



REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE
MINISTRE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA
RECHERCHE SCIENTIFIQUE



Université M Boudiaf de M'sila
Département de Génie Mécanique

MEMOIRE

Présenté par

BOUDILMI Aissa

En vue de l'obtention du diplôme de

MAGISTER

En Génie Mécanique
Option: Construction Mécanique

Sujet

ETUDE THEORIQUE ET EXPERIMENTALE DES ESSAIS DE DURETE POUR MATERIAUX MASSIFS ET REVETUS

Devant le jury composé de:

L.LOUAIL	Pr	Université de Sétif	Président
Y.BENARIOUA	M.C	Université de M'sila	Rapporteur
D.MAUCHE	M. C	Université de Sétif	Examineur
A.BOUDAUD	Pr	Université de M'sila	Examineur
A.OUALI	C.C	Université de M'sila	Examineur

Soutenu le: / /

Remerciements

Je remercie vivement, Monsieur le docteur Y. BENARIOUA, pour avoir assuré la direction de ce travail, et pour m'avoir apporté la rigueur scientifique nécessaire à son bon déroulement.

Je remercie Monsieur le professeur L.LOUAIL, de l'université de Setif, de m'avoir fait l'honneur de présider mon jury de thèse.

Je veux aussi remercier Messieurs:

Le Professeur A/Elmadjid. BOUDAOUUD, le Docteur Dj. MAOUCHE et le Docteur A. OUALI pour l'honneur qu'ils m'ont fait en acceptant de participer à ce jury.

Enfin, je dédicace ce travail à ma famille et plus particulièrement à mon père, ma mère, mes frères, mes enfants et tous mes amis qui m'ont toujours encouragé et soutenu dans les difficultés.

Résumé

Le sujet de ce mémoire est en deux parties ; théoriques et d'expérimentale. Dans la partie théorique nous avons traité les différents essais de dureté, ainsi leur application pour matériaux massifs et revêtus. En finalisant cette partie par la proposition d'un pénétrateur de forme géométrique ellipsoïdal.

Dans la partie expérimentale, on a mesuré la dureté perpendiculaire et parallèle d'un composite constituant, d'alumine comme film et d'alliage de l'aluminium comme substrat

Abstract

The subject of this memory is in two parts; theoretical and of experimental. In the theoretical part we treated the various hardness tests, thus their application for massive and covered materials. We were finalizing this part by the proposal an indenter of ellipsoidal geometrical form.

In the experimental part, we measured the perpendicular and parallel hardness of a composite composed of alumina like film and aluminum like substrate.

Sommaire

Chapitre I : Les essais de la dureté	1
Introduction :	1
I.1. La méthode statique :	2
I.1.1. Les essais de dureté par indentation (pénétration) :	2
I.1.1.1. Essai de dureté Brinell :	2
I.1.1.2. Essais de dureté Rockwell :	4
– Principe de l'essai:	4
– Les différentes échelles de dureté de Rockwell:	5
I.1.1.4. L'essai de dureté Vickers :	7
I.1.1.5. L'essai de dureté Knoop :	8
I.1.1.6. L'essai de dureté Berkovich :	9
I.1.1.7. Essais de dureté à chaud :	9
I.2. La Méthode dynamique :	9
I.2.1. Essais de pénétration dynamique :	9
I.2.1.1. Essai de rebondissement Shore :	10
I.2.1.2. L'essai pendulaire de dureté :	11
I.2.1.3. Echelle de Friederich Mohs :	11
I.2.1.4. Essais de dureté par rayage (scratch test) :	12
I.3. La méthode de dureté microscopique :	14
I.3.1. L'essai de la microdureté :	14
I.3.2. L'essai de la nanoindentation :	14
Chapitre II : La dureté des matériaux	16
Introduction :	16
II.1. Matériaux massifs :	16
II.1.1. Etat ordonné (solide cristallin) :	16
II.1.1.1. Liaisons entre atomes :	17
1. Liaison ionique :	17
2. Liaison covalente :	19
3. Liaison métallique :	19
4. Liaison mixte :	19

5. Liaison hydrogène :	19
6. Liaison de Van der Waals :	20
II.1.1.2 Types de liaison et propriétés des matériaux :	20
II.1.1.3 Eléments importants de caractérisation des matériaux cristallins:	20
II.1.1.4 Les défauts dans les arrangements cristallins :	21
1. Les défauts de point :	21
2. Les défauts de ligne (dislocation) :	22
3. Les défauts de plan :	25
4. Les défauts volumiques :	25
II.1.2 L'état désordonné :	25
II.1.3 L'état entre désordre et ordre :	25
II.1.4 Durcissement des matériaux et alliages métalliques :	26
II.1.4.1 Durcissement de la solution solide :	26
1. Effet de taille de grains (loi de hall et petch) :	26
2. Un effet de valence :	29
3. Un effet chimique :	29
4. Effet de la densité de dislocation (écrouissage) :	29
• Dislocation dans même plan :	29
• Dislocation n'est pas dans même plan:	30
II.1.4.2 Durcissement par des secondes phases :	30
• Contrainte critique de cisaillement:	30
• Mécanismes de franchissement de deux phases :	31
II.2. Dureté de matériau massif	34
II.2.1. La dureté statique (par pénétration) :	34
1. Dureté Brinell :	34
2. Dureté Meyer :	35
3. Dureté Vickers :	36
4. Dureté Knoop :	36
5. Dureté Birkovitch:	37
6. Dureté Rockwell :	37
7. Microdureté Vickers :	37
1. Dureté intrinsèque :	37

2. Indice de Meyer (indice d'effet de taille) :	38
II.2.2. La dureté dynamique :	39
1. Dureté par rayage (scratch test) :	39
2. Dureté par rebondissement (essai Shore)	40
II.3. Matériaux revêtus :	40
II.3.1. La surface et l'interface	40
II.3.2. Les revêtements :	41
1. Les couches de conversion :	41
2. Les revêtements métalliques :	41
3. Les revêtements minéraux :	42
4. Les revêtements organiques :	42
II.4. La dureté du matériau revêtu :	42
II.4.1. Les différents modèles :	42
II.4.1.1. Lois linéaire additive :	42
II.4.1.2. Les lois de mélangeaires :	43
1 — Modèle de Buckele :	43
2 — Modèle de Jonsson et Hogmark	45
• Amélioration de Thomas et Vinsbo	48
• Amélioration de Chicot et Lesage :	49
II.4.1.3 — Loi de mélanges en volume :	50
1 — Modèle de Burnett et Rickerby (1987) :	51
2 — Modèle de Chicot et Lesage (1995) :	54
CHAPITRE III : Pénérateur Ellipsoïdal	56
Introduction :	56
III.1. Notion mathématique :	56
III.1.1. Aire d'ellipse :	56
III.1.2. Aire d'un corps de révolution :	58
III.1.3. Volume d'un corps de révolution :	59
III.2. Dureté d'un pénérateur ellipsoïdal :	60
III.2.1 principe de pénétration :	60
III.2.2. La dureté ellipsoïdal :	61
• La dureté de pénérateur ellipsoïdal :	61

• La dureté d'ellipse de révolution :	63
Chapitre IV : Techniques expérimentales	67
Introduction :	67
IV.1 Technique de préparation des échantillons :	68
IV.1.1 Préparation de surface des substrats :	69
1. Dégraissage :	69
2. Décapage :	70
3. Neutralisation :	70
4. Anodisation :	70
—L'anodisation sulfurique:	71
— Procédure d'anodisation:	71
—Conditions de travail:	72
4. Colmatage :	72
IV.1.2 Micrographie :	72
a) tronçonnage :	73
b) L'enrobage :	73
c) l'attaque chimique :	73
d) le polissage :	74
1. Le pré polissage :	74
2. Le polissage final :	75
e) visualisation microscopique :	75
IV.1.3 Technique de mesure de l'épaisseur :	76
1. La coupe micrographique :	76
2. L'observation au microscope à coupe optique :	77
3. Mesures par courants de Foucault :	77
IV.1.4 Technique de contrôle du colmatage:	78
1. L'inertie en milieu acide :	78
2. La persistance de coloration :	79
3. mesure d'admittance :	79
IV.2 Prescription technique d'essais de dureté Vickers :	79
IV.2.1 Description terminologique :	79
• Dispositif support :	80

• Dispositif de mise en position :	80
• Mécanisme d'application de la force :	80
• Dispositif de mesurage :	80
IV.2.2 Description métrologique :	81
• Température de référence	81
• Erreurs maximales tolérées :	81
IV.3. techniques d'indentation :	82
Chapitre V : Résultats et discussions	84
Introduction :	84
V.1. dureté des échantillons :	85
V.1.1 La dureté perpendiculaire :	85
V.1.1.1 la dureté perpendiculaire du substrat :	85
A). Les tableaux des mesures de la dureté du substrat :	85
B).les courbes de la dureté substrat en fonction de la charge :	86
C).Discutions des résultats :	88
V.1.1.2 la dureté perpendiculaire du composite :	89
A). Les tableaux des mesures de la dureté du composite :	89
B).les courbes de la dureté composite en fonction de la charge :	90
C).Discutions des résultats :	91
V.1.1.3 la dureté perpendiculaire du film :	92
A). tableaux de dureté du film :	93
1) dureté du film déterminer par le modèle Jonsson et Hogmark:	93
2). dureté du film mesurer expérimentalement :	94
B).les courbes de la dureté de film en fonction de la charge :	94
C).Discutions des résultats :	96
V.1.2 Indice de Meyer :	97
A).Les courbes de variation de la charge par rapport au diamètre :	97
B). Discussions des résultats :	99

Introduction :

La dureté des matériaux joue depuis fort longtemps un rôle capital. C'est en 1772 que Reaumer en élabora la première ébauche. Ensuite, le minéralogiste Allemand (Mohs) suggéra dans l'ordre croissant de la dureté une échelle allant de 1 à 10.

La dureté d'un corps (métal, polymère, céramique) est la résistance qu'il oppose à la pénétration d'un autre corps plus dur. Alors elle permet de définir quelques caractéristiques des matériaux (dureté, viscosité, forces d'adhésion (entre la pointe et le substrat), etc.)

Pour le premier chapitre nous avons introduit des notions de base, que nous estimons très utiles à la compréhension du restant de ce mémoire. Il concerne la recherche bibliographique sur les différentes méthodes des essais de dureté et leurs techniques conventionnées

Dans le deuxième chapitre, nous avons traité la détermination de la dureté pour matériaux massifs et revêtus, ainsi nous avons étudié quelques phénomènes qui interviennent pendant l'essai (dislocation). En fin nous avons cité les différents modèles de séparation de dureté pour les matériaux revêtus.

Eu égard à l'intérêt pratique et expérimental de la dureté, nous avons proposé dans le troisième chapitre, un indenteur de forme géométrique ellipsoïdal pour l'élargissement du champ des essais de dureté

Dans le quatrième chapitre nous avons mesuré la microdureté effectuée sur des différents échantillons du composite (alliage d'aluminium + alumine) et par l'intermédiaire du modèle de revêtement monocouche (modèle du Jonsson et Hogmark) on a déduit la dureté du film

Dans le cinquième chapitre, nous avons discuté les résultats de nos essais de dureté effectués sur les différents échantillons et avons tracé les courbes où la dureté est représentée en fonction de la charge appliquée.

Enfin, le travail s'est achevé par une conclusion générale.

Chapitre I : Les essais de la dureté

Introduction :

Les essais de la dureté permettent de définir quelques caractéristiques des matériaux tels que ; (les modules d'Young et de Coulomb, coefficient de poisson, dureté, viscosité, forces d'adhésion (entre la pointe et le substrat) ou encore ténacité et énergie de rupture, etc.). Ils sont classés selon les méthodes statique et dynamique.

La méthode statique est la plus répandue. Elle correspond à l'application d'une charge fixe constante ou quasi constante qui est imposé normalement à la pointe. Par contre le principe de la méthode dynamique est basé sur la superposition d'un chargement et d'un mouvement.

Généralement les essais de dureté (dynamique ou statique), sont simples, rapides, et non destructifs. Ils offrent un moyen intéressant et très employé dans l'industrie et les ateliers. Cela permet de vérifier les propriétés mécaniques de l'échantillon, notamment lors des traitements mécaniques et thermiques, ainsi que le revêtement...etc.

La classification des essais de dureté est possible suivant les critères suivants :

- La géométrie de l'indenteur (pyramide, cône, sphère etc.)
- Le type et le mode de sollicitation, suivant le comportement viscoélastique que l'on désire mettre en évidence : fluage, recouvrance, relaxation ou amortissement.
- Les normes et les appareils correspondant à chaque classe
- La taille de l'empreinte laissée par la pointe sur la surface

I.1. La méthode statique :

I.1.1. Les essais de dureté par indentation (pénétration) :

Dans cette catégorie d'essais le principe est toujours le même. Un pénétrateur suffisamment dur pour ne pas être déformé par le matériau à tester et de forme géométrique précisée, pénètre dans le métal sous l'action d'une charge constante, appliquée perpendiculairement à l'indenteur dans des conditions définies. On mesure la dimension de l'empreinte (transversale ou bien la profondeur) et on en déduit la dureté [36, 41,50]

I.1.1.1. Essai de dureté Brinell :

Dans l'essai Brinell, (a été éditée dès 1924). On fait pénétrer une bille polie de forme sphérique en acier trempé ou en carbure de tungstène. Son diamètre D vaut 1 mm, 2,5 mm, 5mm et 10mm. Après l'annulation de la charge, elle laisse dans le métal une Empreinte circulaire permanente dont on mesure le diamètre d .

La charge appliquée sur le métal maintenue pendant 15 à 30 s selon le solide. [37, 39,40] La force F est exprimée en kgf, le diamètre de l'empreinte d en mm et la dureté Brinell H_B en (kgf/mm^2).

On dit que un matériau est plus dur q'un autre si le diamètre de leur empreinte est moins petit que l'autre (figure I.1).L'exécution de l'essai Brinell demande un état de surface bien soigné pour une meilleure mesure.

L'essai brinell déroule comme la suite:

On applique la charge normalement à la surface et sans choc, en la faisant croître progressivement de manière à atteindre en 15 s la charge fixée. On la maintient pendant 10 à 30 s, on décharge et on mesure le diamètre de l'empreinte.

Des précautions sont également à prendre pour éviter une déformation de la pièce :

– La distance du centre de l'empreinte au bord de la pièce ne doit pas être inférieure à 2.5 d

–La distance entre les centres de deux empreintes voisines doit dépasser quatre fois leur diamètre

–L'épaisseur de la pièce doit être d'au moins huit fois la profondeur de l'empreinte pour éviter aucune déformation visible sur la face opposée. [1,15]

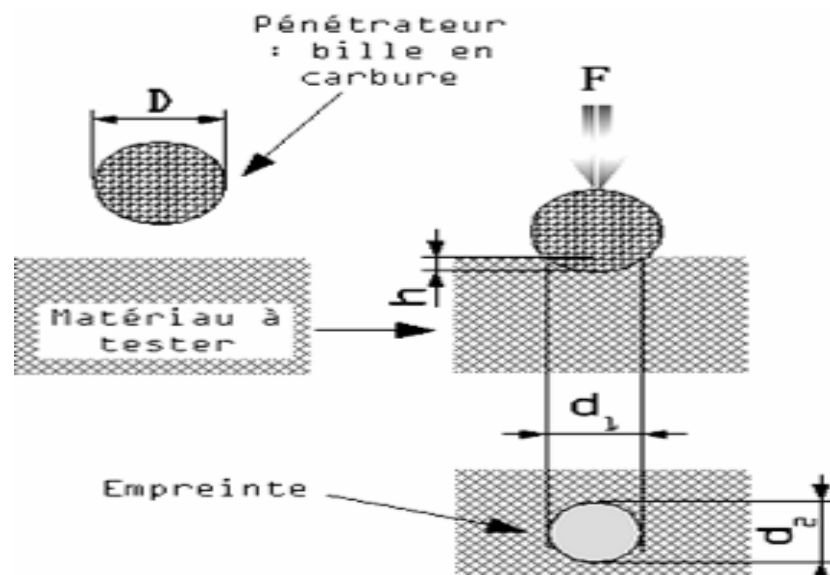


Figure (I.1)-Principe de dureté brinell

I.1.1.2. Essais de dureté Rockwell :**– Principe de l'essai:**

L'essai consiste à mesurer la profondeur de l'empreinte d'indenteur de forme géométrique conique (figure I.3), ou bien sphérique (figure I.2) appuyé sous faible charge, sur la surface à essayer et dans des conditions bien précisées. Le pénétrateur conique est de diamant de section circulaire, d'angle au sommet 120° , à pointe arrondie sphérique (rayon de 0,2mm). [1,73] Le pénétrateur sphérique est une bille d'acier trempé polie de diamètre 1,588 mm ou 3.175mm (figure I.2).

Des précautions opératoires sont également à prendre, tel que ; le fini superficiel de la pièce doit être satisfaisant et la pièce doit bien reposer sur son support pour éviter le déplacement du métal dans la région où se forme l'empreinte . Les chocs et les vibrations doivent être évités.

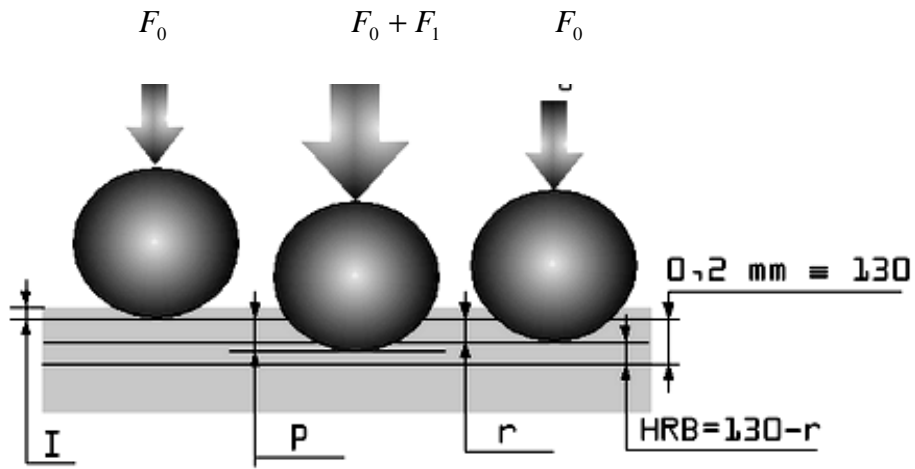
L'essai se déroule en trois phases (figure I.2):

1. Application sur le pénétrateur d'une charge initiale $F_0 = 98$ N (soit 10 kgf). Le pénétrateur s'enfonce d'une profondeur initiale I . Cette profondeur étant l'origine qui sera utilisée pour mesurer la dureté Rockwell.
2. Application d'une force supplémentaire F_1 . Le pénétrateur s'enfonce d'une profondeur de p
3. Relâchement de la force F_1 et lecture de l'indicateur d'enfoncement [13, 68,69]

– Les différentes échelles de dureté de Rockwell:

Échelle	Symbole	Pénétrateur	Valeur de la force totale $F_0 + F_1$	Application
A	HRA	Cône de diamant de section circulaire à pointe arrondie sphérique de 0,2 mm	981 N	Carbure, acier en épaisseur mince
B	HRB	Bille d'acier de 1,588 mm (1/16 de pouce) de diamètre	1471,5 N	Alliage de cuivre, acier doux, alliage d'aluminium Matériaux ayant une résistance à la rupture comprise entre 340 et 1000 MPa
C	HRC	Cône de diamant de section circulaire à pointe arrondie sphérique de 0,2 mm	588,6 N	Acier, fonte, titane Matériau ayant une dureté résistance à la rupture supérieure à 1000 MPa
D	HRD	Cône de diamant de section circulaire à pointe arrondie sphérique de 0,2 mm	981 N	
E	HRE	Bille d'acier de 3,175 mm (1/8 pouce) de diamètre	981 N	Fonte, Alliage d'aluminium et de fonte
F	HRF	Bille d'acier de 1,588 mm de diamètre	588,6 N	Alliage de cuivre recuit, fine tôle de métal.
G	HRG	Bille d'acier de 1,588 mm de diamètre	1471,5 N	Cupro-nickel, Alliage cuivre-nickel-zinc

Tableau I.1 : Les différentes échelles de dureté de Rockwell



I : pénétration initiale avant charge additionnelle

P : pénétration avec charge additionnelle

R : pénétration rémanente sans la charge additionnelle

Figure (I.2)-Principe de la dureté Rockwell (échelle B, bille en acier)

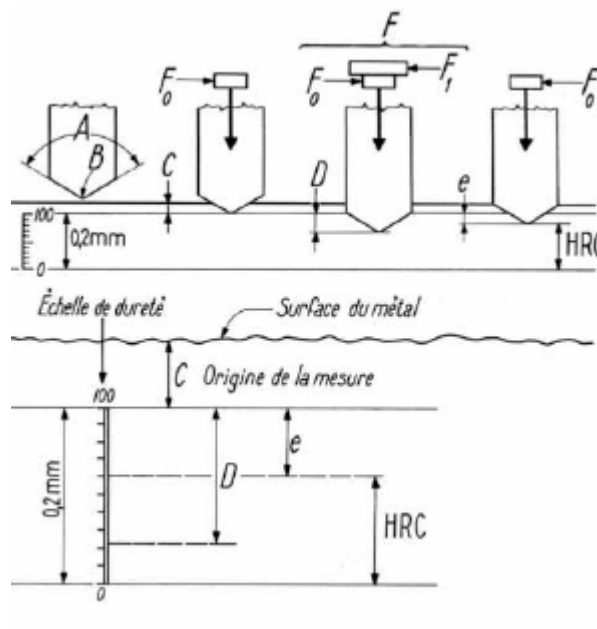


Figure (I.3)-Méthode de Rockwel (cône)

I.1.1.4. L'essai de dureté Vickers :

Il consiste à imprimer dans le métal testé un pénétrateur en diamant de forme géométrique pyramidal à base carrée, d'angle au sommet entre deux faces opposées de 136° , sous l'action d'une force connue figure (I.4). On mesure la diagonale de l'empreinte carrée laissée par le pénétrateur. [38,53]

L'avantage d'un pénétrateur pyramidal (comme d'un pénétrateur conique) est quand on fait varier la charge, on obtient des empreintes géométriquement semblables entre elles, donc des valeurs identiques pour la dureté.

Généralement la gamme des forces utilisables (5 à 100 kgf) permet d'appliquer cette méthode avec toutes les dimensions d'échantillons. En choisissant la force donnant une empreinte tel que la diagonale d doit être inférieure aux deux tiers de l'épaisseur. [24,26]

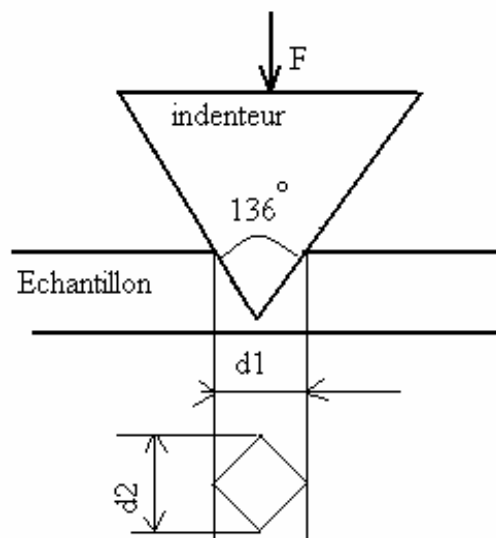


Figure (I.4)-principe de dureté Vickers

Des Précautions opératoires nécessaire de l'essai Vickers tel que ;

- Les empreintes étant petites, les irrégularités de la surface prennent une importance plus grande encore que dans les essais précédents, particulièrement pour les fortes duretés et les faibles charges aussi parfait.
- La distance entre le centre d'une empreinte et le bord de la pièce ou les côtes d'une autre empreinte ne doit pas être inférieure à 2,5 fois la diagonale. L'épaisseur de la pièce doit être supérieure à 1,5 fois la diagonale de l'empreinte.
- La pièce doit reposer sur le support de façon régulière et uniforme.
- L'état du diamant doit être fréquemment vérifié. [15]

I.1.1.5. L'essai de dureté Knoop :

Dans l'essai de Knoop, le pénétrateur est en diamant de forme géométrique pyramidal à base losange, dont les diagonales sont sensiblement dans le rapport de 7 à 1. L'angle au sommet dans le sens de la grande diagonale est de $172^{\circ} 30'$ et l'angle transversal est de 130° (figure I.5)

L'avantage du pénétrateur Knoop est de donner une empreinte suffisamment grande pour une très faible charge, en sollicitant donc un volume très réduit de matière.

La dureté Knoop HK s'exprime par le rapport de la force appliquée F à la surface projetée A de l'empreinte [4]

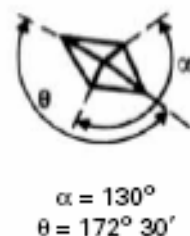


Figure (I.5)-pyramide à base losange

I.1.1.6. L'essai de dureté Berkovich :

Le principe est le même que dans l'essai de dureté Vickers. [42] .Il consiste à pénétrer dans le matériau testé un pénétrateur en diamant de forme géométrique pyramidal à base triangulaire d'angle de 63.3° .

L'avantage du pénétrateur Berkovich est de donner une empreinte suffisamment grande pour une très faible charge, en sollicitant donc un volume très réduit de matière de la surface de l'échantillon à tester [14]

2.1.1.7. Essais de dureté à chaud :

L'essai de dureté à chaud ayant le même principe que dans les essais de la méthode statique à la température ambiante, mais elle est réalisée dans des températures plus grandes que l'ambiante. La nécessité de connaître les propriétés des métaux aux mêmes températures d'emploi est à l'origine du développement des essais de dureté à chaud.

