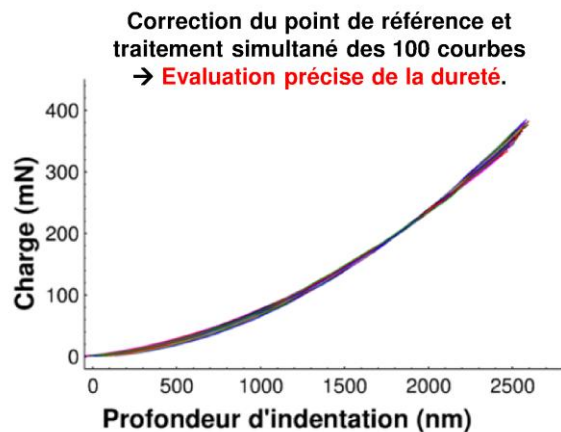
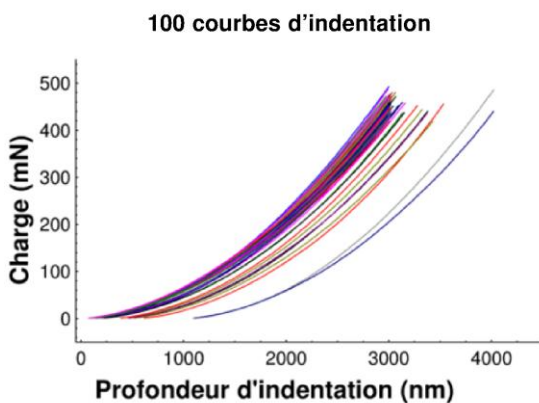


Par **Julie Marteau**

Caractérisation multi-échelle et analyse par essai d'indentation instrumentée de matériaux à gradient générés par procédés mécaniques et thermochimiques de traitement de surface

Thèse présentée
pour l'obtention du grade
de Docteur de l'UTC



Soutenue le 15 octobre 2013
Spécialité : Mécanique avancée

D2100



Université Technologique de Compiègne

Ecole Doctorale

Champ disciplinaire : Mécanique Avancée

**Caractérisation multi-échelle et analyse par essai d'indentation
instrumentée de matériaux à gradient générés par procédés mécaniques et
thermochimiques de traitement de surface**

Julie Marteau

Thèse soutenue le 15 octobre 2013

Jury

Rapporteur	A.-M. Habraken	Université de Liège
	G. Mauvoisin	Université de Rennes 1
Invité	M. Bigerelle	Université de Valenciennes
	Y.M. Chen	CETIM
	P.-E. Mazeran	Université de Technologie de Compiègne
	P. Montmitonnet	Mines ParisTech de Sophia- Antipolis
Directrice de thèse	S. Bouvier	Université de Technologie de Compiègne
Co-Directeur de thèse	B. Hagege	Université de Technologie de Compiègne

Thèse préparée au sein du Laboratoire Roberval, UMR 7334.

Résumé

Cette thèse est un travail prospectif sur la caractérisation multi-échelle de matériaux à gradient de propriétés générés par des traitements de surface de type mécanique (grenailage à air comprimé ou par ultrasons) ou thermochimique (nitruration, implantation ionique, cémentation basse température). Les apports de plusieurs techniques de caractérisation (microscopie électronique à balayage, spectrométrie, indentation instrumentée, microscopie interférométrique), à différentes échelles, et l'existence possible d'une signature des traitements de surface étudiés sur le matériau ont été examinés. Une analyse multi-échelle des échantillons grenailés par ultrasons a permis d'établir un lien entre les paramètres procédé et la rugosité du matériau. Une approche originale statistique a été proposée pour déterminer la dureté d'un matériau modifié par un traitement de surface donné sans altérer la surface par une rectification. Elle a permis d'établir un lien entre la rugosité des échantillons grenailés par ultrasons et leur dureté. Une recherche bibliographique détaillée a été réalisée sur la simulation de l'essai d'indentation instrumentée par éléments finis en étudiant une centaine d'articles afin d'évaluer l'influence des hypothèses des modèles sur leurs résultats. A l'aide d'un modèle éléments finis, la sensibilité des courbes d'indentation à une variation des paramètres matériau a été examinée. Cela a permis de mettre en place une réflexion sur l'identification des propriétés d'un matériau à gradient à l'aide de l'essai d'indentation.

Mots clés

Caractérisation multi-échelle, Matériaux à gradient de propriétés, indentation instrumentée, simulation éléments finis.

Title

Multiscale characterization and analysis through the use of instrumented indentation of plastically graded materials obtained with thermochemical and mechanical surface treatments.

Summary

This thesis is a prospective work on the multiscale characterization of plastically graded materials obtained with mechanical (shot peening using air pressure or ultrasounds) or thermochemical (nitriding, ion implantation, low temperature carburizing) surface treatments. The benefits of several characterization techniques (scanning electron microscopy, spectrometry, instrumented indentation, interferometric microscopy), at different scales, and the possible existence of a signature of the studied surface treatments on the material were examined. A multiscale analysis of the ultrasonically shot-peened specimens linked the process conditions with the material roughness. A novel statistical approach was proposed to determine the treated material roughness without deteriorating the surface through resurfacing. The latter enabled to establish a link between the shot-peened specimen roughness and their hardness. A detailed literature review of a hundred articles examined the

simulation of the instrumented indentation test with finite elements in order to assess the effect of different hypotheses on the simulation results. Using a finite element model, the sensitivity of indentation curves to a variation of material parameters was examined. The latter enabled to reflect on the identification of the properties of plastically grade materials using the instrumented indentation test.

Keywords

Multiscale characterization, Plastically graded materials, Instrumented indentation, Finite element simulation.

Articles et conférences

Articles dans des revues internationales à comité de lecture

- *Reflection on the measurement and use of the topography of the indentation imprint*, **J. Marteau**, M. Bigerelle, S. Bouvier, A. Iost, Scanning (2013).
- *Effect of surface roughness in the determination of the mechanical properties of material using nanoindentation test*, Y. Xia, M. Bigerelle, **J. Marteau**, P.E. Mazeran, S. Bouvier, A. Iost, Scanning (2013).
- *Quantification of first contact detection errors on hardness and Indentation Size Effect measurements*, **J. Marteau**, M. Bigerelle, Y. Xia, P.-E. Mazeran, S. Bouvier, Tribology International (2013) 59:154-162.
- *Zero-point correction method for nanoindentation tests to accurately quantify hardness and indentation size effect*, **J. Marteau**, Y. Xia, P.-E. Mazeran, S. Bouvier, M. Bigerelle, Strain (2012) 48 (6):491-497.
- *Investigation of strain heterogeneities between grains in ferritic and ferritic-martensitic steels*, **J. Marteau**, H. Haddadi, S. Bouvier, Experimental Mechanics (2012) 53 (3):1-13.

Articles dans des revues françaises

- *Influence de l'amplitude de la rugosité de surfaces sablées sur la mesure de dureté par nanoindentation*, H. S. Ho, Y. Xia, **J. Marteau**, M. Bigerelle, Matériaux & Techniques (2013) 101 (3).

Actes de conférence

- *Microlithography technique advantages, limits and its coupling with EBSD measurements*, **J. Marteau**, H. Haddadi, S. Bouvier, Imaging Methods for novel materials and challenging applications, Volume 3, Springer: 279-286.
- *Méthode de détermination du premier point de contact en nanoindentation dans l'étude des surfaces rugueuses*, **J. Marteau**, Y. Xia, P.-E. Mazeran, M. Bigerelle, S. Bouvier, Actes des Journées Internationales Francophones de Tribologie – Obernai mai 2011. A paraître.

Présentations orales

- 9-13 Juillet 2012 : **ESMC 2012, Graz, Autriche**
Sensitivity analysis of the identification of elastoplastic parameters using a finite element simulation of the instrumented indentation test, J. Marteau, B. Hagege, S. Bouvier, M. Bigerelle.
- 11-14 Juin 2012 : **SEM 2012, Costa Mesa, Etats-Unis**
Microlithography technique advantages, limits and its coupling with EBSD, J. Marteau, H. Haddadi, S. Bouvier.
- 21-23 Mars 2012 : **ICSM 2012, Annecy, France**
Review on the measurement and exploitation of the topography of the indentation print, J. Marteau, M. Bigerelle, S. Bouvier, A. Iost.
- 6 – 9 Septembre 2011 : **Leeds-Lyon 2011, Lyon, France**
Quantification of first contact detection errors on hardness and Indentation Size Effect measurements, J. Marteau, M. Bigerelle, Y. Xia, P.E. Mazeran, S. Bouvier.

Présentations par affiche

- 11-13 Mai 2011 : **JIFT 2011, Obernai, France**
Définition du Premier Point de Contact dans l'étude des surfaces rugueuses, J. Marteau, Y. Xia, S. Bouvier et M. Bigerelle.
- 21-22 Janvier 2011 : **Visite AERES (Participation aux présentations des projets)**
Lois de comportement en proche surface, J. Marteau, S. Bouvier, B. Hagege.

INTRODUCTION GENERALE	1
Références	5
CHAPITRE I : TECHNIQUES EXPERIMENTALES ET PRESENTATION DES TRAITEMENTS DE SURFACE ETUDIES	7
I.1. Techniques expérimentales	9
I.1.1. Microscopie Electronique à Balayage (MEB)	9
I.1.1.1. Principe de fonctionnement	9
I.1.1.2. Les types d'émissions	10
I.1.1.3. Paramètres de l'étude	11
I.1.2. Spectrométrie à sélection d'énergie (EDS-X)	11
I.1.2.1. Principe de fonctionnement	11
I.1.2.2. Avantages et Limites	12
I.1.2.3. Paramètres de l'étude	12
I.1.3. EBSD (Diffraction des électrons rétrodiffusés)	12
I.1.3.1. Principe de fonctionnement	12
I.1.3.2. Préparation des échantillons	13
I.1.3.3. Paramètres de l'étude	13
I.1.3.4. Notion de grain	14
I.1.3.5. Indices de confiance et de qualité	14
I.1.3.6. Procédure de nettoyage	15
I.1.3.7. Quantification des orientations et désorientations	16
I.1.4. La Spectrométrie à Décharge Luminescente (SDL)	16
I.1.4.1. Principe de fonctionnement	17
I.1.4.2. Avantages et Limites	17
I.1.4.3. Paramètres de l'étude	18
I.1.4.4. Mesures des cratères d'érosion	18
I.1.5. Indentation instrumentée	18
I.1.5.1. Paramètres de l'étude	19
I.1.5.2. Réalisation des profils d'indentation	19
I.1.6. Microscopie interférométrique	19
I.1.6.1. Principe de fonctionnement	19
I.1.6.2. Avantages et Inconvénients	20
I.1.6.3. Paramètres de l'étude	20
I.1.7. Diffraction des rayons X	20

I.1.7.1.	Principe de fonctionnement	20
I.1.7.2.	Avantages et Inconvénients	21
I.1.7.3.	Incertitudes de mesures	21
I.1.7.4.	Paramètres de l'étude	22
I.2.	Présentation des traitements de surfaces étudiées	22
I.2.1.	Nitruration et cémentation	22
I.2.1.1.	Principes	22
I.2.1.2.	Microstructures	22
I.2.1.3.	Caractéristiques	23
I.2.2.	Traitement Kolsterising®	24
I.2.2.1.	Principe	24
I.2.2.2.	Microstructure	24
I.2.2.3.	Caractéristiques	25
I.2.3.	Implantation ionique	25
I.2.3.1.	Principe	25
I.2.3.2.	Microstructure	26
I.2.3.3.	Caractéristiques	26
I.2.4.	Grenailage de précontrainte	26
I.2.4.1.	Principe	26
I.2.4.2.	Intensité Almen	27
I.2.4.3.	Taux de recouvrement	28
I.2.4.4.	Microstructure	28
I.2.4.5.	Caractéristiques	28
I.2.5.	Grenailage de précontrainte par ultrasons	29
I.2.5.1.	Principe	29
I.2.5.2.	Microstructure	30
I.2.5.3.	Caractéristiques	30
I.3.	Références	31
 CHAPITRE II : ETUDE EXPERIMENTALE MULTI-ECHELLE DE MATERIAUX A GRADIENT DE PROPRIETES – PARTIE I : APPROCHE EXPERIMENTALE POUR LA CARACTERISATION DES MATERIAUX A GRADIENT DE PROPRIETES		35
II.1.	Introduction	37
II.2.	316L : Origine 1	38
II.2.1.	Etat initial	38

II.2.2.	Nitruration et surcarburation	38
II.2.2.1.	Observations MEB	38
II.2.2.2.	EBSD	40
II.2.2.3.	Analyse EDS-X	41
II.2.2.4.	SDL	43
II.2.2.5.	Profils d'indentation	45
II.2.2.6.	Discussion	45
II.2.3.	Kolsterising®	46
II.2.3.1.	SDL	46
II.2.3.2.	Observations MEB	47
II.2.3.3.	EBSD	47
II.2.3.4.	Profils d'indentation	51
II.2.3.5.	Discussion	52
II.2.4.	Traitement Implantation ionique d'azote	53
II.2.4.1.	Observations MEB et EBSD	53
II.2.4.2.	SDL	53
II.2.4.3.	Profils d'indentation et indentations normales	54
II.2.4.1.	Discussion	55
II.3.	316L – Origine 2	55
II.3.1.	Etat initial et Traitements	55
II.3.2.	Profils d'indentation	56
II.3.3.	EBSD	58
II.3.4.	Discussion	63
II.4.	316L – Origine 3	63
II.4.1.	Etat initial et Traitements	63
II.4.2.	Profils d'indentation	65
II.4.3.	EBSD	68
II.4.4.	Contraintes résiduelles	71
II.4.5.	Discussion	73
II.5.	Conclusion	76
II.6.	Références	79

**CHAPITRE III : ETUDE EXPERIMENTALE MULTI-ECHELLE DE MATERIAUX A
GRADIENT DE PROPRIETES – PARTIE II : EFFETS DES PARAMETRES PROCEDE SUR
L'EVOLUTION DE LA RUGOSITE** **81**

III.1.	Introduction	83
III.2.	Caractérisation topographique multi-échelle	85
III.3.	Recherche d'un paramètre de rugosité pertinent	89
III.3.1.	Effet du matériau des billes	89
III.3.2.	Effet du diamètre des billes	92
III.3.3.	Effet de l'amplitude de vibration de la sonotrode	95
III.3.4.	Effet du taux de recouvrement	96
III.4.	Création d'un modèle prédictif	98
III.5.	Discussion et Conclusion	100
III.6.	Références	103
 CHAPITRE IV : SIMULATION DU TEST D'INDENTATION ET DIFFICULTES D'IDENTIFICATION DES PROPRIETES MATERIAU		 107
IV.1.	Introduction	109
IV.2.	Conditions de simulation	109
IV.2.1.	Simulation 2D <i>versus</i> 3D	109
IV.2.2.	Caractéristiques des modèles et Stratégies de vérification de leur sensibilité	112
IV.2.2.1.	Conditions aux limites	112
IV.2.2.2.	Types d'éléments et taille du maillage	113
IV.2.3.	Principales lois de comportement et critères de plasticité utilisés	114
IV.2.3.1.	Matériaux homogènes	115
IV.2.3.2.	Matériaux à gradient de propriétés	117
IV.2.3.3.	Comportement de l'indenteur	118
IV.2.4.	Influence du coefficient de frottement	118
IV.2.5.	Influence des défauts de formes de l'indenteur	122
IV.2.6.	Influence de la rugosité	124
IV.2.7.	Simulation des contraintes résiduelles	126
IV.3.	Difficultés rencontrées : différences entre simulation et résultats expérimentaux	127
IV.3.1.	Problème de détermination du point de référence	128
IV.3.2.	Les Effets de taille (ISE)	130
IV.4.	Vers une identification des propriétés mécaniques	132
IV.4.1.	Présentation du modèle éléments finis	132

IV.4.2.	Vérification du modèle éléments finis	133
IV.5.	Sensibilité de la courbe Force-Déplacement	135
IV.5.1.1.	Cas d'un matériau homogène	135
IV.5.1.2.	Cas d'un matériau hétérogène : bicouche ou gradient de propriétés	137
IV.5.2.	Discussion	142
IV.6.	Conclusion	145
IV.7.	Références	149
 CHAPITRE V : TRAITEMENT STATISTIQUE DES COURBES D'INDENTATION AVEC PRISE EN COMPTE DES EFFETS DE SURFACE		 157
V.1.	Introduction	159
V.2.	Présentation du modèle de traitement des courbes d'indentation	159
V.2.1.	Théorie	159
V.2.2.	Statistiques : utilisation du Bootstrap	161
V.3.	Comparaison du modèle avec des modèles intermédiaires	161
V.3.1.	Données expérimentales et prétraitements	161
V.3.1.1.	Préparation des échantillons	161
V.3.1.2.	Mesures des rugosités	162
V.3.1.3.	Tests d'indentation et prétraitements	163
V.3.2.	Présentation des méthodes intermédiaires	163
V.3.3.	Influence du choix du référentiel	165
V.3.4.	Traitement individuel <i>versus</i> traitement simultané	166
V.3.5.	Influence de la prise en compte de l'ISE	169
V.3.6.	Origine des déviations	172
V.3.7.	Conclusion	173
V.4.	Application de l'approche proposée aux échantillons grenillés par ultrasons	174
V.4.1.	Introduction	174
V.4.2.	Résultats des tests d'indentation	174
V.4.3.	Relation entre la rugosité et la dureté	178
V.5.	Discussion et Conclusion	182
V.6.	Références	183

CONCLUSION GENERALE ET PERSPECTIVES	185
ANNEXE : EXEMPLES D'AUTRES MATERIAUX ET TRAITEMENTS DE SURFACE ETUDIES	191
Microstructure de l'acier 32CrMoV12-9	191
Cémentation de l'acier 32CrMoV12-9	192
Nitruration de l'acier 32CrMoV12-9	192
Acier 100Cr6 (acier à roulement) après usinage de haute précision	193
LISTE DES FIGURES	195
LISTE DES TABLEAUX	201

Introduction Générale

Les exigences en termes de durée de vie, de ténacité, de tenue à la corrosion, de tenue à la température, de tenue à l'irradiation, *etc* ... ne cessent de croître et mènent à la création de cahiers des charges de plus en plus exigeants pour les composants mécaniques. De ce fait, les propriétés nécessaires pour répondre à ces demandes deviennent souvent contradictoires quel que soit le secteur concerné (*e.g.* nucléaire, aéronautique, aérospatial, automobile, médical). Les matériaux monolithiques ne permettent souvent plus d'atteindre les exigences mécaniques et économiques imposées. Parmi les solutions les plus prisées, on compte les matériaux à gradient de propriétés *i.e.* présentant une variation progressive des propriétés mécaniques selon une direction de l'espace (le plus fréquemment la profondeur). Contrairement aux matériaux bicouches (*e.g.* les revêtements) ou multicouches, ils ne souffrent pas de la présence d'interfaces. Ils partagent en revanche un objectif commun : le renforcement d'une zone particulièrement vulnérable : la surface. Cette dernière est souvent le lieu de naissance de défaillances pouvant conduire à une rupture du composant mécanique. En effet, les zones superficielles d'une pièce mécanique sont souvent sujettes à des concentrations de contraintes causées par la géométrie de la pièce (*e.g.* angle, raccordement) ou par la présence de défauts (*e.g.* trous, entailles, stries d'usinage, rugosité). Ces zones sont également des lieux de contact où prennent place des phénomènes d'usure de contact (*fretting*), de fatigue de contact, de grippage, *etc*. Enfin, elles sont également les plus exposées aux agressions extérieures, qui engendrent des problèmes d'oxydation, une dégradation des propriétés. Ainsi, les traitements de surface dont sont issus les matériaux à gradient de propriétés ont pour but d'améliorer les caractéristiques des régions superficielles des composants mécaniques afin d'améliorer leur tenue en service. Les matériaux à gradient de propriétés peuvent être schématiquement regroupés en trois grandes familles :

- (i) Traitement mécanique de surface *e.g.* sablage, grenaillage, attrition mécanique,
- (ii) Traitement thermique *e.g.* laser, induction,
- (iii) Traitement chimique ou thermochimique *e.g.* nitruration, implantation ionique, cémentation.

Ces traitements superficiels donnent naissance à un gradient de propriétés dont la profondeur peut varier du micromètre au millimètre. Ils agissent en modifiant principalement :

- L'état microstructural *via* une transformation de phase, une diminution de la taille des grains en surface, un écrouissage ou une formation de précipités,
- L'état de surface de la pièce (*e.g.* déformation du composant en surface à l'aide d'un traitement mécanique),
- L'état de contraintes de la pièce par l'introduction de contraintes résiduelles de compression,

- L'état physico-chimique *e.g.* introduction d'éléments chimiques, modification des phases par expansion.

Ces différentes modifications vont essentiellement permettre :

- D'élever le niveau de la dureté en surface et donc d'améliorer des propriétés comme la fatigue de contact ou l'usure,
- De mettre les couches superficielles en compression pour freiner la propagation des fissures,
- D'améliorer la résistance à la corrosion,
- De concilier résistance superficielle de la pièce et ductilité à cœur.

L'évolution des propriétés mécaniques en profondeur demande l'adaptation des techniques de caractérisation. Les essais traditionnels, comme l'essai de traction simple, deviennent inadaptés car ils ne permettent qu'une caractérisation de la réponse moyenne, en volume, du matériau. Des techniques dites « destructives » de caractérisation de cette catégorie de matériaux sont actuellement employées : elles demandent la découpe de pièces à haute valeur ajoutée pour pouvoir quantifier le gradient et vérifier s'il respecte le cahier des charges du composant mécanique. Le projet dont est issu cette thèse a germé suite à ce constat et tente de répondre à un certain nombre de problématiques ouvertes telles que l'identification des effets des procédés sur les propriétés des matériaux à gradient ou sur la morphologie des surfaces traitées, l'évaluation des apports des différentes techniques de caractérisation du gradient de propriétés, la détermination fiable et robuste de ces propriétés et l'optimisation des procédés de génération des gradients de propriétés. Nous avons réfléchi à une approche globale de caractérisation, préférablement non destructive, pouvant être adaptée à un large spectre de gradient (*i.e.* quelles que soient sa nature et sa profondeur) pour examiner les relations entre les conditions des traitements, les gradients de propriétés générés et la réponse de ces matériaux à une sollicitation mécanique. Cela nous a conduits à investiguer les points suivants :

- Analyse des apports des différentes techniques de caractérisation (Microscopie Electronique à Balayage, Spectrométrie à Décharge Luminescente, Spectrométrie à Sélection d'Energie, Indentation Instrumentée, Interférométrie) de matériaux à gradient industriels issus de différents traitements de surface (*i.e.* profondeur variant du micromètre au millimètre). Nous avons recherché la présence d'une signature des traitements de surface au niveau de la microstructure du matériau, de l'évolution de la composition chimique, de la rugosité de surface et du profil de dureté obtenu.
- Caractérisation des matériaux par des essais en surface non destructifs *i.e.* grâce à l'utilisation de la nano-, micro- ou macro-indentation instrumentée. Nous avons étudié les difficultés rencontrées lors de l'exploitation et l'interprétation de ces essais, notamment comment aborder les problèmes de reproductibilité, les perturbations en surface (*e.g.* effets de taille en indentation, rugosité), l'anisotropie du matériau, *etc.*

- (iii) Identification des propriétés élastoplastiques des matériaux à gradient par méthode inverse à l'aide de l'indentation instrumentée. De nombreux travaux ont déjà été publiés dans ce contexte (*e.g.* [1-6]). Cependant, la robustesse de ces méthodes et l'unicité de la solution qu'elles proposent font toujours débat (*e.g.* [7, 8]). Peu d'indications sont données sur les incertitudes des données d'entrée des approches inverses existantes *i.e.* sur les paramètres matériau déduits de la courbe d'indentation. En conséquence, nous avons examiné les sources possibles d'incertitude (*e.g.* la rugosité) et proposé une méthode pour les réduire. Nous avons étudié les informations nécessaires pour garantir la robustesse de l'approche inverse.

Le manuscrit se divise en quatre chapitres. Le **premier chapitre** présente les techniques expérimentales utilisées pour caractériser les matériaux à gradient de propriétés examinés et inclut une revue bibliographique des effets des traitements étudiés sur les caractéristiques du matériau (*i.e.* microstructure, composition chimique, *etc.*). Le **deuxième chapitre** est dédié à l'analyse de cinq types de matériaux à gradient issus de traitements thermo-chimiques ou mécaniques pratiqués sur un acier inoxydable austénitique (AISI 316L). Ces traitements sont : une nitruration suivie d'une surcarburation, une cémentation à basse température (le Kolsterizing®), une implantation ionique d'azote, un grenailage de précontrainte (par air comprimé) et un grenailage par ultrasons. Ce travail a été mené sur un plus large spectre de matériaux : acier faiblement allié 32CrMoV12-9 nitruré ou cémenté, alliage de TiAl6V4 abrasé, alliage d'aluminium AU4G sablé. Cependant, nous avons choisi de ne présenter que les résultats des traitements effectués sur l'acier AISI 316L dans le manuscrit pour assurer une meilleure cohérence et en faciliter la lecture. Quelques résultats obtenus sur les autres matériaux et traitements sont présentés en annexe. Le **troisième chapitre** propose une étude multi-échelle de la rugosité obtenue après grenailage par ultrasons de composants. La pertinence des paramètres de rugosité utilisés pour décrire les changements de conditions de traitement est investiguée. Une relation entre les conditions de traitement et la rugosité engendrée est recherchée.

