365-381.
- [118] M. Futakawa, T. Wakui, Y. Tanabe, I. Ioka. **Identification of the constitutive equation by the indentation technique using plural indenters with different apex angles**. *Journal of Material Research*. Volume 16, Issue 8 (2001) 2283-2292.
- [119] S. Kurcharsky, Z. Mroz. **Identification of plastic hardening parameters of metals from spherical indentation tests**. *Materials Science and Engineering*, Volume 318 (2001) 65-76.
- [120] A.E. Giannakopoulos. **Total deformation, plastic-strain contact analysis of macroscopically homogeneous, compositionally graded materials with constant power-law strain hardening**. *Transaction of ASME, Journal of Applied Mechanics*, Volume 64 (1997) 853-860.
- [121] H. Elghazal, G. Lormand, A. Hamel, D. Girodin, A. Vincent. **Microplasticity characteristics obtained through nano-indentation measurements: application to surface hardened steels**. *Materials Science and Engineering*, Volume A303 (2001) 110-1119.
- [122] T. Bell, N.L. Loh. **Fatigue characteristics of plasma nitrided steels three PCT C-Mo steels**. *Journal of Heat Treating*, Volume 2 (1982) 232-237.
- [123] M.J. Gildersleeve. **Relationship between decarburisation and fatigue strength of through hardened and carburising steels**. *Materials Science and Technology*, Volume 7 (1991) 307-310.
- [124] T. Uchimoto, T. Takagi, S. Konoplyuk, T. Abe, H. Huang, M. Kurosawa. **Eddy current evaluation of cast irons for material characterization**, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, Volumes 258-259 (2003) 493-496.
- [125] M.Ph. Papaelias, M. Strangwood, A.J. Peyton, C.L. Davis. **Effect of microstructural variations on smart inductive sensor measurements of phase transformation in steel**. *Scripta Materialia*, Volume 51 (2004) 379-383.

- [126] M. Zergoug, S. Labaili, S. Boudjellal, A. Benchaala. **Relation between microhardness and impedance variations in eddy current testing.** *NDT&E International*, Volume 37 (2004) 65-72.
- [127] M. Wanin. **Evaluation non destructive de la qualité des matériaux.** *Techniques de l'Ingénieur*, Volume M4, Art.130 (2001).
- [128] M. Wanin. **Evaluation non destructive de la qualité des matériaux (Partie 2).** *Techniques de l'Ingénieur*, Volume M4, Art. 131 (2002).
- [129] J. Dumont-Fillon. **Contrôle non destructif (CND),** *Techniques de l'Ingénieur*, Volume R1, Art. 400 (1996).
- [130] J. Hladik. **Calcul tensoriel en physique.** *Edition Masson*, 2nd édition revue et complétée (1995) 182-195.
- [131] H. Klümper-Westkamp, P. Mayr, W.Reimche, K. Feiste, M. Bernard, F.W. Bach. **Non-destructive determination of the carbon content in iron foils. A quality assurance of the gas carburising process.** *International Symposium (NDT-CE 2003).*
- [132] W.J. Nam, C.S. Lee, D.Y. Ban. **Effects of alloy additions and tempering temperature on the sag resistance of Si-Cr spring steels.** *Materials Science and Engineering*, A289 (2000) 8-17.
- [133] E.J. Mittemeijer, H.C.F. Rozendaal. **A rapid method for numerical simulation of Fick's second law where the diffusion coefficient is concentration dependent.** *Scripta Metallurgica*, Volume 10 (1976) 941-943.
- [134] T. Nakamura, Y. Gu. **Identification of elastic-plastic anisotropic parameters using instrumented indentation and inverse analysis.** *Mechanics of Materials*, Volume 39, Issue 4 (2007) 340-356.
- [135] S.P. Wen, F. Zeng, Y. Gao, P. Pan. **Indentation creep behavior of nano-scale Ag/Co multilayers.** *Scripta Materialia*, Volume 55 (2006) 187-190.
- [136] Y.J. Ro, M.R. Begley, R.P. Gangloff, S.R. Agnew. **Effect of aging on scale-dependent plasticity in aluminum alloy 2024.** *Materials Science and Engineering A. Volumes 435-436 (2006)* 333-342.
- [137] H. Louche, P. Vacher, R. Arrieux. **Prediction of shear localization during large deformation of a continuous cast Al-Mg sheet.** *Materials Science and Engineering A*, Volume 394, Issues 1-2 (2005) 192-203.
- [138] X. Duan, M. Jain, D. Metzger, J. Kang, D.S. Wilkinson and J.D. Embury. **Thermal observations associated with the Portevin-Le Châtelier effect in an Al-Mg alloy.** *Materials Science and Engineering: A*, Volume 404, Issues 1-2 (2005) 188-196.
- [139] D.V.V. Satyanarayana, G. Malakondaiah, D.S. Sarma. **Analysis of flow behaviour of an aluminium containing austenitic steel.** *Materials Science and Engineering: A*, In Press, Corrected Proof, Available online (2006).
- [140] Sushanta Kumar Panda, D. Ravi Kumar, Harish Kumar, A.K. Nath. **Characterization of tensile properties of tailor welded IF steel sheets and their formability in stretch forming.** *Journal of Materials Processing Technology*, In Press, Corrected Proof, Available online (2006).
- [141] E. Voce. **The relationship between stress and strain for homogeneous deformation.** *J. Inst. Met.* Volume 74 (1948) 537-562.