C'est ainsi que la dureté à chaud est utilisée pour classer les métaux: . Plus la dureté est élevée plus la durée de vie de métal sera grande [4], ainsi comme pour les essais à température ambiante, il faut distinguer les essais sous charge normale et charge réduite .Elle peut contrôler à l'aide de dispositifs spéciaux, tel celui décrit par Brenner

I.2. La Méthode dynamique :

I.2.1. Essais de pénétration dynamique :

Dans ce genre des essais, la pointe du pénétrateur est en mouvement relatif par rapport à la surface du matériau à tester. Elles reposent sur la superposition d'un chargement et d'un mouvement. Elles nous permettent d'avoir une idée de l'amortissement et de la rigidité de la

surface (la dureté) soit par oscillation d'un duromètre pendulaire, soit par rebond d'une masse tombante, et soit par la rayure d'indenteur de forme géométrique bien définie. . [4,60]

Compte tenu de l'influence importante du caractère viscoélastique du matériau, le classement obtenu avec cette méthode n'est pas nécessairement le même que celui obtenu avec une méthode de dureté statique. [49,65]

I.2.1.1. Essai de rebondissement Shore :

Elle consiste à laisser chuter une masse d'acier terminée par un diamant arrondi. La masse est guidée dans sa chute par un tube lisse. La chute de la masse est bien verticalement et d'une hauteur fixe. La dureté est évaluée par un rebondimètre (du type scléroscope Shore) relie dureté et hauteur de rebond, cette dernière étant d'autant plus importante que la pénétration est faible, donc le matériau dur.

Deux gammes de dureté Shore existent : Shore A où le pénétrateur est de forme géométrique d'un cône tronqué, à sommet plat pour les produits souples et Shore D pour les matériaux rigides de forme géométrique d'un cône émoussé. [51]

L'observateur doit apprécier la hauteur de rebondissement soit par lecture directe à la volée le long d'une graduation, soit par déplacement d'un index devant un cadran. La graduation est établie de telle sorte que la dureté 100 soit atteinte pour l'acier à 0,9 % de carbone trempé à l'eau. Elle est de 35 environ pour les aciers doux.

Notons cependant que les résultats de l'essai Shore dépendent beaucoup de l'état de surface de la pièce testée. L'appareil doit être tenu de manière bien verticale pour éviter d'avoir des frottements qui fausseront la mesure. La masse de la pièce à mesurer doit être beaucoup plus importante que la masse utilisée dans l'appareil de mesure. [4]

Malgré leur complexité, cette méthode mériterait d'être plus développée. Elle permet d'identifier un matériau, de rendre compte du degré de polymérisation, d'estimer le taux de dégradation des revêtements de surface de structures en plastiques renforcés etc.

Elle n'est évidemment significative que lorsque l'état et la composition de la couche de surface sont adaptés à cette mesure (absence de cloques, de cratères, de fibres en surface, etc.).

I.2.1.2. L'essai pendulaire de dureté :

La méthode pendulaire a été utilisée dans les années 1920 pour mesurer la dureté des métaux. Elle consiste à déterminer la durée d'oscillation d'un pendule reposant par l'intermédiaire d'une ou deux billes sur la surface à tester. . [67,70]

La dureté est exprimée en terme de durée d'oscillation du pendule qu'on a enregistré pour atteindre une diminution d'amplitude fixée. La durée est d'autant plus faible que l'enfoncement de la bille est important

L'avantage de la méthode pendulaire est qu'elle permet de définir la dureté sous faible charge (l'empreinte est nulle) des corps en caoutchouc. Elle permet également de définir la dureté d'ensemble (élastique et plastique) si la charge appliquée dépasse la limite d'élasticité.

On mesure la dureté dans cette méthode par l'intermédiaire d'un duromètre pendulaire constitué d'un pendule qui repose sur la surface à tester par l'intermédiaire d'une ou deux billes et dont on enregistre les oscillations [4]

I.2.1.3. Echelle de Friederich Mohs :

Chronologiquement, l'une de première ébauche à été propose par Réaumur en 1772, en 1822 un minéralogiste allemand (Mohs) proposa une échelle (tableau I.1) de dix minéraux classés dans l'ordre croissant de leur dureté et chaque minéral raye ceux qui sont au-dessous de lui. . [59,60]

Dureté	Minéral	Commentaires	Exemples
1	talc	Très facile à rayer avec l'ongle	0,5-1 : graphite
2	gypse		2,2 : ongle
3	calcite	Se raye avec le cuivre	3,2 : cuivre
4	fluorite		
5	apatite	Se raye par le verre	5,1 : lame de couteau
6	orthoclase	Se raye par l'acier	6,5 : aiguille d'acier
7	quartz	Raye une lame de couteau	7,0 : Si polycristallin
8	topaze		
9	Corindon		9,5 : bore fondu à l'arc
10	diamant		

Tableau I.2 : de La classification de dureté de MOHS

I.2.1.4. Essais de dureté par rayage (scratch test) :

Il consiste à glisser un pénétrateur pointu de forme géométrique bien déterminé (sphère, cône, pyramide, etc..), généralement en diamant sur la surface de corps à tester, selon une direction parallèle à la surface du corps à une vitesse constante. On impose une charge perpendiculaire constante (Figure I.6). Les grandeurs mesurées sont principalement la force tangentielle, et la profondeur de pénétration. [60]

L'essai de dureté par rayage impose un niveau de déformation au matériau de la surface à tester par l'intermédiaire de la pointe. Plus précisément c'est la géométrie de la pointe qui va déterminer le niveau de déformation. On fait les essais des rayures par deux types de machines (les scléromètres), les machines souples et les machines rigides.

Les machines souples imposent une force mais ne permettent pas de mesurer des déplacements et les machines rigides imposent une profondeur et permettent de mesurer des déplacements.

Lors de l'essai de rayure, on peut faire varier : la forme géométrique du pénétrateur, la vitesse de rayage, la température, la force normale de rayage et la lubrification,... Elle est moins précise que les méthodes par pénétration sous faible charge, n'est utilisée aujourd'hui que dans des cas très particuliers [17,19]

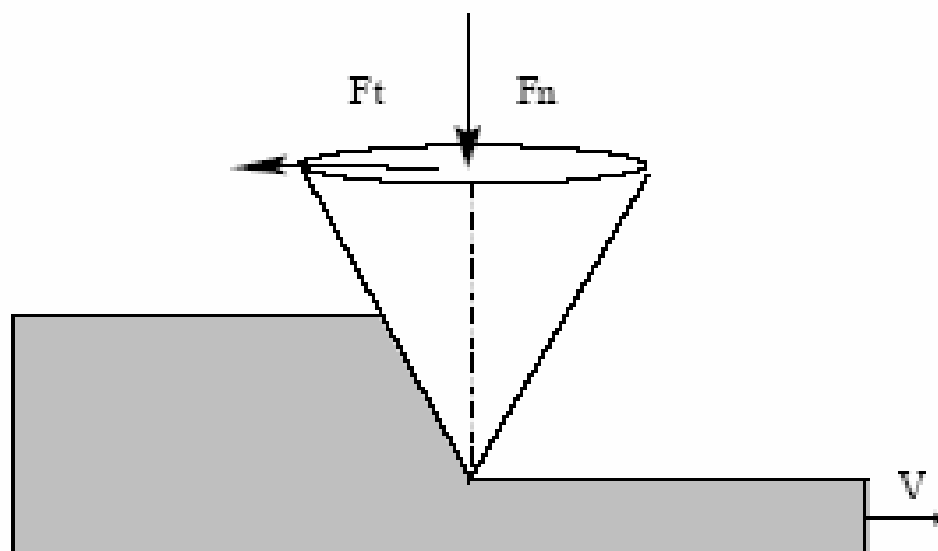


Figure (I.6) : Schématisation de l'essai de glissement- rayure (pointe conique)

I.3. La méthode de dureté microscopique :

I.3.1. L'essai de la microdureté :

Cette méthode permet de se libérer de la dispersion et de l'imprécision des déterminations des duretés des matériaux rencontrées avec les mesures classiques de dureté. Elle a le même principe de la méthode statique, mais avec une charge appliquée à l'indenteur inférieur à (1kg), et la taille de l'empreinte laissée par la pointe sur la surface peut varier de quelques centaines de micromètres. Elle permet de résoudre de nombreux problèmes tels que : la mesure de la dureté des couches minces, évaluation de l'érouissage local, exploration d'alliages à phases multiples, etc. [12,47]

Des phénomènes influençant les mesures des microduretés nécessitent certaines précautions opératoires tels que :

- L'empreinte doit être suffisamment nette pour permettre une lecture précise, ce qui exige un bon état de surface de la pièce testée
- La légère croissance de dureté jusqu'à la charge de 1kg, montre la nécessité de spécifier la charge sous laquelle la mesure a été faite pour obtenir des résultats comparables.
- Prendre en considération la charge maximale à appliquer de manière que la dureté du métal support n'intervienne pas dans les mesures [4,14,20]

I.3.2. L'essai de la nanoindentation :

Ils ont introduit au début des années 1980, les mesures de nano indentation instrumentée se sont aujourd'hui beaucoup développées. Cette technique permet de caractériser mécaniquement les surfaces des matériaux avec des profondeurs de l'ordre de quelques dixièmes des micromètres. [25, 47,48]

Le principe des essais de nano indentation consiste à imprimer un pénétrateur en diamant de forme géométrique bien définie et de très petite taille à la surface d'un matériau solide à tester. Une fois la pointe retirée, on mesure la géométrie de l'empreinte pour accéder à la

valeur de la dureté à l'aide d'un appareil mesure l'enfoncement. Parmi les propriétés mesurables, on peut citer : modules d'Young et de Coulomb, coefficient de poisson, dureté, viscosité, forces d'adhésion (entre la pointe et le substrat) ou encore ténacité et énergie de rupture. [30, 52 ,77]

Dans ce type des essais des problèmes sont associés à la technique des mesures :

- La définition de la géométrie de l'indenteur
- Le calcul de la profondeur du contact réel entre le pénétrateur et la surface à tester
- L'erreurs de mesure ; parmi les sources d'erreur ou de mauvaise interprétation : la détection de surface, la température, [14,18] le calcul de l'aire de contact, la rugosité de l'échantillon et le parallélisme de la surface avec le plan de référence de l'instrument.

Chapitre II : La dureté des matériaux

Introduction :

La dureté ou la rigidité superficielle est une propriété physique complexe et difficile à interpréter. Elle dépend des caractéristiques des matériaux, de la nature et de la forme du pénétrateur et du mode de pénétration. Sa mesure correspond en pratique à celle de la résistance à la pénétration locale du matériau considéré. [51,59]

Elle permet d'apprécier la déformabilité de la surface à tester lorsqu'elle est sollicitée normalement par un pénétrateur plus dur. Une grande dureté signifie grande résistance aux déformations lors du travail par enfoncement, par cisaillement ou par pénétration dans le métal.

II.1. Matériaux massifs :

Les matériaux sont divisés en céramique, métal et polymère. La matière est composée de particules discrètes, ayant une taille submicroscopique, dans des états ordonnés et désordonnés. A l'état solide les atomes sont en contact les uns des autres et s'arrangent périodiquement suivant un réseau tridimensionnel (cristal) par des forces, alors la matière est condensée et chaque molécule s'associe à ses voisines pour créer un empilement géométrique.

Les propriétés des matériaux sont définies par la nature des liaisons chimiques, l'arrangement atomique et la microstructure de la matière [2, 7,13]

II.1.1. Etat ordonné (solide cristallin) :

La structure cristalline caractérisée par une distribution périodique des atomes ordonnés à grande distance. [61,64] Les cristaux des solides polyédriques (ayant la forme correspond à un des sept réseaux cristallins fondamentaux) se caractérisent par une transition brusque passant d'un état désordonné à un état ordonné, leurs structures sont construites à partir d'un ensemble d'identités (atomes, ions, molécules) en position relativement fixe.

Les défauts de l'arrangement qui sont fondamentaux dans la compréhension de certaines propriétés (cohésion, dureté, plasticité, conductibilité, couleur), aussi, la taille, la forme, l'orientation des cristaux ou des grains de chaque phase, et les interfaces entre grains. Les interactions entre grains peuvent donner naissance à des matériaux dont les propriétés sont supérieures à celles des constituants pris séparément. [7,8]

Dans les liaisons cristallines, les atomes des matériaux sont liés entre eux par des forces d'attractions électrostatiques entre les charges négatives des électrons et les charges positives des noyaux, ces forces sont responsables de la cohésion des atomes dans les cristaux entre les électrons d'atomes voisins.

II.1.1.1. Liaisons entre atomes :

Les matériaux sont classés suivant différents critères comme par exemple leur propriété, leur structure, et sur la nature de leurs liaisons etc...

Les liaisons entre atomes assurent la cohésion du matériau et en particulier sa déformabilité, sa conductivité (thermique, électrique...), sa fragilité, sa densité et sa dureté[3,5].

La taille d'un atome ou d'un ion dépend du type de liaison concerné, à travers les positions relatives les plus probables de deux particules voisines (minimum d'énergie). On peut distinguer ci-dessous les liaisons cristallines selon la nature de l'interaction concernée.

1. Liaison ionique :

La liaison ionique est l'attraction électrostatique entre deux ions d'électronégativités très différentes, elle est forte et non dirigée, et s'effectue par échange d'un ou plusieurs électrons périphériques pour compléter la couche extérieure à 8 électrons entre deux atomes qui deviennent des ions positifs ou négatifs ; la liaison résulte de l'attraction entre les ions de charges opposées. [66]

La liaison du sodium (Na) et du chlore (Cl) qui donne le cristal (Na+Cl) est un exemple de ce type de liaisons (figure II.1). L'empilement des atomes est régi par une compacité

maximale et l'obtention de la neutralité électrique dans un volume le plus faible possible. Parmi les solides ioniques on trouve, des oxydes comme l'alumine Al_2O_3 . [5]

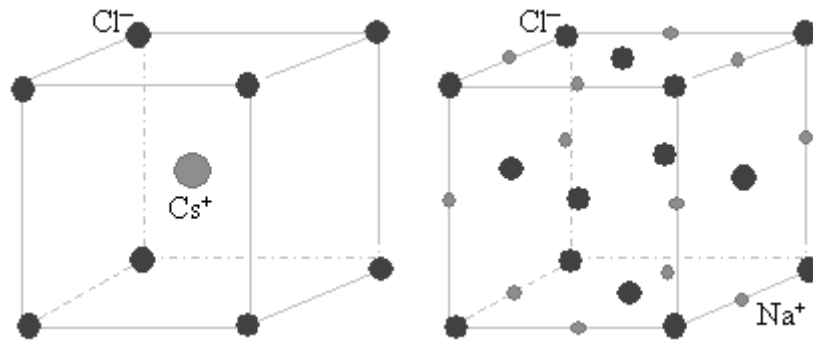


Figure (II.1)- Structure cristalline des chlorures de césium et de sodium

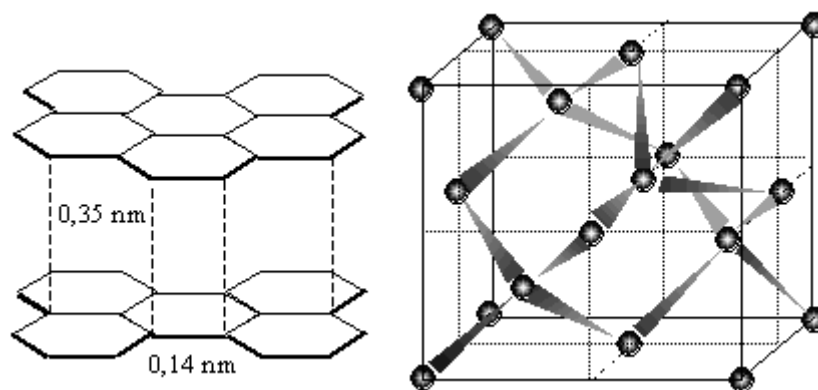


Figure (II.2) : Structure cristalline du carbone graphite (à gauche) et du carbone diamant (à droite).

Note : les deux figures ne sont pas à la même échelle : celle du graphite étant plus petite

2. Liaison covalente :

Cette forme de liaison consiste en la mise en commun sur une même orbite d'un doublet d'électrons entre deux atomes d'électronégativités comparables. Elle résulte de la formation d'orbitales communes, ceci permet de saturer la couche électronique extérieure, ce type des liaisons est en visage par exemple dans le diamant, la silice, et le verre...

Les liaisons covalentes sont donc dirigées, ce qui induit de fortes contraintes géométriques sur les empilements atomiques (figure II.2). [3,5]

3. Liaison métallique :

Dans ce type des liaisons les électrons (un ou plusieurs) misent en commun entre les atomes qui forme un nuage électronique, ils ne sont plus localisés entre les atomes comme le cas des liaisons covalentes ou sur un ion comme le cas de liaison ionique mais ils sont repartis dans l'ensemble du réseau d'ions.

On trouve ces éléments dans les colonnes IA à IIIA. En se déplaçant vers la droite du tableau périodique des éléments. La liaison métallique n'est pas dirigée et conduit à des assemblages compacts, souvent à symétrie élevée. [3,5,7]

4. Liaison mixte :

C'est une liaison ionique et covalente en même temps entre deux atomes. Dans le cas où les atomes sont identiques (Par exemple hydrogène) on a une liaison covalente pure, puisque les électrons de valence sont identiquement attirés par les noyaux et dans le cas de deux atomes non identiques ; comme la liaison de la molécule H Cl car la différence du nombre de protons dans les noyaux déforme le nuage électronique. [5,7]

5. Liaison hydrogène :

Elle vient d'une résonance entre deux positions d'un proton entre deux anions voisins fortement électro-négatifs (O_2^- , F^-), elle a donc un caractère ionique marqué. On la retrouve dans l'eau, la glace, les sels hydratés, les polymères organiques (acides...) et inorganiques (notamment les liants hydrauliques tels que les ciments). [3]

6. Liaison de Van der Waals :

C'est une liaison faible, qui est due à l'attraction électrostatique entre doublets électrons-noyaux des molécules polarisées, le centre des charges positives n'est pas confondu avec celui des charges négatives ; il y a déformation des orbitales externes. Cela donne lieu à la formation de dipôles. On la trouve dans la cristallisation des gaz rares à très basse température, entre les feuillets silicatés des argiles et entre les feuillets de graphite. [7]

II.1.1.2 Types de liaison et propriétés des matériaux :

Les différents types de liaison expliquent l'existence des trois grandes familles de matériaux : céramique (liaisons ioniques et liaisons covalentes), métaux et leurs alliages (liaisons métalliques), polymères organiques (liaisons covalentes et liaison hydrogène) et leurs principales propriétés. Les liaisons covalentes et ioniques sont très fortes expliquent les températures de fusion et les résistances élevées des matériaux céramiques. Ces seront donc très dur mais fragiles. Enfin, l'ordre indispensable à ces types de liaisons ne permet pas la présence de nombreux défauts dans la structure. [59,66]

La liaison de Van der Waals de faible intensité explique les températures de fusion et les faibles résistances mécaniques des polymères.

La liaison métallique de force moyenne entraîne pour les métaux des duretés, des rigidités, des déformabilités plastiques et des températures de fusion intermédiaire à cause de sa flexibilité, on remarque une grande quantité de défauts dans les matériaux caractérisés par les liaisons métalliques. [3,5,6,7]

II.1.1.3 Eléments importants de caractérisation des matériaux cristallins :

Parmi les éléments les plus importants pour la caractérisation des matériaux on a :

- Les plans de glissements (en fait les familles de plans parallèles) caractérisés, par leurs indices (dits de Miller) (hkl) et les coefficients de l'équation de la famille de plans ($hx + ky + lz = \text{constante}$) dans un repère constitué de 3 vecteurs non coplanaires du réseau cristallin

- Les directions cristallines repérées par leurs indices de Miller [uvw]
- Les familles de plans {hkl} (respectivement de directions $\langle uvw \rangle$) équivalentes, moyennant les symétries de la structure cristalline.
- Les sites interstitiels ; ce sont des emplacements entre les atomes du cristal où peut se loger un petit atome étranger. On distingue plusieurs types de sites selon la coordinence de l'atome en question : cubique, tétraédrique, octaédrique. Dans les métaux et leurs alliages les interstitiels influencent notamment les propriétés mécaniques et électrochimiques ; ce sont des atomes d'éléments légers, tels que H, B, C, N, O. [3..5]

II.1.1.4 Les défauts dans les arrangements cristallins :

La microstructure d'un matériau est formée par l'ensemble des grains et des particules de taille microscopique, ou des défauts observables par microscopie (électronique ou bien optique). Elle nous permet de caractériser les structures et les propriétés de plusieurs matériaux. [61,67]

La structure cristallographique du cristal est loin d'être toujours parfait, parce qu'elle est perturbée par une série des défauts, qui ont une grande influence sur certaines propriétés fondamentales.

Dépendamment de la nature du défaut, ceux-ci peuvent être classés en plusieurs catégories :

1. Les défauts de point :

Les défauts de point sont caractérisés par la présence ou l'absence de motifs (atome, molécule, ion,...) en un point particulier du cristal. On peut distinguer les cas suivants :

1. La présence des lacunes (l'absence de motif) de type anion au sien de cristal, crée un défaut de charge négative (défaut de Schottky), qui fait colorer le cristal. Elle se corrige très rapidement par la présence d'électrons libres qui se logent dans les interstices
2. La présence d'un motif du réseau dans une zone interstitielle. S'il s'agit d'un ion, ce déplacement d'un ion du motif du réseau vers une zone interstitielle

préserve la neutralité du réseau et se nome un défaut de Frenkel. Par exemple, c'est le cas du déplacement d'un petit cation dans réseau ionique où les anions sont gros.

3. La présence d'une impureté de substitution. Un motif est remplacé par un autre. Par exemple, un atome de cuivre remplace un atome de zinc dans un cristal métallique. S'il s'agit d'un réseau ionique, comme par exemple le chlorure de sodium, la substitution d'un ion chlorure par un ion fluorure sera sans effet sur la neutralité du cristal. Si la substitution implique un anion de charge différente, la neutralité du cristal exige qu'un cation de charge équivalente vienne substituer un cation du réseau original.
4. L'insertion d'un nouveau motif dans un interstice du cristal. Cette insertion est d'autant plus favorable que les dimensions de l'interstice et du nouveau motif sont comparables. [3,6,8]

2. Les défauts de ligne (dislocation) :

Les dislocations ont des conséquences mécaniques importantes, elles sont caractérisées par le glissement d'un plan par rapport à un autre, ce glissement nécessite une force de l'ordre de 10^9 newtons pour un cristal parfait, mais dans le cas réel à la présence de dislocation elle est de l'ordre de 10^6 N. [45,46]

On peut distinguer deux types de dislocation ; coin et vis

- La dislocation coin est caractérisée par l'existence d'un plan motifs s'insère comme un coin dans une bûche et par conséquence le réseau de la structure se dilate dans la partie concernée, pour laisser l'espace nécessaire à ce plan partiel (figure II.3.A) et (figure II.4)
- Dans la dislocation vis il y a une partie du plan de motifs qui se déformée, elle suivit par les déplacements d'un ou plusieurs motifs par rapport au plan voisin. Au voisinage de la déchirure, le réseau est soumis à une force de cisaillement (figure II.3. B) [3]
- Dans les dislocations mixtes sont caractérisées à la fois coin et vis (figure II.5)

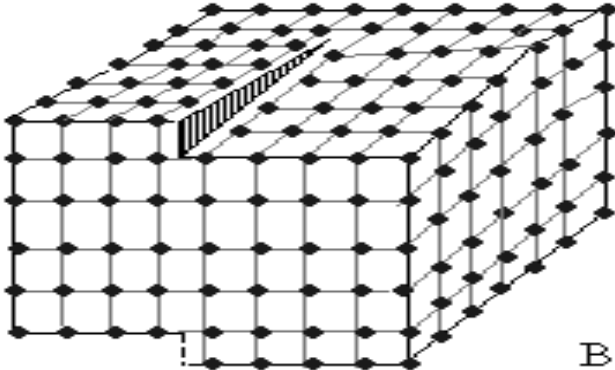


Figure (II.3.B)-dislocation vis

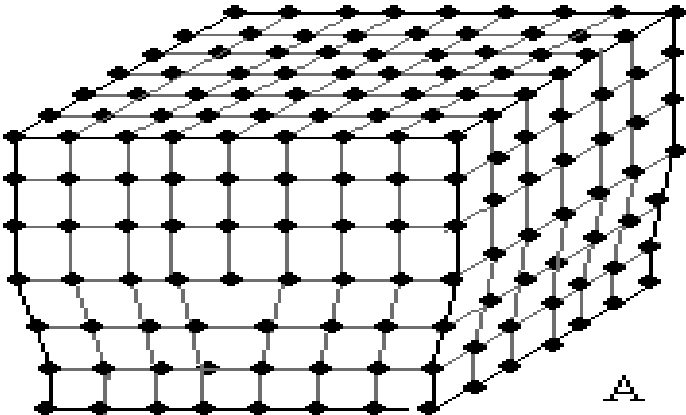


Figure (II.3.A)-dislocation coin

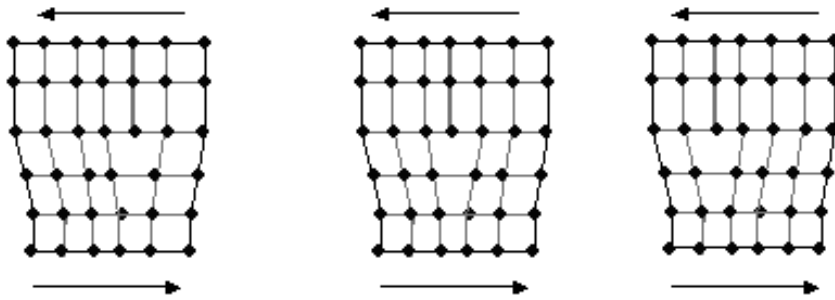


Figure (II.4)- Déplacement latéral d'une partie d'un cristal sous l'effet d'une force de cisaillement : effet de la dislocation coin.