Le **quatrième chapitre** est composé d'une analyse bibliographique détaillée de la simulation de l'essai d'indentation instrumentée par éléments finis. Cette étude a porté sur une centaine d'articles. Elle discute des différentes hypothèses adoptées dans les modèles éléments finis (*e.g.* 2D versus 3D, lois de comportement, valeur du coefficient de frottement, prise en compte du défaut de pointe, de la rugosité, des contraintes résiduelles, *etc.*) et met en exergue le manque d'unicité de la simulation de cet essai. Puis, une discussion sur l'identification des propriétés mécaniques à l'aide de la courbe de chargement d'un essai d'indentation dans le cas de matériau homogène, bicouche ou à gradient de propriétés est proposée. Enfin, le **cinquième chapitre** est focalisé sur la reproductibilité de l'essai d'indentation dans le cas de matériaux rugueux, sujets aux effets de taille. Un lien entre la rugosité de surface obtenue après traitement dans le cas de grenailage par ultrasons et l'évolution de la dureté en

surface est également étudié. Enfin, ce mémoire de thèse s'achève par une conclusion générale et la suggestion de perspectives possibles.

Références

1. Nayebi A., El Abdi R., Bartier O. et Mauvoisin G. (2002) New procedure to determine steel mechanical parameters from the spherical indentation technique. *Mech Mater* **34**: 243-254.
2. Dao M., Chollacoop N., Van Vliet K.J., Venkatesh T.A. et Suresh S. (2001) Computational modeling of the forward and reverse problems in instrumented sharp indentation. *Acta Mater* **49**: 3899-3918.
3. Beghini M., Bertini L. et Fontanari V. (2006) Evaluation of the stress-strain curve of metallic materials by spherical indentation. *Int J Solids Struct* **43**: 2441-2459.
4. Heinrich C., Waas A.M. et Wineman A.S. (2009) Determination of material properties using nanoindentation and multiple indenter tips. *Int J Solids Struct* **46**: 364-376.
5. Ogasawara N., Chiba N. et Chen X. (2006) Measuring the plastic properties of bulk materials by single indentation test. *Scripta Mater* **54**: 65-70.
6. Collin J.-M., Mauvoisin G., Bartier O., El Abdi R. et Pilvin P. (2009) Experimental evaluation of the stress-strain curve by continuous indentation using different indenter shapes. *Mater Sci Eng, A* **501**: 140-145.
7. Alkorta J., Martínez-Esnaola J.M. et Gil Sevillano J. (2005) Absence of one-to-one correspondence between elastoplastic properties and sharp-indentation load-penetration data. *J Mater Res* **20**: 432-437.
8. Chen X., Ogasawara N., Zhao M. et Chiba N. (2007) On the uniqueness of measuring elastoplastic properties from indentation: The indistinguishable mystical materials. *J Mech Phys Solids* **55**: 1618-1660.

Chapitre I : Techniques expérimentales et présentation des traitements de surface étudiés

I.1. Techniques expérimentales	9
I.1.1. Microscopie Electronique à Balayage (MEB)	9
I.1.1.1. Principe de fonctionnement	9
I.1.1.2. Les types d'émissions.....	10
I.1.1.3. Paramètres de l'étude	11
I.1.2. Spectrométrie à sélection d'énergie (EDS-X).....	11
I.1.2.1. Principe de fonctionnement	11
I.1.2.2. Avantages et Limites	12
I.1.2.3. Paramètres de l'étude	12
I.1.3. EBSD (Diffraction des électrons rétrodiffusés)	12
I.1.3.1. Principe de fonctionnement	12
I.1.3.2. Préparation des échantillons	13
I.1.3.3. Paramètres de l'étude	13
I.1.3.4. Notion de grain	14
I.1.3.5. Indices de confiance et de qualité	14
I.1.3.6. Procédure de nettoyage	15
I.1.3.7. Quantification des orientations et désorientations.....	16
I.1.4. La Spectrométrie à Décharge Luminescente (SDL).....	16
I.1.4.1. Principe de fonctionnement	17
I.1.4.2. Avantages et Limites	17
I.1.4.3. Paramètres de l'étude	18
I.1.4.4. Mesures des cratères d'érosion.....	18
I.1.5. Indentation instrumentée	18
I.1.5.1. Paramètres de l'étude	19
I.1.5.2. Réalisation des profils d'indentation	19
I.1.6. Microscopie interférométrique	19
I.1.6.1. Principe de fonctionnement	19
I.1.6.2. Avantages et Inconvénients.....	20
I.1.6.3. Paramètres de l'étude	20
I.1.7. Diffraction des rayons X.....	20
I.1.7.1. Principe de fonctionnement	20
I.1.7.2. Avantages et Inconvénients.....	21
I.1.7.3. Incertitudes de mesures	21

I.1.7.4.	Paramètres de l'étude	22
I.2.	Présentation des traitements de surfaces étudiées	22
I.2.1.	Nitruration et cémentation	22
I.2.1.1.	Principes.....	22
I.2.1.2.	Microstructures	22
I.2.1.3.	Caractéristiques	23
I.2.2.	Traitement Kolsterising®	24
I.2.2.1.	Principe	24
I.2.2.2.	Microstructure	24
I.2.2.3.	Caractéristiques	25
I.2.3.	Implantation ionique	25
I.2.3.1.	Principe	25
I.2.3.2.	Microstructure	26
I.2.3.3.	Caractéristiques	26
I.2.4.	Grenailage de précontrainte.....	26
I.2.4.1.	Principe	26
I.2.4.2.	Intensité Almen.....	27
I.2.4.3.	Taux de recouvrement.....	28
I.2.4.4.	Microstructure	28
I.2.4.5.	Caractéristiques	28
I.2.5.	Grenailage de précontrainte par ultrasons	29
I.2.5.1.	Principe	29
I.2.5.2.	Microstructure	30
I.2.5.3.	Caractéristiques	30
I.3.	Références.....	31

I.1. Techniques expérimentales

I.1.1. Microscopie Electronique à Balayage (MEB)

La Microscopie Electronique à Balayage est fondée sur les interactions électrons-matière. Elle permet l'obtention d'images de hautes résolutions de la surface de l'échantillon avec des profondeurs de champs supérieures à la microscopie optique.

I.1.1.1. Principe de fonctionnement

Les principaux éléments composant un Microscope Electronique à Balayage sont : une source d'électrons (canon) et un dispositif de haute tension, une colonne maintenue sous un vide secondaire, un ensemble de lentilles électroniques permettant l'obtention d'un fin faisceau, une platine permettant d'installer les échantillons, un détecteur d'électrons couplé à un amplificateur de signal et enfin un système de visualisation des images. Le fonctionnement du MEB est présenté dans la Figure 1.

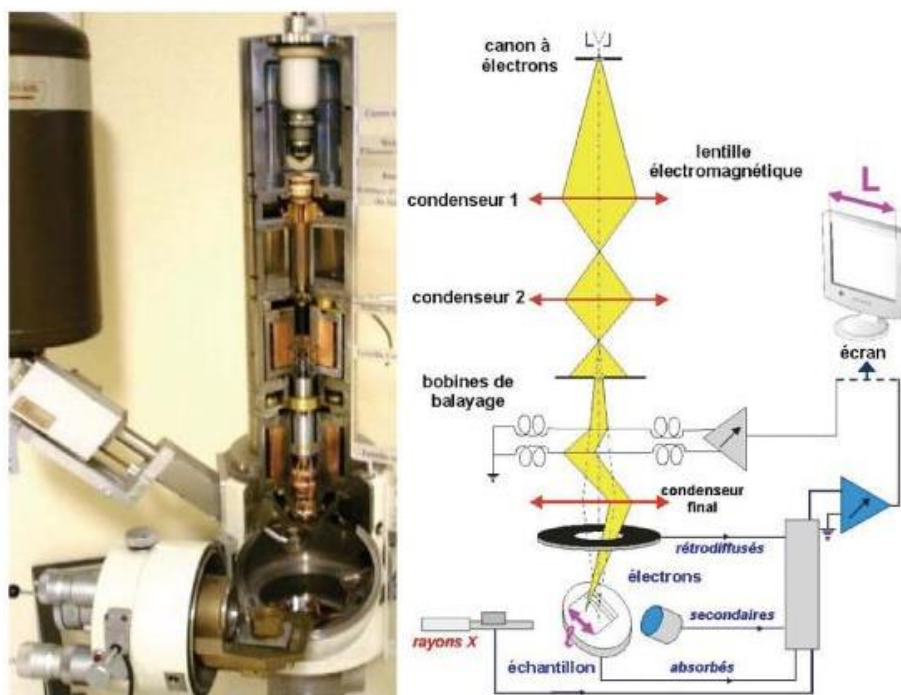


Figure 1 : Photo de la coupe d'un MEB et schéma de fonctionnement associé, d'après [1].

Deux principes sont utilisés pour extraire les électrons : l'émission thermoionique et l'émission par effet de champ. La première correspond à la technologie utilisée dans les microscopes à balayage traditionnels : la source des électrons est un filament de tungstène ou d'hexaborure de Lanthane (LaB_6), chauffé par effet Joule. L'émission par effet de champ correspond à la technologie utilisée dans un MEB-FEG (acronyme anglais de *Field Emission Gun*). Dans ce dernier cas, il y a utilisation d'une cathode métallique très pointue. L'application d'une tension entre cette cathode et l'anode permet d'obtenir un champ électrique très intense grâce à un effet de pointe. Cette différence de technologie présente trois principaux avantages. Le MEB-FEG possède une plus grande stabilité lors

de l'observation et une meilleure brillance (efficacité d'une source électronique). Sa source d'électrons a une durée de vie plus importante que celle du MEB.

1.1.1.2. Les types d'émissions

Les interactions entre l'échantillon observé et les électrons du faisceau incident sont de différentes natures et induisent différentes émissions, résumées dans la Figure 2. Dans ce travail, seuls trois types d'émission sont exploités : les émissions électroniques secondaires, rétrodiffusés et les émissions de photons très énergétiques (rayons X).

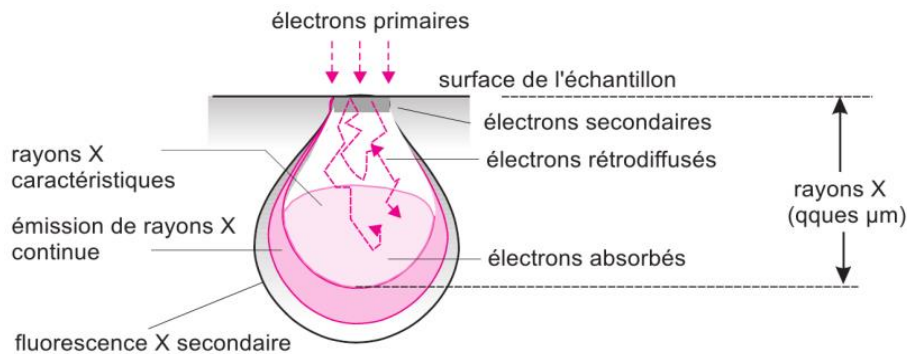


Figure 2 : Poire d'interaction d'un faisceau d'électrons avec un matériau, d'après [2].

Les **émissions d'électrons secondaires** proviennent généralement de chocs inélastiques entre les électrons primaires du faisceau et ceux des atomes de l'échantillon. Ces derniers sont arrachés par ionisation. Ces électrons possèdent une faible énergie et sont donc émis en proche surface, ce qui correspond à un volume de quelques nm^3 . Cette émission est, par conséquent, très sensible à la topographie et aux irrégularités de la surface.

Les **électrons rétrodiffusés** correspondent quant à eux aux électrons primaires réémis après avoir subi des chocs élastiques avec les noyaux des atomes ainsi que des chocs inélastiques avec les électrons orbitaux. Ils ont une énergie proche des électrons primaires et un volume d'interaction associé de $0,5$ à $1 \mu\text{m}^3$. Ce volume est étroitement lié aux conditions opératoires. La Figure 3 présente une simulation Monte Carlo permettant d'observer la trajectoire d'électrons secondaires et rétrodiffusés dans un acier AISI 316L. Ce type de simulation permet de mieux quantifier les profondeurs sollicitées par chaque type d'électrons et aide donc à l'interprétation des images générées par le microscope [3].

L'émission électronique rétrodiffusée est sensible à la topographie de l'échantillon mais également à sa composition chimique (les éléments possédant des numéros atomiques élevés apparaissent plus clairs). Cependant, le contraste lié à la topographie reste prépondérant *i.e.* des différences de niveaux de gris dues à la composition chimique ne seront perçues que pour des échantillons parfaitement plats.

Enfin, les **émissions de rayons X** sont une conséquence de l'arrachement des électrons des différentes couches électroniques des atomes. L'électron éjecté est immédiatement remplacé par un électron de la

couche adjacente avec l'émission d'un photon. Ces éjections et émissions se produisent en cascades jusqu'à la couche la plus profonde. Le volume associé est de l'ordre du μm^3 .

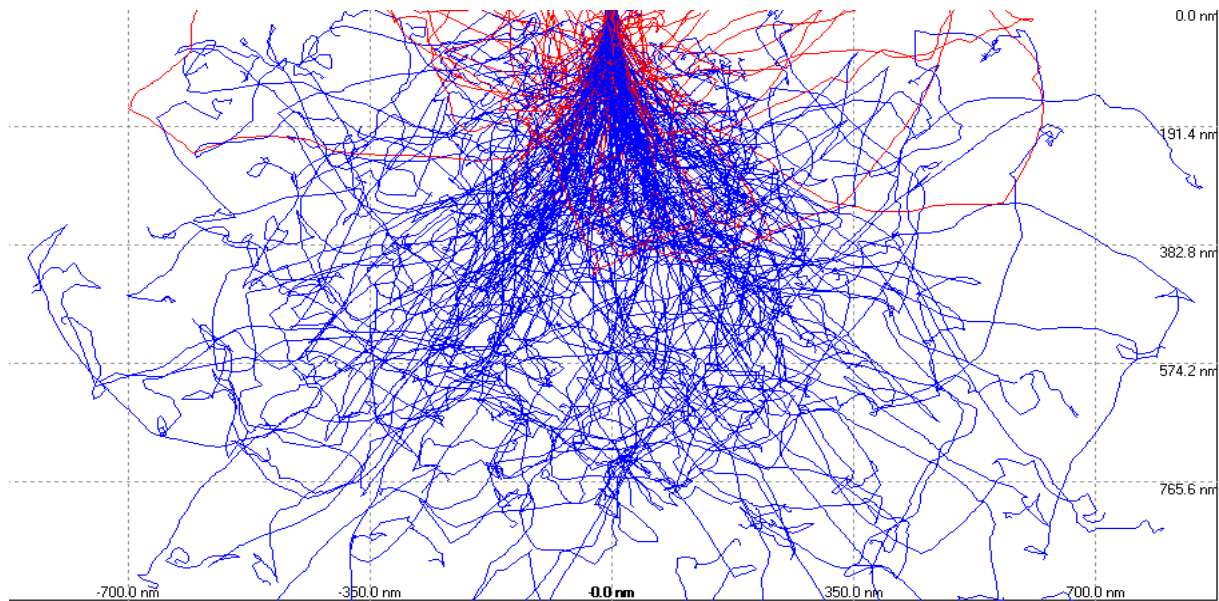


Figure 3 : Simulation Monte Carlo (logiciel Casino) permettant de visualiser les trajectoires de 200 électrons primaires dans un acier AISI 316L, avec une tension d'accélération des électrons égale à 20 kV. Les électrons secondaires sont représentés en rouge et les électrons rétrodiffusés en bleu.

1.1.1.3. Paramètres de l'étude

Pour l'observation des échantillons, le Microscope Electronique à Balayage utilisé est un MEB-FEG Zeiss SigmaTM. Une tension d'accélération égale à 15 kV est utilisée pour la prise d'images. La distance de travail et les grandissements choisis sont quant à eux dépendants des échelles observées. La majorité des observations microscopiques présentées sont réalisées avec des électrons secondaires. Les électrons rétrodiffusés ont seulement été utilisés lors d'analyses topographiques.

1.1.2. Spectrométrie à sélection d'énergie (EDS-X)

La spectrométrie à sélection d'énergie permet d'analyser quantitativement la composition d'un échantillon grâce à l'établissement d'analyse ponctuelle, de cartographies élémentaires ou de profils de concentration.

1.1.2.1. Principe de fonctionnement

Cette technique est généralement utilisée dans un Microscope Electronique à Balayage. Elle repose sur la sensibilité de certains capteurs au flux et à l'énergie des photons émis par l'échantillon observé. Cette émission a été détaillée dans la section précédente. Les principaux composants nécessaires à cette technique sont : une source d'excitation (le faisceau d'électrons primaires émis par le MEB), un détecteur de rayons X, un processeur permettant l'enregistrement des impulsions et un système de stockage et d'analyse des signaux émis.

I.1.2.2. Avantages et Limites

La spectrométrie à sélection d'énergie est une technique facile à mettre en œuvre. Elle n'implique aucune contrainte de géométrie des échantillons et est appréciée pour sa rapidité de mesure : environ 100 secondes pour l'acquisition d'un spectre et 1 heure pour l'obtention d'une cartographie. Les mesures effectuées sont quantitatives pour tous les éléments ayant un numéro atomique supérieur à 10. Toutefois, les éléments en trop faible quantité ne sont pas détectés lors des mesures. Cette technique ne permet pas l'analyse en extrême surface à cause de la nature des rayons X (cf. poire d'interaction présentée dans la Figure 2). Pour cette même raison, il est nécessaire de polir les échantillons et de les nettoyer avec soin pour obtenir des données quantitatives fiables. Enfin, les données récoltées doivent être analysées avec soin car certains éléments émettent des pics comparables. Par exemple, les éléments Soufre et Molybdène présentent des pics quasiment confondus lorsqu'un échantillon est observé à une tension de 20 kV. Il est nécessaire de monter le voltage à 30 kV pour détecter une autre raie de l'élément Molybdène, permettant ainsi de différencier les deux éléments.

I.1.2.3. Paramètres de l'étude

Les données EDS-X et cartographies élémentaires proviennent d'un MEB-FEG Philips XL30 équipé d'un système PGT (*Princeton Gamma-Tech*) IMIX-PTS (*Position Tagged Spectrometry*). Une tension d'accélération des électrons égale à 20 kV a été utilisée pour les différentes mesures.

I.1.3. EBSD (Diffraction des électrons rétrodiffusés)

L'obtention de mesures via l'utilisation de la diffraction des électrons rétrodiffusés est couramment nommée EBSD, acronyme anglais pour *Electron BackScattering Diffraction*. Cette technique est classiquement mise en œuvre dans un Microscope Electronique à Balayage. Elle permet d'obtenir des informations quantitatives sur la microstructure des matériaux grâce à une analyse cristallographique.

I.1.3.1. Principe de fonctionnement

Le principe de l'EBSD est le suivant : un faisceau d'électrons est dirigé sur un échantillon incliné à 70° par rapport à l'incidence normale. Cette inclinaison correspond à la configuration optimale permettant de maximiser l'émission des électrons rétrodiffusés. Ces électrons se retrouvent diffractés par une famille de plans donnée respectant la condition de Bragg. Si un écran fluorescent est placé près de l'échantillon, les traces des plans diffractants peuvent alors être observées. Ce sont les diagrammes de diffraction, aussi appelés diagrammes de Kikuchi (Figure 4). La configuration de ces diagrammes dépend de la phase étudiée et de son orientation. Il est ainsi possible de caractériser les microstructures en fonction de la taille de leur grain, des orientations ou désorientations des joints de grains, etc.

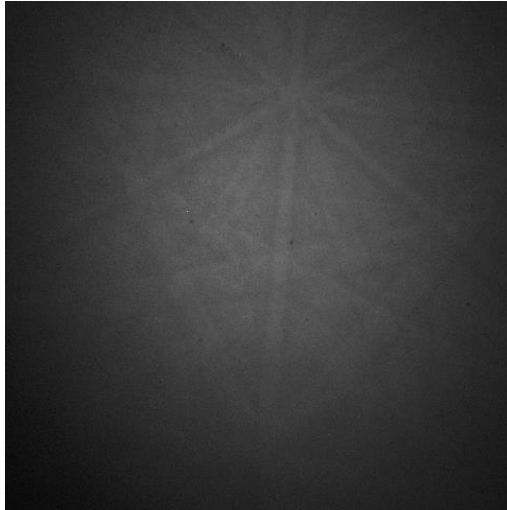


Figure 4 : Exemple de diagramme de Kikuchi obtenu lors des mesures EBSD pratiquées sur un acier AISI 316L.

1.1.3.2. Préparation des échantillons

La préparation des échantillons doit être effectuée avec soin pour pouvoir effectuer des mesures EBSD de qualité. Il est primordial de minimiser l'écrouissage superficiel car il tend à flouter les diagrammes de Kikuchi. Cela est provoqué par l'accumulation de dislocations qui peuvent entraîner la diffraction de plusieurs cristallites pour un point de mesure donné.

Toutes les mesures EBSD ont été pratiquées sur une coupe des échantillons afin d'analyser les transformations en sous-couche. Cette coupe est effectuée à l'aide d'une micro-tronçonneuse ayant une très faible vitesse d'avance pour limiter les contraintes appliquées sur le matériau. Les échantillons sont ensuite polis miroir à l'aide d'une succession de papiers SiC possédant les grades suivants : 180, 220, 320, 600, 800, 1000, 1200, 2400 et 4000. Une pâte à diamant 1 μm est ensuite utilisée pour éliminer toute trace de polissage. Enfin, les échantillons sont électropolis grâce à la mise sous tension d'un électrolyte composé de 70% d'éthanol, 20% de 2-Butoxyéthanol et de 10% d'eau pendant 15 secondes.

1.1.3.3. Paramètres de l'étude

Les cartographies et graphiques présentés dans ce manuscrit ont été réalisés grâce au MEB-FEG Zeiss SigmaTM. Une tension d'accélération égale à 25 kV et une distance de travail de 20 mm ont été utilisées pour toutes les mesures. En revanche, le pas d'analyse n'est pas constant dans toutes les cartographies : il dépend de la taille de la zone observée et de la résolution souhaitée. A titre d'exemple, une cartographie effectuée à un grandissement $\times 1000$, d'une aire égale à 26 526 μm^2 réalisée avec un pas de 500 nm demande un temps d'acquisition d'une heure et 10 minutes environ. Toutes les données EBSD ont été traitées à l'aide du logiciel OIMTM Analysis.

1.1.3.4. Notion de grain

Idéalement, un grain peut être défini comme une région formée par la répétition périodique d'une maille élémentaire. Le passage d'un grain à un autre est rendu possible grâce à aux joints de grains, des défauts à deux dimensions permettant d'accommoder les différences d'orientation entre les cristaux. Dans notre cas, l'exploitation des données EBSD induit l'utilisation d'une définition légèrement différente. Dans le logiciel OIMTM Analysis, la formation d'**un grain** est déterminée par un algorithme qui regroupe des points adjacents présentant une orientation similaire. Pour chaque point de mesure d'un scan, les orientations des voisins directs de ce point sont analysées pour vérifier si elles respectent la tolérance d'écart d'orientation définie par l'utilisateur. Si ces points respectent cette limite alors ils sont intégrés au grain et leurs voisins directs sont également analysés. Cette procédure se répète jusqu'à ce que les points réunis dans le grain soient entourés par des points ne respectant pas la tolérance définie. Le nombre minimal de points requis pour former un grain doit également être précisé par l'utilisateur. La définition d'un grain varie donc selon les paramètres choisis pour traiter les données. Pour notre étude, la valeur de tolérance choisie pour l'écart d'angle entre grain est égale à 5° quelle que soit l'étude. En revanche, la taille de grain minimale est fixée en fonction des caractéristiques de la microstructure étudiée. A titre d'exemple, pour des microstructures bien recristallisées présentant des grains d'une taille comprise entre 5 et 30 μm , la taille de grain minimale est fixée à 10 pixels pour un pas environ égal à 500 nm.

Un autre critère important devant être contrôlé avec soin est la **prise en compte des macles** dans la définition du grain. Les macles sont des défauts de l'ordre d'empilement des atomes. L'introduction d'un défaut d'ordre type « joint de macle » donne naissance à une nouvelle partie de cristal appelée macle. Cette partie est la symétrique de la partie non maclée par rapport à un plan, nommé plan de macle. Ici, seules les macles cohérentes sont considérées. Elles sont souvent aisément reconnaissables grâce à leur joint, de tracé rectiligne. Dans le cas d'une structure cubique face centrée, les maclages de première recristallisation sont décrits par une rotation de 60° autour de l'axe $\langle 111 \rangle$ du cristal. Par défaut, le logiciel OIMTM Analysis compte chaque macle comme un grain à part entière. Pour intégrer les macles dans les grains, il faut tout d'abord lister les systèmes de maclage. Une fois ces systèmes identifiés, les parties des grains présentant du maclage sont assimilées selon un système mère-fille. Le grain parent est défini comme l'entité possédant le plus de points mesurés dans une orientation donnée.