Annexe 1 :

Filiations de dureté sur les échantillons référencés de A à H.

x en μm	HV (en GPa)						
	A	B	D	E	F	G	H
20	5,32	4,58	3,27	3,1	2,76	2,69	2,44
40	5,57	5,92	4,06	4,75	3,5	3,44	3,07
60	5,8	6,37	5,04	5,29	3,86	3,93	3,44
80	5,94	6,44	5,38	5,7	4,2	4,22	3,59
100	6,1	6,32	5,86	6,12	4,41	4,65	3,84
120	6,11	6,5	6,09	6,19	4,69	4,89	4,22
140	6,14	6,46	6,39	6,42	4,81	5,17	4,36
160	6,12	6,69	6,59	6,5	5,14	5,41	4,52
180	6,22	6,54	6,66	6,71	5,3	5,75	4,73
200	6,2	6,74	6,67	6,8	5,71	5,93	4,72
220	6,21	6,69	6,82	6,9	5,88	6,04	5,05
240	6,21	6,64	6,96	7,04	5,96	6,23	5,21
260	6,18	6,65	6,99	6,95	6,16	6,25	5,31
280	6,2	6,65	6,92	6,96	6,33	6,4	5,59
300	6,25	6,73	7	7,15	6,47	6,44	5,57
320	6,31	6,92	7,01	7,15	6,47	6,65	5,64
340	6,34	6,88	7,09	7,21	6,61	6,75	5,81
360	6,26	6,82	7,22	7,34	6,65	6,79	5,92
380	6,4	6,58	7,3	7,17	6,84	6,76	6,13
400	6,43	6,8	7,12	7,27	6,83	6,77	6,24
420	6,4	6,93	7,07	7,22	6,9	6,84	6,21
440	6,41	6,86	7,11	7,25	7	6,9	6,42
460	6,37	6,95	7,23	7,19	7,12	7,01	6,59
480	6,32	6,88	7,27	7,17	7	6,93	6,42
500	6,43	6,69	7,38	7,25	7,12	7,04	6,52
520	6,28	6,84	7,35	7,26	7,12	7,02	6,55
540	6,33	6,8	7,18	7,44	7,19	7,13	6,83
560	6,29	6,91	7,38	7,17	7,14	7,22	6,75
580	6,36	6,9	7,24	7,35	7,33	7,07	6,94
600	6,41	6,77	7,15	7,31	7,24	7,12	6,87
620	6,38	6,75	7,27	7,16	7,03	7,23	6,8
640	6,52	6,69	7,31	7,25	7,22	7,18	6,85
660	6,41	6,78	7,17	7,33	7,15	7,13	6,8
680	6,45	6,94	7,21	7,36	7,17	7,3	6,92
700	6,53	6,8	7,31	7,2	7,36	7,36	6,93

Annexe 2:

Filiations de dureté sur les échantillons référencés de 1 à 7.

x en μm	HV (en GPa)						
	1R54Q	2R54Q	3R54Q	4R54Q	5R54Q	6R54Q	7R54Q
30	2,49	3,68	4,11	1,87	3,55	4,85	4,31
60	4,07	4,31	4,57	3,84	5,16	6,31	6,46
90	4,68	4,73	4,98	5,11	5,25	6,81	7,07
140	5,33	5,08	5,68	5,9	6	6,9	7,26
160	5,54	5,11	5,86	6,44	6,38	7,18	7,11
210	5,86	5,08	6,24	6,74	7,16	7,43	7,4
240	6,06	5,22	6,36	7,12	6,76	7,28	7,35
290	6,1	5,25	6,53	7,21	7,35	7,53	7,55
310	6,48	5,37	6,8	7,07	7,02	7,38	7,5
360	6,52	5,47	7,09	7,16	7,31	7,64	7,55
400	6,61	5,63	7,44	7,16	7,4	7,53	7,45
450	6,79	5,66	7,6	7,21	8,03	7,58	7,45
500	7,09	5,73	7,49	7,47	7,5	7,48	7,71
550	7,24	5,56	6,99	7,42	7,92	7,58	7,61
600	7,19	5,59	7,34	8,02	7,4	7,79	7,93
650	7,19	5,63	7,49	7,73	7,36	7,79	7,55
700	7,29	6,04	7,34	7,52	7,31	7,79	7,66
750	7,29	5,69	7,77	7,52	7,92	7,69	7,71
800	7,29	5,69	7,6	7,42	7,4	7,53	7,71
850	7,96	5,69	7,49	7,63	7,45	7,53	7,71