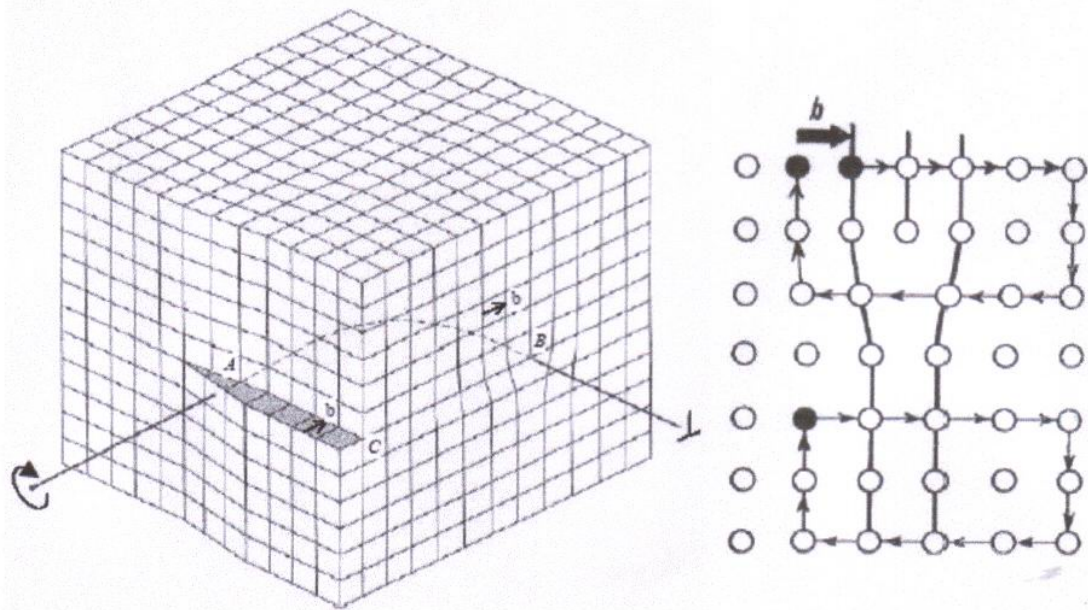


Figure (II.5)- Dislocations .A gauche, ligne de dislocation présentant un caractère coin en B et vis en C, d'après www.ecgf.uakron.edu. A droite, circuits de burgers (en bas,dans le cristal parfait,en haut,après l'introduction de la dislocation),le défaut de fermeture étant le vecteur de burgers b qui est un vecteur du cristal parfait .D'après R.W.K.Honeycombe,the plastic déformation of metals,Edward Arnold,London,1968.

3. Les défauts de plan :

Les défauts de plan ne sont pas vraiment des défauts du cristal, mais une conséquence de l'enchevêtrement polycristallin, qui est le vrai défaut interne de la microstructure des matériaux, elles sont associées aux ensembles polycristallins.

Le plan de motifs situé en surface d'un cristal contigu à un autre cristal détermine une ligne de contact au long de laquelle l'environnement électronique des motifs est différent de celui que ces motifs retrouvent à la surface du cristal. [46,57]

4. Les défauts volumiques :

Ils sont essentiellement des cavités de phases non désirées (inclusions des morceaux de matière étrangère, provenant de l'élaboration). Ils proviennent notamment de l'élaboration du matériau (frittage des céramiques, métallurgie des poudres), ou de l'endommagement de celui-ci lors de son utilisation. On trouve aussi des défauts volumiques tels que les « cordes » dans les verres, ou l'hétérogénéité de taille des bulles dans les matériaux mousseux. [72]

II.1.2 L'état désordonné :

La structure amorphe, ou non cristalline est dense et peu ordonnée. On y rencontre à petite distance une certaine périodicité de la distribution des atomes. Elle se rencontre dans certaines matériaux céramiques (verres minéraux), dans certaines alliages métalliques et dans la plus part des polymères organiques (caoutchoucs, verres organiques).

Les solides non cristallins, ou corps amorphes représentent un état exceptionnel de la matière, car l'arrangement des atomes dans leur structure est celui du liquide dont ils sont issus, par trempe. L'état désordonné est bien représenté dans le cas de les verres [67,72]

II.1.3 L'état entre désordre et ordre :

Entre l'état désordonné (les verres) et l'état ordonné des cristaux existent, des structures de grand nombre d'atome en molécule qui se rapprochent de celle du cristal avec des écarts à l'ordre importants, ou des structures apparemment désordonnées dans lesquelles on trouve un ordre à moyenne distance. Ce sont les matières plastiques, les caoutchoucs, les textiles.

II.1.4 Durcissement des matériaux et alliages métalliques :

Durcissement d'un matériau c'est l'augmentation de sa résistance (rigidité) à une déformation plastique par la correction des défauts que l'on introduit volontairement au niveau de leur structure, donc durcir un matériau consiste à gêner le mouvement des dislocations, responsables de la plupart des mécanismes de déformation non élastique. [23,46]

II.1.4.1 Durcissement de la solution solide :

Dans une microstructure parfait, composés d'atomes d'un seul élément, le mouvement des dislocations se fait par rupture et reconstitutions des liaisons chimiques, ce qui implique le passage d'un état de configuration instable entre deux états de configurations stables.

La contrainte correspondante τ_{PN} , appelée force de Peierls, dépend de la température. Elle vaut typiquement $10^{-4} \mu$ (métaux de structure compacte) à $10^{-2} \mu$ (liaisons covalentes), μ étant le module de cisaillement du matériau.

Généralement le durcissement des solutions solides est par l'introduction, d'atomes soit en insertion (H, C, N, O, B) soit en substitution des atomes de l'alliage. Prenons comme exemples le cas du manganèse dans les aciers, de l'oxygène dans les alliages de zirconium et le cas de Cr, Mo, W dans les alliages base nickel. [23,46]

D'une manière générale on peut freiner le mouvement des dislocations dans le cristal par manipulation sur les effets suivantes :

1. Effet de taille de grains (loi de hall et petch) :

Des distorsions élastiques dominent les limites d'une dislocation qui amènent localement à des champs de contrainte de traction, ou de compression. [45] Cet effet diminue l'énergie potentielle du système, les gros atomes et les interstitiels ont tendance à occuper les zones en tension tandis que les petits atomes en substitution occupent les zones de compression. [46]

La ségrégation sur la dislocation coin est concernée ici (effet Cottrell). Les interstitiels ont tendance à distordre le réseau cristallin et à interagir avec les dislocations vis (effet Snoek).

A la présence des dislocations, la déformation plastique se déclenche d'abord dans les grains les mieux orientés pour se déformer. Dans ces grains, les dislocations émises dans un plan vont s'empiler devant les interfaces difficiles à franchir, telles que les joints entre grains d'orientations différentes (figure II.6).

Pendant l'équilibre avec la contrainte appliquée, la distance entre dislocations s'élève lorsque l'on va de l'obstacle vers la source. La force en retour sur la source finit par empêcher celle-ci d'émettre de nouvelles dislocations. Alors plus une moindre taille des grains, plus une faible taille de l'empilement et plus une faible contrainte exercée en tête de l'empilement

– Loi de Hall et Petch:

D'après Hall et Petch, la formule d'empilement de dislocations qui exprime la limite d'élasticité (en cisaillement) est;

$$\tau_y = \tau_i + \frac{k_y}{\sqrt{d}}, \text{ tel que ;}$$

τ_y ; contrainte de cisaillement nécessaire au mouvement des dislocations en réseau parfait

d ; diamètre du grain (la taille)

k_y ; Constante qui dépend du matériau

Cette loi est valable pour la plupart des alliages métalliques des grains suffisamment gros (typiquement de diamètre supérieur de 10 nm)

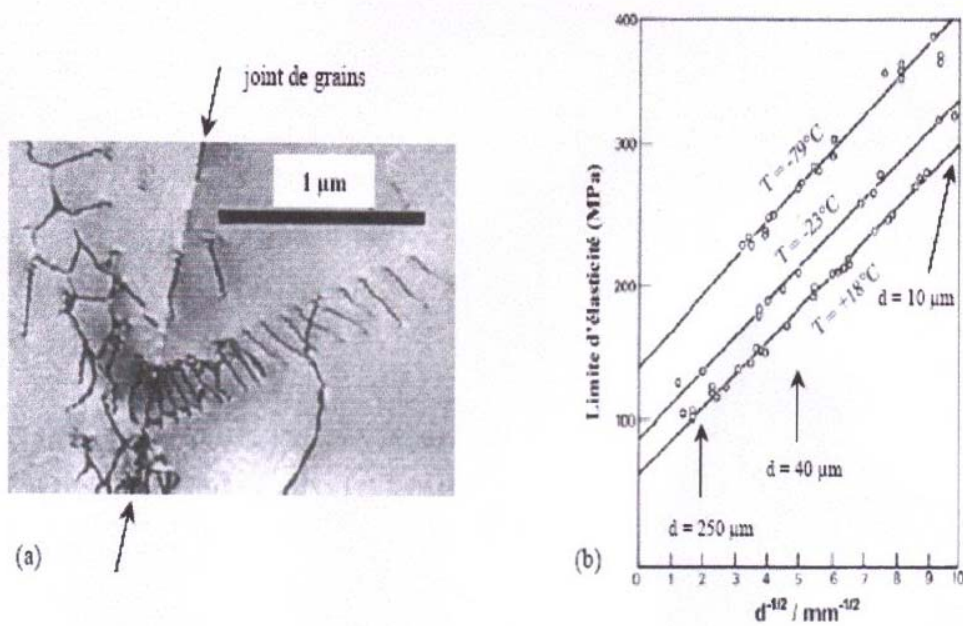


Figure (II.6) : Durcissement par la taille de grains : (a) empilement de dislocations près d'un joint de grains, créant des contraintes dans le grain d'à côté ; (b) loi de Hall et Petch sur un acier doux. Sources : (a) cliché CEA SRMA, in D. François, A. Pineau, A. Zaoui, comportement mécanique des matériaux ,vol.1,Hermès,1991,p.235.(b) R.W.K.Honeycombe, Steels-Microstructure and Proprieties ,London,Edward Arnold,1981.

2. Un effet de valence :

Généralement l'effet des différentes valences entre le soluté et le solvant est négligé. Il est de l'ordre de cinquième à septième de l'effet de la taille.

3. Un effet chimique :

Il est caractérisé par la modification d'énergie locale de faute d'empilement, ce qui conduit à une augmentation de la limite d'élasticité ; Par exemple, une structure cristalline CFC, devient localement hexagonale compacte. Les éléments qui favorisent cette nouvelle structure vont donc ségréger sur la faute d'empilement et faciliter la dissociation des dislocations.

4. Effet de la densité de dislocation (écrouissage) :

L'écrouissage c'est l'effet des interactions entre dislocations qu'ils augmentent avec la multiplication des dislocations au cours de la déformation plastique. Cet effet est responsable du fort durcissement des alliages de structure cubique à faces centrées ; tels que les alliages des cuivres. Généralement les interactions entre une dislocation mobile et une autre dislocation sont distinguées selon le plan de glissement des dislocations ;

- **Dislocation dans même plan :**

Dans ce cas les valeurs des contraintes sont calculées à partir du dérivé de l'énergie d'interaction entre deux dislocations par rapport au déplacement de la dislocation mobile :

$$\tau = \mu b \frac{\sqrt{\rho_d}}{2\pi} \quad \text{Pour les dislocations vis}$$

$$\tau = \frac{\mu b}{8\pi(1-\nu)} \sqrt{\rho_d} \quad \text{Pour les dislocations coin}$$

ρ_d ; Densité de dislocation

ν ; Volume massique

b ; Vecteur de burgers

μ ; le module de cisaillement du matériau.

- **Dislocation n'est pas dans même plan:**

C'est le cas, où le mouvement de la dislocation dans son plan de glissement est traversé par les autres dislocations

$$\tau = \alpha \mu b \sqrt{\rho_d} \quad \text{d'où ; } \alpha = \frac{1}{4} \text{ à } \frac{1}{3}$$

b ; Vecteur de burgers des dislocations

μ ; Module de cisaillement

τ_p ; Contrainte critique de cisaillement

α ; Coefficient d'expansion

ρ_d ; Densité de dislocation

II.1.4.2 Durcissement par des secondes phases :

C'est le cas, où les déplaçant des dislocations rencontrent une phase différente, qui possède d'autre vecteur de burgers et d'autre plan de glissement.

Les phases durcissantes peuvent être introduites, par mélange, ou encore être créées in situ, par précipitation après un traitement thermique approprié. [46,72]

- **Contrainte critique de cisaillement:**

On considère tout d'abord que les obstacles sont éloignés les uns des autres et exercent chacun une force f sur la dislocation (figure II.6). Celle-ci, sous les effets conjoints de cette force et de la contrainte appliquée, par unité de longueur appelée tension de ligne, va se courber jusqu'à finalement se décrocher de l'obstacle lorsque la force motrice devient supérieure à une valeur critique f_c [46]. À l'équilibre entre la force exercée par l'obstacle et la tension de ligne Γ de la dislocation est écrit :

$$f_c = 2\Gamma \cos \phi_c$$

$$\text{Où } \Gamma = 0.5\mu b^2$$

La force f_c est égale à la force appliquée sur la dislocation, par le champ de contrainte exercée au moment du décrochement de la dislocation :

$$f_c = bL\tau_c$$

La valeur de contrainte de cisaillement critique est :

$$\tau_c = \frac{\mu b \cdot \cos \phi_c}{\Lambda}$$

Une valeur faible de contrainte critique implique un obstacle faible

- **Mécanismes de franchissement de deux phases :**

Il existe deux mécanismes de franchissement d'une seconde phase par une dislocation qui glisse : le cisaillement (la dislocation traverse et cisaille la seconde phase) et le contournement.

L'évaluation des contraintes nécessaires dans chacun de ces cas, consiste l'évaluation de la distance moyenne entre les obstacles en fonction de leur fraction volumique et de leur rayon.

On considère une tranche de matière d'épaisseur $2R$, avec R est le rayon de la seconde phase, et de cote X (figure II.6)

La valeur de la fraction volumique f_v :

$$f_v = \frac{2\pi R^2}{3X^2} N ; \quad \text{D'où } N \text{ est le nombre des secondes phases}$$

$$\text{Pour } N=1 ; X = \sqrt{\frac{2\pi R^2}{3f}} \approx \Lambda$$

Λ : Espacement moyen entre particules.

Si la dislocation contourne complètement l'obstacle et sans jamais y pénétrer (figure II.9). La contrainte de cisaillement critique (l'angle ϕ_c vaut zéro) est donnée par :

$$\tau_c = \frac{\mu b}{\Lambda} \approx 0,7 \cdot \mu b \cdot \frac{\sqrt{f_v}}{R}$$

Si la dislocation cisaille la seconde phase (figure.II.7), son vecteur de burgers doit appartenir au réseau de chacune des deux phases. La force résistance critique F_C (d'origine : liaisons chimique, interaction entre la dislocation et l'interface entre les phases, interaction élastique entre la matrice et la seconde phase, etc..) est donnée par la formule suivante :

$$F_C = k.b.R.\mu$$

R ; Rayon de la seconde phase

b ; Vecteur de burgers

Pour tenir en compte de la courbure de la dislocation (ou de l'angle ϕ_C), on utilise une longueur effective L_{eff} telle que :

$$2.L^2.\Gamma = b.\tau_c.L_{eff}^3$$

On déduit :

$$b.\tau_c.L_{eff} = k.b.R.\mu$$

La contrainte de cisaillement critique devient :

$$\tau_c = \mu.\sqrt{\frac{3.k^3}{2.\pi}}.\sqrt{\frac{f_v.R}{b}}$$

A fraction volumique de seconde phase constante, l'effet durcissant croit avec le rayon R des obstacles

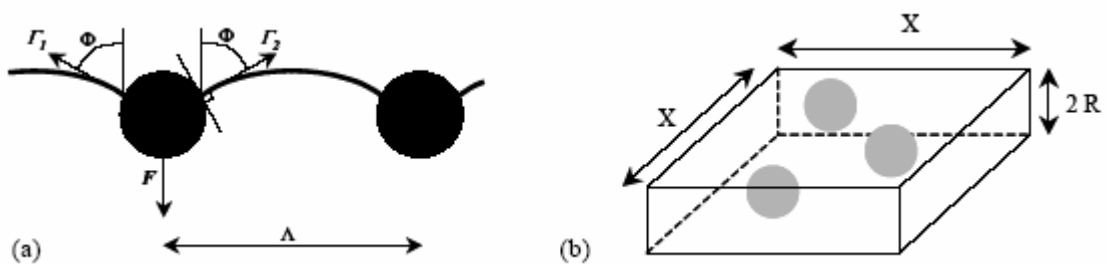


Figure (II.7)-force opposée au déplacement des dislocations par des obstacles localisés (a)et comptage des obstacles (b)

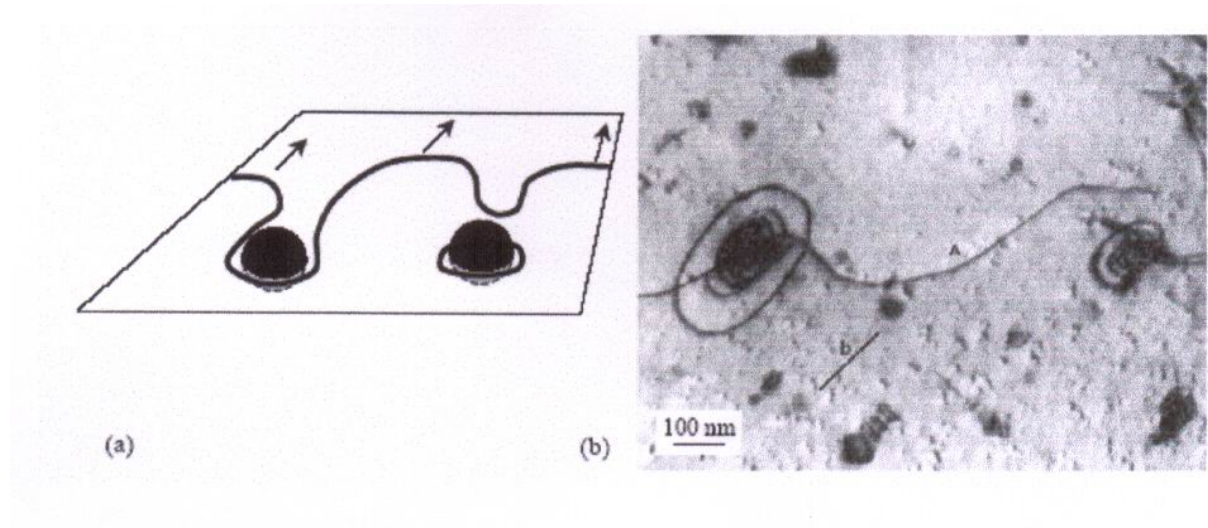


Figure (II.8)-Contournement des précipités par les dislocations :(a) mécanisme d'Orowan ;(b) observation, par microscopie électronique en transmission, de boucle de dislocation autour des précipités dans un alliage d'aluminium (source : www.enseeg.inpg.fr)

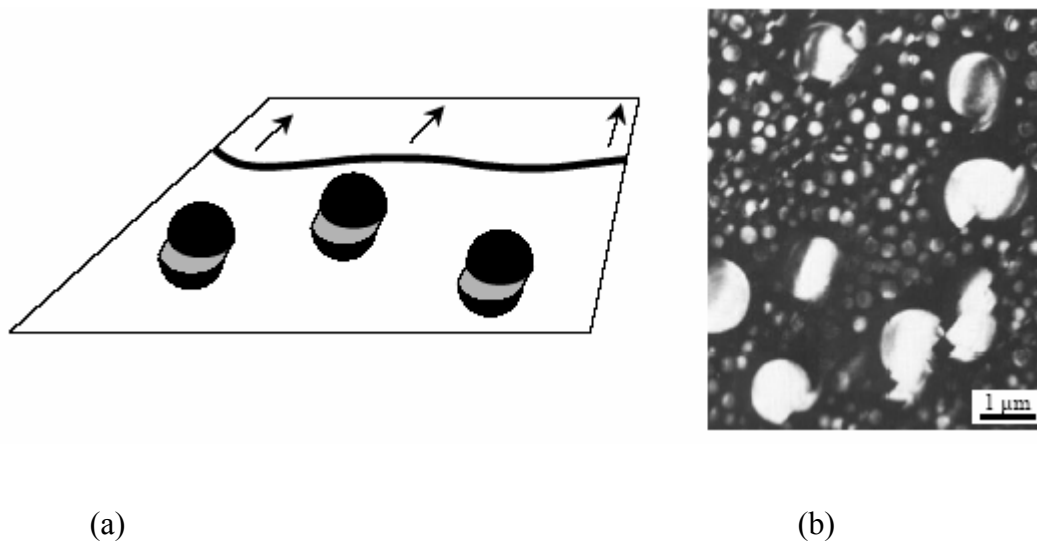


Figure (II.9) : Cisaillement des précipités par les dislocations :(a) mécanisme ;(b) observation au microscope électronique en transmission (A.Pineau,M.Clavel,Materials Science and Engineering,(55(1982),pp.157-171)

II.2. Dureté de matériau massif

II.2.1. La dureté statique (par pénétration) :

1. Dureté Brinell :

La première des techniques modernes pour mesurer la dureté des métaux est due à Brinell. Dans l'essai Brinell standard (1900), une sphère dure est pressée normalement sur la surface du matériau, figure (II.10). Afin d'obtenir une valeur de dureté qui conduise à peu de variation en fonction de la profondeur d'impression, Brinell a choisi en tant que définition de la dureté, HB :

HB = charge appliquée / aire de la calotte sphérique de l'empreinte

La dureté brinell (HB) est donnée par [37,39] :

$$HB = \frac{2P}{\pi D(D - \sqrt{D^2 - d^2})} \left[\frac{kg}{mm^2} \right]$$

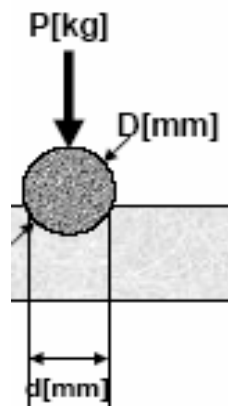


Figure (II.10) : essai de brinell

D : diamètre du pénétrateur (mm)

d : mesure de l'empreinte réalisée à 90° (mm)

p : charge d'essai (kg)

En général, le rapport d/D est petit

$$D - \sqrt{D^2 - d^2} = D \left(1 - \sqrt{1 - \left(\frac{d^2}{D^2}\right)} \right) \approx D \left(1 - \left(1 - \frac{1}{2} \left(\frac{d^2}{D^2}\right) \right) \right) = D \left(\frac{1}{2} \left(\frac{d^2}{D^2}\right) \right) = \frac{d^2}{2D}$$

$$\approx 1 - \frac{1}{2} \left(\frac{d^2}{D^2}\right)$$

$$HB = \frac{2P}{\pi D \underbrace{(D - \sqrt{D^2 - d^2})}_{\approx \frac{d^2}{2D}}} \approx \frac{2P}{\pi D \frac{d^2}{2D}} = \frac{P}{\frac{\pi d^2}{4}} = \frac{\text{charge}}{\text{surface de l'empreinte}}$$

Matériau plus dur → Surfaces de l'empreinte plus faible → Dureté plus grande

2. Dureté Meyer :

Meyer a montré que l'enfoncement d'une bille dans un métal est donné par la formule :

$$\frac{F}{d^2} = k \left(\frac{d}{D} \right)^m \quad (1)$$

L'exposant m et le coefficient k de la loi de Meyer varient avec la nature du métal et son état. Dans les métaux durs m vaut 0 à 0,15 environ et dans les métaux écrouis vaut 0,3 à 0,6. [9]

On peut définir alors la dureté Meyer comme suit :

$$HM = \frac{4F}{\pi d^2} \quad (2)$$

En replace (1) dans (2), on obtient :

$$HM = \frac{4k}{\pi} \left(\frac{d}{D} \right)^m \quad (3)$$

3. Dureté Vickers :

Dans l'essai Vickers (Smith et Sandland 1925), une pyramide à base carrée en diamant est utilisée comme pénétrateur. La dureté Vickers HV est définie par [11] :

HV = charge appliquée / aire latérale de l'empreinte pyramidale

La dureté d'indentation la dureté Vickers est donnée par :

$$H_v = \frac{\text{la charge appliquée}}{\text{la surface de l'empreinte}}$$

$$H_v = \frac{2F \sin 68}{gd^2} = 1.8544 \frac{p}{d^2} = 0.189 \frac{F}{d^2}$$

Avec ; $d = \frac{d_1 + d_2}{2}$

F (N) : La charge appliquée au pénétrateur

d (mm) : Le diagonale moyen de l'empreinte

4. Dureté Knoop :

La dureté Knoop HK s'exprime par le rapport de la charge appliquée F à la surface projetée A de l'empreinte [4] :

$$HK = \frac{F}{A} = \frac{F}{Cl^2} = \frac{F}{0.07028 l^2} = 14,23 \frac{F}{l^2}$$

Avec

F (N) : La charge appliquée au pénétrateur

A (mm^2) : la surface de l'empreinte

l (mm) : Longueur de la plus grande diagonale imprimée.

C : Rapport constant de l à la surface projetée $C = 7,028 \cdot 10^{-2}$

5. Dureté Berkovitch:

Le pénétrateur Berkovitch est une pyramide en diamant à base triangulaire d'angle entre face vaut 63.3° . La dureté Berkovitch est donnée sous la forme [42] :

$$H = \frac{P}{(4,95d)^2}$$

P : La charge appliquée à l'indenteur en N

d : le diamètre de l'empreinte projetée en m

6. Dureté Rockwell :

La valeur de dureté est donnée par la formule suivante [73] :

Échelle B, E et F

$$HRB = 130 - r$$

Échelle C

$$HRC = 100 - r$$

L'unité de dureté Rockwell correspondant à une pénétration de 0,002 mm. (Voir figure I.2)

La valeur de r étant l'enfoncement rémanent obtenu en appliquant puis en relâchant la force F

7. Microdureté Vickers :

1. Dureté intrinsèque :

Dans ce cas la dureté est supposée indépendante de la taille de l'empreinte, donc la dureté intrinsèque du matériau H_0 est une constante du matériau. [16, 21,71]

La charge d'essai, F_i s'exprime en (g) comme suite ;

$$F_i = ad_i^2 \quad (\text{g}) \quad (1)$$

$$H_0 = K \frac{F_i}{d_i^2} \quad (2)$$

d_i : Longueur de la diagonale de l'empreinte (μm)

K : Constante dépend de la géométrie du pénétrateur

De les relations (1) et (2), on déduit :

$$H_0 = Ka \quad (3)$$

Dans le cas de l'essai Vickers ou l'indenteur est une pyramide d'angle entre deux faces opposées, $\beta = 136^\circ$

$$K = 2 \cos \beta = 2 \cos 22^\circ$$

$$K = 1,8544$$

2. Indice de Meyer (indice d'effet de taille) :

La relation de Meyer qu'exprime la charge d'essai en fonction de la longueur des diagonales mesurées [9] est donnée par :

$$F_i = a d_i^n \quad (4)$$

n : l'indice de Meyer

On introduit l'expression de F_i dans l'équation (2) elle devient :

$$H_i = K a d_i^{n-2} = q d_i^{n-2} \quad (5)$$

En peut exprimer n par :

$$n = \frac{\partial F / F}{\partial d / d} \quad (7)$$

Si $n < 2$, la dureté croit lorsque la charge d'essai diminue.