1.1.3.5. Indices de confiance et de qualité

Certains indices permettent de juger de la qualité de l'indexation automatique des diagrammes de Kikuchi réalisée par le logiciel. Le premier indice souvent étudié est l'**indice de confiance CI**. Cet indice est basé sur les votes du logiciel pour un type d'orientation. En effet, un diagramme de diffraction donné peut correspondre à plusieurs orientations comme seules certaines bandes de

diffraction sont détectées par l'appareil. Pour choisir une orientation, le logiciel effectue un classement des différentes possibilités et indique l'indice de confiance en résultant :

$$CI = \frac{V_1 - V_2}{V_{\text{idéal}}}, \quad (1)$$

où V_1 et V_2 sont le nombre de votes pour la première et deuxième solution d'orientation et $V_{\text{idéal}}$ est le nombre total de votes possibles pour les bandes détectées. Cet indice est compris entre 0 et 1. Une valeur de CI égale à -1 est assignée à tout point de mesure ne pouvant pas être indexé.

Le second indice est le paramètre de **qualité d'image IQ** qui décrit la qualité d'un diagramme EBSD. Ce paramètre est à la fois dépendant du matériau et de sa condition mais également des paramètres utilisés pour faire la mesure. Lorsque les mesures sont effectuées dans les mêmes conditions, ce paramètre donne des indications précieuses sur l'état du réseau du cristal : toute distorsion de ce réseau produit des diagrammes de plus faible qualité ou au moins plus diffus. Il s'agit donc d'un indicateur de la distribution des déformations dans une microstructure.

1.1.3.6. Procédure de nettoyage

Suivant la qualité de la préparation de surface mais aussi l'état du matériau (recristallisé ou non), des difficultés peuvent apparaître lors de l'indexation : certains points restent non indexés tandis que d'autres possèdent des orientations isolées ne se rattachant à aucun groupe de points de mesure voisins. Certains points situés aux joints de grains sont également difficiles à indexer car ils résultent de la superposition de deux diagrammes de Kikuchi, émanant de deux cristaux séparés par un joint de grain. Ces résultats erronés peuvent être corrigés à l'aide de procédures de nettoyage. Dans cette étude, seul un type de procédure de nettoyage est utilisé : la **dilatation de grains**. Cette routine n'agit que sur les points n'appartenant à aucun grain mais dont les voisins appartiennent à des grains. Un point peut ne pas appartenir à un grain s'il n'est pas indexé ou, si l'on reprend la définition précédente d'un grain, s'il n'appartient pas à un groupe de points dont le nombre de membres est supérieur à ce qui est préconisé par la taille de grain minimale définie. Si la majorité des voisins du point de mesure étudié appartient au même grain, alors l'orientation du point étudié est changée pour correspondre à cette orientation. S'il n'existe pas de majorité alors l'orientation du point de mesure considéré est modifiée de manière aléatoire pour correspondre l'orientation d'un de ses voisins. Cette procédure est appliquée par itération, ce qui permet un changement modéré et contrôlé des points de mesure. Comme ce type de nettoyage modifie les données récoltées, il doit être appliqué avec parcimonie. Dans cette étude, il n'est appliqué que si les mesures EBSD sont trop perturbées pour permettre une bonne identification des grains. De même, si les résultats sont trop dégradés, aucun nettoyage n'est effectué pour éviter de biaiser les données.

I.1.3.7. Quantification des orientations et désorientations

Afin d'observer l'effet des traitements thermochimiques ou mécaniques sur la microstructure, deux principaux indicateurs ont été utilisés : la désorientation moyenne à l'intérieur d'un grain et la dispersion des orientations à l'intérieur d'un grain (cf. Figure 5). La **désorientation moyenne à l'intérieur d'un grain** est basée sur le calcul de l'angle de désorientation moyenne entre chaque point de mesure d'un grain et ses voisins. Cela permet l'étude du gradient des orientations point par point mais ses résultats sont en conséquence conditionnés par le pas utilisé dans l'étude. Quelques **cartographies des désorientations locales** sont également présentées pour mettre en valeur les désorientations entre points voisins. La définition de cette désorientation reste la même que la désorientation moyenne à l'exception près que la notion de grains est remplacée par celle de voisinage (points adjacents).

La **dispersion des orientations** d'un grain permet une évaluation plus globale du gradient puisqu'il s'agit de calculer l'angle de désorientation moyen entre chaque point de mesure du grain considéré et l'orientation moyenne du grain. Pour quantifier les modifications des orientations des joints de grains introduites par un traitement, l'indicateur utilisé est l'angle de désorientation aux joints de grains.

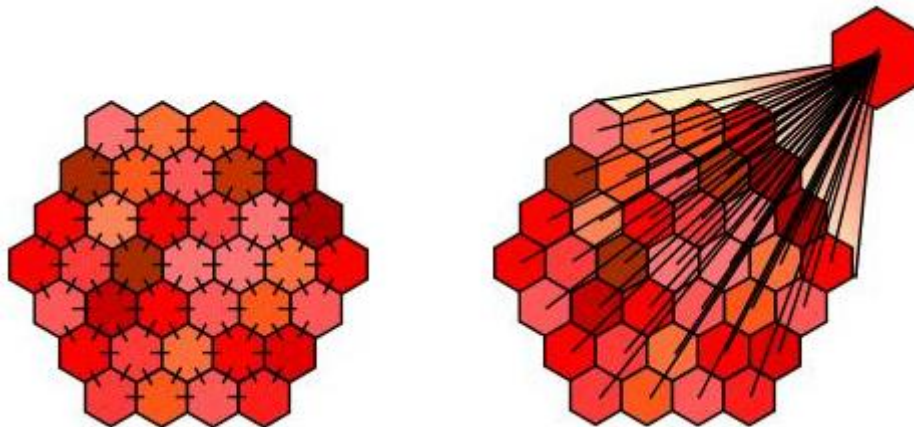


Figure 5 : Schéma explicatif de la désorientation moyenne à l'intérieur d'un grain (à gauche) et de la dispersion des orientations (à droite), d'après [4].

I.1.4. La Spectrométrie à Décharge Luminescente (SDL)

La Spectrométrie à Décharge Luminescente (SDL), aussi appelée GDOES (*Glow Discharge Optical Emission Spectrometry*), est une technique d'analyse des concentrations élémentaires permettant d'établir des profils de la répartition en profondeur des éléments. La SDL permet l'obtention de profils de concentration avec une résolution en profondeur de l'ordre du nanomètre et des profondeurs pouvant atteindre 200 μm environ. Cette technique permet l'analyse des éléments légers comme le Carbone, l'Azote, l'Oxygène et l'Hydrogène. Elle ne peut être utilisée que pour estimer des compositions moyennées : il ne s'agit pas d'une investigation locale puisqu'elle repose sur la sollicitation d'un certain volume. De même, elle n'est pas conçue pour identifier les liaisons chimiques prenant place entre les éléments.

1.1.4.1. Principe de fonctionnement

Les principaux éléments composant l'appareil sont : une lampe à décharge lumineuse ou lampe de Grimm [5], un spectromètre optique et un système d'acquisition des données. Le principe de fonctionnement de la SDL est similaire aux phénomènes prenant place dans des tubes lumineux de type néon : il y a production de lumière grâce à un ensemble cathode-anode mis sous une faible pression de gaz rare. Ici, la cathode est l'échantillon et le gaz utilisé est de l'argon partiellement ionisé grâce à un champ électrique permettant de créer un plasma. L'échantillon, par pulvérisation cathodique, subit un bombardement ionique qui va éroder la surface de manière continue. Les atomes arrachés sont donc excités et c'est leur retour à l'état fondamental qui permet l'émission d'un spectre lumineux, propre à chaque élément, qui est analysé. La Figure 6 schématise le fonctionnement de la SDL.

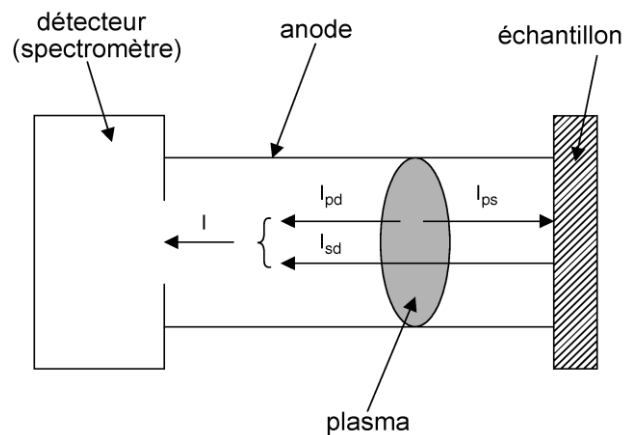


Figure 6 : Schéma résumant le fonctionnement de la SDL, adapté d'après [6]. I_{pd} est la lumière émise du plasma vers le détecteur ; I_{ps} est la lumière émise du plasma vers l'échantillon ; I_{sd} est une partie d' I_{ps} qui est réfléchi de la surface de l'échantillon jusqu'au détecteur et I est la lumière totale perçue par le spectromètre.

1.1.4.2. Avantages et Limites

Parmi les principaux avantages de cette méthode, on peut citer sa mise en œuvre relativement simple : seul un vide primaire est nécessaire. La durée d'analyse est relativement courte (*e.g.* environ 15 minutes pour 23 μm de profondeur dans le cas d'un échantillon d'acier AISI 316L nitruré). La préparation des échantillons est réduite. Les seules contraintes sont la planéité de l'échantillon et une surface parfaitement nettoyée. Au niveau de la géométrie de l'échantillon, une surface d'une taille supérieure à 1 cm^2 est requise. Il est important de noter que la présence de stries d'usinage ou l'utilisation d'une faible surface pour l'analyse peuvent induire des fuites d'air et donc altérer la qualité des mesures.

Parmi les limites de cette technique, il y a sa nature destructive. Dans notre cas, elle reste une technique qualitative car il n'y a pas eu d'étalonnage de la machine avec des matériaux certifiés de référence. De plus, les données fournies par l'appareil sont des réponses en volts en fonction du temps d'abrasion. Nous avons donc utilisé un profilomètre pour mesurer les cratères d'érosion à la fin de la

mesure. Puis, nous avons supposé que le temps d'érosion était directement proportionnel à la profondeur abrasée. Cette hypothèse possède deux limites majeures. Tout d'abord, il y a une dégradation de la résolution en profondeur avec l'augmentation du temps d'érosion. Ce phénomène est dû à l'abrasion de la surface par les ions qui tend à créer des microreliefs. Ces microreliefs sont d'autant plus importants que la profondeur érodée augmente. La deuxième limitation concerne les problèmes d'érosion préférentielle. Si la microstructure de l'échantillon n'est pas homogène, certaines zones peuvent être davantage attaquées. De même, si la nature de la matrice de l'échantillon varie, il peut y avoir des variations de la vitesse d'érosion.

1.1.4.3. Paramètres de l'étude

L'appareil utilisé dans cette étude est un GD Profiler 2 d'Horiba Jobin Yvon. Les analyses ont été effectuées avec une anode de 2 mm de diamètre et sous un plasma d'argon (650 Pa – 30 W). Elles ont été soumises à un filtrage pour obtenir la valeur moyenne du signal.

Le spectromètre utilisé n'ayant pas été étalonné, les réponses en voltage fournies par chaque élément ont été modifiées pour permettre leur quantification relative. Ce calcul est réalisé en considérant la **teneur relative de chaque élément**, s'exprimant sous la forme suivante :

$$\left[X_i \right] = \frac{X_i}{X_i^{vol}} \cdot \left[X_i^{vol} \right], \quad (2)$$

où X_i et X_i^{vol} correspondent aux voltages à un instant t et dans le volume tandis que $\left[X_i \right]$ et $\left[X_i^{vol} \right]$ représentent les teneurs à un instant t et en volume. Les teneurs en volume utilisées lors du traitement des données SDL sont présentées dans le Tableau 1.

Elément	Cr	Ni	Mo	Mn	Si	C	P	S	Fe	N
%Poids	16,72	12,10	2,05	1,18	0,48	0,019	0,038	0,013	67,3	0,1

Tableau 1 : Composition chimique utilisée pour le calcul de la teneur relative lors de l'exploitation des mesures SDL réalisées sur des échantillons d'acier AISI 316L traités.

1.1.4.4. Mesures des cratères d'érosion

Les cratères d'érosion ont été mesurés à l'aide du profilomètre tactile Veeco Dektak® 150. Le rayon de courbure du stylet est environ égal à 2 μm .

1.1.5. Indentation instrumentée

L'indentation instrumentée s'oppose aux essais traditionnels d'indentation où la mesure de l'empreinte est nécessaire pour calculer la dureté du matériau sollicité. Ici, cette technique repose sur l'enregistrement continu de la charge et de l'enfoncement de l'indenteur dans le matériau.

I.1.5.1. Paramètres de l'étude

L'étude des matériaux a été effectuée grâce à un nanoindenteur Agilent G200. Par défaut, il permet l'utilisation d'une gamme de charge comprise entre 1 μN et 500 mN, avec une résolution de 50 nN. Grâce à l'ajout d'un module « forte charge », une charge maximale égale à 10 N peut maintenant être atteinte.

I.1.5.2. Réalisation des profils d'indentation

Pour la réalisation des profils d'indentation, les échantillons ont été coupés transversalement puis polis. Seul un polissage mécanique comprenant les papiers de granulométries suivantes a été réalisé : 180, 220, 320, 600, 800, 1000, 1200, 2400 et 4000. Puis les dernières rayures ont été enlevées grâce à un polissage avec une pâte à diamant 1 μm . Les indentations ont été réalisées à l'aide du nanoindenteur, équipé d'une pointe Berkovich. Pour éviter tout effet de taille, une profondeur égale à 2 μm a été utilisée pour tous les échantillons. L'espacement des indents est égal à 100 μm et la dureté est déterminée à l'aide de la méthode CSM. Pour réduire les effets des points aberrants, la dureté est calculée en estimant la médiane des valeurs de dureté mesurées entre 1700 et 2000 nm de profondeur. Les profils sont réalisés grâce à des indentations successives effectuées selon une diagonale orientée de 2 à 15° par rapport à la surface de l'échantillon. La position des indents a ensuite été vérifiée grâce à des mesures de distance effectuées sur le MEB. Les valeurs indiquées sur les profils proviennent de résultats moyens obtenus grâce au tracé d'au moins trois profils.

I.1.6. Microscopie interférométrique

I.1.6.1. Principe de fonctionnement

L'interférométrie est une technique optique permettant de mesurer des distances. Elle est basée sur l'étude du glissement d'un réseau de franges en lumière blanche. Ces franges sont des motifs alternant des bandes blanches et noires et sont le résultat d'interférences. L'interféromètre utilisé ici est de type Mirau. Le faisceau incident est focalisé par un objectif puis il est séparé en deux parties par une lame séparatrice. La première partie est réfléchiée par l'échantillon tandis que la seconde est réfléchiée par le miroir de référence. Enfin, ces deux parties sont recombinaées par la lame séparatrice, ce qui conduit à l'observation de franges (cf. Figure 7).

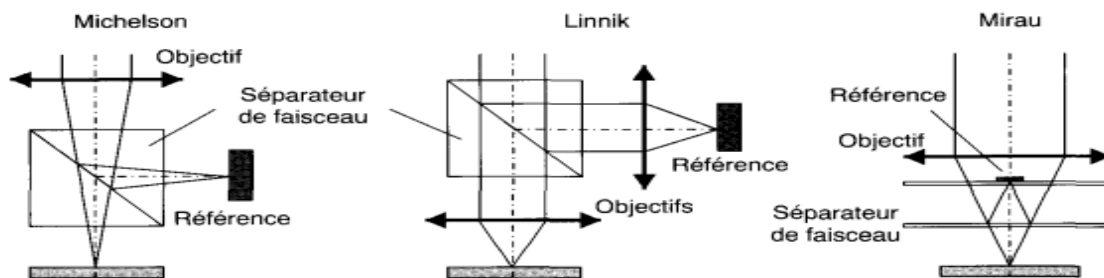


Figure 7 : Représentation schématique des principaux montages utilisés en microscopie interférométrique, d'après [7].

1.1.6.2. Avantages et Inconvénients

L'interférométrie permet l'obtention de mesures topographiques 3D des surfaces, sans contact et pour des temps de mesures raisonnables. Pour la méthode en lumière blanche, le temps de mesure est fonction de la profondeur observée et correspond à des vitesses de mesures comprises entre 1 et 5 $\mu\text{m/s}$. La mesure de la topographie à l'aide d'un microscope interférométrique n'est possible qu'avec des surfaces réfléchissantes et une immobilité totale du montage doit être assurée lors des prises d'images. Toute perturbation de l'instrument ou de la table de mesure risque d'engendrer des erreurs de mesures. Un interféromètre de type Mirau permet de réduire l'influence des aberrations puisqu'il est basé sur l'interférence de deux faisceaux traversant la même optique. Il s'oppose donc aux interféromètres de Michelson ou Linnik qui nécessite un ou deux objectifs puisque les trajets optiques à l'origine de l'interférence ne suivent pas les mêmes chemins.

1.1.6.3. Paramètres de l'étude

Les mesures de rugosité ont été effectuées à l'aide de l'interféromètre Zygo NewView™ 7300, équipé d'un objectif x20. Cet objectif couplé à une caméra CCD permet l'obtention d'une précision latérale de 71 nm et d'une précision verticale environ égale à 3 nm. Toutes les mesures 3D ont été redressées à l'aide d'un polynôme de troisième degré.

1.1.7. Diffraction des rayons X

1.1.7.1. Principe de fonctionnement

La diffraction des rayons X est utilisée pour mesurer les contraintes résiduelles présentes dans le matériau. Pour cela, l'échantillon analysé est irradié à l'aide d'une source d'énergie. Si l'on suppose que le rayon incident forme un angle θ avec la surface du matériau (*cf.* Figure 8), alors seuls les plans cristallins respectant la loi de Bragg induiront une diffraction, mesurée par une variation de l'intensité en fonction de l'angle θ . La loi de Bragg s'exprime comme suit :

$$2d_{hkl} = \lambda \sin 2\theta, \quad (3)$$

où λ est la longueur d'onde et d_{hkl} est la distance interréticulaire entre plans d'une même famille hkl. Dans la Figure 8, seuls les cristaux des grains A et B respectent la loi de Bragg et conduisent donc à une diffraction. Dans le cas du grain C, il faudrait effectuer une rotation d'angle ψ pour respecter la loi de Bragg et permettre la diffraction de ses cristaux.

En relevant la valeur des angles auxquels le pic de diffraction apparaît et en l'introduisant dans la relation (3), la distance interréticulaire entre plans cristallins peut être calculée. Si le matériau est contraint (présence d'un chargement ou de contraintes résiduelles) alors les distances interréticulaires relevées seront différentes de celle d'un matériau vierge de contraintes et la différence sera proportionnelle aux contraintes agissant sur les plans. Les contraintes résiduelles prenant place à la surface d'un matériau sont calculées à l'aide de mesures d'intensité réalisées selon différents angles ψ .

En exploitant la variation des angles θ en fonction des angles ψ (tracé de 2θ en fonction de $\sin^2\psi$), la théorie de l'élasticité linéaire est ensuite utilisée pour déterminer les contraintes (appliquées ou résiduelles) agissant sur les plans diffractants [8].

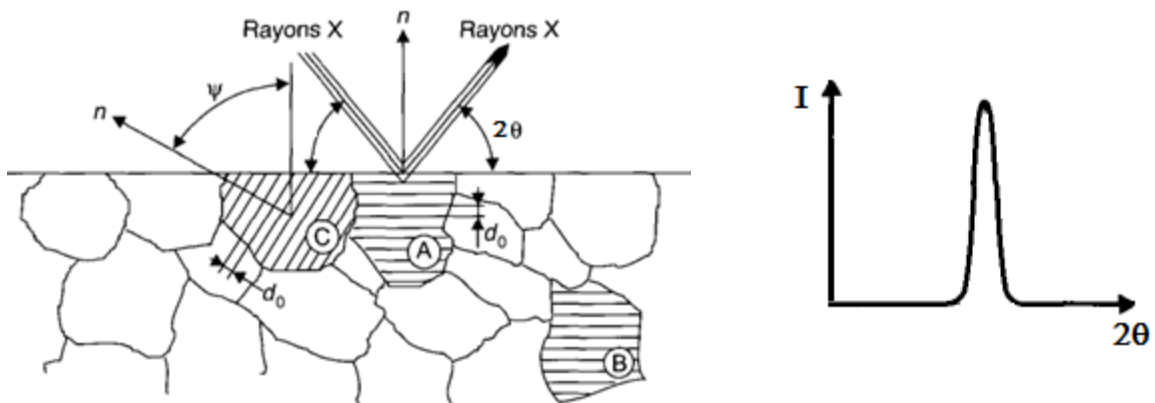


Figure 8 : Principe de la diffraction des rayons X et de la loi de Bragg, d'après [7].

1.1.7.2. Avantages et Inconvénients

La détermination des contraintes résiduelles par diffraction des rayons X est très intéressante puisqu'il s'agit d'une méthode non destructive (contrairement aux méthodes basées sur des enlèvements de matière et sur la mesure de la flexion résultante) mais qui reste très locale (solicitation d'un volume de quelques μm^3). Son application à des matériaux industriels peut être problématique car l'interprétation des mesures nécessite de connaître l'historique thermomécanique complet, or il est souvent complexe ou partiellement connu. En effet, un champ de contraintes résiduelles peut être généré par différents phénomènes physiques : création de défauts cristallins (défauts ponctuels, dislocations, précipités), accommodation d'une déformation plastique à l'échelle intergranulaire, maclage, transformation de phase et présence d'une contrainte macroscopique. Or, les calculs de contraintes résiduelles réalisés supposent que le champ de contraintes résiduelles créé par des déformations plastiques antérieures est nul en moyenne, sur le polycristal (ou petit devant le chargement macroscopique appliqué). Cette hypothèse permet des simplifications considérables dans les calculs des contraintes résiduelles mais n'est pas valide dans les cas où le matériau a subi des traitements thermomécaniques [9]. Les calculs effectués supposent également que le matériau présente une isotropie élastique et qu'il n'y a pas de contraintes normales, ni de cisaillement en surface *i.e.* présence de contraintes bi-axiales (loi des $\sin^2\psi$). Toutes ces hypothèses doivent être prises en considération lors de l'interprétation des résultats.

1.1.7.3. Incertitudes de mesures

Un autre point important est la gestion des incertitudes affectant les mesures des contraintes résiduelles. Les incertitudes jointes aux résultats ne sont représentatives des incertitudes de l'essai : elles décrivent en réalité les incertitudes de la corrélation linéaire réalisées entre les variables 2θ et $\sin^2\psi$ pour identifier la valeur de la contrainte résiduelle. Il est donc important de vérifier la forme des

pics de diffraction, d'examiner les incertitudes sur la détermination de la position du pic ainsi que la valeur du rapport signal-bruit des mesures du pic de diffraction avant d'interpréter la signification des valeurs numériques calculées pour les contraintes résiduelles.

1.1.7.4. Paramètres de l'étude

Les mesures des contraintes résiduelles ont été effectuées à l'aide du Set-X (Elphyse) de l'équipe du PIMM à Paris. La source de rayonnement X utilisée est du Manganèse. La longueur d'onde est 2,1018 Å pour la raie $K_{\alpha 1}$ et de 2,1058 Å pour la raie $K_{\alpha 2}$. La tension entre la source et la cible est constante et égale à 20 kV et l'intensité dans le filament est de 5 mA. La raie $\langle 311 \rangle$ du fer γ est examinée. L'angle ψ évolue entre -37° et 37° avec un pas environ égal à 5° .

1.2. Présentation des traitements de surfaces étudiées

L'amélioration de la fonction ou de la tenue en service de la surface fait partie des principaux buts des traitements de surface : recherche d'une meilleure tenue au frottement, amélioration de la tenue en fatigue ou encore de la résistance à la corrosion. Ces traitements peuvent induire des changements de phases, introduire des contraintes résiduelles ou encore des modifications de la microstructure (taille de grains, précipités, *etc*), ... Les traitements de surfaces peuvent être schématiquement scindés en trois grandes familles : les traitements chimiques, les traitements thermiques et les traitements mécaniques. Dans ce travail de thèse, cinq procédés différents ont été étudiés en vue d'examiner leurs effets sur le matériau : changements microstructuraux, évolution de la composition chimique, évolution des propriétés mécaniques (contraintes résiduelles, dureté, ...). Etant donné que ces traitements n'ont été appliqués qu'à un acier austénitique AISI 316L, quelques précisions seront données sur les effets de ces traitements sur ce matériau.