x en μm	HV (en GPa)						
	1R54D	2R54D	3R54D	4R54D	5R54D	6R54D	7R54D
30	3,5	4,37	3,63	2,67	4,12	2,44	3,18
60	3,98	4,78	4,26	4,12	4,61	4,56	4,63
90	4,51	4,61	4,35	4,54	4,81	5,19	4,83
140	4,51	4,97	4,49	4,94	5,02	5,37	4,89
160	4,78	4,86	4,37	5	5,11	5,31	5,05
210	4,73	5,02	4,73	5,22	5,37	5,37	5,11
240	5,05	5,16	4,86	5,22	5,22	5,37	5,22
290	5,02	5,25	4,78	5,28	5,37	5,5	5,25
310	4,81	5,25	5	5,34	5,47	5,53	5,19
360	5,02	5,25	5,14	5,37	5,4	5,59	5,28
400	4,81	5,25	4,97	5,4	5,63	5,5	5,43
450	4,66	5,43	5	5,47	5,76	5,63	5,37
500	5,47	5,37	4,86	5,59	5,93	5,59	5,34
550	5,4	5,47	5,16	5,59	5,25	5,56	5,43
600	5,5	5,37	5,16	5,43	5,69	5,59	5,43
650	5,43	5,47	5,11	5,56	5,66	5,63	5,37
700	5,63	5,37	5,34	5,47	5,5	5,66	5,56
750	5,28	5,66	5,25	5,4	5	5,53	5,43
800	5,53	5,37	5,28	5,4	5,63	5,63	5,47
850	5,56	5,63	5,08	5,47	5,53	5,76	5,5
900	5,63	5,53	5,14	5,37	5,5	5,66	5,66
950	5,47	5,5	5,31	5,53	5,5	5,53	5,53
1000	5,47	5,5	5,31	5,43	5,59	5,63	5,66
1050	5,47	5,63	5,34	5,53	5,69	5,53	5,59
1100	5,66	5,59	5,25	5,22	5,47	5,63	5,73

Annexe 3 :

Valeurs des indentations discrètes en surface.

x en μm	HV (en GPa)						
	1R54T	2R54T	3R54T	4R54T	5R54T	6R54T	7R54T
0,098	2,67	2,80	2,98	2,95	2,78	2,91	3,22
0,245	2,79	2,91	2,86	2,67	3,01	2,92	3,08
0,490	2,93	3,36	2,88	2,68	2,85	2,99	3,15
0,981	2,99	3,26	2,90	2,76	3,18	3,28	3,16
1,961	3,24	3,14	3,06	2,76	3,26	3,23	3,30
2,942	3,24	3,16	3,16	2,90	3,45	3,29	3,37
4,904	3,35	3,73	3,28	2,94	3,42	3,49	3,35
9,807	3,46	3,52	3,33	3,06	3,47	3,75	3,58
19,614	3,52	3,64	3,89	3,20	3,64	3,76	3,64
29,421	3,49	3,90	3,69	3,23	3,74	4,01	3,59
49,035	3,70	3,52	3,67	3,31	3,87	4,28	3,78
98,070	4,00	3,82	3,79	3,62	4,00	4,51	4,00
153,234	3,90	3,80	3,92	3,73	4,15	4,58	4,18
196,140	4,13	4,00	3,93	3,87	4,16	4,70	4,23
294,210	4,23	3,99	4,06	4,06	4,33	4,81	4,31
392,280	4,14	4,09	4,16	4,12	4,40	4,87	4,42
490,350	4,34	4,09	4,16	4,27	4,44	4,90	4,34
612,938	4,38	4,19	4,26	4,40	4,49	4,97	4,53
1225,875	4,38	4,29	4,29	4,55	4,60	4,89	4,64
1838,813	4,46	4,34	4,44	4,72	4,76	5,03	4,74
2451,750	4,36	4,37	4,55	4,82	4,75	5,09	4,80