Si $n = 2$, la dureté est indépendante de la charge,

Si $n > 2$, la dureté diminue lorsque la charge d'essai diminue.

II.2.2. La dureté dynamique :

1. Dureté par rayage (scratch test) :

Si la pointe est en mouvement relatif par rapport à la surface du matériau, Figure (II.11) on est amené à définir [60] une dureté d'essai de rayure, ou dureté « dynamique » tangentielle de la façon suivante :

$$H_r = \frac{4F_n q}{l^2 \pi}$$

q est un paramètre permettant de prendre en compte la nature de la réponse du matériau

$1 \leq q \leq 2$: Pour un matériau viscoélastique (pratiquement $q = 1$)

$q \approx 2$: pour un matériau plastique

F_n : La charge normale appliquée à la pointe

Très peu d'études ont été menées sur ce paramètre q . La largeur l du sillon de la rayure mesurée une fois les essais terminés est supposée constante et la recouvrance élastique est supposée nulle.

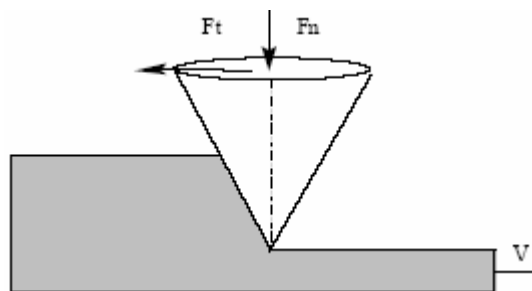


Figure (II.11) : Pénétrateur conique pour l'essai de dureté par rayage

2. Dureté par rebondissement (essai Shore) :

Le principe consiste à faire chuter bien verticalement d'une hauteur fixe une petite masse d'acier terminée par un diamant arrondi. La masse est guidée dans sa chute par un tube lisse. Ensuite la mesure de l'hauteur de rebondissement a également été proposée pour mesurer la dureté du matériau.

Cet essai mesure l'énergie de déformation plastique : si le choc est parfaitement élastique (pas de déformation plastique, pièce à tester très dure), la pointe rebondit théoriquement jusqu'à sa hauteur de lâcher (en négligeant les frottements) ; on peut relier la différence de hauteur h à l'énergie cinétique ΔE_c absorbée lors du choc.

$$\Delta E_c = m \cdot g \cdot h$$

II.3. Matériaux revêtus :

Les matériaux revêtus sont, depuis quelques années, l'objet d'une extraordinaire évolution quelles que soient les raisons d'utilisation du revêtement (résistance à l'usure, diminution des phénomènes de corrosion, meilleure résistance au frottement, à la fatigue et au vieillissement, obtention de surface lisses...). Les performances des matériaux revêtus dépendants entre autre, de l'adhésion (ensemble des phénomènes physique ou chimiques qui prennent naissance lorsqu'on met en contact deux surfaces) entre le substrat et le revêtement, de la nature et les taux des contraintes résiduelles. [35,43]

II.3.1. La surface et l'interface

Dans le domaine des revêtements, les notions de surface et d'interface revêtement /substrat ont un rôle très important .La surface est définie comme la partie extérieure d'un solide, quelle que soit la discipline impliquée.

Une surface industrielle est donc de nature complexe et sera constituée de plusieurs strates superposées résultant d'interactions entre le métal et son environnement, D'une manière générale, plusieurs zones peuvent être distinguées :

- Une zone perturbée par divers phénomènes physiques ou chimiques, peut atteindre quelques centaines de micromètres
- Une zone transformée, constituée par un mélange d'oxydes divers, qui constitue la calamine
- une zone contaminée caractérisée par la présence de couches physisorbées et chimisorbées de molécules organiques ou d'autres composés issus de l'atmosphère ambiante.

II.3.2. Les revêtements :

Les revêtements de surface sont toutes les opérations mécaniques, chimiques ou électrochimiques, physiques...qui peuvent modifier l'aspect, ou la microstructure de la surface des matériaux, dans le but de l'adapter à des conditions d'emploi spécifiées [3,5]. Les principaux types de revêtements sont les suivants :

- des couches de conversion
- les revêtements métalliques
- les revêtements minéraux
- les revêtements organiques

1. Les couches de conversion :

Ce sont des couches superficielles protectrices obtenues par modification superficielles de la structure du matériau. Parmi ce type de revêtement [43] ; la chromatisation qui est obtenue par immersion dans une solution de bichromates avec ou sans passage de courant, l'anodisation d'aluminium, qui consiste à faire croître une couche d'oxyde épaisse et adhérente, par application d'un potentiel élevé, en milieu aqueux, par exemple sulfurique.

2. Les revêtements métalliques :

On peut distinguer deux types de revêtements ; revêtements cathodiques, où le matériau utiliser est plus noble que le substrat et revêtements anodiques où le revêtement est moins noble que le substrat. Ils peuvent être obtenus par électrodéposition (Ni,Cr,Cu,Zn,Au...), dépôt physique (évaporation sous vide ,dépôt ionique,pulvérisation

cathodique) ,dépôt chimique à partir d'une phase gazeuse (CVD) ou aqueuse(nickel chimique),dépôt de soudure ou par co-laminage[10]

3. Les revêtements minéraux :

Ces types de revêtements n'autorisent aucune mise en forme et exigent des précautions de manipulation. Ils peuvent être obtenus par les techniques modernes de dépôt (CVD, PVD...)

4. Les revêtements organiques :

Ils existe une grande variété de ce type de revêtement parmi lesquels les polymères et les peintures .Ils limitent ou empêchent l'accès du milieu au substrat. [43]

Les revêtement organiques présentent l'avantage d'une bonne plasticité, qui autorise parfois leur application avant la mise en œuvre finale des matériaux et sont souvent relativement faciles à appliquer et réparer sur site

II.4. La dureté du matériau revêtu :

II.4.1. Les différents modèles :

II.4.1.1. Lois linéaire additive :

La dureté composite Pour le revêtement monocouche est donnée par la loi additive suivante [25, 27,33-35] :

$$H_C = aH_f + bH_s \quad (1)$$

$$a + b = 1 \quad (2)$$

$$\text{Avec : } a = \frac{V_f}{V_C} \quad , \quad b = \frac{V_s}{V_C}$$

V_C : Volume composite

V_s : Volume de substrat

V_f : Volume de film

H_s : Dureté de substrat

H_f : Dureté de film

II.4.1.2. Les lois de mélange aires :

1 — Modèle de Buckele :

Le premier modèle propose par Buckle (1965), Figure (II.12) considère un matériau divisé en douze (12) couches d'épaisseur égales à la profondeur de pénétration, D, la couche i, participe à la dureté de l'ensemble. [32]

D'après Buckle, la dureté composite, H_c , est obtenue à partir de la formule :

$$H_c = \frac{\sum_{i=1}^{12} H_i P_i}{\sum_{i=1}^{12} P_i} \quad \text{d'où } P_i : \text{ Poids de la couche } i \quad (3)$$

Pour un substrat homogène, à partir de dureté, H_s , revêtu par un film de dureté, H_f , et d'épaisseur, t, la dureté composite est donnée par la formule :

$$H_c = aH_f + bH_s$$

a et b sont calculés à partir de l'équation (3)

$$a = \frac{\sum_{i=1}^k p_i}{\sum_{i=1}^{12} p_i} [H_f] \quad (4)$$

$$b = \frac{\sum_{i=k+1}^{12} p_i}{\sum_{i=1}^{12} p_i} [H_s] \quad (5)$$

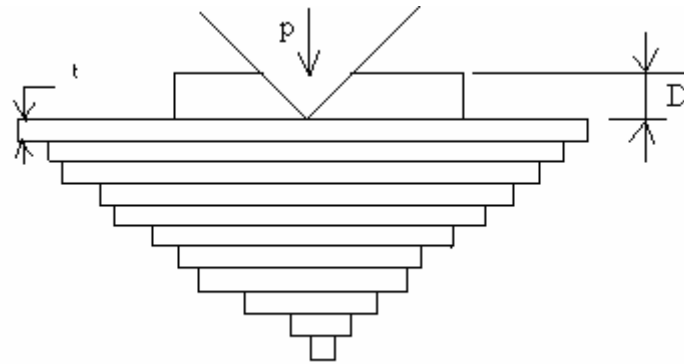


Figure (II.12) : Répartition empirique des poids dans les sous couche de la zone d'influence d'une empreinte d'après Buckle

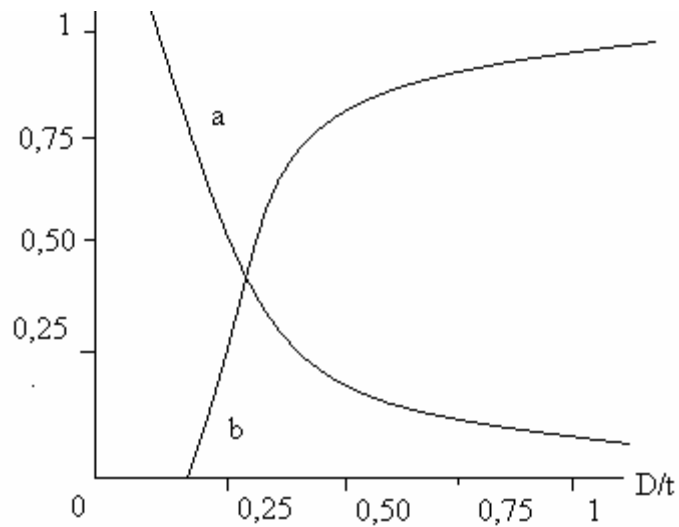


Figure (II.13) : graphe des coefficients de pondération a et b introduite par Buckle

2 –Modele de Jonsson et Hogmark :

Ce modèle, Figure (II 14) est valable aux conditions suivantes :

- La mesure de la dureté composite (film et substrat) sous charges variables en microdureté
- La modélisation de la dureté en supposant qu'elle est proportionnelle aux surfaces indentées
- L'intégration de l'effet d'échelle par une représentation de la dureté en fonction de l'inverse de la diagonale de l'empreinte. [31] Ce modèle est aussi supposé une loi de mélange d'aires selon l'équation (1).

Pour l'empreinte pyramidale (pénétrateur Vickers) .L'aire projetée du film est :

$$S_f = \left(\frac{d}{\sqrt{2}} \right)^2 - \left(\frac{d}{\sqrt{2}} - 2x \right)^2 \quad (6)$$

L'aire projetée du substrat :

$$S_s = \left(\frac{d}{\sqrt{2}} - 2x \right)^2 \quad \text{D'où} \quad x = e \sin 22^\circ \cdot \cos 22^\circ \quad (7)$$

L'aire projetée composite est :

$$S_c = \left(\frac{d}{\sqrt{2}} \right)^2 \quad (8)$$

Donc on a :

$$a = \frac{S_f}{S_c} = \frac{2ce}{d} - C^2 \left(\frac{e}{d} \right)^2 \quad (9)$$

d : diamètre de l'empreinte

e : épaisseur du film

C ; est une constante qui dépend de la déformation du film et d'après les résultats expérimentaux :

Le premier cas (figure II.16) suppose que le film épouse la forme de l'empreinte, la constante C vaut la valeur de 1 ($C = 1$)

Le deuxième cas (figure II.15) correspond à un film fragile $C = 0.5$

De l'équation (1) et (2) on déduit :

la loi additive devienne :

$$H_c = H_s + a(H_f - H_s) \quad (10)$$

En remplaçant l'expression (9) dans l'équation (10) :

$$H_c = H_s + \left(2C \frac{e}{d} - \left(\frac{Ce}{d} \right)^2 \right) (H_f - H_s) \quad (11)$$

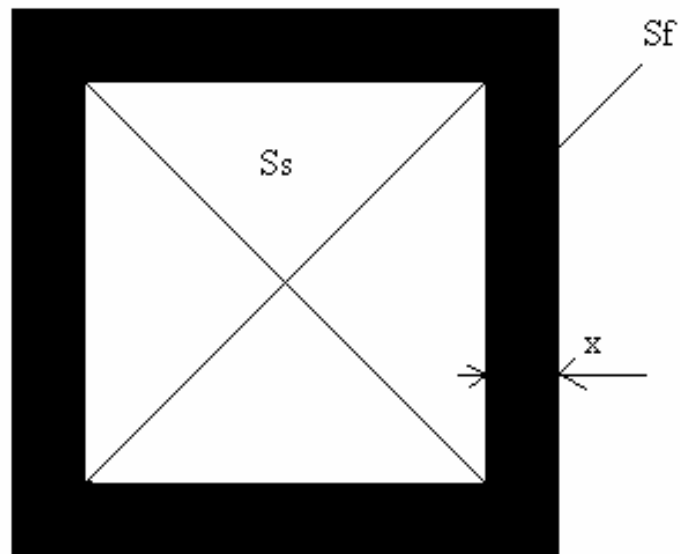


Figure (II 14) : Modèle géométrique de Jonsson et Hogmark

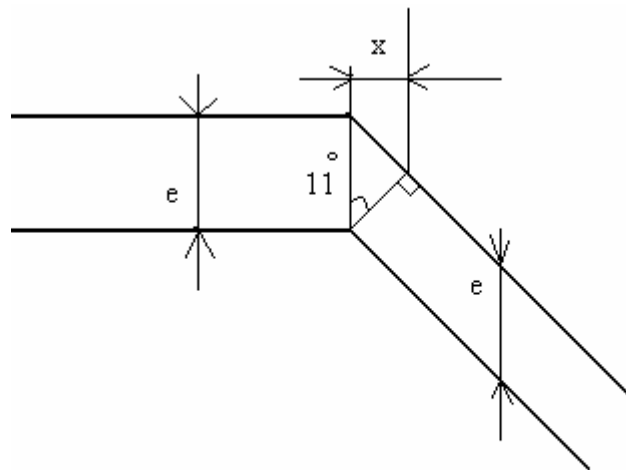


Figure (II.15) : Rupture du film ($C=0,5$)

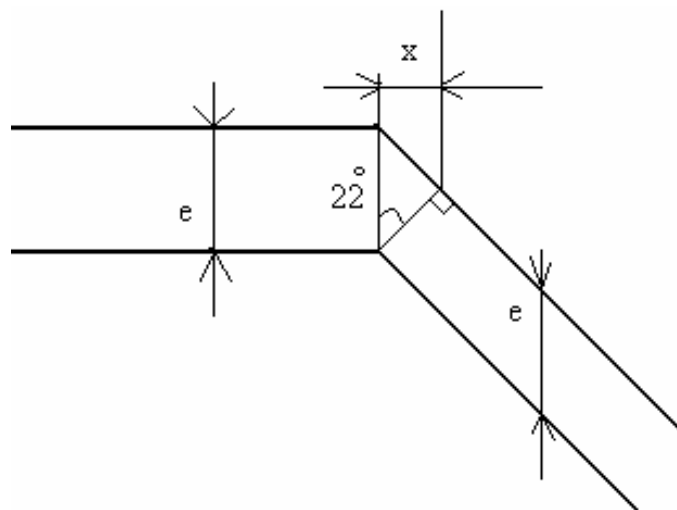


Figure (II.16) : Déformation plastique du film qui épouse la forme de l'empreinte ($C=1$)

- **Amélioration de Thomas et Vinsbo :**

Le modèle du Hogmark et Jonsson est amélioré par Thomas et Vingsbo, Figure (II 17) de la dépendance de la dureté avec la charge par l'intermédiaire de la formule :

$$H_v = H_0 + \frac{B}{d} \quad (12)$$

Thomas suppose que la dureté du substrat et de composite suivent cette équation :

$$H_s = H_{0s} + \frac{B_s}{d} \quad (13)$$

$$H_c = H_{0c} + \frac{B_c}{d} \quad (14)$$

H_s : Dureté du substrat

H_c : Dureté du composite

B_s : Constante dépend du substrat

B_c : Constante dépend du composite

d : diamètre de l'empreinte

Pour $H_{0c} = H_{0s}$ en combinant les relations (13) et (14) avec la relation (11) il obtient :

$$H_f = H_{0s} + \frac{B_s}{d} + \frac{B_c - B_s}{2Ce - \frac{e^2 C^2}{d}} \quad (15)$$

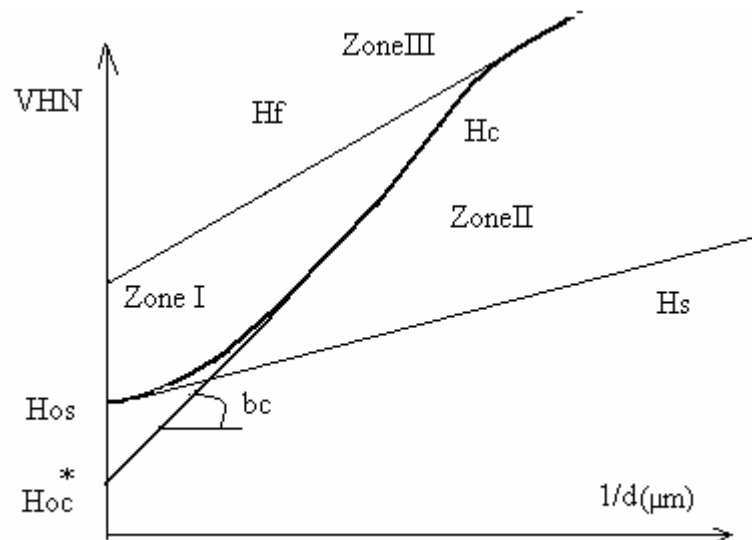


Figure (II. 17) : Variation de la dureté avec l'inverse de la diagonale de l'empreinte
Pour un film épais

- **Amélioration de Chicot et Lesage :**

Chicot et Lesage critiquent le modèle de Jonson et Hogmark dans le cas des couches épaisses. Ils observent expérimentalement une variation de dureté du composite présentant un point d'inflexion, Figure (II.21). Ils proposent de remplacer la constante C du modèle de Hogmark et Jonsson, par une fonction dépendant du rapport de l'épaisseur sur la diagonale de l'empreinte :

$$C = \left(\frac{e}{d}\right)^n \quad (16)$$

En remplaçant la fonction de la constante C dans l'équation (11) ils obtiennent :

$$H_c = H_s + \left(2\left(\frac{e}{d}\right)^{n+1} - \left(\frac{e}{d}\right)^{2(n+1)}\right)(H_f - H_s) \quad (17)$$

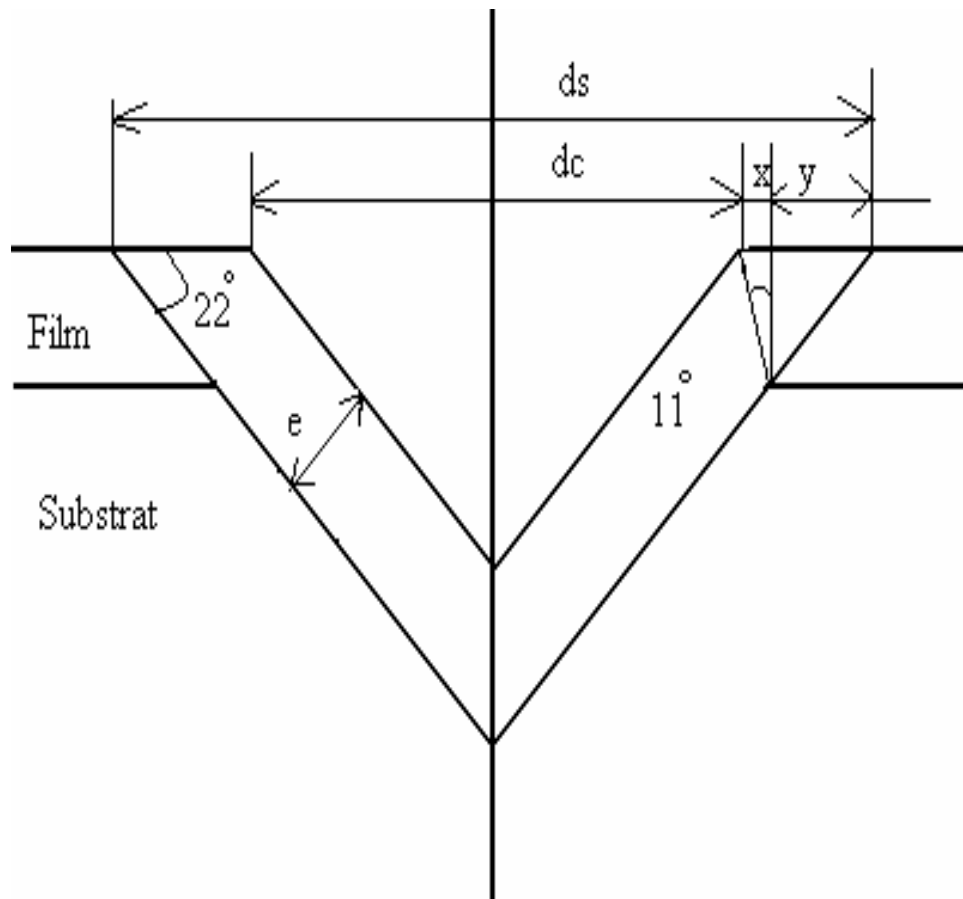


Figure (II.18) : Représentation de la déformation du film pour une pénétration supérieure à l'épaisseur du film

II.4.1.3 –Loi de mélanges en volume :

Ce type du modèle est basé sur les mélanges des volumes déformés plastiquement. Sargent, Figure (II.19) propose la loi de couplage suivante [22] :

$$H_C = \frac{V_f}{V_C} H_f + \frac{V_S}{V_C} H_S \quad (18)$$

Le volume composite est :

$$V_C = V_S + V_f \quad (19)$$

V_f : Volume déformée plastiquement de film

V_S : Volume déformée plastiquement de substrat

V_C : Volume composite déformée plastiquement

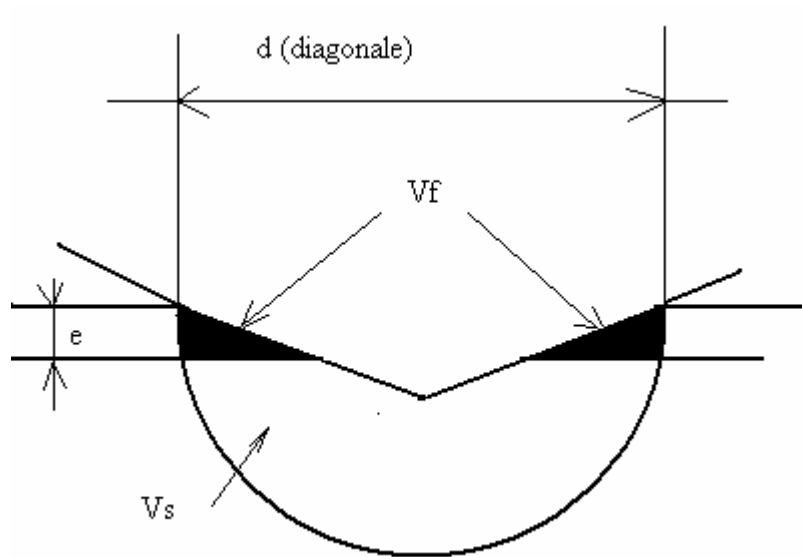


Figure (II.19) : Modèle de Sargent (la zone influencée par l'indenteur est une calotte sphérique dont le diamètre est la diagonale de l'empreinte)

1 – Modèle de Burnett et Rickerby (1987) :

La modification des tailles des zones de déformation plastique engendrées par l'indenteur Vickers est introduite dans la loi additive (18) par l'intermédiaire d'un facteur χ :

$$H_C = \frac{V_f}{V_C} H_f + \chi^3 \frac{V_S}{V_C} H_S \quad \text{Si } H_S < H_f \quad (20)$$

$$H_C = \chi^3 \frac{V_f}{V_C} H_f + \frac{V_S}{V_C} H_S \quad \text{Si } H_S > H_f \quad (21)$$

$$V_C = V_f + \chi^3 V_S = V_S + \chi^3 V_f \quad (22)$$

Ou χ est un paramètre empirique représente la variation de volume de la zone plastique en fonction de l'adhérence de l'interface [29], donc; il est de la forme :

$$\chi = \left(\frac{E_f H_s^-}{E_s H_f^-} \right)^q \quad (23)$$

H_s^- Et H_f^- sont les duretés caractéristiques du substrat et du film pour une diagonale d'empreinte fixe

E_s : Module de Young pour substrat

E_f : Module de Young pour film

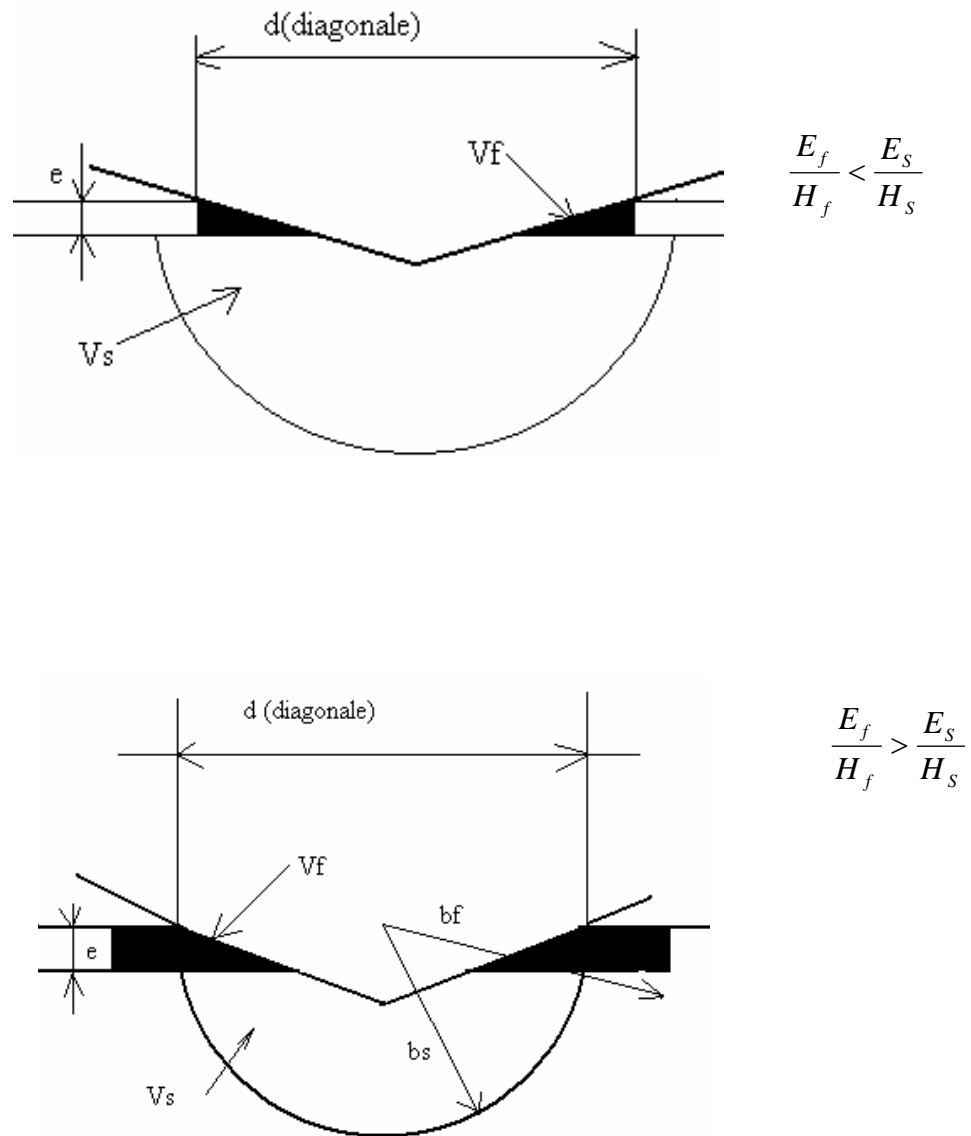


Figure (II.20) : Représentation des zones déformées plastiquement par le pénétrateur Vickers