1.2.1. Nitruration et cémentation

1.2.1.1. Principes

La nitruration et la cémentation sont des traitements thermo-chimiques reposant sur la diffusion d'éléments chimiques : l'azote pour la nitruration et le carbone pour la cémentation. Différents types de procédés et technologies sont disponibles pour effectuer ces traitements : la nitruration peut être de type gazeuse, plasma ou en bains de sels. La cémentation peut être gazeuse, en bains de sels mais également sous pression réduite ou encore réalisée par bombardement ionique. La nitruration « classique » est pratiquée à des températures comprises entre 400 et 600°C tandis que la cémentation est traditionnellement menée à des températures situées entre 850 et 980°C.

1.2.1.2. Microstructures

Les microstructures résultant de ces traitements sont étroitement liées aux températures, aux temps de traitement et à la nature des matériaux traités. Dans le cas des aciers inoxydables, la nitruration

« classique » donne généralement lieu à la formation de deux couches. La première couche formée en surface est dite de combinaison. Elle comporte souvent deux phases : une phase γ' où l'azote occupe le site octaédrique localisé au centre de la maille de fer cubique à faces centrées et une phase ϵ de structure hexagonale compacte contenant plus ou moins d'atomes d'azote sur ses sites octaédriques, selon la composition du nitrure. Cette couche très poreuse est suivie par une couche de diffusion contenant de l'azote en solution solide et parfois de fins nitrures (cf. Figure 9). A des températures plus élevées (e.g. 1000°C), la diffusion de l'azote est beaucoup plus rapide et la nitruration tend à former des nitrures aux joints de grains et à l'intérieur de la matrice (cf. Figure 9). Il est également important de noter que, suivant les températures et les temps de traitement, une croissance de la taille des grains peut être observée.

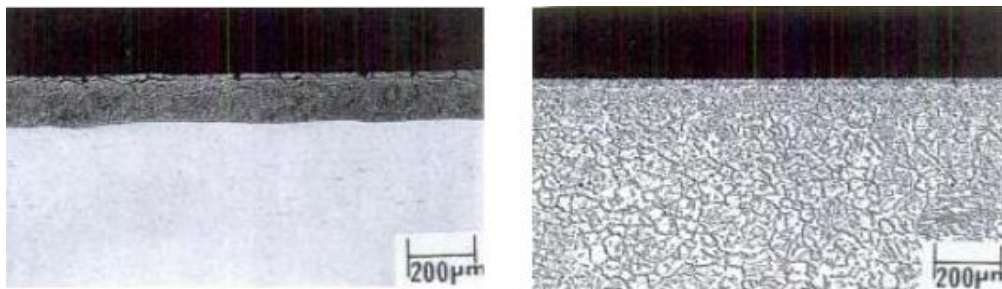


Figure 9 : Morphologies caractéristiques obtenues pour un acier inoxydable austénitique (type 310) nitruré à l'aide d'ammoniac, à 650°C pendant 168 h à gauche et à 1090°C pendant 168h à droite [10].

Tout traitement de nitruration des aciers inoxydables à plus de 450°C environ tend à provoquer la formation de nitrures de chrome. Cette précipitation réduit considérablement la dose de chrome présente dans la matrice du matériau et dégrade donc sa résistance à la corrosion. Des recherches récentes ont montré qu'il était possible de préserver cette résistance à la corrosion lorsque la nitruration est effectuée à moins de 450°C. Dans ces conditions, il n'y a pas précipitation de nitrures mais formation d'une phase, dite S, contenant uniquement de l'austénite expansée *i.e.* enrichie en azote.

Les microstructures obtenues après cémentation suivent les mêmes principes que celles obtenues après nitruration. Comme précédemment indiqué, les principales différences entre nitruration et cémentation sont la température à laquelle chaque traitement est pratiqué, ainsi que la pratique d'une trempe après traitement dans le cas de la cémentation.

1.2.1.3. Caractéristiques

Suivant les conditions de traitement, les caractéristiques du matériau obtenu peuvent être très différentes. A titre d'exemple, les profondeurs impactées par le traitement de nitruration ou de cémentation peuvent être de quelques dizaines de micromètres ou atteindre le millimètre. Il en est de même pour la forme des profils de concentration ou de dureté qui diffèrent selon les conditions de traitement, comme illustré par la Figure 10. A titre d'exemple, les duretés en surface des aciers inoxydables austéniques sont comprises entre 800 HV et 1200 HV, d'après [11].

La couche de combinaison tend généralement à dégrader l'état de surface du matériau à cause de son importante porosité [12]. La combinaison de l'élément azote ou carbone avec le fer et avec différents éléments d'alliage du matériau implique une diminution de la présence de ces éléments dans la matrice et donc le changement des propriétés du matériau : augmentation de la résistance aux frottements, de la résistance à la corrosion (excepté pour les aciers inoxydables où les précipités de chrome appauvrissent la matrice et induisent une perte de la résistance à la corrosion), ...

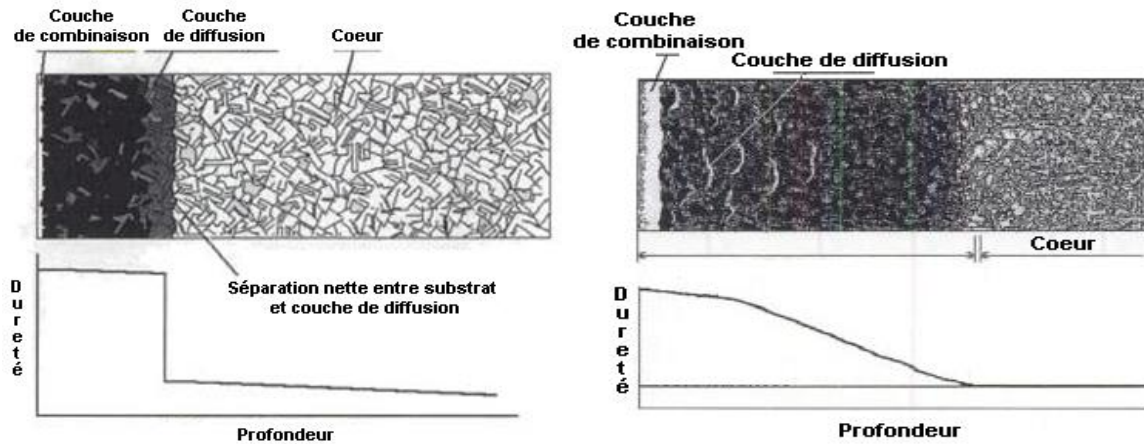


Figure 10 : Profils de dureté caractéristiques de traitement de nitruration, d'après [11].

I.2.2. Traitement Kolsterising®

I.2.2.1. Principe

Le Kolsterising® est un cas particulier de cémentation développé dans les années 80 par B.H. Kolster pour augmenter superficiellement la dureté des aciers inoxydables austénitiques, sans détériorer leur résistance à la corrosion. Cette cémentation est réalisée en phase gazeuse et à basse température (inférieure à 500°C).

I.2.2.2. Microstructure

Comme précédemment indiqué pour la nitruration, l'utilisation d'une basse température évite la formation de carbures (*cf.* Figure 11) et conduit à la formation d'une phase S riche en carbone. Il n'y a donc pas d'appauvrissement de la matrice en chrome, ce qui évite toute détérioration de la résistance à la corrosion.

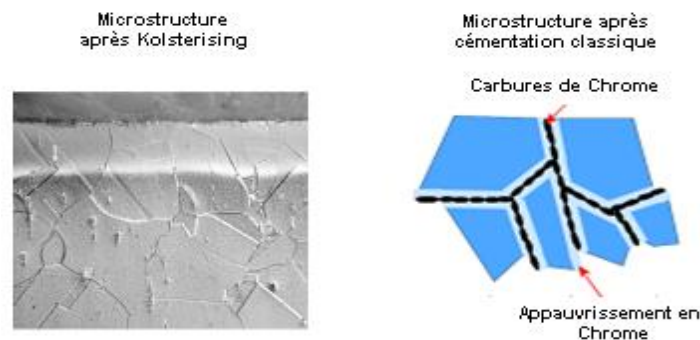


Figure 11 : Microstructures obtenues après Kolsterising et cémentation classique, d'après [13]

La phase S est composée d'austénite expansée, c'est-à-dire que le carbone s'est inséré dans les sites octaédriques de la maille cubique à faces centrées de l'austénite [14].

1.2.2.3. Caractéristiques

Le Kolsterising® modifie légèrement la topographie des échantillons traités en surface. D'après diverses études, cette cémentation basse température tend à légèrement contraindre les grains en surface, ce qui génère des bandes de glissement [15, 16]. Cela est également confirmé par les mesures de diffraction des rayons X indiquant un déplacement et un élargissement des premiers pics de l'austénite. Cet élargissement des pics traduit la présence de distorsions du réseau (microdéformations) tandis que les déplacements confirment l'expansion de l'austénite à cause de l'intégration du carbone. Le carbone est essentiellement diffusé en surface en larges quantités (3-5 % masse) [13] et les profondeurs impactées par ce traitement sont de l'ordre de 20-30 μm [17]. La dureté en surface est reportée comme étant de l'ordre de 1000 à 1200 $\text{HV}_{0,05}$. La résistance aux frottements [18], à la corrosion [19] et à la fatigue ainsi que les propriétés de traction [17] sont nettement accrues.

1.2.3. Implantation ionique

1.2.3.1. Principe

L'implantation ionique est un procédé permettant d'enrichir superficiellement un matériau en éléments désirés. Cet enrichissement est réalisé grâce à des faisceaux d'ions de haute énergie, créés à partir de gaz simples, de composés gazeux ou d'éléments métalliques vaporisés ou pulvérisés. Les ions introduits dans la matière perdent leur énergie à cause de différentes interactions décrites par la théorie LSS (Lindhard, Scharff, Schiott) [20] :

- des collisions directes avec les atomes du matériau-cible, induisant des dommages (déplacement d'atomes),
- des interactions avec le cortège électronique des atomes du matériau, provoquant ionisations et excitations.

De ces différentes interactions résulte une distribution des ions implantés dans le matériau dont le profil peut être qualifié de gaussien (*cf.* Figure 12).

Ici, seule l'implantation ionique d'azote sera étudiée. Il est important de préciser que cette implantation ne repose pas sur les mêmes mécanismes que la nitruration. En effet, comme précédemment énoncé, la nitruration est un traitement thermochimique entraînant une modification du matériau sur des profondeurs pouvant atteindre le millimètre tandis que l'implantation ionique repose sur la pénétration d'ions, ne nécessitant pas d'assistance thermique ou des températures bien inférieures à celles de la nitruration.

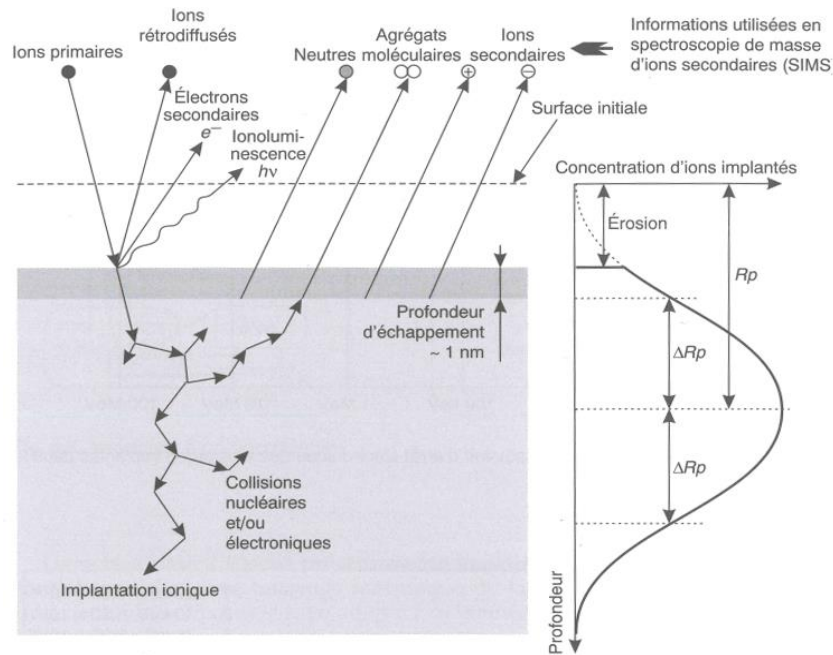


Figure 12 : Interactions entre ions et matière lors d'une implantation ionique et profil de concentration associé, d'après [7]

1.2.3.2. Microstructure

Les microstructures obtenues par implantation ionique d'azote sont étroitement liées aux conditions d'implantation et à la dose implantée. Pour un acier austénitique, si l'azote reste en solution solide alors de l'austénite expansée est obtenue. Au contraire, si la limite de solubilité de cet élément est dépassée alors il y a précipitation de nitrures (de chrome et de fer) [21].

1.2.3.3. Caractéristiques

Les profondeurs implantées sont généralement faibles puisqu'elles restent de l'ordre du micromètre [22, 23]. L'implantation d'azote peut provoquer une légère augmentation de la rugosité en surface, dépendante des conditions d'implantation utilisées [24]. Elle permet généralement d'augmenter la résistance aux frottements et à la corrosion du matériau [21]. L'augmentation de la dureté en surface est également fonction des paramètres du traitement. A titre d'exemple, Guemmaz *et al.* [25] ont reporté une augmentation de la dureté en surface de l'acier AISI 316L d'un facteur 8 (de 2 GPa à 16 GPa) tandis que Pelletier *et al.* [26] ont reporté une augmentation de la dureté d'un facteur 2 seulement pour des échantillons implantés n'ayant pas été recuits.

1.2.4. Grenailage de précontrainte

1.2.4.1. Principe

Le grenailage de précontrainte est un traitement mécanique consistant à bombarder une surface à l'aide de billes, projetées à grande vitesse (de l'ordre de 50 m.s^{-1}). Cela permet de générer des contraintes résiduelles de compression en surface, favorables pour lutter contre la formation et la

propagation des fissures. Les méthodes traditionnellement utilisées pour propulser les billes sont des systèmes à air comprimé ou des roues centrifuges.

Dans le cas des systèmes à air comprimé, les principales conditions de traitement affectant les résultats sont :

- la nature des billes (densité, dureté),
- le diamètre des billes,
- les caractéristiques de la buse (diamètre, angle de déviation),
- la pression d'air,
- l'angle d'impact,
- la distance entre la buse et la pièce traitée,
- le temps d'exposition (et nombre de passes),
- vitesse de la pièce traitée par rapport à la buse.

1.2.4.2. Intensité Almen

D'un point de vue pratique, les conditions de traitement (*e.g.* pression, angle d'impact, distance de projection) sont rarement spécifiées : l'intensité Almen, introduite par J. O. Almen leur est préférée. Cette intensité est mesurée à l'aide d'éprouvettes en acier XC65 trempées et revenues (en général 3 à 5), bridées sur un support et disposées au voisinage immédiat des pièces devant être grenillées (*cf.* Figure 13). Les éprouvettes, une fois libérées de leurs brides, sont placées sur un comparateur permettant de mesurer la flèche induite par les différences de contraintes présentes dans le matériau. L'**intensité Almen** est déterminée en traçant la flèche mesurée en fonction du temps d'exposition et correspond à la valeur obtenue pour un temps d'exposition t_s , dit « temps de saturation ». Ce dernier correspond à une valeur de temps telle que la flèche obtenue à un temps $2t_s$ n'excède pas de plus de 10% la valeur de flèche obtenue pour t_s (*cf.* Figure 14).

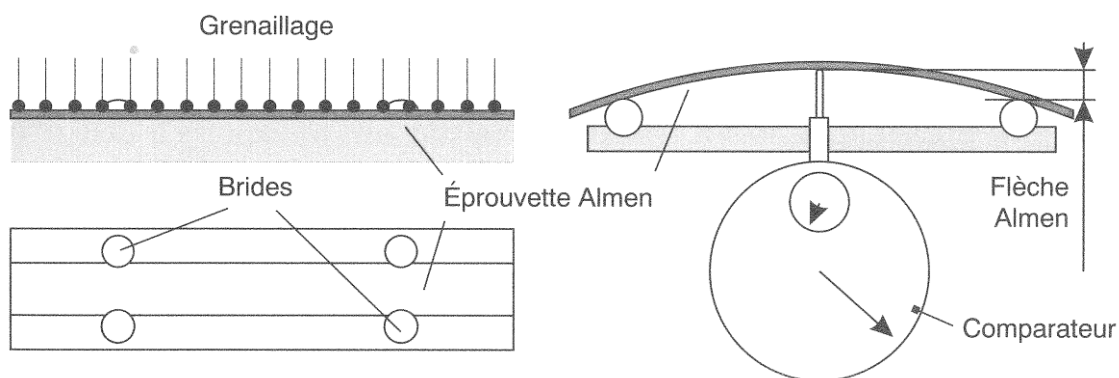


Figure 13 : Schéma de la mesure de la flèche Almen, d'après [7].

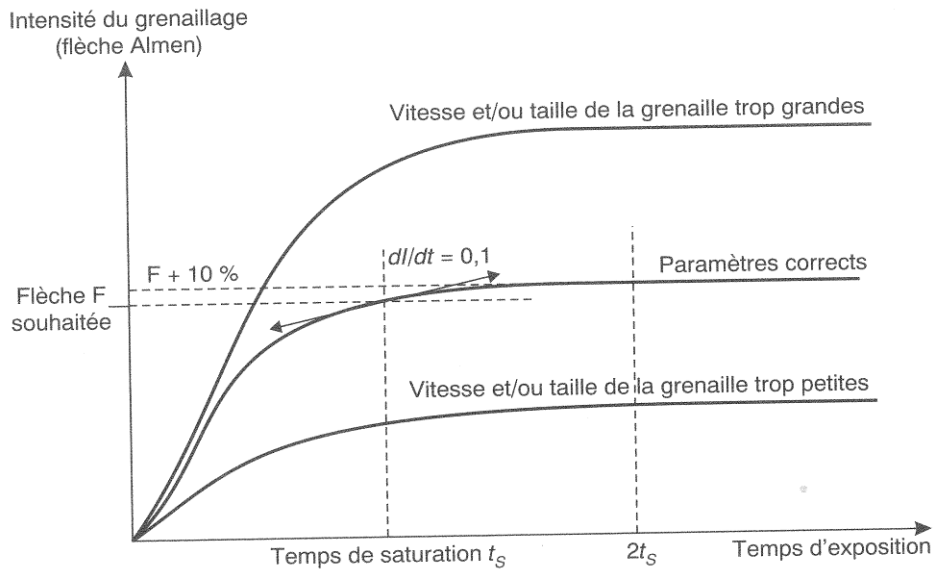


Figure 14 : Courbe de saturation et temps de saturation, d'après [7].

1.2.4.3. Taux de recouvrement

Le **taux de recouvrement** est défini comme le rapport entre la surface occupée par les impacts et la surface totale à traiter. Les taux de recouvrement inférieurs à 100% sont évalués grâce à une observation de la surface, généralement à l'aide d'un grossissement $\times 10$ ou $\times 30$. Pour les taux supérieurs à 100%, il est nécessaire de déterminer le « temps de base » *i.e.* le temps nécessaire pour atteindre un recouvrement total de la surface (100%). Puis, les taux de recouvrement suivants sont définis comme étant proportionnels à ce temps : un recouvrement de 200% correspond à une durée de traitement égale à deux fois le temps de base, *etc.*

1.2.4.4. Microstructure

Les microstructures obtenues après grenailage de précontrainte sont, une fois encore, dépendantes des conditions de traitement et du matériau utilisé. Lors de grenailages importants, un raffinement de la microstructure peut être observé. A titre d'exemple, Zhan *et al.* [27] ont observé un raffinement de la microstructure d'un acier inoxydable austénitique sur environ 100 μm de profondeur après grenailage de sa surface. A cause de l'introduction de fortes déformations plastiques, le traitement peut également induire des changements de phase. Kleber et Pirfo Barosso [28] ont observé la formation de martensite dans un acier inoxydable austénitique après l'utilisation de différentes conditions de grenailage.

1.2.4.5. Caractéristiques

Les profondeurs impactées par le grenailage de précontrainte varient globalement entre 0,1 et 0,6 mm. Ce traitement a pour effet d'améliorer la tenue en fatigue et fatigue de contact par l'introduction d'importants champs de contraintes résiduelles dans le matériau [29]. Les propriétés mécaniques telles que la limite d'élasticité [30] ou la dureté [31] sont également augmentées. L'effet de ce traitement sur la corrosion est par contre plus sujet à controverse. En effet, le traitement peut également induire une forte rugosité en surface pouvant baisser la tenue à la corrosion du matériau [32].

I.2.5. Grenailage de précontrainte par ultrasons

I.2.5.1. Principe

Les principaux éléments composants l'appareillage du grenailage de précontrainte à ultrasons sont présentés dans la Figure 15. Le principe de fonctionnement de cet appareil est le suivant : un générateur couplé à un émetteur piézoélectrique produit des ondes mécaniques sinusoïdales de fréquence 20 kHz. Ces ondes, de faibles amplitudes, sont amplifiées à l'aide d'une série de « boosters » permettant d'obtenir des amplitudes crête-à-crête comprises entre 20 et 100 μm . Cette énergie est transmise à la sonotrode, elle-même couplée avec le fond d'une enceinte contenant les billes de grenailage (cf. Figure 15). Ces billes sont mises en mouvement grâce au déplacement alternatif (en montée/descente) de la sonotrode. La trajectoire des billes est donc ici aléatoire, similaire au mouvement des molécules d'un gaz, contrairement au grenailage à air comprimé décrit précédemment. Un autre critère distingue le grenailage par ultrasons du grenailage traditionnel : l'utilisation de billes sphériques de tailles plus importantes ($\geq 1 \text{ mm}$).

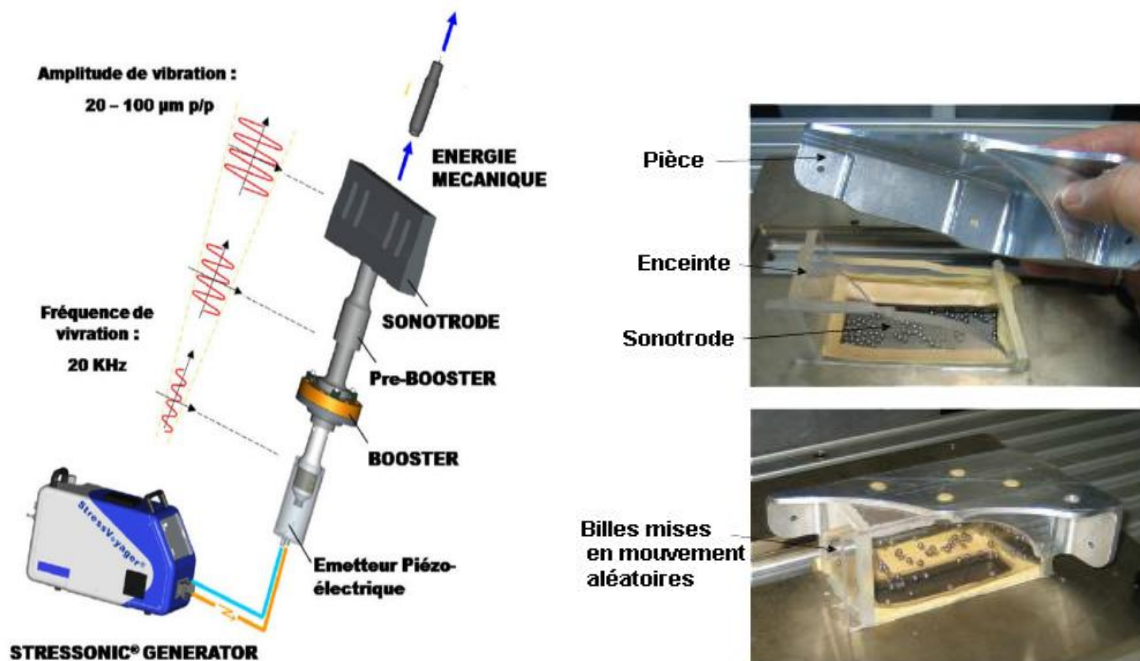


Figure 15 : Principe du grenailage de précontrainte par ultrasons et photos de l'enceinte contenant les billes (Propriété de Sonats ®).

Le cahier des charges des pièces traitées comporte trois points principaux : l'état de surface de la pièce, l'intensité Almen et le profil des contraintes résiduelles obtenues. Ces différentes caractéristiques sont fonction des conditions de traitement utilisées, dont les principales sont :

- la nature des billes (densité, dureté),
- le diamètre des billes,
- la quantité ou masse de billes introduite dans l'enceinte,
- l'amplitude de vibration de la sonotrode (de 10 à 250 μm suivant les conditions opératoires),
- le temps de traitement (ou taux de recouvrement),

- la fréquence du générateur (entre 15 et 40 kHz),
- la distance séparant l'échantillon de la sonotrode.