2 — Modèle de Chicot et Lesage (1995) :

Chicot et Lesage considèrent que les zones déformées plastiquement dans le substrat et le revêtement sont modifiées, par rapport à ce qu'elles seraient dans un matériau homogène, et se combinent suivant une loi de couplage en série. La dureté du composite s'écrit comme suit :

$$H_c = a^- H_f + b^- H_s \quad (24)$$

$$a^- + b^- = 1 \quad (25)$$

Les coefficient pondérateur, a^- et b^- , s'écrivent :

$$a^- = \frac{1}{2} \left(\frac{V_{ff}}{V_f} + \frac{V_{sf}}{V_s} \right) = \frac{3e}{4} \left(\frac{b_s + b_f}{b_f b_s} \right) \quad (26)$$

$$b^- = \frac{1}{2} \left(\frac{V_{fs}}{V_f} + \frac{V_{ss}}{V_s} \right) \quad (27)$$

En combinant les relations (26) et (27) avec la relation (24) il obtient :

$$H_c = \frac{1}{2} \left(\frac{V_{ff}}{V_f} + \frac{V_{sf}}{V_s} \right) H_f + \frac{1}{2} \left(\frac{V_{fs}}{V_f} + \frac{V_{ss}}{V_s} \right) H_s \quad (28)$$

Avec :

$$V_s = V_{sf} + V_{ss} \quad (29)$$

$$V_f = V_{fs} + V_{ff} \quad (30)$$

Les volumes déformés V_i et V_{i_f} sont assimilés à des calottes hémisphérique ou cylindriques :

$$\text{Pour } i = S, f \text{ on a: } V_i = \frac{2}{3} \pi b_i^3 \quad (31)$$

$$V_{i_f} = \pi b_i^2 e \quad (32)$$

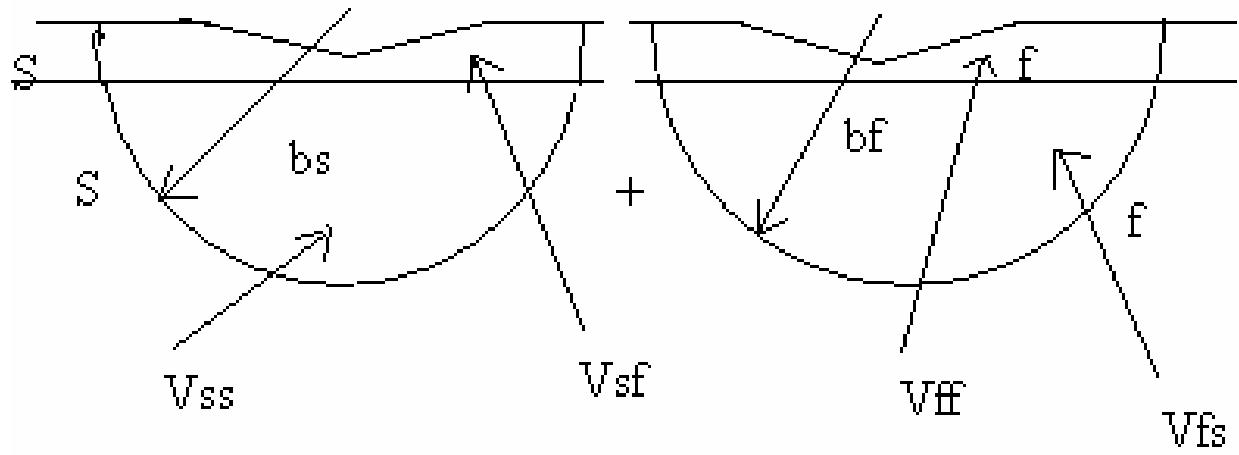


Figure (II.21) : Loi de couplage en série selon Chicot et Lesage

CHAPITRE III : Pénétrateur Ellipsoïdal

Introduction :

La géométrie du pénétrateur (pyramide, cône, sphère etc.) est un facteur très important dans les essais de dureté (dynamique ou statique) [2]. Dans notre étude, nous avons choisis d'utiliser un pénétrateur ayant la forme ellipsoïdale où nous avons calculés la dureté en fonction de la profondeur et du diamètre de l'empreinte

Le principe de l'essai de pénétration ellipsoïdal est de faire pénétrer la pointe du pénétrateur ellipsoïdal qui laisse une empreinte dans le matériau à tester. On mesure les dimensions horizontale et verticale de l'empreinte et on déduit la dureté

III.1. Notion mathématique :

III.1.1. Aire d'ellipse :

L'équation de l'ellipse est :

$$\frac{x^2}{a^2} + \frac{y^2}{b^2} = 1 \quad (\text{III.1})$$

En représentant l'ellipse au moyen des équations paramétriques :

$$x = a \cos t \quad , \quad y = b \sin t \quad (\text{III.2})$$

En raison de la symétrie de l'ellipse par rapport aux axes des coordonnées (figure III.1), son aire A est égale à quatre fois l'aire de la partie de l'ellipse, qui se trouve dans le premier quadrant, c'est-à-dire [79] :

$$A = 4 \int_0^a y dx \quad (\text{III.3})$$

En utilisant la représentation paramétrique de l'ellipse (III.2) et introduisant au lieu de x la nouvelle variable t ; donc y s'exprime directement à partir de la première égalité (équation III.2) comme la suite :

$$\text{Si } x = 0 \quad \text{donc } t = \frac{\pi}{2}$$

$$\text{Si } x = a \quad \text{donc } t = 0$$

Alors ; l'aire (A) de l'ellipse devienne

$$\text{Donc : } \quad A = 4ab \frac{\pi}{4} = \pi ab \quad (\text{III.4})$$

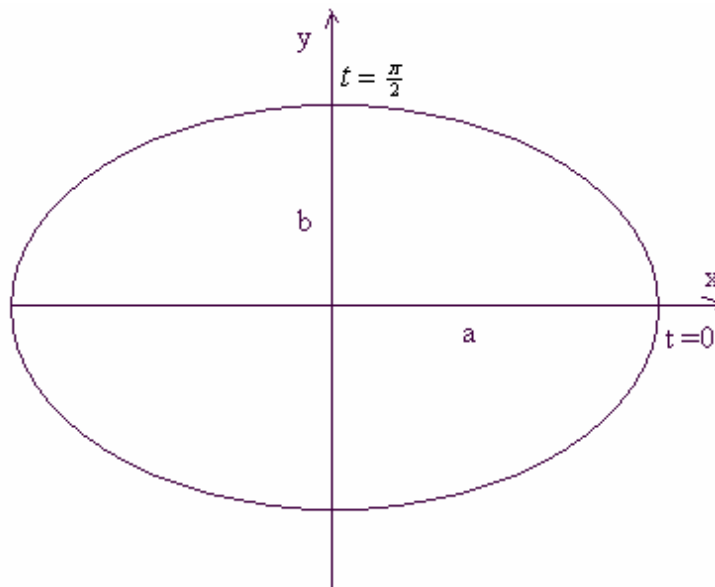
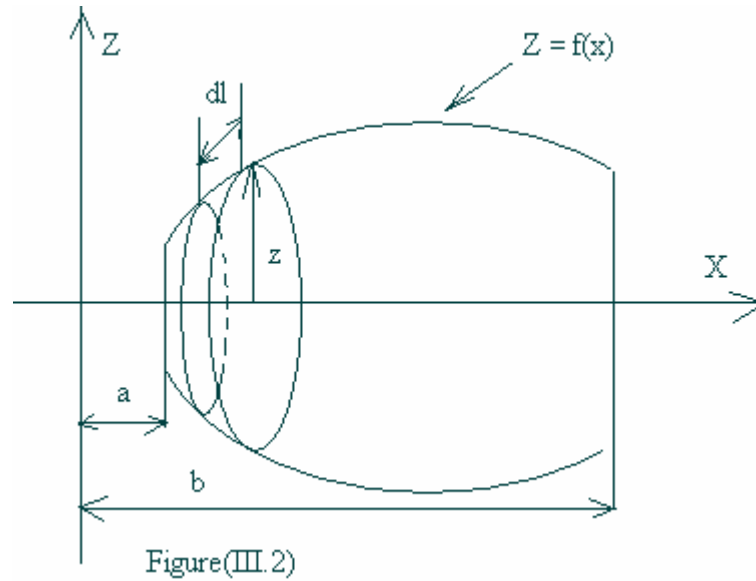


Figure (III.1)



III.1.2. Aire d'un corps de révolution :

La surface latérale d'un corps engendré par la révolution d'une courbe d'équation caractéristique $z = f(x)$, autour d'un axe OX et comprise entre les points a et b , (figure III.2) s'exprime par la formule [79] :

$$S = \int_a^b 2\pi z dl \quad (\text{III.5})$$

Où dl est la différentielle de l'arc de la courbe donnée, c'est-à-dire

$$dl = \sqrt{(dz)^2 + (dx)^2}$$

Où dl est la différentielle de l'arc de la courbe donnée c'est-à-dire

$$(dl)^2 = (dz)^2 + (dx)^2 \quad , \text{ Alors ; } \quad dl = \sqrt{(dz)^2 + (dx)^2} \quad (\text{III.6})$$

En introduisant l'équation (III.6) dans (III.5) :

$$S = \int_a^b 2\pi z \sqrt{1 + \left(\frac{dz}{dx}\right)^2} dx \quad \text{Avec} \quad \frac{dz}{dx} = \frac{df(x)}{dx} \quad (\text{III.7})$$

Alors l'équation (III.7) devienne :

$$S = \int_a^b 2\pi f(x) \sqrt{1 + \left(\frac{df(x)}{dx}\right)^2} dx \quad (\text{III.8})$$

III.1.3. Volume d'un corps de révolution :

Dans le cas où le corps considère (figure III.3) s'obtient par révolution d'une courbe donnée $z = f(x)$ autour d'un axe OX, ses sections transversales seront des cercles de rayon z , [80] données par l'équation ;

$$A(x) = \pi z^2 \quad (\text{III.9})$$

Donc, le volume du corps compris entre $x = a$ et $x = b$ devient ;

$$V(x) = \int_a^b \pi z^2 dx \quad (\text{III.10})$$

Alors ; le volume d'un ellipsoïde engendré par la révolution de la courbe $z = f(x)$ autour de l'axe OX, qui borné entre $(-a)$ et $(+a)$ (figure III.4) est donné par :

$$V_{\text{allongé}} = \pi \int_{-a}^{+a} z^2 dx$$

De l'équation d'ellipsoïde dans le plan XOZ :

$$\frac{x^2}{a^2} + \frac{z^2}{c^2} = 1 \quad \rightarrow \quad z^2 = c^2 \left(1 - \frac{x^2}{a^2} \right)$$

Donc le volume d'ellipsoïde est :

$$V_{\text{allongé}} = \pi \int_{-a}^{+a} z^2 dx = \pi \int_{-a}^{+a} c^2 \left(1 - \frac{x^2}{a^2} \right) dx = \pi c^2 \left[x - \frac{x^3}{3a^2} \right]_{-a}^{+a} = \frac{4}{3} \pi a c^2 \quad (\text{III.11})$$

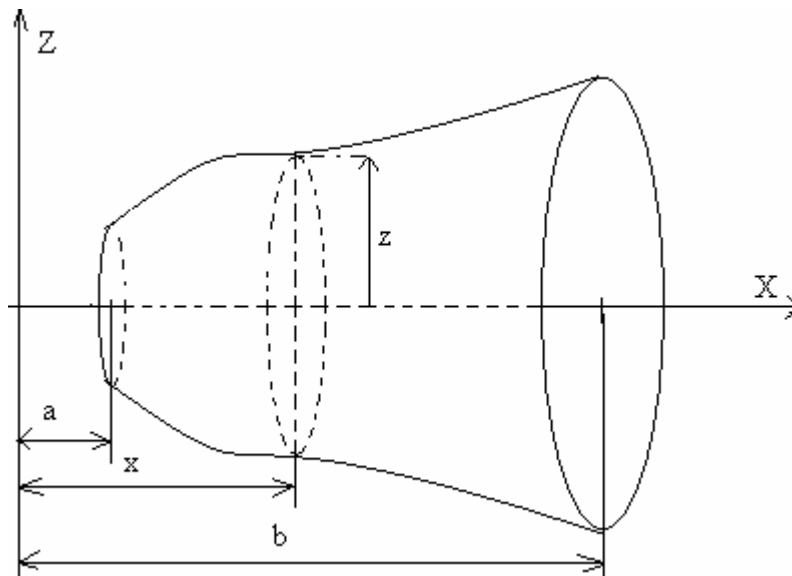


Figure III.3

III.2 .Dureté d'un pénétrateur ellipsoïdal :

III.2.1 principe de pénétration :

Le principe est toujours le même que dans les essais statique (essais Vickers, Brinell, Knoop,...). Un pénétrateur suffisamment dur de forme géométrique ellipsoïdal, est pénétré dans l'échantillon à tester sous l'action d'une charge (F) constante appliquée perpendiculairement à l'indenteur dans des conditions définies .On mesure la dimension de l'empreinte (transversale ou bien la profondeur) et on déduit la dureté [10 ,58]

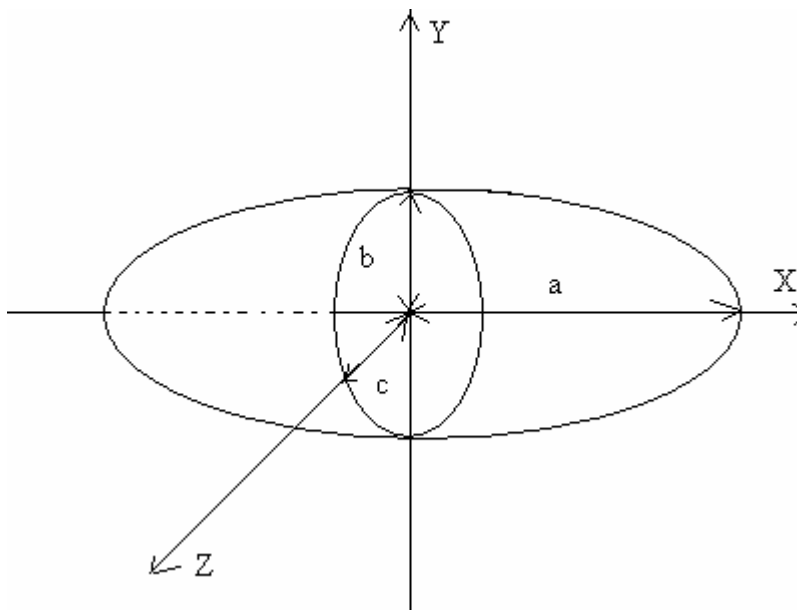


Figure III.4

III.2.2. La dureté ellipsoïdal :

- **La dureté de pénétrateur ellipsoïdal :**

La dureté statique d'un pénétrateur de forme géométrique ellipsoïdale H_e est le rapport de la charge à la surface de l'empreinte (figure III.5):

$$H_e = \frac{F}{S} \quad \text{III.12}$$

Puisque le pénétrateur est de forme ellipsoïdale. Alors la surface projetée de l'empreinte est une surface d'ellipse de dimensions $(2a')$ suivant l'axe OX et $(2b')$ suivant l'axe OY.

De l'équation (III.4), la surface (S) d'ellipse est donnée par la relation suivante :

$$S = \pi a' b'$$

Alors la dureté est :

$$H_e = \frac{F}{\pi a' b'} \quad \text{III.13}$$

L'équation d'ellipsoïdal de diamètres donnés (2a, 2b, 2c) respectivement suivant les axes OX, OY et OZ est donnée par :

$$\frac{x^2}{a^2} + \frac{y^2}{b^2} + \frac{z^2}{c^2} = 1 \quad \text{III.14}$$

Pour pénétrer une hauteur (h) du pénétrateur ellipsoïdal dans le matériau à tester, suivant la direction de l'axe OZ. Les diamètres, a' et b' de l'aire projetée deviennent en fonction de la pénétration, (h) [55] :

$$a' = a \sqrt{\frac{2h}{C} - \frac{h^2}{C^2}} \quad \text{III.15}$$

$$b' = b \sqrt{\frac{2h}{C} - \frac{h^2}{C^2}} \quad \text{III.16}$$

Alors de l'équation (III.13), la dureté d'une pénétration (h) sera :

$$H_e = \frac{F}{\pi a' b'} = \frac{C^2 F}{\pi ab(2hC - (h)^2)} \quad \text{III.17}$$

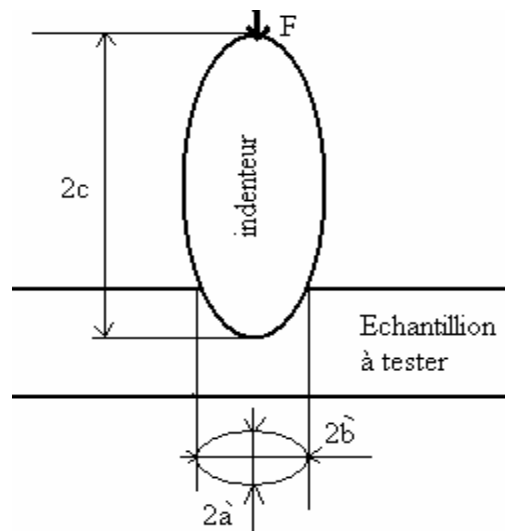


Figure (III.5)

• La dureté d'ellipse de révolution :

Pour un pénétrateur ellipsoïdal à section circulaire ($2a = 2b = 2R$), les valeurs de diamètres de l'aire projetée a' et b' seront égaux (figure III.6):

$$a' = b' = \frac{d}{2}$$

Donc la dureté devient :

$$H_e = \frac{F}{\pi(a')^2} = \frac{F}{\pi(b')^2} = \frac{4F}{\pi d^2} = \frac{C^2 F}{\pi R^2(2hC + (h)^2)} \quad \text{III.18}$$

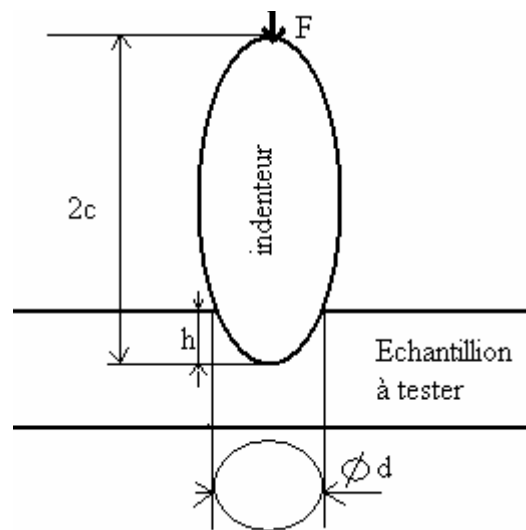


Figure (III.6)

Réellement l'empreinte est une calotte de base circulaire de diamètre $2d$ et d'hauteur h (figure III.7), leur surface est déterminée selon la formule (III.7) suivante :

$$S = \int_{a-h}^a 2\pi z \sqrt{1 + \left(\frac{dz}{dx}\right)^2} dx \quad \text{III.19}$$

De l'équation de l'ellipse on déduira :

$$z^2 = C^2 \left(1 - \frac{x^2}{a^2}\right) \quad \text{III.20}$$

$$zz' = -\frac{c^2 x}{a^2} \quad \text{III.21}$$

En introduisant les équations (III.20) et (III.21) dans (III.19)

$$\begin{aligned} S &= \int_{a-h}^a 2\pi z \sqrt{1 + \left(\frac{dz}{dx}\right)^2} dx = \int_{a-h}^a 2\pi \sqrt{z^2 + z \left(\frac{dz}{dx}\right)^2} dx \\ &= 2\pi c \int_{a-h}^a \sqrt{\left(1 - \frac{x^2}{a^2}\right) \left(1 - \frac{c^2}{a^2}\right)} dx \end{aligned}$$

On pose $t = \beta \frac{x}{a}$, avec $\beta = \frac{a^2 - c^2}{a^2}$

$$S = \frac{2\pi c a}{\beta} \int_{\frac{\beta(a-h)}{a}}^{\beta} \sqrt{1-t^2} dt$$

En intégrant par parties, on obtient :

$$S = \frac{\pi c a}{\beta} \left[t\sqrt{1-t^2} + \arcsin t \right]_{\frac{\beta(a-h)}{a}}^{\beta}$$

Donc on a :

$$S = \frac{\pi c a}{\beta} \left[\beta \sqrt{1 - \beta^2} + \arcsin \beta \right] - \frac{\pi c a}{\beta} \beta \frac{a-h}{a} \sqrt{1 - \beta \frac{a-h}{a}} + \arcsin \beta \frac{a-h}{a} \quad \text{III.22}$$

Pour l'aire d'une calotte sphérique de diamètre $2a' = 2b' = d$,
Il faut que $a = c$, alors $\beta \rightarrow 0$

Elle devient :

$$S_{SPHERIQUE} = \lim_{\beta \rightarrow 0} S$$

$$= \lim_{\beta \rightarrow 0} \pi a c \left(1 + \frac{\arcsin \beta}{\beta} \right) - \lim_{\beta \rightarrow 0} \pi c (a-h) \left(1 + \frac{1}{\beta \frac{a-h}{a}} \arcsin \beta \frac{a-h}{a} \right) = 2\pi c h \quad \text{III.23}$$

$$S_{SPHERIQUE} = \pi D h \quad \text{III.24}$$

On peut tirer la valeur de h à partir de l'équation (III.15) en fonction du diamètre de la sphère (D), et le diamètre de l'empreinte (d):

$$h = \frac{D - \sqrt{D^2 - d^2}}{2} \quad \text{et} \quad h = \frac{D + \sqrt{D^2 - d^2}}{2} > D/2 \quad \text{rejeter}$$

En introduit l'équation (III.25) dans l'équation (III.24) nous trouvons :

$$S_{SPHERIQUE} = \pi D \frac{D - \sqrt{D^2 - d^2}}{2}$$

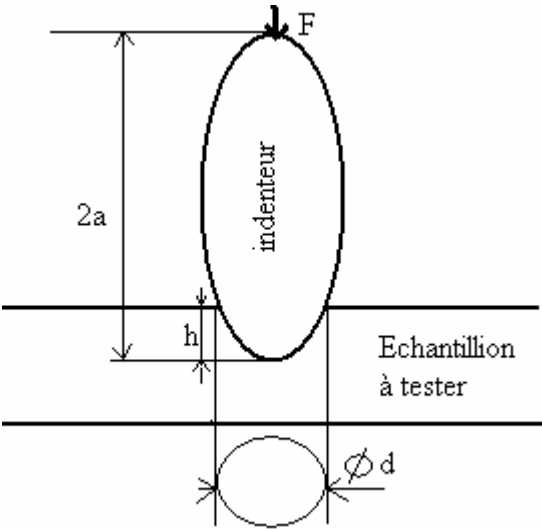


Figure (III.7)

Chapitre IV : Techniques expérimentales

Introduction :

Les traitements de surface sont des procédés qui modifient les propriétés superficielles d'un matériau. Ils rendent possible l'utilisation des matériaux traditionnels dans la plupart des technologies de construction. Ces procédés sont nombreux et ils font intervenir des phénomènes très variés de la physique et de la chimie.

L'aluminium présente à l'état naturel une couche d'alumine superficielle qui le protège de l'oxydation. Cette couche naturelle est de quelques nanomètres d'épaisseur, la croissance de l'épaisseur de la couche d'alumine est réalisée par la technique d'anodisation de l'aluminium.

Cette technique est un traitement de surface électrochimique simple (une électrolyse généralement en milieu acide sulfurique), dont le but est de protéger contre la corrosion, l'abrasion et en augmente la durée de vie et la dureté de certaines pièces mécaniques... C'est la raison pour laquelle les procédés d'anodisation sont aujourd'hui très répandus dans l'industrie pour des applications très diverses

Nous avons mesuré de la microdureté Vickers de trois échantillons de d'alliage d'aluminium 6060 anodisé (I, II et III), recouverts d'une couche d'alumine. Respectivement elle a les épaisseurs suivantes 4 μm , 10 μm et 21 μm . Ces échantillons sont fournis par l'entreprise Algal de M'sila

IV.1 Technique de préparation des échantillons :

La préparation des échantillons d'alliage d'aluminium 6060 anodisé est suivant les étapes :



Figure IV.1 : l'échantillon d'alliage d'aluminium 6060 anodisé recouvert d'une couche d'alumine, d'épaisseur 22 μm



Figure IV.2 : l'échantillon d'alliage d'aluminium 6060 anodisé recouvert d'une couche d'alumine, d'épaisseur 10 μm

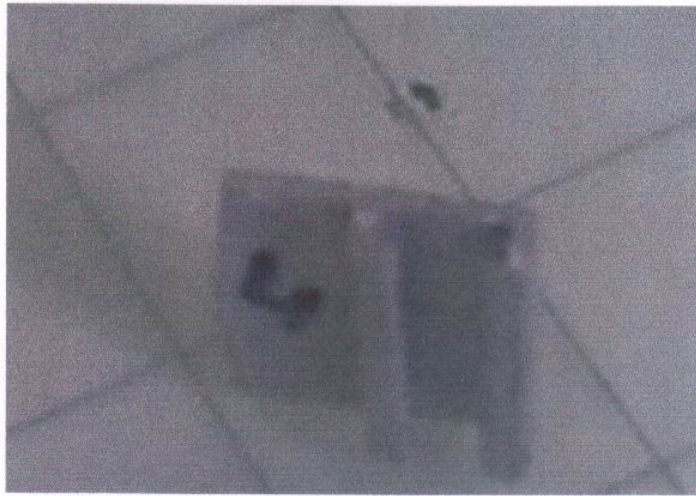


Figure IV.3 : l'échantillon d'alliage d'aluminium 6060 anodisé recouvert d'une couche d'alumine, d'épaisseur 4 μm

IV.1.1 Préparation de surface des substrats :

Il a pour but de rendre la surface d'alliage d'aluminium propice au traitement d'anodisation, ainsi pour conférer à la surface un aspect décoratif.

1. Dégraissage :

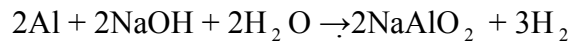
C'est élimination les contaminations superficielles, organiques (gras) et salines de la surface substrat, par l'intermédiaire d'un solvant, tel que en immergeant les échantillons en bain composé d'un agent dégraissant (d'acide sulfurique), de concentration varie entre 30 à 35 g/l .La dure de l'opération est de 7 à 10 mn et la température atteint 70°C

Après l'opération de dégraissage, il est exigé un rinçage rigoureux des pièces qui, en sont recouvertes d'une pellicule de tensioactifs et de certains composés qui, peuvent subsister en surface et nuire au opération d'anodisation.

2. Décapage :

Il a pour but d'éliminer les couches d'oxydes couvrant les surfaces des échantillons et se rapprocher de la concentration du coeur de l'alliage. Pour ce faire, on utilise des bains de décapage alcalin contient 70g/l de soude (NaOH), travaillants aux température 55°C .La dure d'immersion des échantillons dans les bain est 5min

Le décapage donne lieu à la réaction :



Pour assurer une opération reproductible, le décapage en milieu de soude requiert la surveillance et le contrôle des paramètres suivants ;

- Concentration en soude
- la température de la solution
- Concentration en additifs.
- Concentration d'aluminium dissous

Le décapage laisse en surface d'alliage d'aluminium des hydroxydes d'aluminium et des éléments d'addition, qui nécessite la dissolution de ces composés, par la neutralisation

3. Neutralisation :

Cette opération sert à neutraliser la soude caustique, éliminer des hydroxydes d'aluminium et des éléments d'addition. Elle est effectuée par l'immersion des échantillons dans le bain de neutralisation, qui contient de l'acide nitrique additionné d'un oxydant , à concentration de 150/g , à la température ambiante durant 3mn

4. Anodisation :

L'aluminium et ses alliages sont aujourd'hui largement utilisés pour leurs propriétés intrinsèques (légèreté, bonne tenue à la corrosion, conductibilité thermique ...), il convient de

souligner que les traitements d'anodisation permettent d'y ajouter, des propriétés très spécifiques tel que : la bonne résistance à la corrosion et a la abrasion, diminution du coefficient de frottement etc.

C'est la raison pour laquelle les procédés d'anodisation sont aujourd'hui très répandus dans plusieurs domaines de l'industrie (aviations, automobiles, pièces mécaniques, infrastructures, etc).

L'électrolyse en milieu aqueux et sous courant continu produit un dégagement d'hydrogène à la cathode et de l'oxygène à l'anode. Mais, si l'on utilise de l'aluminium comme anode dans une cellule d'électrolyse, il forme un oxyde et aucun dégagement gazeux n'est observé sur celle-ci, alors que l'hydrogène est toujours visible à la cathode.

Ce phénomène comme étant une combinaison entre l'aluminium dissous et l'oxygène naissant, selon la réaction :



— L'anodisation sulfurique:

L'anodisation en milieu sulfurique est aujourd'hui la plus répandue industriellement, à cause de le faible coût de l'électrolyte, le large domaine d'utilisation du procédé et la maîtrise aisée des paramètres de traitement.

— Procédure d'anodisation:

Lorsqu'on immerge les échantillons d'alliage d'aluminium dans la solution électrolytique ; leurs surfaces se couvrent des couches d'oxyde. Dès les premières secondes de l'électrolyte, il s'édifie une couche du type barrière, où la couche formée est compacte, exempte de porosités et relativement mince, par la suite, il apparaît à la surface de très nombreux points d'attaque correspondant à un commencement de dissolution du film d'alumine par l'électrolyte ces points seront les amorces influences des pores.

— Conditions de travail:

- bain contient d'acide sulfurique de concentration 180g/l
- la température du bain atteint 19C°
- quantité d'aluminium dissous est d'environ 15 g/l
- densité de courant : 125 A/m²
- tension d'électrolyse varie entre 15 à 20 V
- la dure de l'opération

5. Colmatage :

Le colmatage est l'opération qui confère à la couche anodique ses véritables qualités protectrices. Par une hydratation de l'alumine, il provoque une obturation des pores et rend ainsi la couche imperméable. Il représente l'opération finale dans une gamme d'anodisation dans la mesure

Le principe du colmatage consiste à immerger les échantillons dans un bain d'eau de résistivité 200 k Ω et de température 98 C°, durant un temps de 2 min/mm d'oxyde. A la fin de l'opération on remarque le gonflement de la couche et par conséquent de la fermeture des pores;

IV.1.2 Micrographie :

L'alumine est une céramique structurale. Sa structure cristallographique est constituée d'un empilement HC d'ions oxygène avec des ions Al³⁺ situés dans les sites octaédriques.

La structure HC présente un site octaédrique et deux sites tétraédriques (comme les CFC). Les ions Al³⁺ sont entourés par 6 ions O²⁻, mais pour que le cristal soit électroneutre, le nombre d'ions Al correspond au remplissage de la 2/3 des sites. Deux sites sont donc vacants.

C'est l'observation microscopique des échantillons préparés, pour but de découvrir et localiser les différentes matières et structures constituant l'échantillon. On utilise un microscope métallographique à réflexion (180 grain/cm²). elle est suivie des étapes :

a) tronçonnage :

Le procédé de tronçonnage, consiste à couper les échantillons en tranches, en suite vient l'opération de séchage



Figure IV.4 : Machine de tronçonnage

b) L'enrobage :

Il est certes d'enrober les échantillons avec de la résine pour qu'on puisse manipuler l'échantillon pendant le polissage

c) l'attaque chimique :

Il est pour but d'attaquer les différents matière et structures constituant les échantillons, en les colorants .L'attaque est réalisée à l'aide d'un réactif chimique approprié. Dans notre cas on a utilisé de soude NaOH

d) le polissage :

C'est pour l'obtention d'une bonne qualité de surface suivant les phases citées ci-dessous :

1. Le pré polissage :

Qui consiste à faire passer l'échantillon sur différents types de papier abrasifs, à différents grains de 80, 150, 180, 300, 500,1000 ,2000

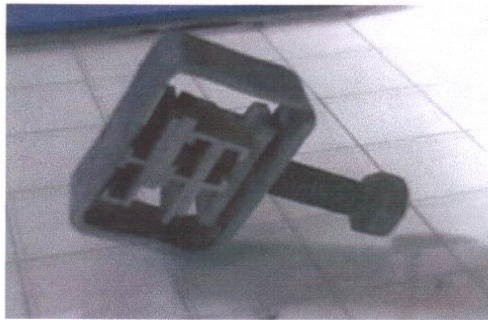


Figure IV.5 : porte d'échantillons



Figure IV.6 : pré polissage de différents types de papier abrasifs

2. Le polissage final :

Qui consiste à polir l'échantillon en utilisant des pâtes diamantées sur un papier abrasif à grain 2000



Figure IV.7: Le polissage final, en utilisant des pâtes diamantées sur un papier abrasif à grain 2000

e) visualisation microscopique :

La visualisation microscopique a pour de découvrir et localiser les différentes matières et structures constituant les échantillons



Figure IV.8 : L'observation au microscope optique

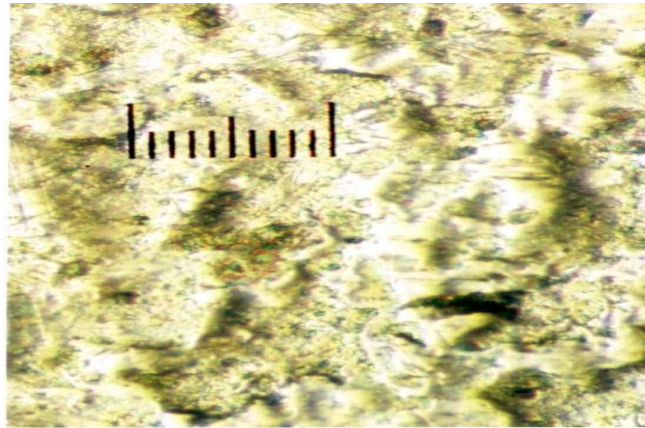


Figure IV.9 : Grossissement 200, pour la surface du substrat

IV.1.3 Technique de mesure de l'épaisseur :

La couche anodique, pour être parfaitement protectrice, doit avoir une épaisseur correcte et être étanche. Pour apprécier ces caractéristiques, on dispose de plusieurs méthodes de contrôle applicables en laboratoires ou en ateliers et qui font l'objet de normes précises.

Théoriquement l'épaisseur de la couche d'alumine est donnée par la formule ;

$$e = \lambda.t.d \quad , \text{ avec } \lambda = 0,003 \text{ (}\mu \text{ m}^2/\text{A.mm}), d = 125 \text{ A/m}^2$$

e (μm) ; épaisseur de la couche

λ ($\mu \text{ m}^2/\text{A.mm}$) ; coefficient d'oxydation

d (A/m^2) ; densité électrique

t (s) ; temps d'électrolyse

Les méthodes les plus couramment utilisées pour le contrôle de l'épaisseur d'alumine sont les suivantes :

1. La coupe micrographique :

Qui consiste à découper chaque échantillon, à enrober cet échantillon, à le polir et à mesurer au microscope l'épaisseur de la couche d'anodisation. Cette mesure très précise ne

peut être réalisée que par des spécialistes dans un laboratoire bien équipé. C'est la mesure de référence. Elle présente l'inconvénient d'être destructive.

2. L'observation au microscope à coupe optique :

Qui consiste à deux faisceaux lumineux frappant la couche anodique sous un angle de 45° suit deux chemins. La distance qui sépare les deux faisceaux dans l'oculaire du microscope est proportionnelle à l'épaisseur de la couche anodique. C'est une méthode d'atelier non destructive difficilement applicable sur des pièces encombrantes.

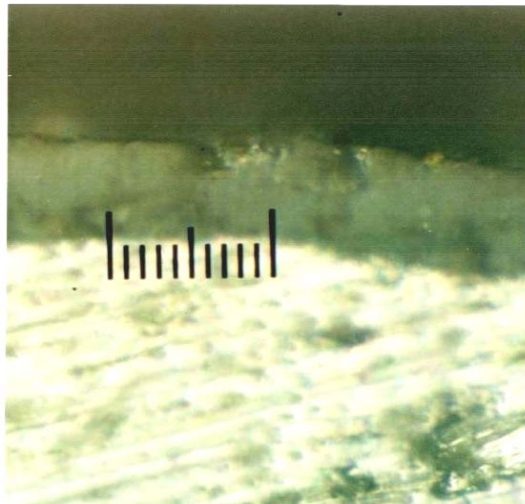


Figure IV.10 : Grossissement 500 pour coupe métallographiques de revêtement d'échantillon (II)

3. Mesures par courants de Foucault :

Une sonde contenant un petit solénoïde (Isomètre) est mise en contact avec la surface anodisée. Un courant à haute fréquence parcourt les enroulements du solénoïde. Son intensité varie avec la distance qui sépare la sonde du matériau conducteur c'est-à-dire l'épaisseur de la couche.

La sonde est composée d'une seule bobine, parcourue par un courant alternatif haute fréquence, et générant également un champ magnétique. Si l'on place un objet métallique

(échantillon à tester) dans ce champs magnétique alternatif, un courant alternatif est généré dans l'objet métallique – il s'agit d'un courant de Foucault. Ce courant de Foucault génère à son tour un champ magnétique, qui s'oppose au premier et l'affaiblit – ce phénomène modifie l'inductance de la bobine. La variation d'inductance est inversement proportionnelle à la distance entre la sonde et l'objet

Cette méthode de mesure est simple et d'un emploi facile aussi bien dans l'atelier d'anodisation que sur chantier. Elle ne donne pas une mesure directe et il est donc nécessaire d'étalonner l'appareil pour chaque campagne de mesure.



Figure IV.11 : Solénoïde de mesure de l'épaisseur

IV.1.4 Technique de contrôle du colmatage:

Pour apprécier le colmatage des échantillons, trois méthodes de mesures sont employées :

1. L'inertie en milieu acide :

L'immersion d'un échantillon à contrôler dans une solution acide déterminée, provoque une dissolution dont la vitesse permet d'apprécier la qualité du colmatage. Cet essai destructif ne peut être pratiqué qu'en laboratoire. Il est très précis et sert de mesure de référence.

2. La persistance de coloration :

Une goutte de colorant placée sur l'échantillon à contrôler est absorbée ou non suivant que les pores de la couche d'alumine sont ouverts ou non et donc que le colmatage est bien ou mal fait. Cette méthode très simple est couramment employée dans les ateliers et sur chantiers.

3. mesure d'admittance :

L'admittance (inverse de l'impédance) de la couche anodique est fonction de plusieurs paramètres dont l'étanchéité de la couche et donc de la qualité du colmatage. Cette méthode se fait à l'aide d'un appareil appelé ANOTEST. Elle est assez délicate d'interprétation.

IV.2 Prescription technique d'essais de dureté Vickers :

IV.2.1 Description terminologique :

La machine d'essai de dureté comporter les dispositifs suivants :

Dispositif support destiné à supporter et parfois à maintenir la pièce à essayer

Dispositif de mise en position destiné à amener la pièce à essayer en position d'essai

Mécanisme d'application des forces destiné à appliquer la force d'essai sur la pièce à essayer par l'intermédiaire du pénétrateur

Dispositif de mesurage destiné à mesurer les diagonales de l'empreinte d'essai, produite par le pénétrateur, après enlèvement de la force d'essai.



FigureIV.12 : microdurometre

- **Dispositif support :**

Le support peut être constitué par un plateau ou, s'il y a lieu, par un dispositif spécial approprié à la pièce à essayer. Leur construction doit être telle que la pièce à essayer soit bien assise sur son support et qu'elle ne puisse pas se déplacer au cours de l'essai.

Le support doit être monté sur le dispositif de mise en position de façon telle que la surface à essayer de la pièce soit perpendiculaire à la direction de la force d'essai.

- **Dispositif de mise en position :**

Le dispositif de mise en position de la pièce doit être tel que, pendant la mise en position et au cours d'essai, la surface à essayer de la pièce reste perpendiculaire à la direction de la force d'essai.

- **Mécanisme d'application de la force :**

Le mécanisme d'application de la force peut engendrer la force d'essai au moyen de poids ou de ressorts (éventuellement par transmission mécanique ou hydraulique). Le mécanisme d'application des forces doit être tel que la force d'essai puisse être appliquée et supprimée sans chocs ni vibrations.

Le temps mis pour passer de la force nulle à la force d'essai doit être suffisamment long (10 secondes) pour que la force appliquée ne risque pas, par effet d'impulsion de masse, de dépasser la valeur nominale d'essai d'une quantité supérieure à l'erreur maximale tolérée

- **Dispositif de mesurage :**

Le dispositif de mesurage est constitué par un microscope de mesurage ou un dispositif projecteur de mesurage. Il doit permettre la mesure des diagonales de l'empreinte d'essai en millimètres ou en micromètres.

L'éclairage du champ de projection du dispositif de mesurage doit être uniforme et suffisant pour permettre de mesurer les diagonales de l'empreinte d'essai avec une précision compatible avec les erreurs maximales tolérées.

Le dispositif de mesurage est installé avec les autres dispositifs de la machine d'essai de dureté, sur un même châssis, il est accouplé avec le mécanisme d'application de la force de telle manière que le centre de l'empreinte d'essai coïncide à peu près avec le centre du champ de projection du dispositif de mesurage.

IV.2.2 Description métrologique :

- **Température de référence :**

La température de référence à laquelle les erreurs maximales tolérées doivent être observées est de $(20 \pm 5) ^\circ\text{C}$; dans les pays à climat tropical, on pourra prendre $(27 \pm 5) ^\circ\text{C}$.

- **Erreurs maximales tolérées :**

L'erreur maximale tolérée sur la force d'essai est égale à $\pm 1,0 \%$. Par contre l'erreur maximale tolérée sur les indications du dispositif de mesurage est égale à : $\pm 0,5 \%$ lorsque la longueur de la diagonale à mesurer est égale ou supérieure à $0,2 \text{ mm}$. Lorsque la longueur de la diagonale à mesurer est inférieure à $0,2 \text{ mm}$, l'erreur maximale tolérée vaut $\pm 0,001 \text{ mm}$

L'erreur maximale tolérée sur le résultat (moyenne arithmétique de 5 mesures) de la mesure de la dureté d'un bloc de référence par la machine soumise à la vérification ne doit pas différer de plus de $\pm 3,0 \%$ de la dureté déterminée lors de l'étalonnage de ce bloc.

La différence entre les longueurs moyennes des diagonales des empreintes maximale et minimale exprimée en pour cent de la valeur moyenne des cinq diagonales moyennes précitées doit être au plus égale aux valeurs ci-après :

dureté du bloc de référence HV30	valeur maximale de la différence
jusqu'à 225 HV	4,0 %
de 225 HV à 400 HV	2,0 %
au-dessus de 400 HV	3,0 %

IV.3. techniques d'indentation :

Pour étudier la variation de la dureté de composite avec la charge appliquée perpendiculairement à l'indenteur, nous avons choisis d'effectuer des essais de microdureté instrumentée sur les revêtements monocouche (les échantillons I, II et III). Nous ne présentons ici que les résultats de modèle étudié, celui de Jönsson-Hogmark.

Nous avons d'abord pris comme données expérimentales la dureté du substrat et celle du composite, après on recherchant les valeurs de a . En fin, nous calculons les duretés des films par l'intermédiaire de modèle de Jonsson et Hogmark .

Pour chaque modèle permettait au mieux de décrire le comportement du film, puis tracé la courbe théorique de la dureté de substrat, de composite, et de film en fonction de la charge appliquée au pénétrateur pyramidal

Le principe de l'essai consiste à imprimer perpendiculairement dans l'échantillon testé un indenteur de diamant de forme géométrique pyramidal à base carrée, d'angle au sommet entre deux faces opposées est de 136° , sous l'action d'une gamme des charges varier entre (10 à 1000g) connu.

L'avantage d'un pénétrateur pyramidal (comme d'un pénétrateur conique) est quand on fait varier la charge, on obtient des empreintes géométriquement semblables entre elles, donc des valeurs identiques pour la dureté.

Pendant l'essai on a prendre en considération les Précautions opératoires nécessaire de l'essai Vickers tel que :

- . La distance entre le centre d'une empreinte et le bord de la pièce ou les côtes d'une autre empreinte ne doit pas être inférieure à 2,5 fois la diagonale.
- . L'épaisseur de la pièce doit être supérieure à 1,5 fois la diagonale de l'empreinte.
- . La pièce doit reposer sur le support de façon régulière et uniforme.
- . L'état du diamant doit être fréquemment vérifié.

Chapitre V : Résultats et discussions

Introduction :

La dureté d'un matériau massif ou revêtu est un problème ancien qui a déjà fait l'objet de nombreuses études et l'on propose différents modèles. Les modèles de dureté pour matériaux revêtus sont exprimés par des lois linéaires additives, lois de mélange d'aires (modèle de Buckele, de Jonsson et Hogmark, Thomas et Vinsbon, etc...), et lois de mélange en volume (tels que : modèle de Burnett et Rickerby, Chicot et Losage etc...). Les modèles pour matériaux massifs sont donnés par modèle de Meyer, de Kick, de Bernhardt, et, de Ashby (Strain Gradient Plasticity) etc..

La dureté composite d'un matériau revêtu (film et substrat) correspond à une profondeur de pénétration dans le film supérieure à une valeur critique (règle du dixième de Bückle) qui fait que la mesure est fonction à la fois de la dureté du film et de celle du substrat. Donc l'inconnue est la dureté du film, par contre, quelques modèles prouvent que la connaissance de la dureté du substrat et du film permet de retrouver avec une bonne approximation la dureté composite d'échantillon.

V.1. dureté des échantillons :

V.1.1 La dureté perpendiculaire :

V.1.1.1 la dureté perpendiculaire du substrat :

Après avoir pénétrer le pénétrateur Vickers perpendiculairement à la surface du substrat de chaque échantillon, on mesure les diagonales des empreintes résultes de l'application des différentes charges données pendant les essais de la dureté.

A l'aide de la relation de Vickers ($H_v = 1,8544 \frac{P}{d^2}$ (kgf /mm²)), en déduisant la valeur de dureté pour chaque essai comme l'indique les tableaux de mesure de la dureté pour substrat

A). Les tableaux des mesures de la dureté du substrat :

Tableau V.1 : mesure de la dureté perpendiculaire pour substrat de l'échantillon (I)

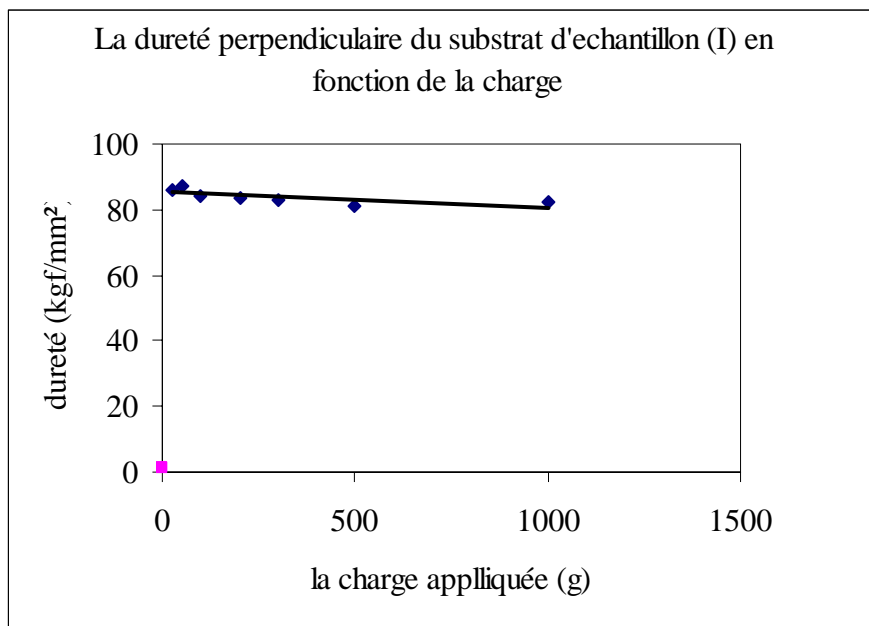
P (g)	1000	500	300	200	100	50	25
D (µm)	150.3	106.9	82	66.6	47.01	32	23.2
1/d (mm) ⁻¹	6.65	9.35	12.2	15	21	30	43.1
H_s (kgf)/mm ²	82.1	81.1	82.7	83.5	83.9	87.3	86.1

Tableau V.2 : mesure de la dureté perpendiculaire pour substrat de l'échantillon (II)

P (g)	1000	500	300	200	100	50	25
d (µm)	148.8	106	81.5	67.58	46.7	33.1	23.7
Log (p)	3	2.69	2.47	2.30	2	1.69	1.397
Log (d)	2.1726	2.025	1.91	1.829	1.669	1.519	1.374
1/d (mm) ⁻¹	6.7	9.4	12.27	14.79	21.41	30.21	42.19
H _s (kgf)/mm ²	83.7	82.52	83.75	81.2	85.03	84.62	83.7

Tableau V.3 : mesure de la dureté perpendiculaire pour substrat de l'échantillon (III)

P (g)	1000	500	300	200	100	50	25
d (µm)	150	106.1	81.1	66.4	46.7	33	23.38
1/d (mm) ⁻¹	6.63	9.42	12.31	15.04	21.4	30.3	42.76
H _s (kgf)/mm ²	81.51	82.3	84.3	83.9	84.9	85.1	84.76

B).les courbes de la dureté substrat en fonction de la charge :**Figure V.1 :** courbe de la dureté perpendiculaire du substrat de l'échantillon (I)

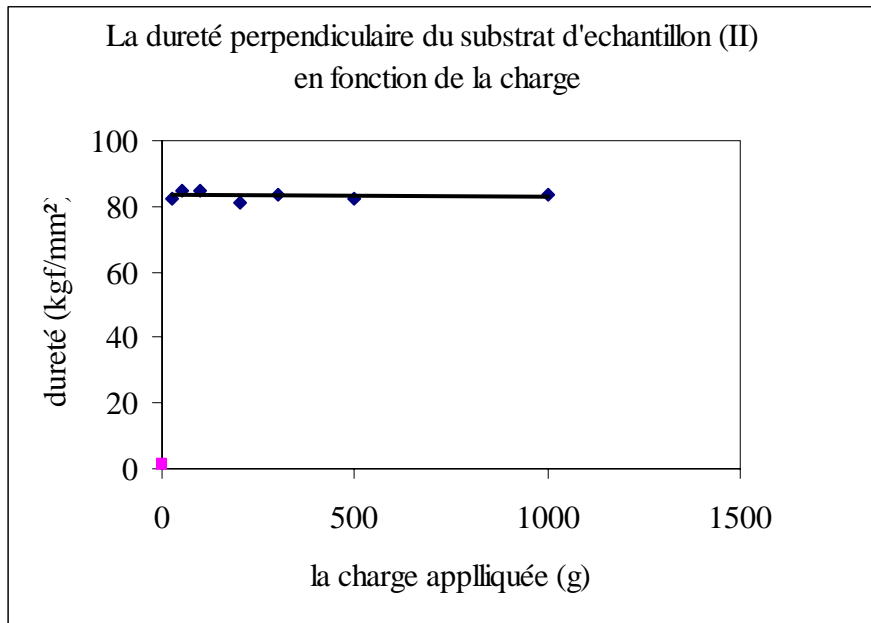


Figure V.2 : courbe de la dureté perpendiculaire du substrat de l'échantillon (II)