1.2.5.2. Microstructure

Les microstructures obtenues après grenailage par ultrasons sont similaires à celles obtenues par grenailage de précontrainte où un affinement de tailles de grains en surface peut être obtenu. Toutefois, le grenailage par ultrasons se distingue par la possibilité d'induire une nanocristallisation en surface grâce à l'utilisation de certains jeux de paramètres. Ceci a été mis en évidence dans les travaux de Liu *et al.* [33] où une couche nanocristallisée d'épaisseur environ égale à 5 μm avec des tailles de grains comprises entre 10 et 20 nm a été observée après un traitement par grenailage à ultrasons de l'acier inoxydable AISI 316L. Dans cette étude, aucune trace de martensite n'est détectée après analyse des échantillons par diffraction des rayons X.

1.2.5.3. Caractéristiques

Les études portant spécifiquement sur la modification des matériaux à l'aide du grenailage par ultrasons sont peu nombreuses dans la littérature, mais d'autres types de techniques, comme le grenailage de type SMAT (*Surface Mechanical Attrition Treatment*), peuvent être utilisés pour décrire les effets de ce traitement. En effet, ce traitement repose sur le même principe et ne se distingue que par le fonctionnement de l'appareil. Dans le cas du grenailage par ultrasons, une seule paroi est mise en mouvement tandis que, pour le SMAT, toute l'enceinte contenant les billes est mise en vibration pour traiter le matériau (principe similaire à un « shaker »).

Grâce à différentes simulations numériques, Dai et Shaw [34] ont montré que les procédés de type SMAT possèdent une énergie cinétique qui peut être 180 fois plus importante que celle générée lors du grenailage conventionnel, ce qui permet de générer des déformations sur des profondeurs pouvant être 10 fois plus importantes. D'après leur étude, la déformation plastique maximale générée par des procédés de type SMAT, ainsi que les contraintes de compression maximales, sont respectivement 100 et 10 fois plus larges que dans les pièces traitées par grenailage. Enfin, le grenailage par ultrasons tend à modifier la topographie de surface mais les rugosités sont moins importantes que celles induites par le grenailage conventionnel [35].

I.3. Références

1. Groupe G.-M. et Brisset F. (2008) *Microscopie électronique à balayage et Microanalyses* EDP Sciences, Paris.
2. Rouessac F. et Rouessac A. (2004) *Analyse chimique - 6ème édition - Méthodes et techniques instrumentales modernes* Dunod, Paris.
3. Drouin D., Couture A.R., Joly D., Tastet X., Aimez V. et Gauvin R. (2007) CASINO V2.42— A Fast and Easy-to-use Modeling Tool for Scanning Electron Microscopy and Microanalysis Users. *Scanning* **29**: 92-101.
4. EDAX (2007) Orientation Imaging Microscopy (OIM™) Data Analysis.
5. Grimm W. (1968) Eine neue glimmentladungslampe für die optische emissionsspektralanalyse. *Spectrochimica Acta Part B: Atomic Spectroscopy* **23**: 443-454.
6. Hoffmann V., Dorka R., Wilken L., Hodoroaba V.-D. et Wetzig K. (2003) Present possibilities of thin-layer analysis by GDOES. *Surf Interface Anal* **35**: 575-582.
7. Cornet A. et Deville J.-P. (1998) *Physique et Ingénierie des surfaces* EDP Sciences.
8. Noyan I. et Cohen J. (1987) *Residual stress: measurement by diffraction and interpretation* Springer-Verlag, Berlin.
9. Bretheau T. et Castelnau O. (2006) Les contraintes résiduelles : d'où viennent-elles ? Comment les caractériser ? (Chap. 5). Dans: *Rayons X et Matière (RX2006)*, Hermès: 123-154.
10. Davis J.R. (1997) *Heat-resistant materials*.
11. Totten G.E., Funatani K. et Xie L. (2004) *Handbook of metallurgical process design*.
12. Morawzski C.D. (2003) Nitreg & ONC where corrosion resistance & wear requirements finally meet. Proc. The 22nd Heat Treating Society Conference and the 2nd International Surface Engineering Congress, Indiannapolis, Indiana, USA, 249-253.
13. Dymond P. (2003) Kolsterising - Improving Austenitic Stainless Steel. Proc. 22nd Heat Treating Society Conference and the 2nd International Surface Engineering Congress, Indiannapolis, Indiana, USA, 244-248.
14. Li X.Y., Thaiwatthana S., Dong H. et Bell T. (2002) Thermal stability of carbon S phase in 316 stainless steel. *Surf Eng* **18**: 448-451.
15. Formosa D., Hunger R., Spiteri A., Dong H., Sinagra E. et Buhagiar J. (2012) Corrosion behaviour of carbon S-phase created on Ni-free biomedical stainless steel. *Surf Coat Technol* **206**: 3479-3487.
16. Farrell K., Specht E.D., Pang J., Walker L.R., Rar A. et Mayotte J.R. (2005) Characterization of a carburized surface layer on an austenitic stainless steel. *J Nucl Mater* **343**: 123-133.
17. Jones N.G., Ward-Close C.M., Brown P.M. et Dye D. (2010) An evaluation of the tensile properties of a supersaturated carbon layer via in situ synchrotron diffraction. *Scripta Mater* **63**: 85-88.

18. Michal G.M., Ernst F., Kahn H., Cao Y., Oba F., Agarwal N. et Heuer A.H. (2006) Carbon supersaturation due to paraequilibrium carburization: Stainless steels with greatly improved mechanical properties. *Acta Mater* **54**: 1597-1606.
19. Bach F.-W., Möhwald K., Laarmann A. et Wenz T. (2006) *Modern Surface Technology*.
20. Lindhard J., Scharff M. et Schiott H.E. (1963) Range concepts and heavy ion ranges. *Mat-Fys Med* **33**: 1-42.
21. Orellana L.M., Pérez F.J. et Gómez C. (2005) The effect of nitrogen ion implantation on the corrosion behaviour of stainless steels in chloride media. *Surf Coat Technol* **200**: 1609-1615.
22. Wei R., Vajo J.J., Matossian J.N., Wilbur P.J., Davis J.A., Williamson D.L. et Collins G.A. (1996) A comparative study of beam ion implantation, plasma ion implantation and nitriding of AISI 304 stainless steel. *Surf Coat Technol* **83**: 235-242.
23. Pelletier H., Mille P., Muller D., Stoquert J.P., Cornet A. et Grob J.J. (2001) Correlation between distribution of nitrogen atoms implanted at high energy and high dose and nanohardness measurements into 316L stainless steel. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms* **178**: 319-322.
24. Öztürk O. (2009) Microstructural and mechanical characterization of nitrogen ion implanted layer on 316L stainless steel. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms* **267**: 1526-1530.
25. Guemmaz M., Mosser A., Grob J.J. et Stuck R. (1998) Sub-surface modifications induced by nitrogen ion implantation in stainless steel (SS316L). Correlation between microstructure and nanoindentation results. *Surf Coat Technol* **100–101**: 353-357.
26. Pelletier H., Mille P., Cornet A., Grob J.J., Stoquert J.P. et Muller D. (1999) Effects of high energy nitrogen implantation on stainless steel microstructure. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms* **148**: 824-829.
27. Zhan K., Jiang C.H. et Ji V. (2012) Effect of prestress state on surface layer characteristic of S30432 austenitic stainless steel in shot peening process. *Mater Des* **42**: 89-93.
28. Kleber X. et Barroso S.P. (2010) Investigation of shot-peened austenitic stainless steel 304L by means of magnetic Barkhausen noise. *Mater Sci Eng, A* **527**: 6046-6052.
29. Altenberger I., Scholtes B., Martin U. et Oettel H. (1999) Cyclic deformation and near surface microstructures of shot peened or deep rolled austenitic stainless steel AISI 304. *Mater Sci Eng, A* **264**: 1-16.
30. Zhan K., Jiang C.H. et Ji V. (2012) Surface mechanical properties of S30432 austenitic steel after shot peening. *Appl Surf Sci* **258**: 9559-9563.
31. Fu P., Zhan K. et Jiang C. Microstructure and surface layer properties of 18CrNiMo7-6 steel after multistep shot peening. *Mater Des*.
32. Lee H.-s., Kim D.-s., Jung J.-s., Pyoun Y.-s. et Shin K. (2009) Influence of peening on the corrosion properties of AISI 304 stainless steel. *Corros Sci* **51**: 2826-2830.

33. Liu G., Lu J. et Lu K. (2000) Surface nanocrystallization of 316L stainless steel induced by ultrasonic shot peening. *Mater Sci Eng, A* **286**: 91-95.
34. Dai K. et Shaw L. (2007) Comparison between shot peening and surface nanocrystallization and hardening processes. *Mater Sci Eng, A* **463**: 46-53.
35. Watanabe Y., Hattori K., Handa M., Yoshida N., Taki T., Duchazeaubeneix J.-M. et Hasegawa N. (2005) Effect of ultra shot peening on contact surface strength. Proc. ICSP - 9, Paris, France, 179-184.

Chapitre II : Etude expérimentale multi-échelle de matériaux à gradient de propriétés – Partie I : Approche expérimentale pour la caractérisation des matériaux à gradient de propriétés

II.1.	Introduction	37
II.2.	316L : Origine 1	38
II.2.1.	Etat initial	38
II.2.2.	Nitruration et surcarburation.....	38
II.2.2.1.	Observations MEB.....	38
II.2.2.2.	EBSD	40
II.2.2.3.	Analyse EDS-X	41
II.2.2.4.	SDL	43
II.2.2.5.	Profils d'indentation	45
II.2.2.6.	Discussion	45
II.2.3.	Kolsterising®	46
II.2.3.1.	SDL	46
II.2.3.2.	Observations MEB.....	47
II.2.3.3.	EBSD	47
II.2.3.4.	Profils d'indentation	51
II.2.3.5.	Discussion	52
II.2.4.	Traitement Implantation ionique d'azote	53
II.2.4.1.	Observations MEB et EBSD	53
II.2.4.2.	SDL	53
II.2.4.3.	Profils d'indentation et indentations normales	54
II.2.4.1.	Discussion	55
II.3.	316L – Origine 2	55
II.3.1.	Etat initial et Traitements.....	55
II.3.2.	Profils d'indentation.....	56
II.3.3.	EBSD	58
II.3.4.	Discussion	63
II.4.	316L – Origine 3	63
II.4.1.	Etat initial et Traitements.....	63
II.4.2.	Profils d'indentation.....	65
II.4.3.	EBSD	68

II.4.4.	Contraintes résiduelles.....	71
II.4.5.	Discussion.....	73
II.5.	Conclusion	76
II.6.	Références.....	79

II.1. Introduction

Ce chapitre présente les résultats expérimentaux obtenus pour des matériaux ayant subi des traitements de surface de nature thermo-chimique ou mécanique. Les différents traitements choisis permettent de couvrir une large plage de profondeurs affectées, allant de quelques micromètres à plusieurs centaines de micromètres. Le Tableau 2 présente, à titre indicatif, l'ordre de grandeur des profondeurs impactées en fonction des traitements effectués. Les investigations menées sur les matériaux présentés ici ont porté sur l'analyse des effets du traitement sur l'évolution des propriétés du matériau (*i.e.* leur composition chimique, microstructure, texture, profil de dureté et pour certaines configurations, leurs contraintes résiduelles et rugosité de surface). La finalité étant de pouvoir, lors de futurs travaux, utiliser ces connaissances pour l'optimisation des procédés industriels.

Profondeur impactée	≈1 μm	≈10 μm	≈100 μm	≈ mm
Traitement mécanique		Sablage		
			Martelage	
				Choc laser
			Grenailage de précontrainte	
			Galetage	
		SMAT		
Traitement thermique				Induction
		Laser		
Traitement thermo-chimique		Cémentation		
		Nitruration		
	Implantation ionique			

Tableau 2 : Profondeurs impactées pour différents traitements de surface

Dans ce manuscrit, seuls les résultats expérimentaux portant sur un acier inoxydable austénitique sont présentés, même si le travail a porté sur un spectre plus large (*e.g.* acier martensitique de structure cristallographique cubique centrée, présenté en Annexe). L'acier étudié a été traité à l'aide de cinq types de procédés afin de permettre une analyse plus globale des changements introduits par les traitements. Cette variété de traitements va également nous permettre d'user d'analogies et peut-être de généraliser sur les transformations prenant place dans le matériau après traitement. Enfin, cette étude est aussi l'occasion de montrer les limites des techniques expérimentales de caractérisation dans l'étude des matériaux industriels à gradient de propriétés.

L'acier inoxydable choisi est connu sous la dénomination AISI 316L. C'est un acier austénitique avec une structure cristalline de type cubique à faces centrées. Ce matériau a été étudié sous trois formes

différentes : une plaque de 3 mm d'épaisseur, deux barres de diamètres respectivement égaux à 16 mm et 20 mm. La composition chimique de l'acier AISI 316L est donnée dans le tableau ci-dessous :

Elément	Cr	Ni	Mo	Mn	Si	C	P	S	Fe
%Poids	16-18	12-15	2-3	1,45	0,5	0,02	0,035	0,005	62-68

Tableau 3 : Composition chimique moyennée de l'acier 316L

Comme la forme des produits ainsi que les états initiaux des matériaux sont différents, nous avons choisi de présenter les résultats des différents traitements en les classant en fonction de l'origine du matériau. Pour la première origine (notée Origine 1 par la suite), les traitements étudiés sont une nitruration couplée à une surcarburation, une cémentation basse température (Kolsterising®) et une implantation ionique. Les deuxième et troisième origines ont été respectivement traitées par grenaillage de précontrainte et grenaillage à ultrasons.

II.2. 316L : Origine 1

II.2.1. Etat initial

Les plaques fournies présentent toutes les mêmes dimensions : une largeur de 37 mm, une longueur de 56 mm et une épaisseur égale à 3 mm.

Les premières analyses effectuées grâce au MEB et à la SDL nous ont permis de constater que les plaques présentaient des différences en termes de microstructure et de composition chimique. A titre d'exemple, le diamètre moyen des grains variait approximativement entre 10 µm et 60 µm d'une plaque à l'autre. En conséquence, pour éviter tout biais dans l'analyse, nous avons décidé de considérer le cœur du matériau comme la référence lors des analyses de l'évolution de la microstructure et de la composition chimique.

II.2.2. Nitruration et surcarburation

Le premier traitement de surface étudié est de nature thermochimique et est composé de deux étapes : une nitruration gazeuse suivie d'une surcarburation. La surface du matériau traité se distingue nettement du matériau initial grâce à son apparence mate et gris clair.

II.2.2.1. Observations MEB

Les observations au MEB des échantillons nitrurés ont montré la présence d'une porosité significative des surfaces traitées (*cf.* Figure 16), d'une profondeur de l'ordre du micromètre. Afin d'observer les effets de ce traitement sur la microstructure et en fonction de la profondeur, les matériaux ont été coupés perpendiculairement au sens de laminage. La Figure 17 présente des images MEB de la coupe du matériau traité, après électropolissage.

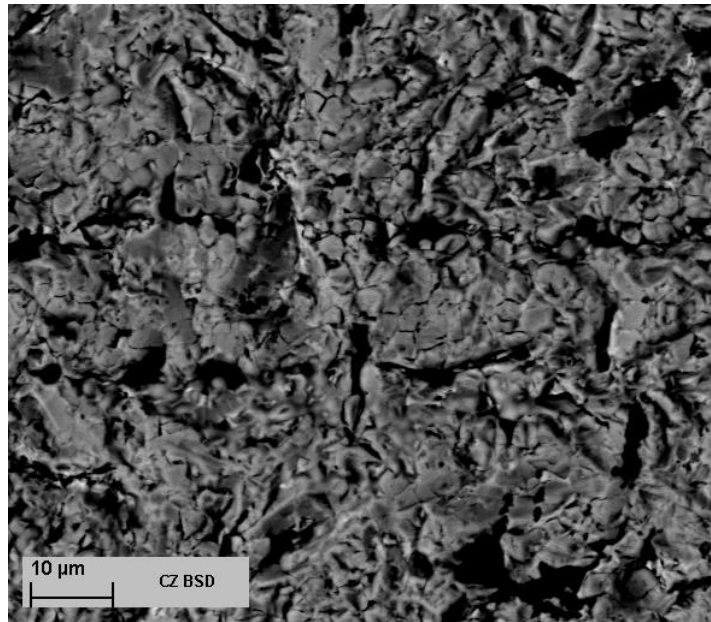


Figure 16 : Micrographie électronique montrant la porosité de la surface de l'acier AISI 316L après nitruration gazeuse et surcarburation.

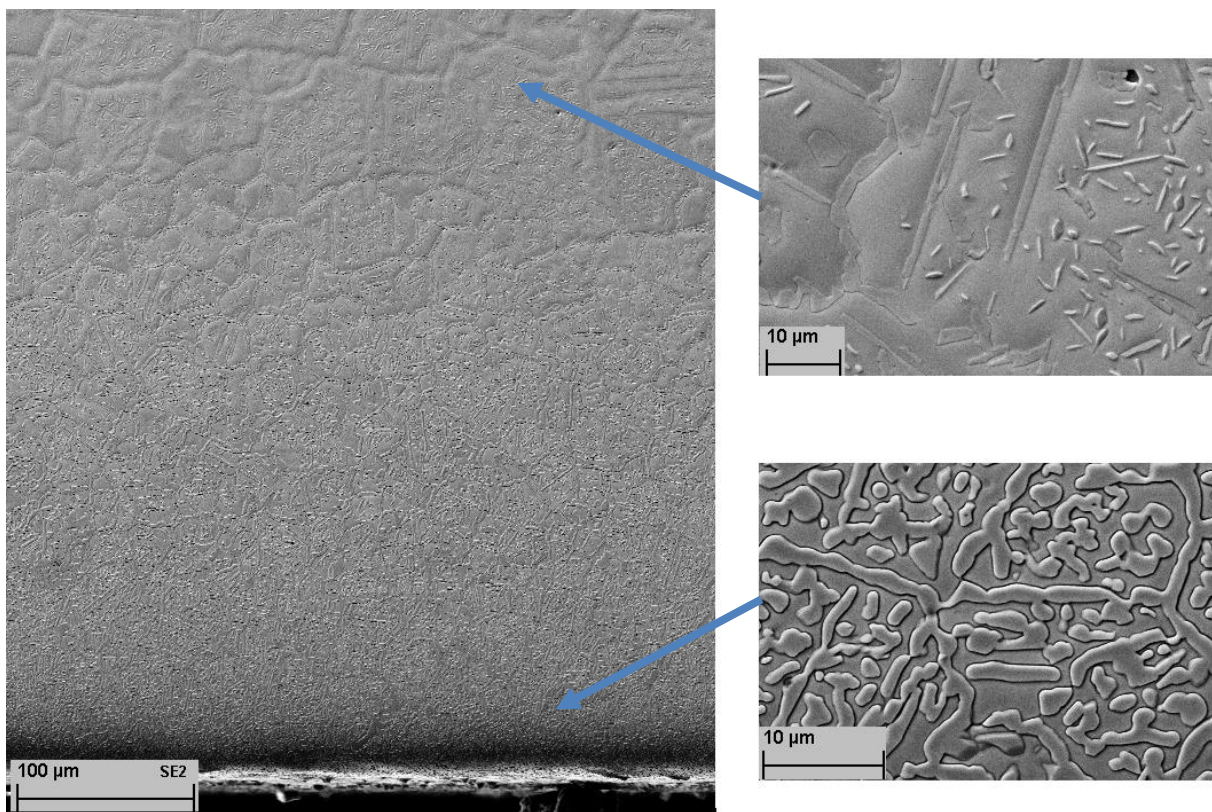


Figure 17 : Micrographies électroniques de la coupe d'un acier AISI 316L après nitruration gazeuse et surcarburation. Les deux micrographies de droite présentent des agrandissements effectués à environ 300 µm (haut) et 30 µm (bas) du bord de l'échantillon.

L'observation de coupes au MEB à différents grossissements montre la présence de précipités dans le matériau traité sur environ 1 mm de profondeur. Sur les 400 premiers micromètres, les précipités dominent et il est difficile de distinguer les grains. Les précipités semblent partager une même largeur variant entre 1 et 5 µm tandis que leur longueur est très variable : certains précipités ne mesurent que 1

à 2 μm de longueur tandis que d'autres « serpentent » dans le matériau et peuvent atteindre des longueurs approximativement égales à 50 μm . A partir de 400 μm jusqu'à environ 780 μm de profondeur, les précipités restent nombreux mais il est possible de distinguer des grains grâce aux différences de contraste. Par ailleurs, les précipités semblent se localiser majoritairement aux joints de grains même si quelques petits précipités intragranulaires sont également observés. Il est, une fois encore, difficile de caractériser la taille de ces précipités : ils présentent des longueurs de tailles très variables (comprises entre 2 et 30 μm) et possèdent une largeur comprise entre 1 et 2 μm . Les précipités situés aux joints de grains ont une largeur environ égale à 2 μm tandis que les précipités intragranulaires ont des largeurs avoisinant le micromètre. De 780 μm à 1 mm de profondeur, la présence des précipités se raréfie jusqu'à disparaître. Il est difficile d'établir la profondeur exacte impactée par le traitement. Néanmoins, si l'on considère que la profondeur impactée par la nitruration et la surcarburation correspond à la zone où les précipités ne sont plus présents alors elle est de l'ordre du millimètre.

II.2.2.2. EBSD

Une analyse par la technique EBSD a permis d'observer l'évolution de la taille de grains dans l'échantillon traité. La Figure 18 montre une cartographie d'orientation de l'échantillon non nettoyée (les points noirs à l'intérieur de l'échantillon sont non indexés). La présence d'une fraction importante de précipités en proche surface dégrade la qualité de l'indexation lors de l'analyse EBSD : l'indice de confiance et le paramètre de qualité d'image sont environ égaux à 0,51 et 67 dans la moitié basse de la Figure 18 et tendent respectivement vers 0,84 et 122 dans la moitié haute de la figure. Toutefois, il est possible d'observer une variation significative de la taille des grains, allant de 10 à 20 μm en proche surface jusqu'à des tailles moyennes comprises entre 50 μm et 100 μm environ, passé 250 μm de profondeur. Il est important de noter que cette différence de taille semble corrélée à la présence de précipités. En effet, les plus faibles tailles de grains sont présentes dans la zone où la densité de précipités est la plus forte tandis qu'une baisse de cette densité correspond à la présence de plus larges grains. Ce grossissement des grains vers le cœur du matériau est sans doute dû à l'utilisation de hautes températures pour la nitruration et la surcarburation. Il semblerait que le traitement thermique ait induit une augmentation de la taille de grains, qui a été freinée en proche surface par la présence des précipités.

La présence de précipités ne permet pas un traitement statistique des données EBSD. En effet, malgré plusieurs tentatives de nettoyage des données, les grains restent difficilement identifiables par le logiciel OIMTM Analysis. Cette mauvaise identification des grains affecte beaucoup les analyses EBSD et ne permet pas un traitement fiable des données (*i.e.* calcul statistique des diamètres de grains par zone, calcul de désorientation dans les grains, étude de l'évolution de la désorientation aux joints de grains, *etc.*). Aussi, nous avons préféré limiter notre étude à des données qualitatives.

La deuxième cartographie de la Figure 18 présente les désorientations locales *i.e.* les désorientations entre points de mesure voisins. Pour les grains situés vers le cœur du matériau, ces désorientations sont très faibles puisqu'elles sont comprises entre 0 et 2° à l'intérieur des grains. En revanche, les désorientations se renforcent aux joints de grains puisqu'elles sont cette fois-ci comprises entre 2 et 50°. Dans la zone impactée par le traitement, les désorientations mesurées sont bien plus élevées : des désorientations comprises entre 2 et 50° sont relevées aux joints de grains mais également à l'intérieur des grains. Ces désorientations élevées sont sans doute dues à la présence des nombreux précipités qui nécessitent des accommodations géométriques des réseaux cristallographiques.

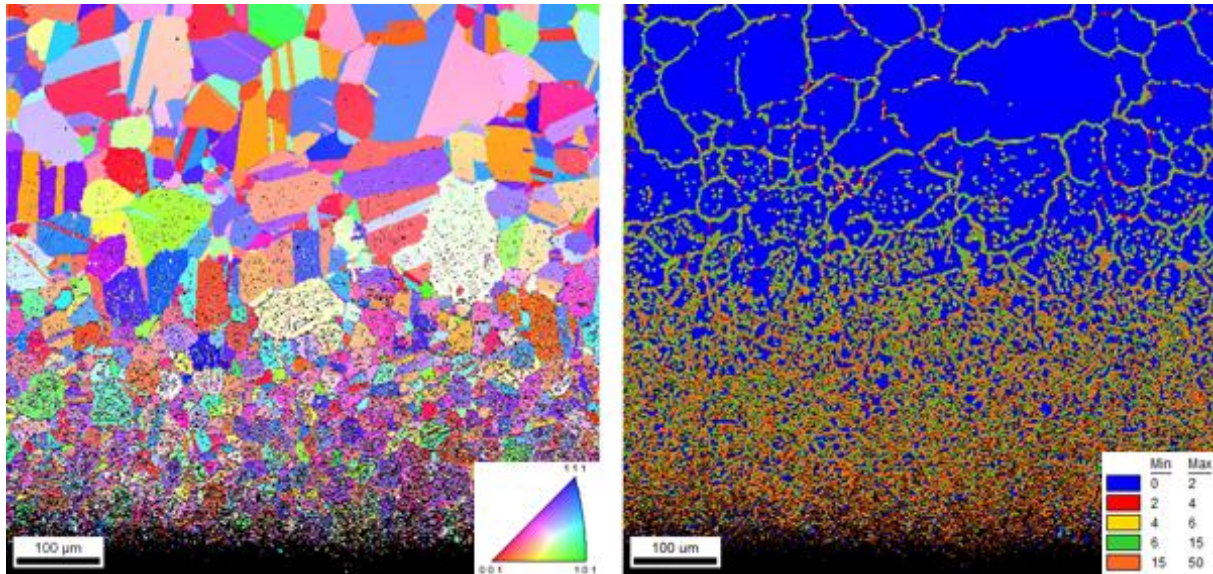


Figure 18 : Figure de pôle inverse [RD] obtenue par EBSD (à gauche) et cartographie des désorientations locales (à droite) de l'échantillon d'acier AISI 316L nitruré et surcarburé.