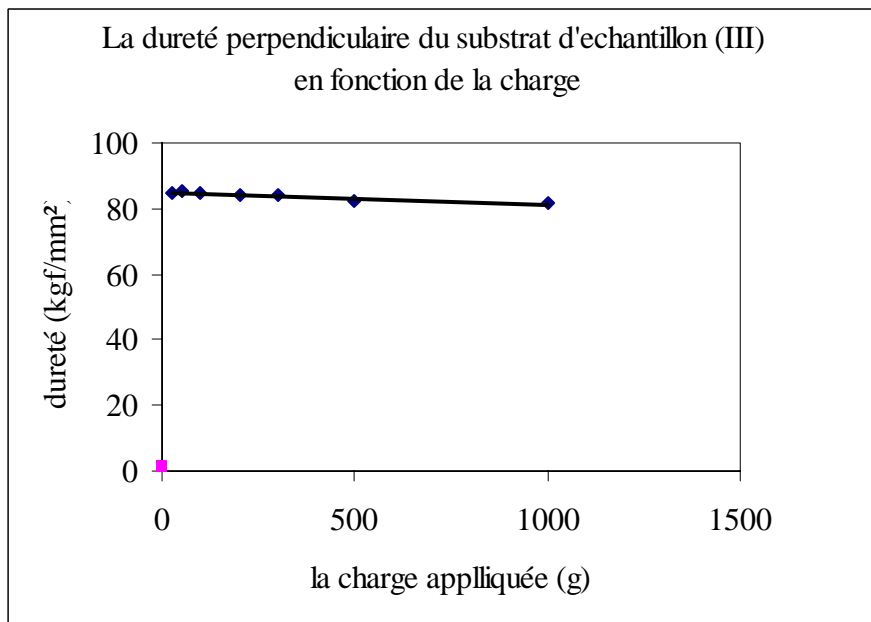


Figure V.3 : courbe de la dureté perpendiculaire du substrat de l'échantillon (III)

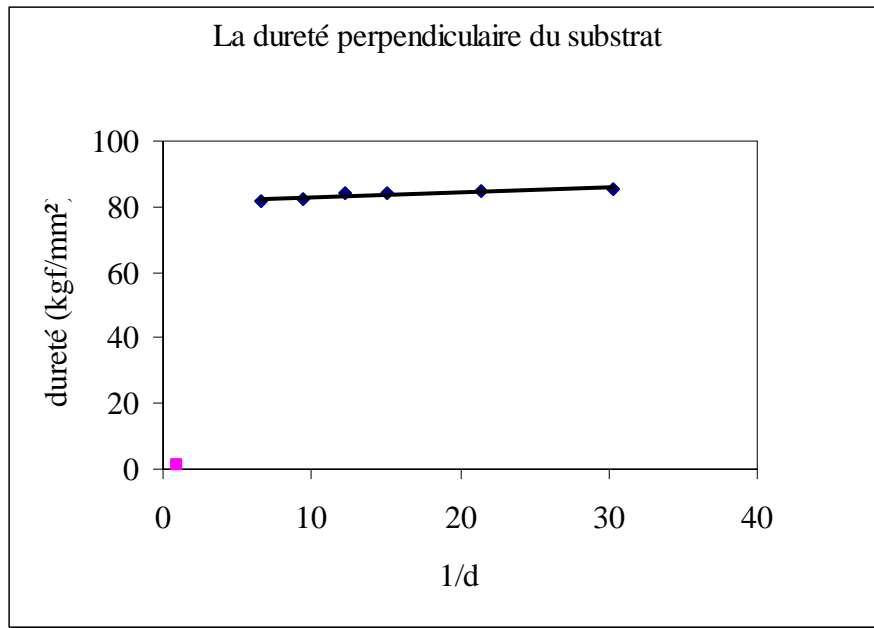


Figure V.4 : la dureté du substrat en fonction de l'inverse du diamètre de l'empreinte

C).Discutions des résultats :

Les résultats expérimentaux de mesure de la dureté des substrats (tableaux VI, VII et VIII), montrent que la dureté de chaque échantillon est moyennement constante. Elle est semblable pour tous les substrats.

Les courbes aux figures (V1,V2 et V3) représentent respectivement la dureté des substrats des échantillons I, II et II en fonction de la charge appliquée au pénétrateur. La courbe de la figure (V4) représente la variation de la dureté du substrat par rapport à l'inverse de diamètre de l'empreinte. On remarque que tous les courbes sont des droites parallèles aux axes des abscisses, qu'implique la stabilité de la dureté des substrats et par la suite l'indépendance de la dureté des matériaux massifs de la charge appliquées à l'indentation.

On estime que les légères différences des résultats expérimentaux de dureté sont dues préalablement aux erreurs des mesures des diamètres de les empreintes, aux techniques de préparation des échantillons (polissage...etc), aux positions du pénétrateur et des échantillon pendant l'essai, et à l'homogénéité des matériaux etc

V.1.1.2 la dureté perpendiculaire du composite :

Comme le cas du substrat, nous avons mesuré la dureté du composite pour chaque échantillon, ainsi les résultats obtenus sont donnés dans les tableaux de mesure de la dureté du composite

A). Les tableaux des mesures de la dureté du composite :

Tableau V.4 : mesure de la dureté perpendiculaire composite de l'échantillon (I)

P (g)	1000	500	300	200	100	50	25
D (μm)	150.37	56.8	39	28.3	16	9.7	5.63
1/d (mm) ⁻¹	6.65	17.6	25.4	35.3	62	103.1	177.46
Hc (kgf)/mm ²	81.1	287.39	360.4	462.3	729.3	985.57	1460.1

Tableau V.5 : mesure de la dureté perpendiculaire composite de l'échantillon (II)

P (g)	1000	500	300	200	100	50	25
d (μm)	95	33.8	22.9	17.1	11.1	8	5.6
Log (p)	3	2.698	2.47	2.30	2	1.69	1.397
Log (d)	1.977	1.589	1.359	1.232	1.045	0.9	0.748
1/d (mm) ⁻¹	10.52	29.58	43.63	58.36	90	125	177.1
Hc (kgf)/mm ²	205.5	811.4	1059.1	1263.2	1503.2	1448.75	1454.2

Tableau V.6 : mesure de la dureté perpendiculaire composite de l'échantillon (III)

P (g)	1000	500	300	200	100	50	25
d (µm)	38.8	25	19.38	15.6	11.01	7.7	5.4
1/d (mm) ⁻¹	25.76	40	51.80	63.94	90.74	129.09	182.97
Hc (kgf)/mm ²	1230.5	1482.5	1508.74	1516.4	1527.2	1545.3	1552.2

B).les courbes de la dureté composite en fonction de la charge :

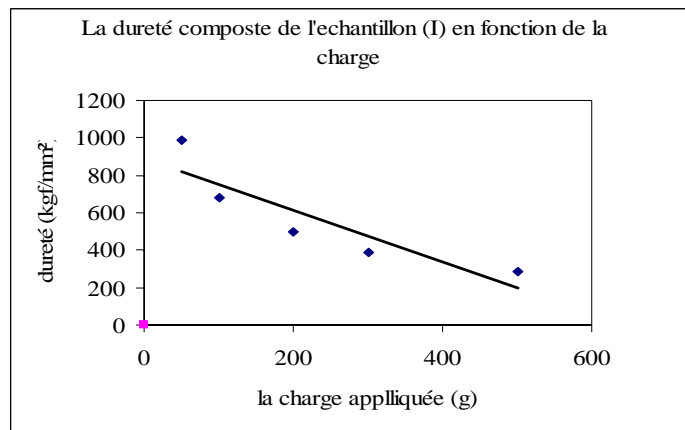


Figure V.5 : courbe de la dureté composite de l'échantillon (I)

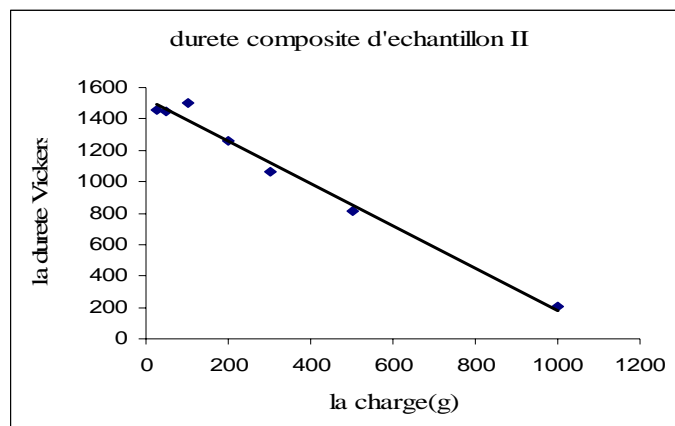


Figure V.6 : courbe de la dureté composite de l'échantillon (II)

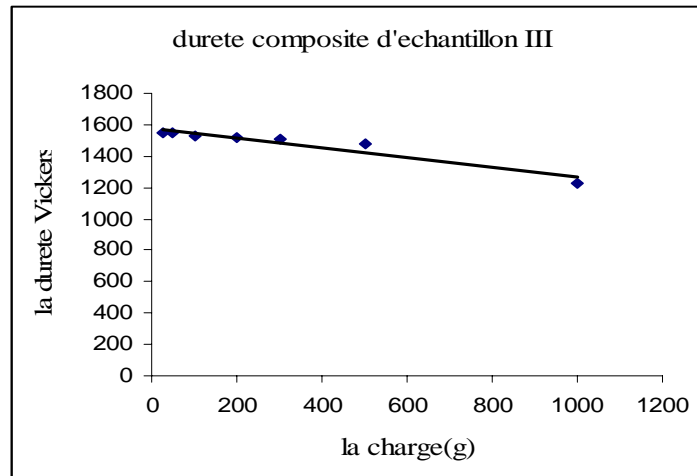


Figure V.7 : courbe de la dureté composite de l'échantillon (III)

C).Discutions des résultats :

Les valeurs des tableaux (V4, V5 et V6) représentent les résultats expérimentaux de la dureté de composite des échantillons (I II III). Les figures (V4, V 5 et V6) représentent les courbes de la dureté composite en fonction de la charge

Les résultats du tableau V4, montre que la dureté composite d'échantillon (I) varie linéairement par rapport au décroissement de la charge appliquée à l'indenteur .Elle augmente lorsque la charge (ou le diamètre d'empreinte) diminue, ainsi que la valeur de la constante de couplage (a) qui tend ver l'unité pour des faibles charge et la dureté mesuré approche à la dureté du film.

On remarque que pour la charge de 1000 g , la dureté de composite est celle du substrat, ce qui nous ramène de dire que le pénétrateur traverse la couche du film et la mesure prise est celle du substrat et non du composite

Les résultats du tableau V5 sont semblables aux résultats précédents, sauf pour la charge de 25 g, la dureté mesure celle du film et non du composite. Alors le modèle du Jonsson et Hogmark est inapplicable pour cette charge et le substrat n'a aucun influence sur la dureté du composite

Pour Les résultats de tableau V6. On remarque l'accroissement de la dureté composite jusqu'à une valeur critique dont la valeur de la constante de couplage (a) atteint une valeur proche à l'unité ce qu'implique l'impossibilité d'application du modèle du revêtement monocouche (Jonsson et Homark) et la dureté mesurée tends vers celle du film, après cette valeur, toutes les mesures sont celles du film pas du composite

V.1.1.3 la dureté perpendiculaire du film :

Après avoir mesuré la dureté du substrat et du composite, on a calculé la dureté des films en alumine, par l'intermédiaire du modèle de Jonsson et Hogmark

Pour revêtement monocouche, ce modèle est exprimé sous la forme :

$$\frac{(H_C - H_S)}{(H_f - H_S)} = a ;$$

Pour revêtement multicouche, il s'exprime par la formule :

$$H_C = H_S + \sum_{i=1}^n a_i (H_{f_i} - H_S)$$

H_C : Dureté du composite

H_f : Dureté du film

H_S : Dureté du substrat

a : Constante de couplage

H_{f_i} : Dureté du film i

a_i : Constante de couplage de la couche i

Dans ce modèle la valeur du (a) s'exprime par la formule suivante :

$$a = \frac{2Ce}{d} - \left(\frac{C e}{d} \right)^2$$

Avec ; $C = 1$, dans le cas ou le film épouse la forme de l'empreinte

$C = 0.5$, dans le cas du film fragile

$$h = d / 7$$

La valeur de a est une caractéristique du modèle qui dépend de l'épaisseur du revêtement, e , et de la profondeur de pénétration, h , qui correspond pour un diamant Vickers au septième de la diagonale de l'empreinte, d , et de différents paramètres qui peuvent être ajustables.

A). tableaux de dureté du film :

1) dureté du film déterminée par le modèle Jonsson et Hogmark:

Tableau V.7 : résultat de dureté d'alumine pour l'échantillon (I) avec $C = 1$

P (g)	1000	500	300	200	100	50	25
d (μm)	151.01	56.8	37.7	27.2	16.5	9.7	5.63
1/d (mm) ⁻¹	6.86	17.6	26.6	36.71	60.5	103.1	177.46
H_f (kgf)/mm ²	81.1	1586.5	1618.7	1612.00	1487.18	1460.9	1586.43

Tableau V.8 : résultat de dureté d'alumine pour l'échantillon (II) avec $C = 1$

P (g)	1000	500	300	200	100	50
d (μm)	95	33.8	22.9	17.1	11.1	8
1/d (mm) ⁻¹	10.52	29.58	43.63	58.36	90	125
H_f (kgf)/mm ²	1561.2	1528.42	1513.47	1511.15	1517.27	1539.7

Tableau V.9 : résultat de dureté d'alumine pour l'échantillon (III) avec $C = 1$

P (g)	1000	500	300	200	100	50	25
d (μm)	38.8	25	19.38	15.6	11.01	7.7	5.4
1/d (mm) ⁻¹	25.76	40	51.80	63.94	90.74	129.09	185.18
H_f (kgf)/mm ²	1497.6	1502.9	1532.85	1516.4	1527.2	1545.3	1552.2

2). dureté du film mesurée expérimentalement :

Tableau V.10 : résultat de dureté d'alumine

P (g)	1000	500	300	200	100	50	25
d (μm)	35.4	24.6	19.06	15.3	10.9	7.7	5.5
1/d (mm) ⁻¹	28.25	40.58	52.46	65.26	91.34	129.78	181.18
Log (p)	3	2.69	2.47	2.30	2	1.69	1.397
Log (d)	1.49	1.39	1.28	1.185	1.039	0.886	0.732
H_f (kgf/mm ²)	1480.1	1527.3	1531.4	1580.3	1547.4	1561.8	1532.56

B).les courbes de la dureté de film en fonction de la charge :

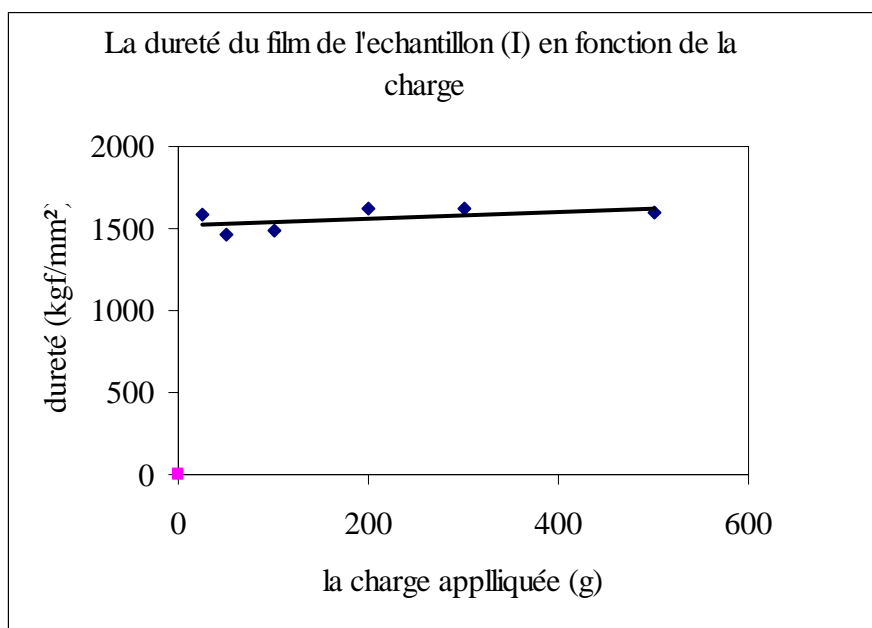


Figure V.8 : courbe de la dureté de film de l'échantillon (I)

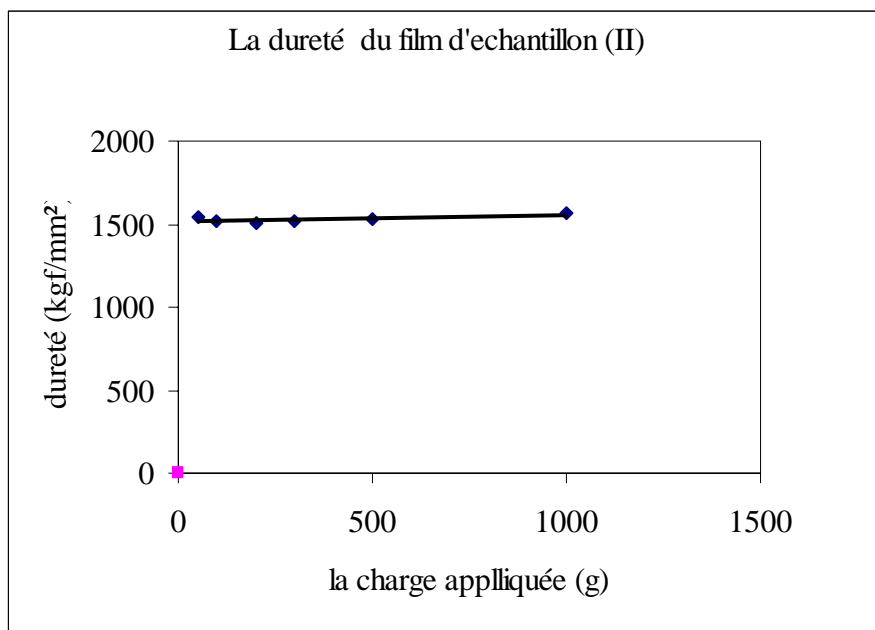


Figure V.9 : courbe de la dureté de film de l'échantillon (II)

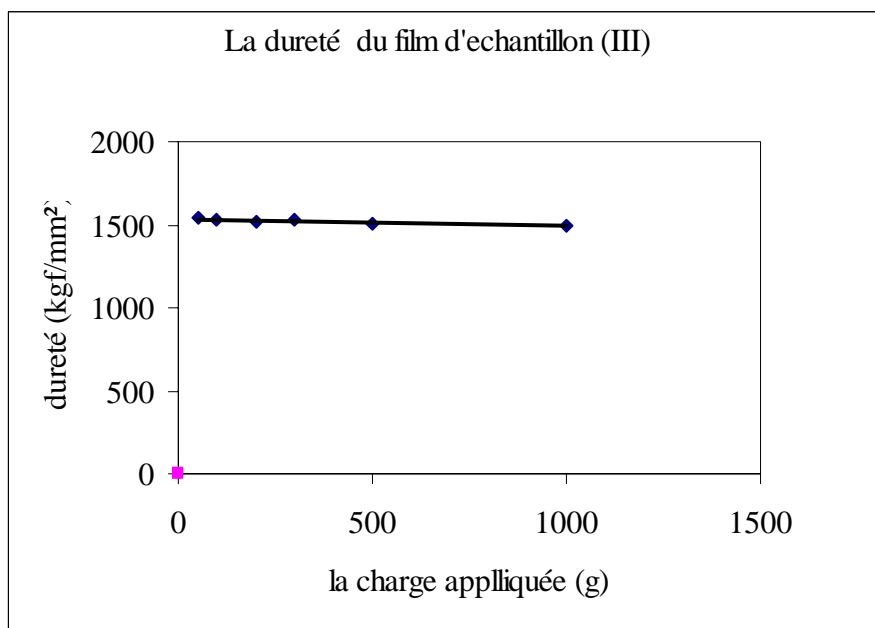


Figure V.10 : courbe de la dureté de film de l'échantillon (III)

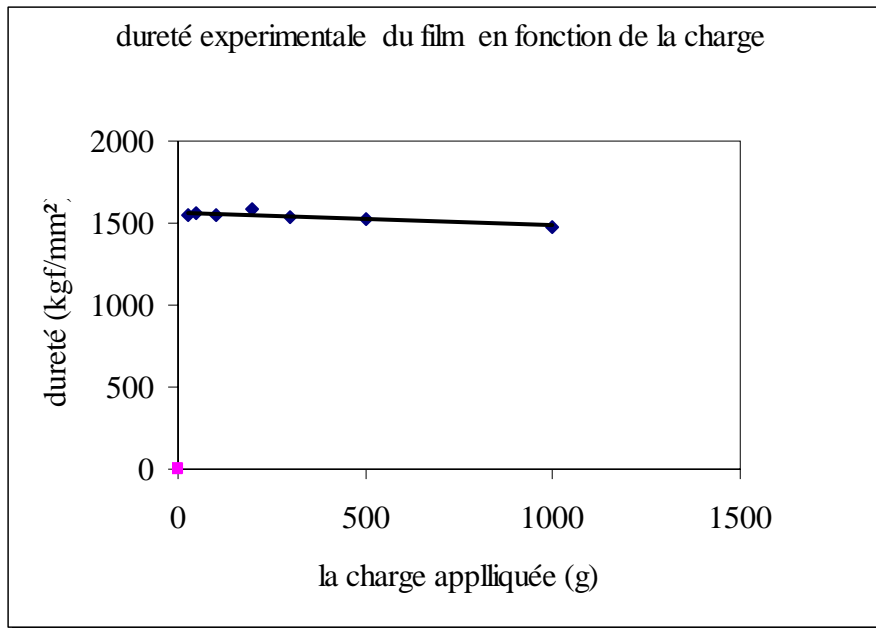


Figure V.11 : courbe de la dureté de film mesuré expérimentalement

C).Discutions des résultats :

On remarque que la dureté Vickers du film calculée par l'intermédiaire du modèle du Jonsson Et Hogmark pour revêtement monocouche (tableaux V 7, V8, V9 et V10) varie entre les valeurs 1460 au 1612, donc on peut la considérer comme constante pour tous les échantillons considérés.

Les figures (V8, V9, V10 et V11) montrent que les duretés des films sont des droites parallèles aux axes des abscisses, donc la dureté du film ne dépend pas de la charge appliquée à la pénétration. Les résultats de dureté obtenus par l'utilisation de modèle Jonsson et Hogmark sont proches que celles mesurées expérimentalement, qu'implique que le modèle (Jonsson et Hogmark) est bien adapté.

V.1.2 Indice de Meyer :

La relation de Meyer qu'exprime la charge d'essai en fonction de la longueur des diagonales mesurées est donnée par :

$$F = a d^n \quad (1)$$

n : l'indice de Meyer

On introduit le logarithme dans l'équation (1) elle devient :

$$\log F = \log(a) + n \log(d)$$

Donc l'indice de Meyer n s'exprime par :

$$n = \frac{\log(F) - \log(a)}{\log(d)}$$

Si $n < 2$, la dureté croît lorsque la charge d'essai diminue,

Si $n = 2$, la dureté est indépendante de la charge,

Si $n > 2$, la dureté diminue lorsque la charge d'essai diminue.

A). Les courbes de variation de la charge par rapport au diamètre :

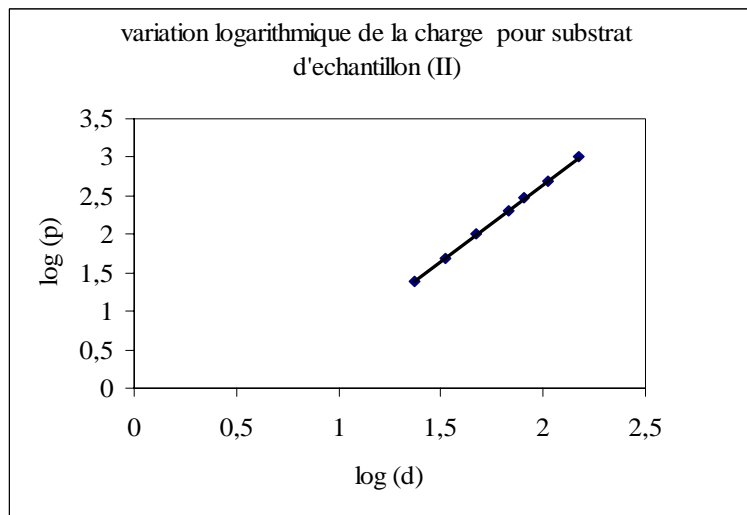


Figure V.12 : courbe logarithmique de la charge en fonction de l'inverse du diamètre pour substrat

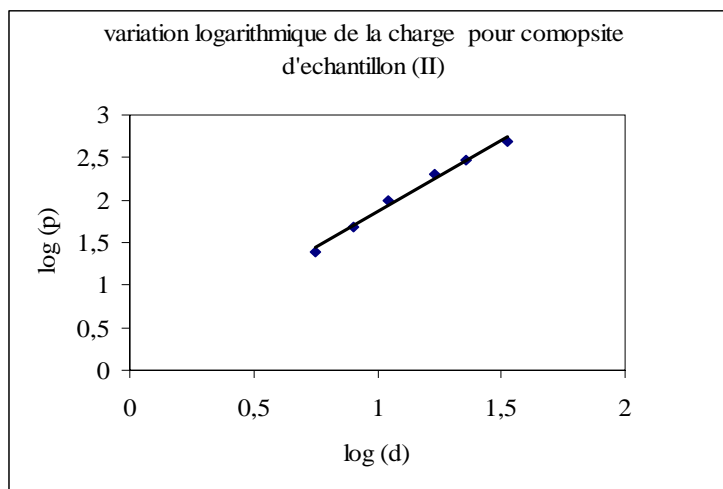


Figure V.13 : courbe logarithmique de la charge en fonction de l'inverse du diamètre pour composite d'échantillon (II)

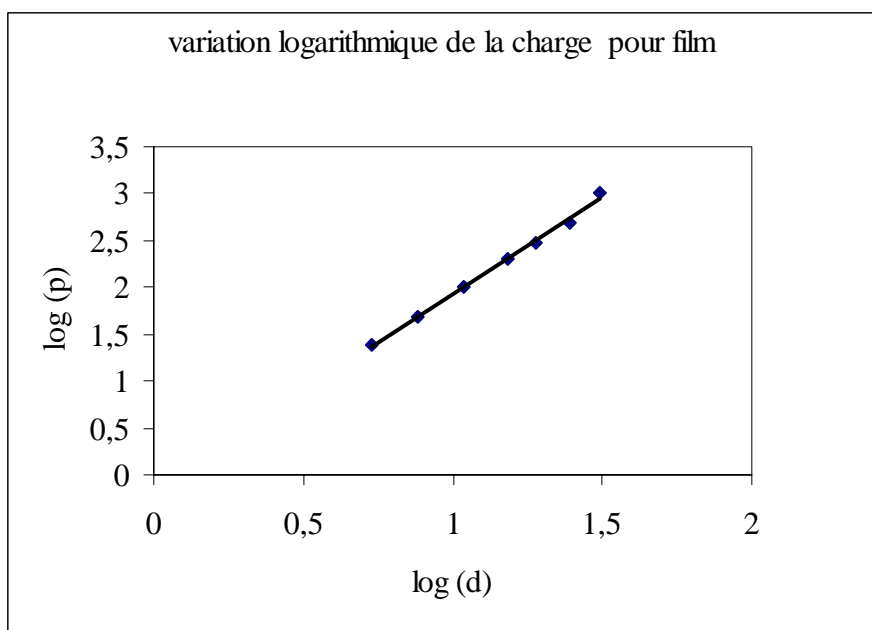


Figure V.14 : courbe logarithmique de la charge en fonction de l'inverse du diamètre pour film d'alumine

B). Discussions des résultats :

- D'après la figure V12 la pente (indice de Meyer) est proche de la valeur deux, implique que la dureté de substrat est indépendante de la charge appliqué à l'indentation.
- Dans la figure V13, la pente est aussi proche de la valeur deux. Alors d'après le critère de l'indice de Meyer la dureté de film est indépendante de la charge appliquée à l'indentation.
- De la figure V 14 , la pente de la droite est égale 1.3546,(inférieure de deux). Donc d'après l'indice de Meyer, la dureté croit lorsque la charge d'essai diminue.

V.1.1.4 Représentation globale de dureté :

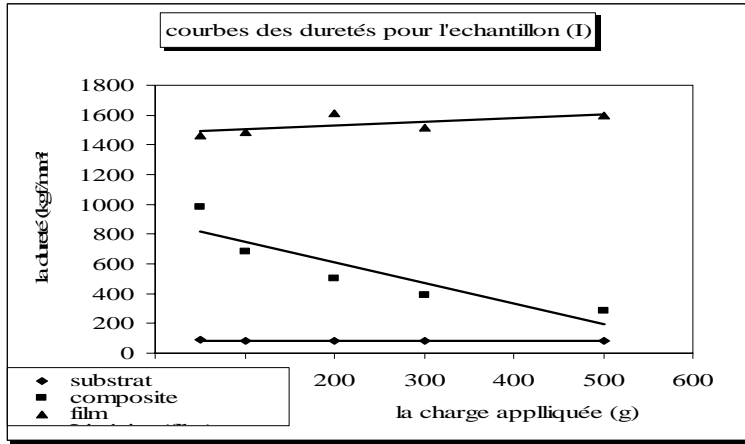


Figure V.15 : représentation des dureté pour échantillon (I)

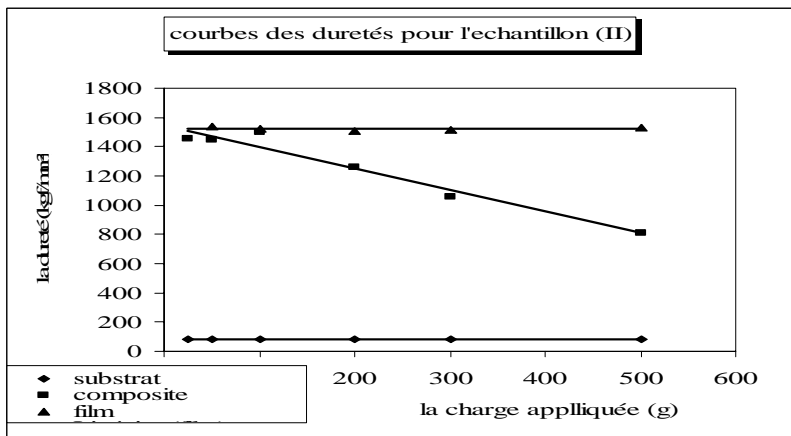


Figure V.16 : représentation des dureté pour échantillon (II)

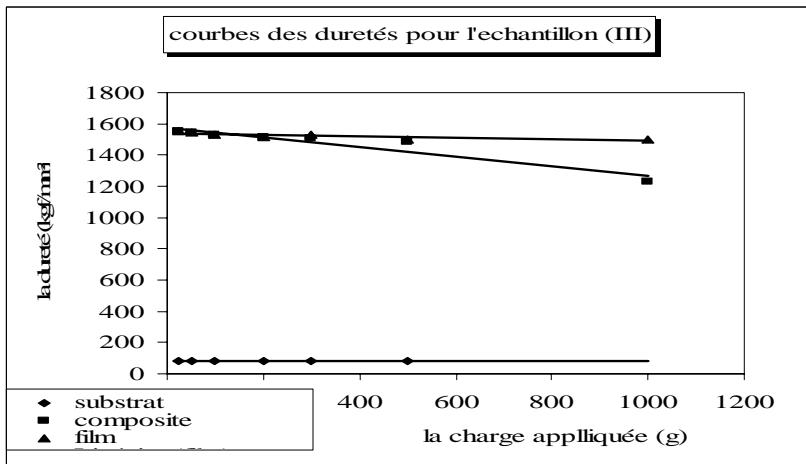


Figure V.17 : représentation des dureté pour échantillon (III), les duretés sont dans l'ordre ; dureté du film, dureté du composite et dureté du substrat

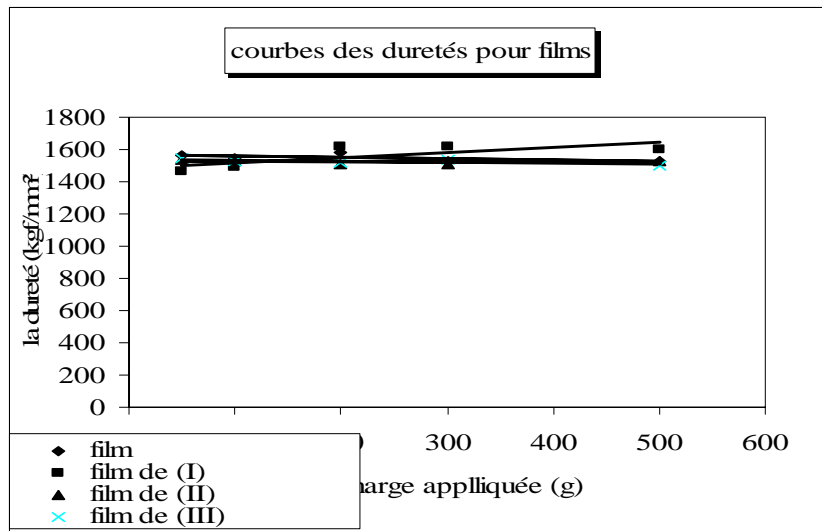


Figure V.18 : courbes de la dureté des films (moyennement la dureté des films ayant même allure)

Conclusion et perspective

De la partie bibliographique nous avons conclu que la dureté est une propriété mécanique très importante dans l'industrie. Elle est plus complexe et plus difficile à interpréter qu'elle n'apparaît qu'à première vue, à cause de la dépendance de la dureté aux caractéristiques du matériau, à la nature du pénétrateur, au mode d'indentation et aux phénomènes qui interviennent pendant l'essai (déformation élastique, recouvrance élastique de l'empreinte, formation des microfissures, formation de bourrelet...).

Les différents modèles physiques de couplages menés ont permis de mieux comprendre la dureté des matériaux revêtus (l'adhérence entre le film et le substrat, épaisseur de film, la surface du contact entre pénétrateur et l'échantillon à tester)

L'étude d'un pénétrateur de forme géométrique ellipsoïdale présente un intérêt théorique et expérimental qui va ramener à élargir le champ d'application des essais de la dureté. On peut l'utiliser pour les deux méthodes de mesure de dureté (statique et dynamique)

On peut choisir les dimensions du pénétrateur ellipsoïdal pour qu'il sera mieux pointu que l'indenteur sphérique, cela implique moins de charge appliquée. Aussi amoindrir les phénomènes intervenants pendant l'essai (déformation élastique, recouvrance élastique de l'empreinte, formation des microfissures, formation de bourrelet).

les essais de la microdureté Vickers effectués lors de l'expérimentation montrent que la dureté de la couche d'alumine (film) sur l'alliage d'aluminium (substrat) fait augmenter celle du composite (alumine + l'alliage d'aluminium). L'essai de la dureté perpendiculaire du revêtement (film+substrat) montre que la dureté mesurée correspond à celle du composite et non du film

Les courbes de dureté pour les films et les substrats étudiées s'appliquent, avec des corrélations semblables et constantes pour toutes les charges appliquées. Les valeurs de dureté des films retirées par l'intermédiaire du modèle de Jonsson et Hogmark sont des valeurs plus proches aux valeurs expérimentales, ce qui rend correcte la détermination de la

Conclusion générale

dureté de revêtement. Donc le modèle du Jonsson et Hogmark est bien adapté pour la recherche de la dureté du film.

Les courbes de dureté dans l'ordre décroissant sont respectivement celles de la couche d'alumine, de composite et de substrat. La dureté du matériau massif est indépendante de la charge appliquée au pénétrateur. Alors que la dureté de la composite en dépend

Perspectives :

D'après la recherche bibliographique et les essais que l'on a faits, nous trouvons que la dureté est une propriété mécanique très importante dans des divers domaines (industrielle, médical, astronomie, ...etc). Vu l'intérêt de la dureté nous avons envisagé d'effectuer les travaux à savoir:

- l'étude de la nano indentation pour différents matériaux
- la recherche des relations reliant la dureté et les autres propriétés (physiques, chimiques, mécaniques ...etc)
- L'étude des phénomènes qui perturbent les mesures de la dureté (phénomènes interviennent au cours et après les mesures tel que ; déformation élastique, recouvrance élastique de l'empreinte, formation des microfissures, formation de bourrelet, frottement entre pénétrateur et matériau à tester ...).
- la recherche des moyens de durcissement pour avoir des matériaux très durs et qui ne soient pas fragiles
- la recherche des autres moyens de mesure de dureté

REFERENCE BIBLIOGRAPHIQUE

- [1] C .Barlier, L.Girardin, *Matériaux et usinage*,Casteilla- 25, Rue Monge-75005, paris,1999
- [2] Alainiost.A, Adirabhi.A , Maxence.B , Variation de la dureté avec la charge :quel modèle choisir ? , *Colloque SF2M Section-Ouest : Surfaces et Interfaces, indentation, rayage et abrasion*, Angers, 16 et 17 mars 2005
- [3] Jean P.Mercier, G.Zambelli,W.Kurz, *Introduction à la science des matériaux*,Presse Polytechnique romande, Ch-1015 Lausanne, 1999
- [4] P.Morisset, P.Salmon, *Chromage dur et décoratif*, CETIM ,1988
- [5] J.Philibert, A.Vigns, Y.Bréchet, P.Combrade, *Métallurgie du minerai au matériau*, Masson, Paris, 1998
- [6] Pineau, D .Francois, A.Zaoui, *Comportement mécanique des matériaux*, Hermes, Paris,1991
- [7] R.W.K.Honeycombe, *Steels-microstructure and proprieties*, London, Edward Arnold, 1981.
- [8] M.F.Ashby, *Choix des matériaux en conception mécanique*, Dunod, Paris 2000
- [9] G.Farges ,D.Degout ,*Effet de taille d’empreinte en microdureté Vickers*, traitement thermique-246-1991
- [10] E.Ghorbel, *Aapproche expérimentale pour la modélisation du comportement mécanique des matériaux métalliques et organiques*, Thèse université de Marne la Vallet, 2001
- [11] Kwadwo O. Kese , *Relaxation and Nanomechanical Studies of the Vickers Residual Stress Field in Glass*, Doctoral Thesis Department of Materials Science and Engineering Royal Institute of Technology SE-100 44 Stockholm, Sweden, 2004
- [12] Olivier .G, Bernard .L, Jean-Michel .B , Laetitia .O, *Caractérisation mécanique de reconstitutions osseuses après comblement par un Biomatériau injectable*,Matériaux 2002
- [13] P.Lavel, E.Felder, *Caractérisation de l’adhérence des revêtements par indentation normale*,Matériaux et techniques n° :1-2- 1993
- [14] Jonathan R. TuckU,1, Alexander M. Korsunsky1, Steve J. Bull, Rob I. Davidson *On the application of the work-of-indentation approach to depth-sensing indentation*

- experiments in coated systems. Surface and Coatings Technology* 00 (2000)00-00
- [15] D. Tabor, *The Hardness of Metals*, Clarendon Press Oxford, 1951.
- [16] Vlassak J.Nix W.D, *Measuring the Elastic Properties of Anisotropic Materials by Means of Indentation Experiments*, J.Mech. Phys. Solid, Vol. 42, n°8, 1994
- [17] K.L.Dahm,W.G.Ferguson,R.Murakami ,P.A.Dearnley,*Carbon coatings*,Surface engineering (1994) vol .10 N° : 03 199
- [18] Florence Jaupitre, Suzanne Degallaix, Djimédo Kondo, *Caractérisation expérimentale et modélisation micromécanique du comportement d'un acier inoxydable austéno-ferritique*, 16ème Congrès Français de Mécanique, Nice, 1-5 septembre 2003
- [19] Jean-Luc. Bucaille, *Simulation Numérique de L'indentation et de La Rayure des Verres Organiques*, Thèse de doctorat, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, 2001
- [20] O.Vingsbo,S.Hogmark,B.Jonsson ,A.Ingemarsson, *Indentation Hardness of Surface-Coated Materials*,Philadelphia,1986,pp,257-271
- [21] Olivier Bartier, Rochdi El Abdia, Gerard Mauvoisin et Ali Nayebi
Contribution de l'essai d'indentation `a la caractérisation d'aciers nitrures,
Mécanique & Industries 6, 227–236 (2005)
- [22] A. Perriot, E. Barthel, *Elastic contact to a coated half-space - Effective elastic modulus and real penetration*, Ccsd-00001402, Version 1 - 2 Apr 2004
- [23] Sébastien LAFAYE, *Propriétés mécaniques de friction et de déformation des surfaces de polymères solides*,thèse université de Louis Pasteur (Strasbourg I) 2002
- [24] Loubet J.L.,Georges J.M., Marchesini O., Meille G., "*Vickers Indentation Curves of Magnesium Oxide (MgO)*", *Journal of tribology*, **106**, p. 43, 1984.
- [25] F.-H. Leroy*, B. Passilly*, J.-P. Culié**. *Estimatrion d'un comportement local par micro-indentation Vickers . Journée Scientifique Barrières thermiques (ONERA, 23 Janvier 2001)*
- [26] Gubicza J., Juhasz A. et Voros G., "*Determination of the hardness and elastic modulus from continuous Vickers indentation testing*", *Journal of materials science.*, **31**(12), p. 3109, 1996.
- [27] I.J.Ford,*A cavity model of indentation hardness of a coated substrate*, *Thin Solid Films*, 24 (1994)122-131
- [28] J.Marc Schneider, M.Bigerelle, A.Iost, *Statistical analysis of the Vickers hardness*, *Materials Science and Engineering A262* (1999) 256-263

- [29] P.J. Burnett, D.S. Rickerby, *The mechanical properties of wear – resistant coatings II: Experimental studies and interpretation of hardness*, Thin Solid Films, 148(1987)51-65
- [30] Suresh S. Narine and Alejandro G. Marangoni . *Elastic Modulus as an Indicator of Macroscopic Hardness of Fat Crystal Networks*. Lebensm.-Wiss. u.-Technol., 34, 33}-40 (2001)
- [31] B. Jönsson, S. Hogmark, *Hardness measurements on thin films*, Thin Solid Films, 114 (1984) 257
- [32] H. Bückle, *L'essai de micro dureté et ses applications*, Publications scientifiques et techniques du ministère de l'air, NT90 Paris (1960)
- [33] A.M. Korsunsky, M.R. McGurk, S.J. Bull, T.F. Page, *On the hardness of coated systems*, Surf. Coat. Techn., 99 (1998) 171
- [34] E.S. Puchi-Cabrera, J.A. Berrios, D.G. Teer, *On the computation of the absolute hardness of thin solid films*, Surf. Coat. Techn., 160 (2002) 177
- [35] A. Iost, R. Bigot, *Hardness of coatings*, Surf. Coat. Techn., 80 (1996) 117
- [36] CASALINO G. , Ghorbel E., Pappalettere C. « *Parametric analysis of the indentation needed to a fixator for the correction of human rachis* », International Conf. On Material Eng. , Gallipoli - Lecce, pp. 217-226, 4-7 September 1996.
- [37] Follansbee P. S., Sinclair G. B., " *Quasi-Static Normal Indentation of an Elasto-Plastic Half-Space by a Rigid Sphere*, Part I: Analysis", Int. J. Solids Structures, Vol. 20, N°1, pp. 81-91, 1984.
- [38] Giannakopoulos A. E., Larsson. P. L., Vestergaars R., " *Analysis of Vickers Indentation*", Int. J. Solids Structures, Vol. 31, N° 19, pp. 2679-2708, 1994.
- [39] Kral E. R., Komvopoulos K., Bogy D. B.,. " *Elastic-Plastic Finite Element Analysis of Repeated Indentation of a Half-Space by a Rigid Sphere*", ASME Journal of Applied Mechanics, Vol. 60, pp. 829-841, 1993.
- [40] Kral E. R., Komvopoulos K., Bogy D. B., " *Finite Element Analysis of Repeated Indentation of an Elastic-Plastic Layered Medium by a Rigid Sphere*" Part I : Surface results", Transactions of the ASME, Vol. 62, March 1995.
- [41] F. Tancreta , F. F. Osterstockb , *Indentation des milieux poreux : phénomènes et application aux matériaux fragiles*, Colloque SF2M Section -Ouest : Surfaces et Interfaces, indentation, rayage et abrasion, Angers, 16 et 17 mars 2005

- [42] Larsson P. L., Giannakopoulos A. E., Söderlund E., Rowcliffe D.J., Vestergaard R., "Analysis of Berkovich Indentation", *Int. Jour. Solids Structures*, Vol. 33, N°2, pp. 221- 248, 1996
- [43] Lebouvier D., "*L'Essai de Dureté sur les Matériaux Revêtus*", Thèse de doctorat, École Nationale Supérieure des Mines de Paris, 1987
- [44]: T.Kodas,M.Hampden ,The chemisty of metalCVD ,VHD,Weinheim,NY,Basel, Cambridge ,Tokyo,(1994)
- [45] Hull, D., *Introduction to dislocation*, 1975, Pergamon Press, p.181.
- [46] Gilman, J. J., Johnston, W. G., *Dislocations and Mechanical properties of crystals*, 1957, John Wiley and Sons, Inc., New York, p.116-163.
- [47] A.Thomas ,*Mirohardness measurement as a quality control technique for thin ,hard Coatings*, *Surface Engineering* 1987 Vol 03 N°:02
- [48] G.Farges,D.Degout, *interpretation of the indentation size effect in Vickers micro hardness measurements- absolute hardness of materials* ,*Thin Solid Films*.181(1989)365-374
- [49] Bolshakov A. et Pharr G.M., "*Influences of pileup on the measurement of mechanical properties by load and depth sensing indentation techniques*", *Journal of materials research*, **13**(4), p. 1049, 1998.
- [50] Giannakopoulos A.E. et Suresh S., "*Determination of elastoplastic properties by instrumented sharp indentation*", *Scripta Materiala*, **40**(10), p. 1191, 1999.
- [51] Cheng Y.-T. et Cheng C.-M., "*Relationships between hardness, elastic modulus, and the work of indentation*", *Applied physics letters*, **73**(5), p. 614, 1998.
- [52] Leroy F.H. et Passilly B., "*Une approche énergétique pour l'estimation d'un module d'Young par micro-indentation*", *Comptes rendus JNC 12*, **1**, 2000
- [53] Gubicza J., Juhasz A. et Voros G., "Determination of the hardness and elastic modulus from continuous Vickers indentation testing", *Journal of materials science.*, **31**(12), p. 3109, 1996.
- [54] P.Ologerais, M.Girtan , L. Avrile , F. Gonzzatti , A. Bouteville , *Thermal profile evaluation of a silicon wafer in a rapid thermal chemical vapor deposition apparatus* , Colloque SF2M Section-Ouest : Surfaces et Interfaces, indentation, rayage et abrasion, Angers, 16 et 17 mars 2005
- [55] N. T. Nlane , R. Kouitatnjiwa and J. Von Stebut , *Indentation cylindrique de matériaux revêtus en régime élasto – plastique : étude numérique par la méthode des*

- éléments de frontières* , Colloque SF2M Section-Ouest : Surfaces et Interfaces, indentation, rayage et abrasion, Angers, 16 et 17 mars 2005
- [56] S. LECLERC, *Etude de l'endommagement crée par implantation d'Hélium dans le carbure de silicium* ,Colloque SF2M Section-Ouest : Surfaces et Interfaces, indentation, rayage et abrasion, Angers, 16 et 17 mars 2005
- [57] Haddou H., Gaudin C., Feaugas X., "*Stacking fault energy and grain size effects on tensile behaviors of fcc polycrystalline alloys at 300 K*", Euromech-Mecamat , 4 th European Mec. of Mat. Conf., PMMP, Metz, 26-29 june 2000.
- [58] Oliver W.C., Pharr G.M., "*An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments*", J.Mat. Res , , vol. 7, n° 6, 1992, p. 1504-1583.
- [59] Robert L., *Etude des propriétés mécaniques du nickel utilisé dans la technologie, LIGA – Réalisation d'un micropréhenseur*, Thèse Université de Franche Comté, 1997.
- [60] P. KEMPE, *Nanoindentation et microrayage en environnement contrôlé Colloque*, SF2M Section-Ouest : Surfaces et Interfaces, indentation, rayage et abrasion, Angers, 16 et 17 mars 2005
- [61] Cheng-Shi Chen*, Chuan-Pu Liu, C.-Y.A. Tsao , *Influence of growth temperature on microstructure and mechanical properties of nanocrystalline zirconium carbide films*, Thin Solid Films 479 (2005) 130– 136
- [62] Atkins A. G., Tabor D., "*On Indenting with Pyramids*", Int. J. Mech. Sci., 1965.
- [63] Gauthier O., Khairoun I., Weiss P., Bouler J.-M., Aguado E., Daculsi G., In vivo comparison of two injectable calcium phosphate biomaterials: ionic cement and polymer associated particle ceramic. Key engineering Materials, 192-195, 2001
- [64] Gibson L. J. and Ashby M. F., *Cellular solids*, Cambridge Solids State Science Series, 2 nd edition, 1997.
- [65] Hill R., *The mathematical theory of plasticity*, Clarendon Press Oxford, 1950.
- [66] I.M. Ward, D. W. Hadley, « *Mechanical Properties of solid polymers* » John Wiley & Sons (1993).
- [67] J-L. Halary, « *Introduction à la mécanique des polymères* », INPL (1995) 169.
- [68] Souheng Wu, « *Polymer interface and adhesion* », Marcel Dekker (1982).
- [69] A.V. Pocius, « *Adhesion and Adhesives Technology* », Hanser Publishers (1997).
- [70] Olivier Bartier, Rochdi El Abdia, Gérard Mauvoisin et Ali Nayebi, *Contribution de l'essai d'indentation à la caractérisation d'aciers nitrures* Colloque SF2M Section-Ouest : Surfaces et Interfaces, indentation, rayage et

- abrasion, Angers, 16 et 17 mars 2005
- [71] W. C. Oliver, G. M. Pharr, *Measurement of hardness and elastic modulus by instrumented indentation. Advances in understanding and refinement methodology using load and displacement sensing indentation experiments*, J.Mat.Res., 19, N°1 (2004) 3-20.
- [72] T. Gloriant, A.L.Greerb, *Dureté et résistance à l'usure des verres métalliques et des alliages nanostructurés obtenus par dévitrification de phases amorphes*, Colloque SF2M Section-Ouest : Surfaces et Interfaces, indentation, rayage et abrasion, Angers, 16 et 17 mars 2005
- [73] E.Felder, *Analyse mécanique des essais d'indentation avec des Cônes*, Colloque SF2M Section-Ouest : Surfaces et Interfaces, indentation, rayage et abrasion, Angers, 16 et 17 mars 2005
- [74] A.Laazizi, L.Avrile, B.Courant, F.Jaquemin, J.J.hantzpergue, R.Guillén, *Simulation par différences finies de traitement de surface par faisceau laser pulse*, Colloque SF2M Section-Ouest : Surfaces et Interfaces, indentation, rayage et abrasion, Angers, 16 et 17 mars 2005
- [75] Javier-Arturo Montes de oca-Valero, *Elaboration du carbure et du nitrure de titane par des procédés chimique et physique en phase vapeur : caractérisation de la microstructure*, thèse de doctorat, université bordeaux I, 05 novembre 2002
- [76] S. Nourouzi, *Contribution à l'étude du procédé arc fil pour la réalisation de dépôts métalliques durs résistants à l'usure abrasive*, thèse de doctorat de l'université de limoges, 30 novembre 2004
- [77] A. PERRIOTA), E. BARTHELA), *Nanoindentation sur un substrat revêtu : nouvelle approche de l'estimation du rayon de contact*, Colloque SF2M Section-Ouest Surfaces et Interfaces, indentation, rayage et abrasion, Angers, 16 et 17 mars 2005
- [78] P. AUBERT, S. LABDI, O. MACIEJAK, L. MAILLE, M.BEN DAIA, *Propriétés mécaniques des multicouches élaborées par pulvérisation cathodique RF*, Colloque SF2M Section-Ouest : Surfaces et Interfaces, indentation, rayage et abrasion, Angers, 16 et 17 mars 2005
- [79] N.Piskounov, *Calcul différentiel et intégral*, tome I, Office des Publication Universitaires : 02-91
- [80] N.Piskounov, *Calcul différentiel et intégral*, tome II, Office des Publication Universitaires : 02-91