II.2.2.3. Analyse EDS-X

Pour cerner la nature des précipités, une analyse EDS-X a été pratiquée sur la coupe de l'échantillon. Cette mesure sollicite un volume environ égal à $1 \mu\text{m}^3$ et permet de quantifier les éléments en présence. Plusieurs mesures EDS-X ont été réalisées dans et hors des précipités. Ces mesures sont nommées par la suite « Précipités » et « Matrice ». Les diagrammes fournis par les mesures EDS-X ont permis de détecter la présence des éléments Fer, Chrome, Nickel, Molybdène (représentant plus de 90% du poids du matériau), Silicium et Carbone dans le matériau traité. La présence de l'élément Silicium peut être expliquée de deux manières : par la présence de Si dans la composition chimique du matériau d'origine ou par la présence de résidus de polissage (*i.e.* quelques grains de silice). La présence de cet élément étant faible, elle ne sera pas discutée par la suite.

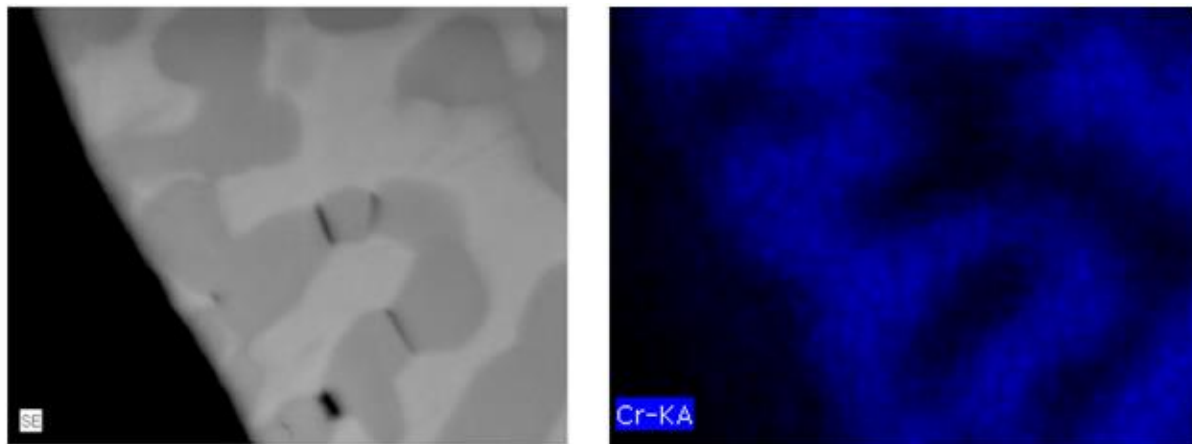
Pour étudier la nature des précipités, une quantification des éléments est effectuée. Il est important de noter que les éléments légers, comme le Carbone, ne peuvent pas être quantifiés à l'aide de l'EDS-X. Le Tableau 4 récapitule donc les résultats des mesures effectuées à environ 5 μm , 250 μm et 1,5 mm du bord de la coupe pour les éléments Fer, Chrome, Nickel et Molybdène.

Élément [%poids]	Fe	Cr	Ni	Mo
Précipités (dist. = 5 µm)	58,38	19,28	6,28	2,74
Matrice (dist. = 5 µm)	70,08	5,74	18,85	1,13
Précipités (dist. = 250 µm)	40,50	38,81	1,84	4,81
Matrice (dist. = 250 µm)	73,20	6,16	13,82	1,31
Matrice (dist. = 1.5 mm)	64,20	16,32	10,14	2,17

Tableau 4 : Quantification par EDS-X des éléments présents dans les précipités et la matrice de l'échantillon d'acier AISI 316L nitruré et surcarburé. Les distances indiquées correspondent à l'espace entre le bord et la mesure EDS-X.

A environ 5 µm du bord de l'échantillon, la matrice est légèrement plus riche en Fer et en Nickel qu'au cœur du matériau. Elle est également plus pauvre en Chrome puisqu'elle présente une perte d'environ 10% en poids. Les précipités situés à cette profondeur ont quant à eux une quantité de Fer inférieure à la matrice mais sont beaucoup plus riches en Chrome. A 250 µm de profondeur, des tendances similaires sont retrouvées. L'enrichissement en Chrome des précipités est par contre bien plus marqué : environ 39% en poids contre 6% pour la matrice environnante ou encore environ 16% pour la matrice située au cœur du matériau. Il est important de noter qu'à 250 µm de profondeur les précipités sont aussi beaucoup moins nombreux qu'en surface comme le montre la Figure 17.

Pour confirmer ces tendances et détecter les zones les plus riches en Carbone, des cartographies ont été réalisées. La Figure 19 présente les résultats obtenus au bord de l'échantillon. D'après les cartographies, l'enrichissement en Carbone reste très en surface. Les précipités sont légèrement plus riches en Carbone et en Molybdène que la matrice. L'enrichissement en Chrome des précipités reste le plus marqué.



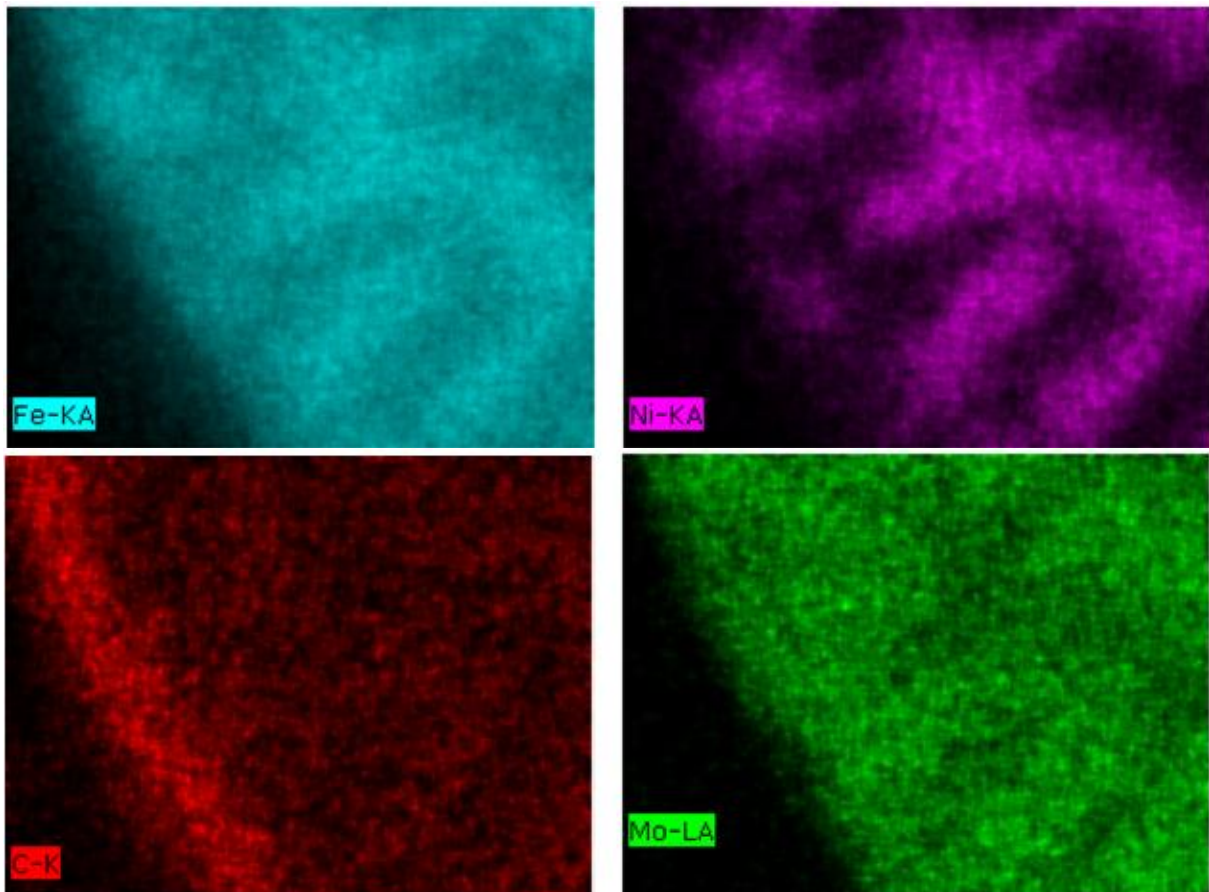


Figure 19 : Cartographie X des éléments C, Cr, Fe, Ni, Mo sur la coupe de l'échantillon d'acier AISI 316L nitruré et surcarburé. La phase claire (respectivement foncée) sur l'image MEB correspond à la matrice (respectivement aux précipités). La présence des éléments est indiquée par des points de couleur (bleu, violet, rouge, vert).

II.2.2.4. SDL

Les mesures SDL permettent d'étudier l'évolution des teneurs relatives des éléments en fonction de la profondeur. Contrairement à l'ESD-X, nous allons cette fois pouvoir observer l'évolution de l'Azote. La Figure 20 présente les teneurs relatives des éléments présentant le plus de variations dans le matériau étudié : le Fer, le Chrome, le Nickel, le Carbone et l'Azote. Ces teneurs sont présentées sur une profondeur maximale environ égale à 300 μm à cause des limitations de la technique (profondeur limite des cratères). La prise en compte de la teneur des éléments en dehors de la zone traitée, lors du calcul de la teneur relative, permet néanmoins de quantifier les évolutions par rapport au cœur du matériau.

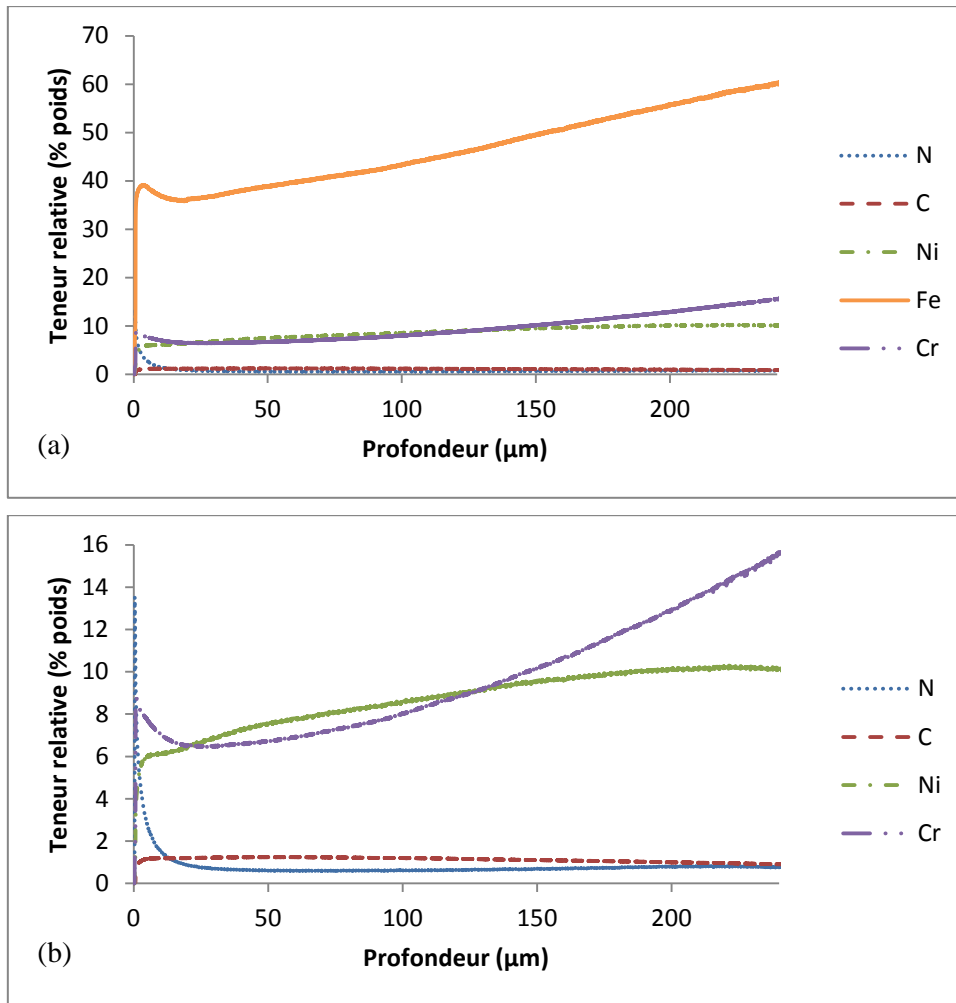


Figure 20 : Profils SDL de l'acier AISI 316L nitruré et surcarburé (la partie (b) représente un agrandissement de la figure (a)).

La teneur relative de l'élément Fer présente un léger pic vers 3 μm puis augmente progressivement jusque 270 μm de profondeur. La teneur relative est environ égale à 36% vers 20 μm et atteint une valeur de 64% à 270 μm de profondeur. La teneur relative de l'élément Nickel est également croissante puisqu'elle vaut 6% vers 5 μm et passe à 10% vers 270 μm . Il y a un léger renforcement en Carbone en surface puisqu'on passe d'une teneur relative environ égale à 1,2% vers la surface à une teneur de 0,9% vers 270 μm . Par contre, la teneur relative de l'élément Chrome tend à chuter jusque 30 μm puis augmente progressivement en passant de 6% à 18% vers 270 μm . Enfin, la teneur relative en Azote présente une forte décroissance sur les vingt premiers micromètres pour se stabiliser à une valeur environ égale à 0,8%. Il est difficile d'établir la valeur en surface car la présence d'air ou de fines pollutions tend à perturber les mesures SDL sur une profondeur de l'ordre du micromètre. La variation du carbone sur une plus large zone que l'azote semblerait indiquer que les précipités observés sont plutôt des carbures de chrome que des nitrures de chrome.

II.2.2.5. Profils d'indentation

Afin d'observer l'évolution de la dureté du matériau en fonction de la profondeur, des indentations ont été réalisées sur la coupe de l'échantillon. La Figure 21 présente la moyenne des profils effectués (cf. Section I.1.5.2). La dureté en surface est proche de 10 GPa, puis elle décroît rapidement pour se stabiliser à une profondeur d'environ 1000 μm à 2,9 GPa.

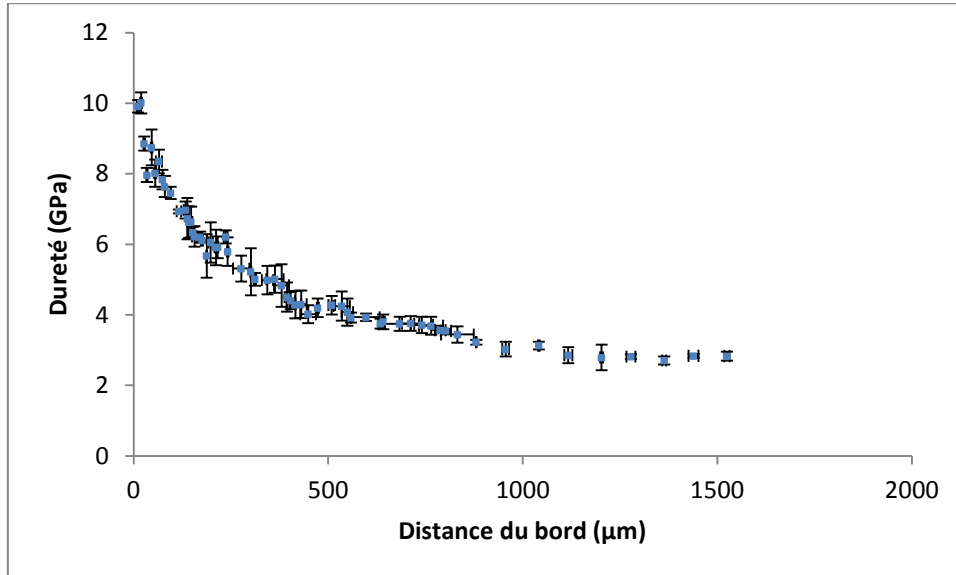


Figure 21 : Profil d'indentations réalisé sur la coupe de l'acier AISI 316L nitruré et surcarburé.

II.2.2.6. Discussion

Les observations microscopiques et analyses EBSD ont révélé la présence de précipités, associés à de fortes désorientations, sur une profondeur environ égale à 1 mm. De la surface vers le cœur du matériau, nous avons pu observer une forte décroissance de la densité des précipités ainsi qu'une augmentation de la taille des grains. Cette différence de taille est sûrement due à la forte température utilisée pour effectuer la nitruration gazeuse et la surcarburation, qui a provoqué une croissance des grains. Il semblerait qu'au cœur du matériau, les grains aient pu librement croître tandis qu'en surface la présence des précipités a bloqué ce phénomène.

La combinaison des informations fournies par l'EDS-X et la SDL a permis de déterminer la nature des précipités. L'analyse EDS-X a souligné la richesse en chrome des précipités mais n'a pas permis de quantifier les éléments Carbone et Azote. La SDL a, quant à elle, montré que l'Azote ne variait fortement que sur une vingtaine de micromètres tandis que la valeur du carbone relevée à 270 μm restait supérieure à celle du cœur du matériau. Les précipités observés sont donc majoritairement composés de chrome et de carbone (*i.e.* sont des carbures de chrome). Ces observations sont confirmées par les descriptions trouvées dans la littérature. Bien qu'il soit difficile de trouver des travaux couplant la nitruration gazeuse et la surcarburation, les observations microscopiques de notre travail sont très similaires aux micrographies publiées par Ueda *et al.* [1, 2] après cémentation d'un acier AISI 316L. Ils notent également une variation de la dureté sur environ 1 mm, soit le même ordre

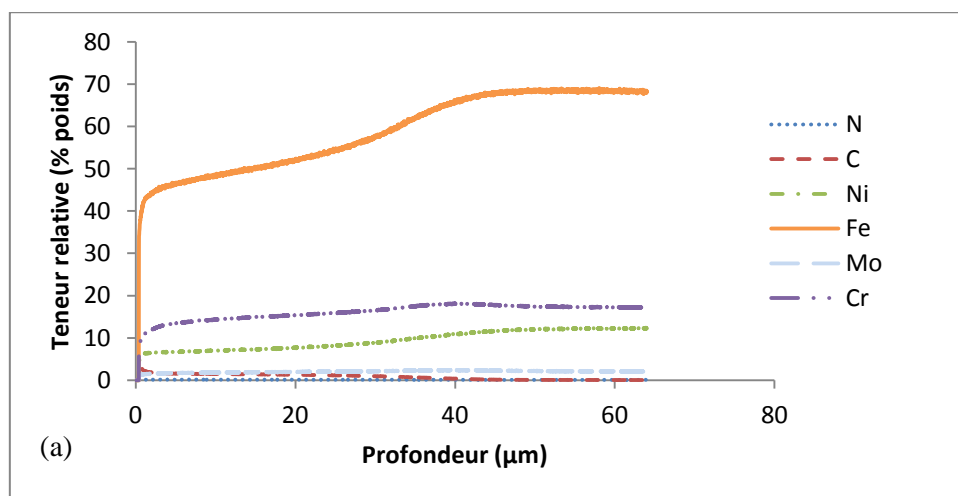
de grandeur que notre étude. Une formation importante de précipités peut également être observée dans des cas de nitruration simples mais une revue de la littérature n'a pas permis de retrouver les mêmes caractéristiques que celles du matériau étudié ici. A titre d'exemple, Peng *et al.* [3] ont reporté l'apparition d'importants réseaux de précipités après avoir nitruré un acier inoxydable austénitique 304. Cependant, la forme et la répartition de ces précipités (beaucoup plus denses sur une zone plus petite) sont très différentes de celles observées dans notre étude. La profondeur impactée par le traitement est également bien inférieure puisque les profils de dureté ne varient que sur 200 à 500 μm de profondeur.

II.2.3. Kolsterising®

Le deuxième traitement de surface étudié est une cémentation à basse température : le Kolsterising®.

II.2.3.1. SDL

La Figure 22 permet d'observer l'évolution des teneurs relatives en Azote, Carbone, Nickel, Fer, Molybdène et Chrome dans le matériau. Le graphique indique la présence d'un pic de Carbone en surface, puis cette teneur en Carbone diminue faiblement sur 20 μm et plus fortement entre 20 et 50 μm pour atteindre une teneur relative environ égale à 0,05%. Le pic de Carbone en surface est principalement dû aux impuretés (la teneur relative réelle doit être de l'ordre de 0,5%). Dans le cas de l'Azote, aucune variation n'est observée. Les éléments Fer et Nickel présentent, quant à eux, des évolutions similaires. Leur teneur est globalement croissante et peut être décomposée en trois domaines. Tout d'abord, ils augmentent avec une faible pente sur les 25 premiers micromètres. Puis, cette pente s'accroît entre 25 et 42 μm environ. Finalement, un plateau est atteint à environ 42 μm : la teneur en Fer se stabilise autour de 68% et celle du Nickel à 12%. Les éléments Chrome et Molybdène possèdent une première étape de croissance similaire : leur teneur augmente faiblement sur les 30 premiers micromètres. En revanche, cette croissance est suivie d'un pic autour de 40 μm puis leur teneur se stabilise autour de 18% pour le Chrome et 2,5% pour le Molybdène.



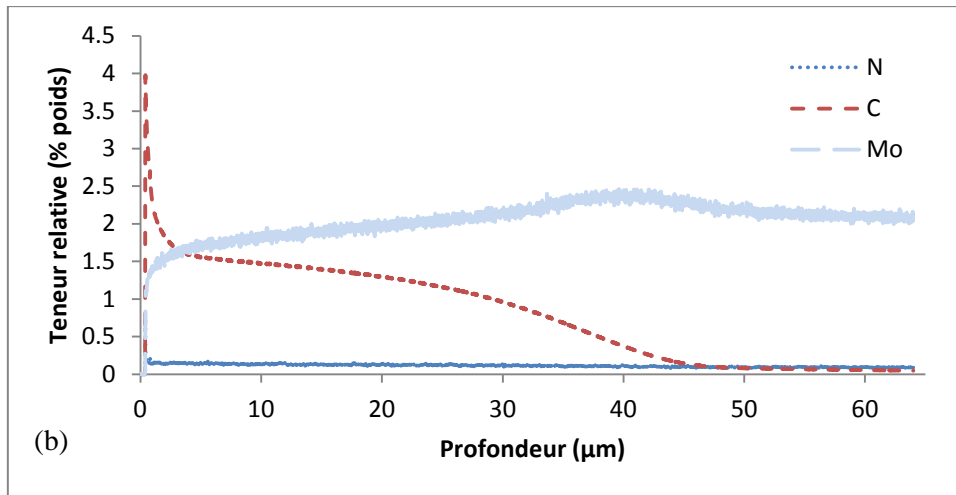


Figure 22 : Profils SDL de l'acier AISI 316L traité avec le procédé Kolsterising® (La partie (b) présente un agrandissement de la figure (a)).

II.2.3.2. Observations MEB

Une observation de la surface du matériau ou de sa coupe ne permet pas de détecter les effets du traitement. Aucune modification de la microstructure n'est observée : pas de présence de précipités, les tailles de grains semblent être inchangées. Nous avons cherché à confirmer ces résultats à l'aide d'analyses EBSD.

II.2.3.3. EBSD

Contrairement au procédé de nitruration, les analyses EBSD réalisées sur les coupes des échantillons traités avec la procédé Kolsterising® présentent une bonne indexation quelle que soit la zone étudiée (*i.e.* proche de la surface ou au cœur du matériau). L'indice de confiance est égal à 0,84 et celui de qualité d'image environ égal à 70. Les différentes mesures EBSD et les cartographies résultantes n'ont donc pas nécessité de nettoyage, pouvant parfois biaiser les résultats.

Comme l'illustre la Figure 23, les cartographies d'orientation ou de taille de grains réalisées sur la coupe du matériau ne présentent pas de différences d'état entre le centre de l'échantillon et sa surface. Le matériau a une structure recristallisée. De nombreuses macles sont présentes, ce qui est caractéristique de l'acier AISI 316L. Les désorientations locales sont très faibles à l'intérieur des grains (comprises entre 0 et 2°). Les valeurs des désorientations locales les plus élevées sont situées aux joints de grains et varient globalement entre 6 et 50°. Comme illustré dans la Figure 24, la distribution des tailles de grains du matériau traité est plutôt hétérogène. Le profil est de type Gaussien avec des tailles de grains variant entre 3 et 40 µm.

Ces premières observations semblent indiquer que le traitement n'a pas d'effet notable, à cette échelle, sur la microstructure. Grâce à la très bonne qualité des mesures EBSD, une étude quantitative est conduite afin de confirmer ces premières tendances.

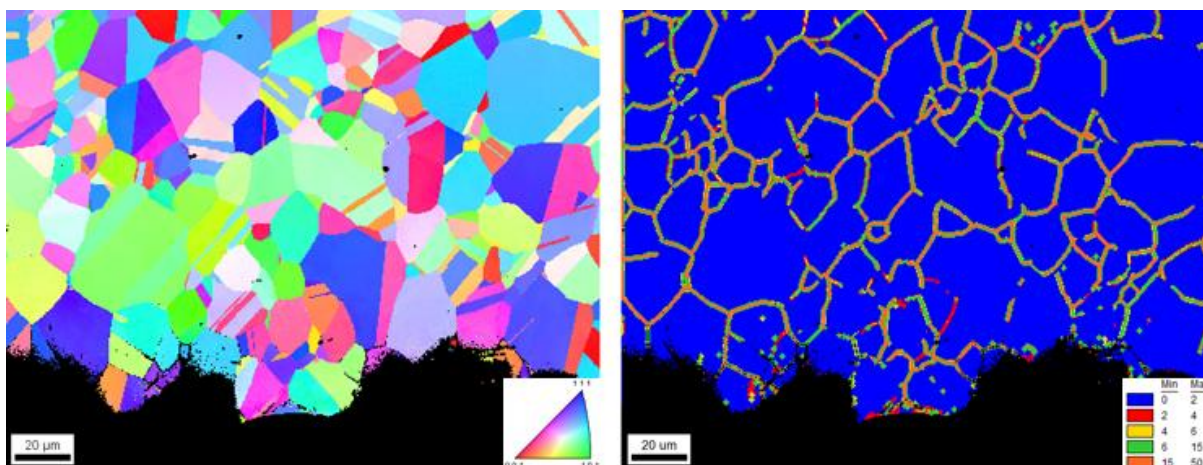


Figure 23 : Figure de pôle inverse [RD] obtenue par EBSD (à gauche) et cartographie des désorientations locales (à droite) de l'échantillon d'acier AISI 316L traité avec le procédé Kolsterising®

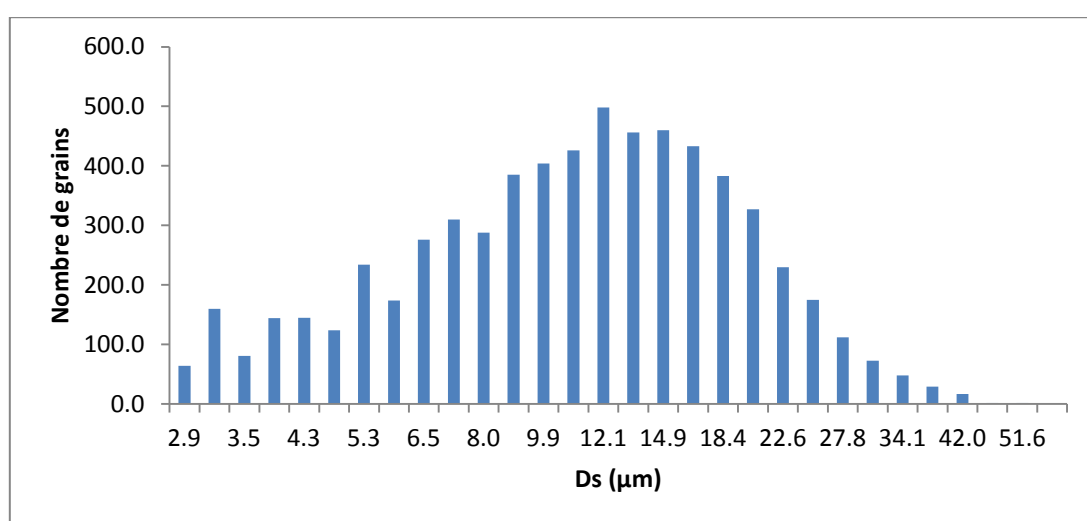


Figure 24 : Distributions des tailles de grains D_s de l'échantillon d'acier AISI 316L traité avec le procédé Kolsterising®. Les macles sont incluses dans les grains.

Pour analyser l'effet du traitement, les données EBSD ont été traitées en délimitant deux zones dont les dimensions sont déterminées d'après les résultats données par les mesures SDL. La première zone débute à la surface de l'échantillon et s'étend sur 50 μm de profondeur : elle correspond donc au domaine présentant une importante variation de la teneur en carbone, d'après les observations SDL. Cette zone est, par la suite, nommée « Zint ». Quant à la deuxième zone, elle est comprise entre 50 μm et 100 μm de profondeur et est nommée « Mm ». Cette zone correspond à un domaine ne présentant aucune variation dans la composition chimique et devrait donc présenter des résultats similaires à ceux du cœur de l'échantillon. Une troisième zone prise au centre de l'échantillon (*i.e.* au milieu de la plaque traitée) et de dimensions similaires a également été observée afin de confirmer que la deuxième zone n'est pas impactée par le traitement. Les résultats associés à cette zone étant similaires à ceux de la deuxième zone d'étude, ils ne seront pas présentés dans l'analyse suivante.

La Figure 25 indique les moyennes de tailles de grains obtenues après le traitement de quatre mesures par zone. On constate que l'intégration des macles dans les grains tend à augmenter la valeur des diamètres moyens, ce qui était attendu. La zone traitée présente une taille de grains légèrement inférieure à la zone non traitée. Cependant, cette différence n'est pas significative comme elle reste comprise dans les écart-types des mesures. La dispersion des tailles de grains a également été étudiée. Elle est de l'ordre de 6-7 μm quelle que soit la zone étudiée. Ces résultats confirment que le traitement ne modifie pas les tailles de grains et ne semble pas avoir d'influence sur les macles.

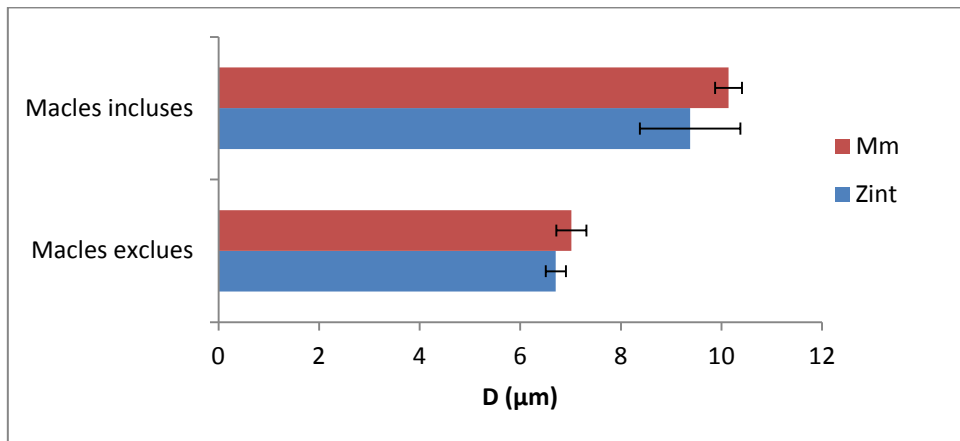


Figure 25 : Evolution du diamètre des grains par zone où Zint est la zone impactée par le traitement et Mm est la zone non affectée par le traitement. La mention « Macles incluses » signifie que les macles sont intégrées aux grains tandis que la mention « Macles exclues » signifie que les macles sont considérées comme des grains.

L'influence du traitement sur l'évolution de la texture cristallographique locale (l'orientation des grains et celle des joints de grains) a ensuite été étudiée en réalisant trois calculs différents. Le premier décrit la distribution des désorientations moyennes entre toutes les paires de points de mesure situées dans un grain (Figure 26). Le deuxième calcul correspond à l'expression de la distribution de la dispersion des orientations dans les grains (Figure 27). Cette mesure est moins locale puisque la dispersion est calculée comme étant l'écart moyen entre l'orientation de chaque point de mesure du grain et l'orientation moyenne de ce grain. Le troisième calcul permet de montrer la distribution des désorientations aux joints de grains. La Figure 28 montre les résultats de ce dernier calcul.

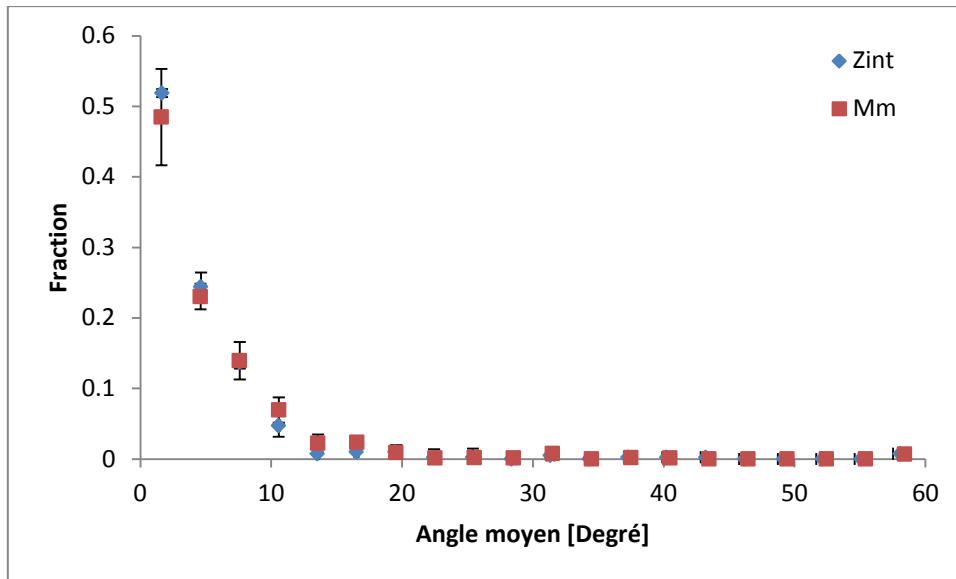


Figure 26 : Désorientation moyenne dans un grain. La zone intitulée « Zint » (respectivement « Mm ») est affectée (respectivement non affectée) par le traitement. Les macles sont considérées comme faisant partie du grain.

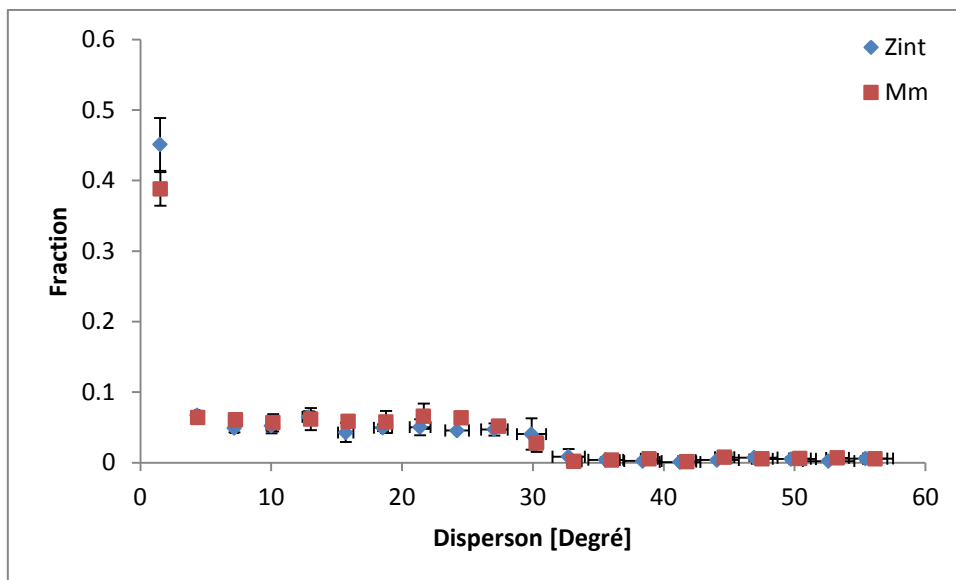


Figure 27 : Dispersion des orientations dans un grain. La zone intitulée « Zint » (respectivement « Mm ») est affectée (respectivement non affectée) par le traitement. Les macles sont considérées comme faisant partie du grain.

La Figure 26 et la Figure 27 correspondent respectivement aux premier et second calculs. Dans ces deux figures, les macles sont considérées comme faisant partie d'un grain. Les désorientations moyennes dans un grain sont toutes comprises entre 0 et 10° quelle que soit la zone étudiée. La fraction de grains concernés diminue rapidement avec l'augmentation de la désorientation moyenne. La zone traitée semble présenter une fraction plus importante de grains avec des désorientations de l'ordre de 1,5° mais cet écart reste de l'ordre des variations entre mesures. La Figure 27 indique qu'une importante fraction de grains (entre 0,38 et 0,46) présente des dispersions de l'ordre de 1,5°. Une fois encore, il semble que cette fraction soit plus importante pour la zone traitée mais cette

différence reste de l'ordre des écarts-types. Pour des dispersions d'angles comprises entre 5 et 30°, la fraction des grains concernés est d'environ 0,05 quelle que soit la zone étudiée.

D'après ces résultats, le matériau présente des désorientations intragranulaires globalement faibles puisqu'elles restent de l'ordre de 2°. Les mêmes observations ont été réalisées en considérant les macles comme de nouveaux grains. Les distributions évoluent mais présentent les mêmes tendances : aucun effet du traitement sur les évolutions des désorientations intragranulaires ou dispersions n'est constaté.

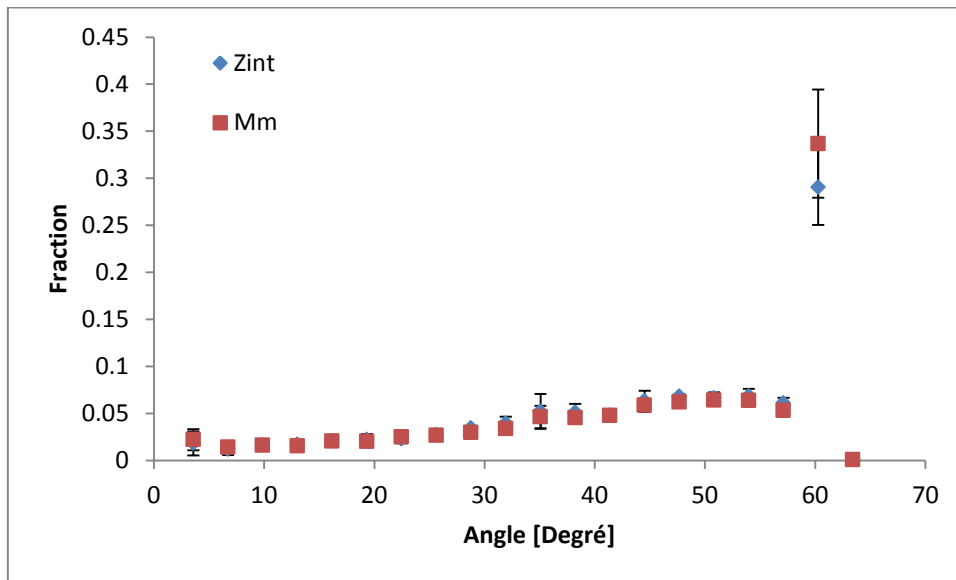


Figure 28 : Désorientations des joints de grains. La zone « Zint » (respectivement « Mm ») est affectée (respectivement non affectée) par le traitement.

La Figure 28 présente les désorientations mesurées aux joints de grains. La plus forte fraction mesurée est relevée pour un angle de 60° environ, ce qui correspond à la présence de macles de recristallisation dans le matériau. Les joints de ces macles présentent par rapport au grain parent une rotation d'angle 60° par rapport à $\langle 111 \rangle$. Pour des angles compris entre 30° et 60°, on relève également des fractions de grains relativement importantes mais dont la distribution reste identique quelle que soit la zone étudiée. Il semble donc que le traitement n'ait pas d'effet sur la désorientation aux joints de grains.

II.2.3.4. Profils d'indentation

La Figure 29 présente une filiation de dureté effectuée sur la coupe d'un échantillon d'acier AISI 316L traité avec le procédé Kolsterising®. La dureté en surface est environ égale à 10,5 GPa. Elle décroît rapidement sur une profondeur de 45 µm environ pour se stabiliser à une valeur approximativement égale à 3,5 GPa. La forme de ce profil est très similaire à celle de la teneur relative en Carbone (*cf.* Figure 22).

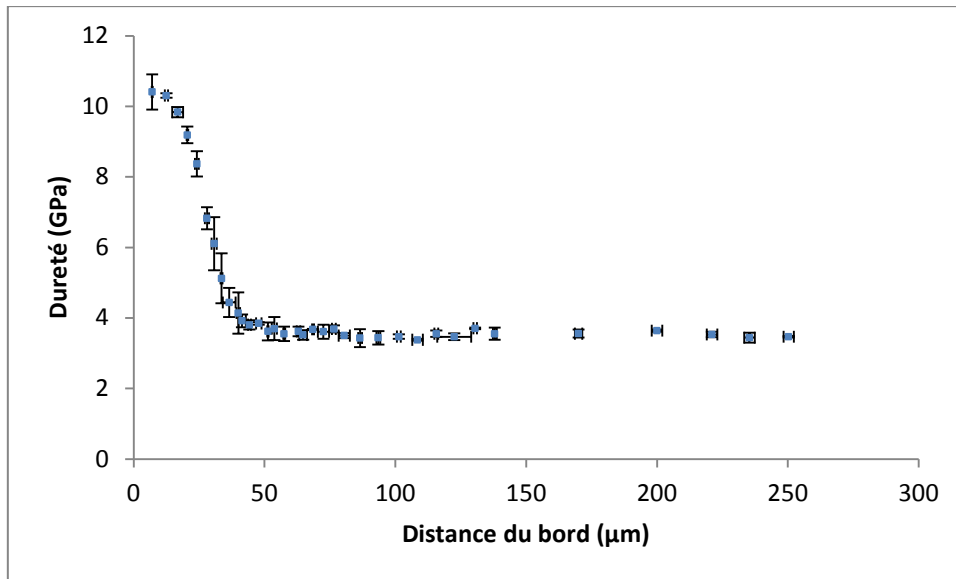


Figure 29 : Profil d'indentations réalisé sur la coupe de l'acier AISI 316L traité avec le procédé Kolsterising®.

II.2.3.5. Discussion

Les observations MEB de la coupe du matériau traité ont permis de montrer que le matériau ne subit pas de modification microstructurale, à l'échelle étudiée. Ces observations sont en accord avec celles effectuées sur un acier 304 kolsterisé [4], ainsi qu'avec celles reportées après cémentation basse température d'un acier 316 [5]. Dans cette dernière étude, Corujeira Gallo et Dong ont montré que la cémentation provoque, en revanche, une déformation des grains en surface. En observant la microstructure de l'échantillon avant et après cémentation, ils ont souligné la présence de bandes de glissement. Leurs observations ont été confirmées par des analyses EBSD où ils ont pu constater une dégradation de la qualité des diagrammes de Kikuchi ainsi qu'une évolution notable des désorientations locales. Cette déformation des grains en surface est également observée après le traitement par Kolsterising d'un acier 304 [6] et d'un acier 316LN [7]. Cette déformation en surface n'a pas pu être étudiée sur nos échantillons (seule la plaque traitée a été fournie et la surface n'est pas dans un état poli-miroir).

Un rapport publié par la société Bodycote [8] permet de comparer le profil SDL de notre étude avec les traitements Kolsterising® disponibles. D'après ce rapport présentant les effets du traitement sur un acier 316L, il semblerait que notre profil SDL corresponde à celui obtenu avec un traitement Kolsterising® de type 33. Ce rapport ainsi que d'autres sources, comme [7], présente également des profils de dureté similaire à celui mesuré : les valeurs proches du bord sont environ égales à 10 GPa.

II.2.4. Traitement Implantation ionique d'azote

II.2.4.1. Observations MEB et EBSD

L'observation de la surface de l'échantillon ou de sa coupe ne permet pas de détecter de quelconques changements provoqués par le traitement. Aucune modification de la microstructure n'est détectée : absence de précipités, taille des grains similaire en surface et en profondeur. La désorientation aux joints de grains et la texture cristallographique restent également inchangées (cf. Figure 30).

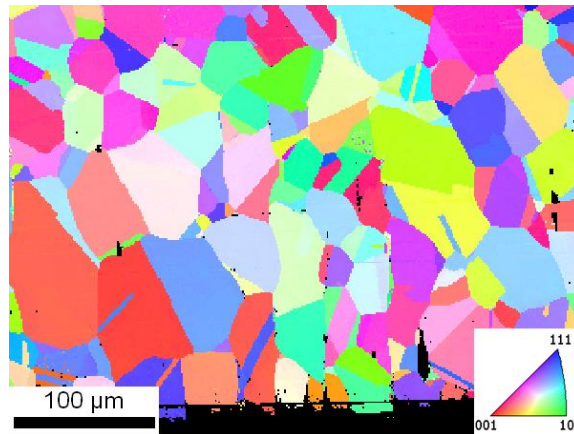


Figure 30 : Figure de pôle inverse [RD] obtenue par EBSD de l'échantillon d'acier AISI 316L implanté avec des ions d'azote.

II.2.4.2. SDL

Les analyses SDL confirment l'implantation d'Azote dans le matériau. Entre 0 et 2 μm , la teneur relative en Azote évolue selon un profil de type Gaussien avant de se stabiliser. Les teneurs relatives en éléments Fer, Chrome, Nickel et Molybdène présentent des variations similaires. On note en premier lieu une croissance importante des teneurs jusqu'à une profondeur de 3 μm puis ces valeurs se stabilisent. De petites perturbations sont constatées dans la croissance de ces éléments entre 0 et 2 μm , ce qui correspond à la profondeur sur laquelle la teneur relative d'Azote varie.

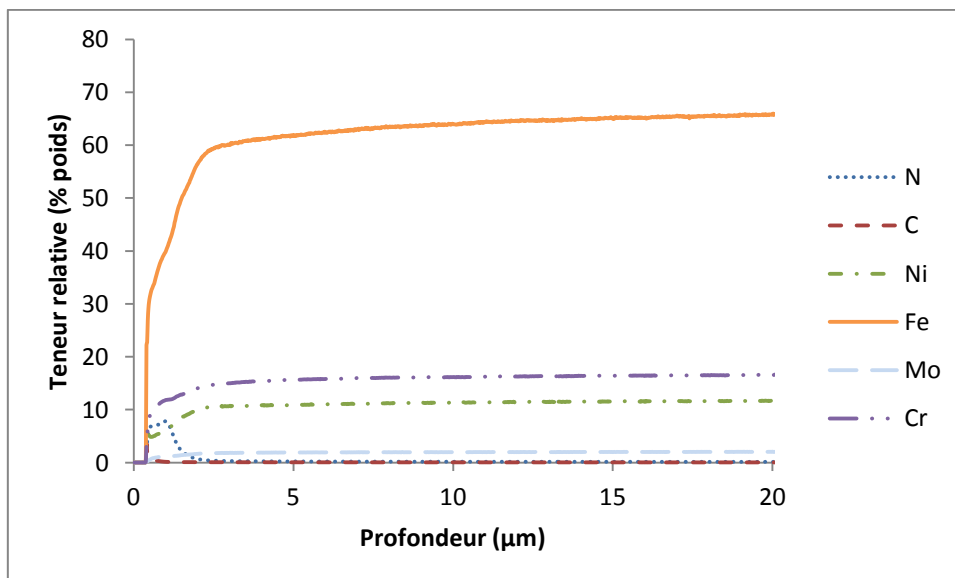


Figure 31 : Profil SDL de l'acier AISI 316L implanté avec des ions N⁺.

II.2.4.3. Profils d'indentation et indentations normales

Les profils d'indentation réalisés sur la coupe n'ont pas permis de détecter une variation de la dureté en surface. En effet, les essais d'indentation sont sujets aux effets de bord (solicitation partielle de la résine enrobant la coupe de l'échantillon). La dureté mesurée est toujours environ égale à 3,0 GPa \pm 0,2 GPa.

Des indentations ont également été réalisées directement sur la surface traitée à différentes profondeurs. La Figure 32 présente les essais pratiqués sur la plaque traitée et sur celle de référence pour tenter de quantifier l'augmentation de la dureté engendrée par le traitement. Les valeurs indiquées ont été obtenues en faisant la moyenne de 10 essais. Les deux plaques présentent des valeurs de dureté plus élevées en surface : la plaque traitée et la plaque vierge ont une dureté respectivement 3,4 fois et 2,2 fois plus élevée en surface que vers le cœur. Elles convergent ensuite toutes deux vers une dureté environ égale à 3 GPa. Cette dernière correspond à celle trouvée lors des mesures de filiation effectuées sur la coupe de l'échantillon.

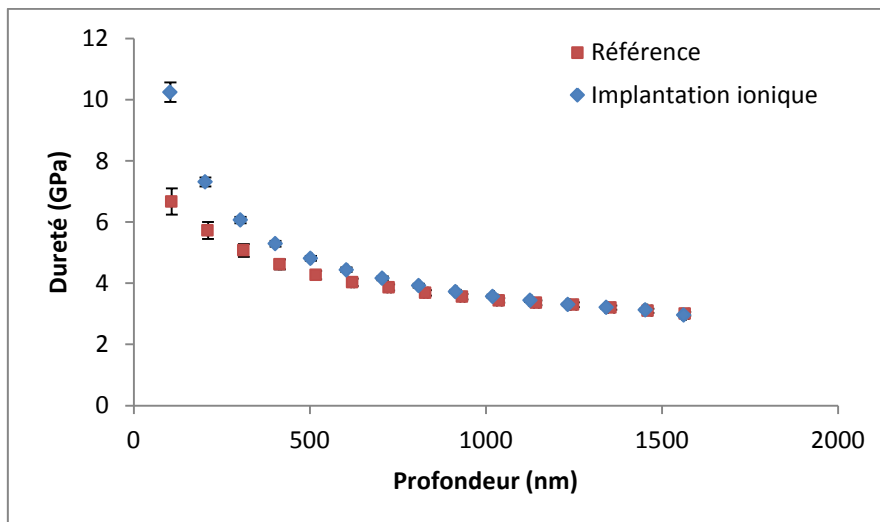


Figure 32 : Indentations des surfaces des aciers AISI 316L de référence et ayant subi une implantation ionique d'azote.

L'échantillon traité par implantation ionique d'azote présente un plus fort gradient que la plaque non traitée. Cependant, il reste difficile de se prononcer sur l'augmentation de la dureté en surface, induite par le traitement. En effet, les essais d'indentation pratiqués à de faibles profondeurs (souvent inférieures au micromètre) sont sujets à de nombreux phénomènes perturbateurs prenant place en surface. Parmi ces phénomènes, on compte l'effet de taille (*Indentation Size Effect – ISE*) qui correspond à l'augmentation de la dureté avec une décroissance de la profondeur d'indentation. Il n'est pas possible d'affirmer que l'effet de taille observé sur les 500 premiers nanomètres est le même pour le matériau implanté et le matériau non traité. De même, aucune hypothèse ne permet d'assurer que l'effet de taille et le durcissement du matériau sont deux phénomènes additifs. Il n'est donc pas

possible pour le moment de découpler ces deux effets et de calculer l'accroissement de dureté en surface réellement associée à l'implantation ionique.

II.2.4.1. Discussion

Le profil SDL présenté est semblable à ceux de la littérature puisque l'on retrouve un profil Gaussien pour l'Azote [9] tandis que des éléments comme le Fer, le Nickel et le Chrome présentent une légère variation sur la même plage de profondeurs [10]. La difficulté à décorrélérer les effets de taille et de polissage a déjà été rapportée dans la littérature dans le cas de l'acier 316L. Cet acier est connu pour présenter un fort écrouissage de surface après un polissage mécanique [11]. A titre d'exemple, Guemmaz *et al.* [10] ont noté une valeur de dureté égale à 5,5 GPa en surface pour un acier 316L poli mécaniquement alors que la dureté à cœur n'était que de 2 GPa. Pour notre échantillon, seul un polissage miroir a été effectué avant traitement : aucun polissage électrolytique n'a été effectué pour réduire l'écrouissage de surface. Une part de l'augmentation de la dureté en surface observée peut donc être attribuée à cet écrouissage de surface.

II.3. 316L - Origine 2

II.3.1. Etat initial et Traitements

Les échantillons se présentent sous la forme de disques de 20 mm de diamètre et d'environ 1,5 cm de hauteur. La Figure 33 présente les mesures EBSD réalisées sur une coupe transversale (*i.e.* le long de l'épaisseur). La microstructure est très différente de celles étudiées précédemment : le matériau est dans un état non recristallisé.

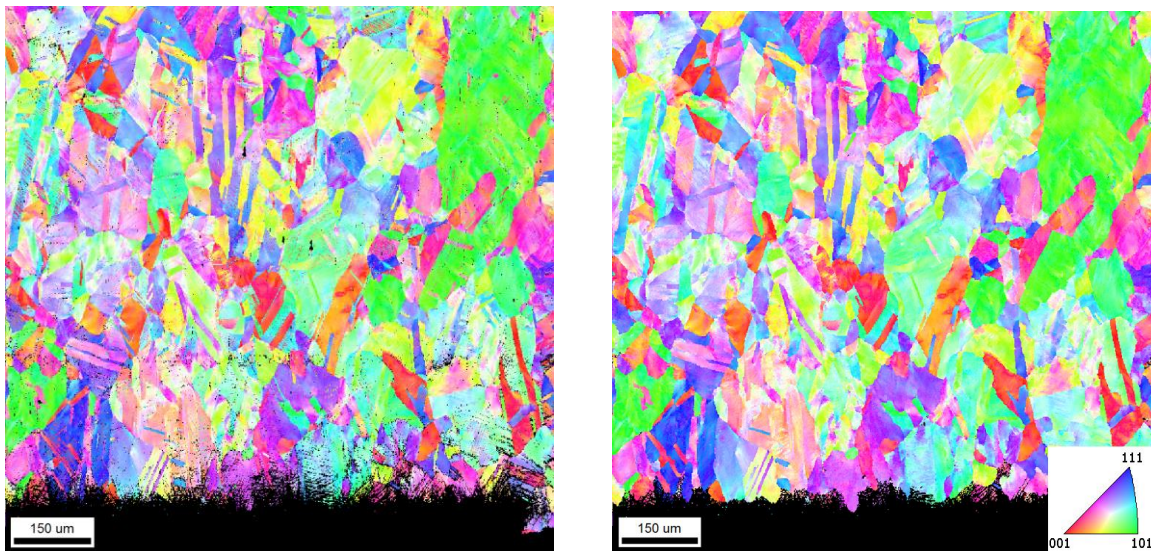


Figure 33 : Figure de pôle inverse [RD] obtenue par EBSD de l'échantillon de référence. La cartographie de gauche présente les résultats bruts tandis que celle de droite présente les résultats obtenus après la procédure de nettoyage.

Malgré les difficultés à indexer de nombreux points de mesures, les indices de confiance et de qualité d'image moyens restent élevés puisque respectivement égaux à 0,75 et 90. Cette difficulté

d'indexation et la présence de désorientations à l'intérieur des grains limitent l'exploitation quantitative des résultats EBSD. Un nettoyage des données a donc dû être effectué. La procédure suivie pour réaliser ce nettoyage est décrite dans la Section I.1.3.6. La Figure 34 montre la distribution des tailles de grains obtenue pour l'échantillon de référence. Cette distribution est bien plus hétérogène que celle obtenue pour l'acier 316L d'origine 3 (cf. Figure 24). Les diamètres des grains varient ici entre 4 et 180 μm environ. Le profil n'est plus de type Gaussien mais semble présenter deux types de populations : des grains dont la taille est comprise entre 4 et 10 μm et d'autres dont la taille est plutôt comprise entre 20 et 80 μm .

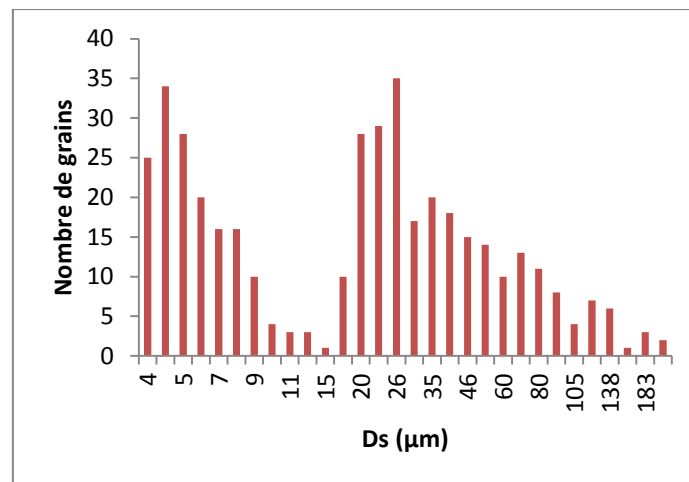


Figure 34 : Distribution des tailles de grains D_s de l'échantillon de référence. Les macles sont incluses dans les grains.

Les échantillons ont été polis miroir puis ont subi un grenailage de précontrainte. Les caractéristiques des différents traitements sont décrites dans le Tableau 5. Aucune correspondance n'a été donnée entre les intensités Almen et les conditions de traitement (*i.e.* nature des billes, diamètre, distance entre l'échantillon et la buse, pression et débit d'air). Ces conditions de traitement ont été choisies de manière à obtenir des intervalles de variations extrêmes au niveau des profondeurs impactées par le traitement.

Nom	Intensité Almen	Recouvrement
SP_1	20-30	100%
SP_2	20-30	200%
SP_3	20-30	400%
SP_4	40-50	100%
SP_5	40-50	200%
SP_6	40-50	400%

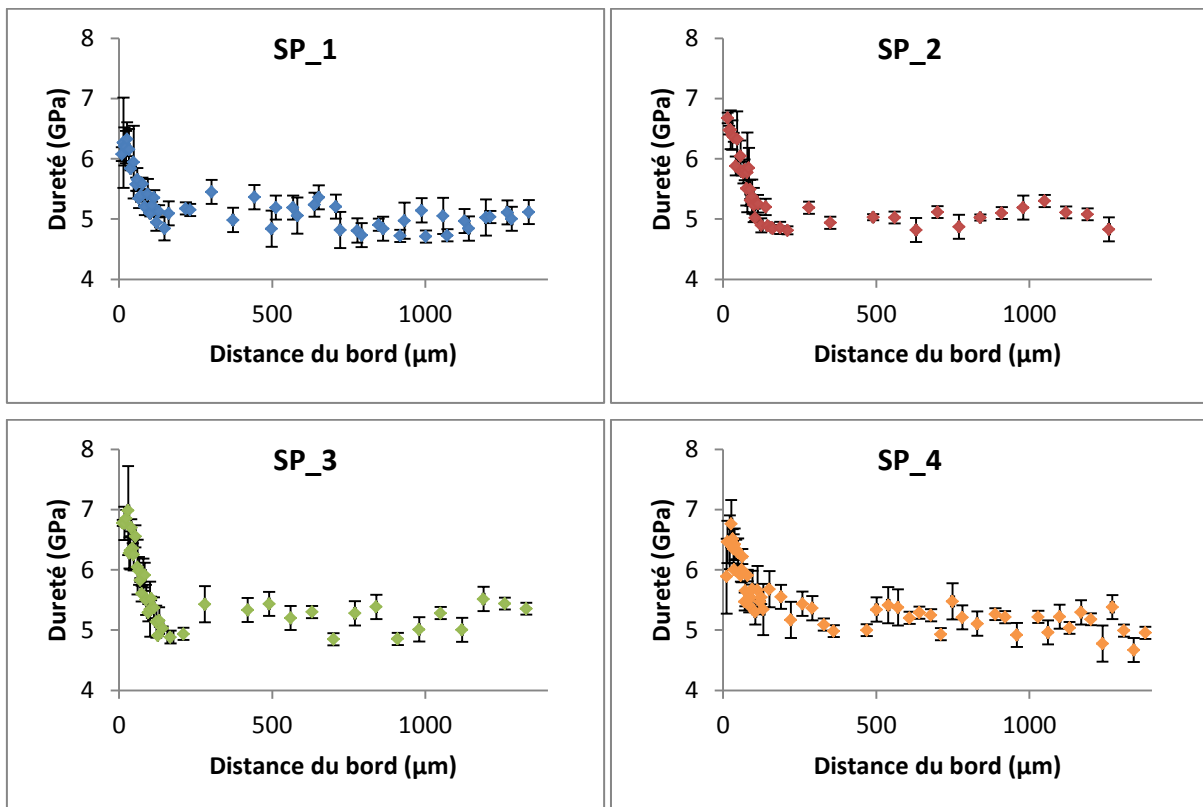
Tableau 5 : Conditions utilisées pour le grenailage de précontrainte de l'acier AISI 316L.

II.3.2. Profils d'indentation

Des profils d'indentation ont été réalisés sur la coupe de chaque échantillon. Les résultats sont présentés par condition dans la Figure 35. Les échantillons se distinguent surtout par la profondeur du gradient de dureté car leurs valeurs de dureté en surface sont proches (autour de 7 GPa en moyenne). L'échantillon nommé SP_1 présente la plus faible profondeur impactée puisque le gradient de dureté

prend place sur environ 130 μm . Les échantillons SP_2, SP_3, SP_4 et SP_5 présentent, quant à eux, une décroissance de la dureté sur respectivement 140 μm , 150 μm , 180 μm et 230 μm environ. L'échantillon SP_6 possède la plus grande profondeur impactée puisqu'elle est égale à 250 μm environ. Les duretés en surface sont similaires : environ 6,5 GPa pour SP_1, proche de 7,5 GPa pour la condition SP_6 et autour de 7 GPa pour les quatre autres conditions. Les échantillons présentent globalement une dureté 1,4 fois supérieure à celle du cœur de l'échantillon, égale à 5 GPa.

Globalement, l'augmentation de l'intensité Almen ou du taux de recouvrement impacte peu la valeur de la dureté en surface. De même, pour une même intensité, le doublement du taux de recouvrement a peu d'effet. C'est la multiplication par quatre du taux de recouvrement qui accroît le plus la profondeur impactée par le traitement. Cet effet est d'autant plus marqué que l'intensité Almen est haute. Il est intéressant de noter que les conditions choisies devaient permettre de maximiser les écarts entre les profondeurs impactées des différents échantillons. Or, ces premiers résultats montrent que les conditions choisies n'impactent pas fortement les distributions des profils de dureté.



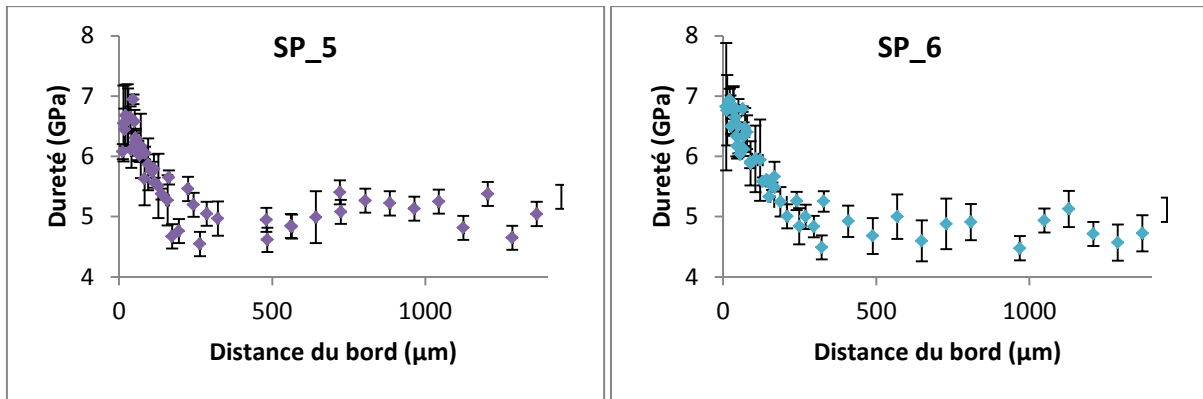


Figure 35 : Profils d'indentations réalisés sur des coupes d'AISI 316L grenailés selon 6 conditions de traitement différentes.

II.3.3. EBSD

La Figure 36 présente la cartographie des orientations d'une coupe transversale de l'échantillon SP_1. Le grenailage de précontrainte ne semble pas avoir d'impact sur les évolutions des désorientations en surface, de fragmentation ou d'accroissement du taux de maillage. En effet, visuellement, la distribution des désorientations moyennes des grains présents à 400 µm de profondeur semble *quasi* similaire à celle correspondant aux grains situés à 5 µm du bord. Afin d'observer plus finement l'évolution de la microstructure après traitement, les pas utilisés pour les mesures EBSD ont été réduits d'un facteur 2, comme l'illustre l'agrandissement de la Figure 36. Cela a permis de souligner la présence de bandes de glissement en proche surface mais également au cœur de l'échantillon.

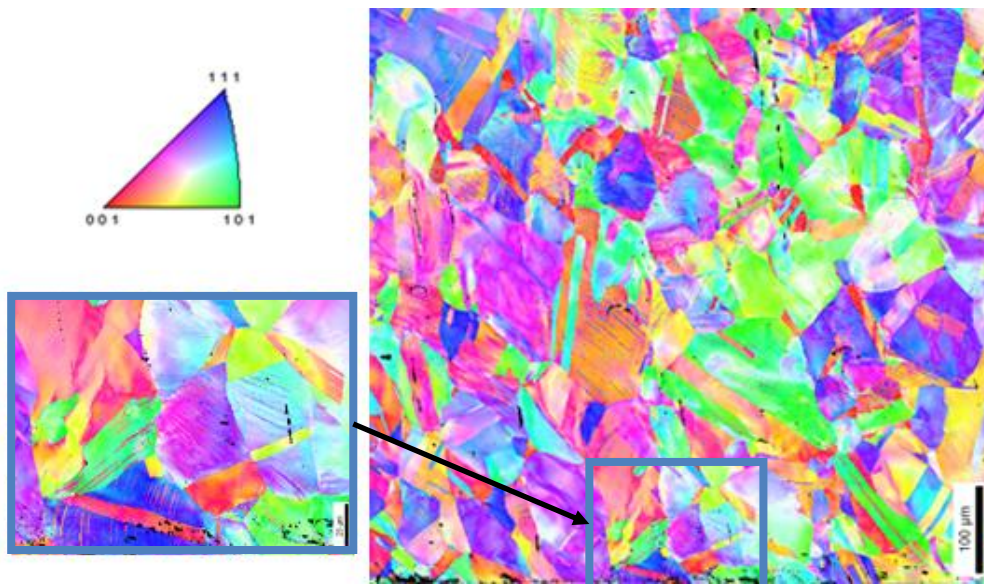


Figure 36 : Figure de pôle inverse [RD] obtenue par EBSD de l'échantillon SP_1.

Les désorientations locales ont été calculées pour mieux cerner les possibles différences de désorientations entre les échantillons. La Figure 37 et la Figure 38 présentent les cartographies obtenues pour l'échantillon de référence et les échantillons traités avec les conditions SP_1, SP_3 et SP_6. L'échantillon de référence et l'échantillon SP_1 possèdent des désorientations locales similaires : à l'intérieur des grains, les désorientations sont majoritairement comprises entre 0 et 6°

tandis qu'aux joints de grains des désorientations comprises entre 5 et 15° semblent dominer. La cartographie de l'échantillon SP_3 se distingue des deux précédentes par la présence de fortes désorientations (supérieures à 15°) à partir du bord de la surface jusqu'à environ 50 µm de profondeur. Cet effet est encore plus important pour l'échantillon SP_6 où les fortes désorientations sont présentes sur environ 150 µm de profondeur. Après les 150 premiers micromètres de profondeur, de fortes désorientations sont encore détectées à l'intérieur des grains et près des joints de grains mais de manière beaucoup plus ponctuelle. Ces premières observations semblent indiquer que le traitement tend à impacter la microstructure du matériau.

Ces premières observations, de nature qualitative, ont été confirmées à l'aide d'une quantification des différents phénomènes (évolution de la taille des grains, de la distribution des désorientations, *etc.*)

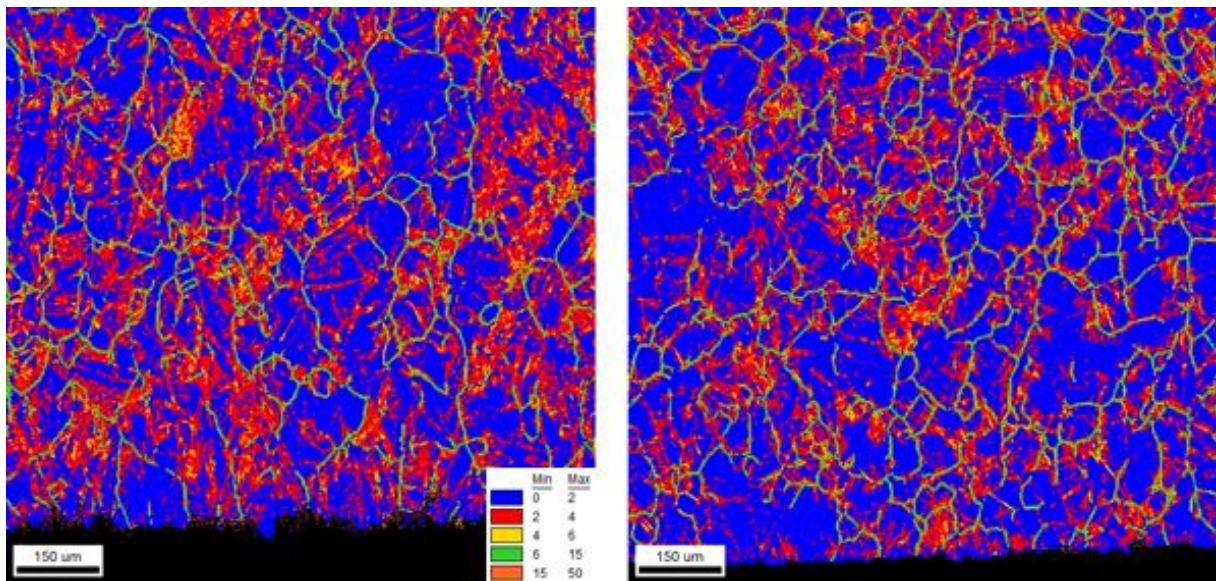


Figure 37 : Cartographies des désorientations locales de l'échantillon de référence (à gauche) et de l'échantillon SP_1 (à droite).

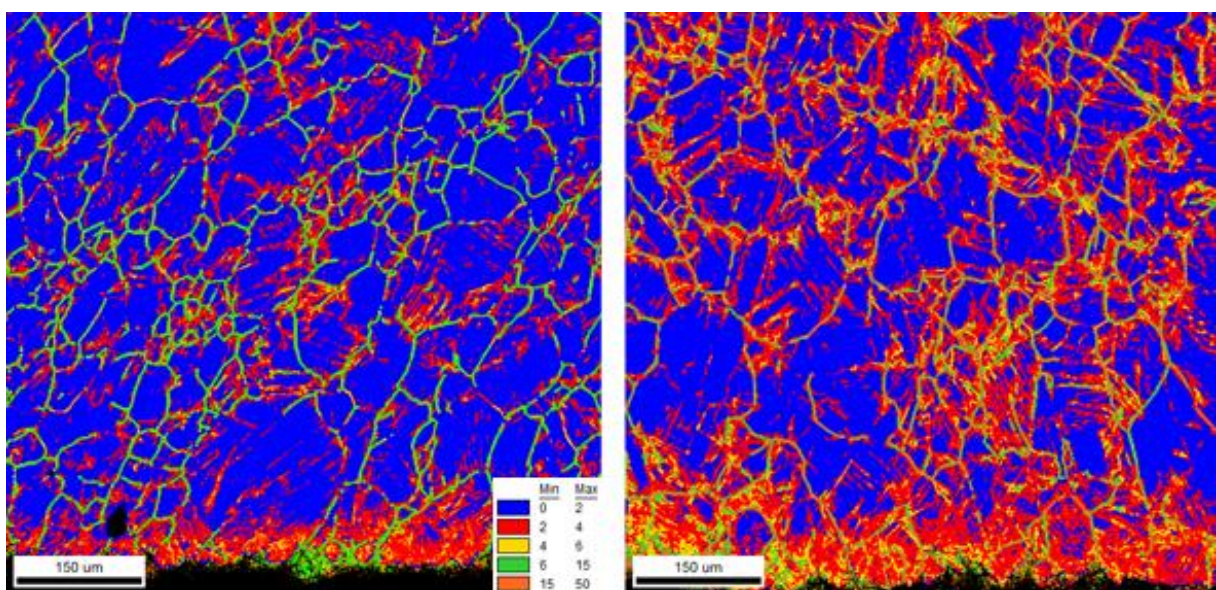


Figure 38 : Cartographies des désorientations locales de l'échantillon SP_3 (à gauche) et de l'échantillon SP_6 (à droite).

Les profils d'indentation ont permis de constater que les différentes conditions de traitements ont donné lieu à des profondeurs impactées plus ou moins importantes, comprises entre 130 μm et 250 μm . Lors des analyses EBSD, ces profondeurs ont été utilisées pour délimiter les zones d'étude. Dans le cas de l'échantillon SP_1, la zone par la suite nommée « Zint » correspond à l'aire impactée par le traitement. Cette zone débute au bord de l'échantillon et s'étend sur une profondeur de 130 μm . Quant à la seconde zone, elle suit la première : elle débute donc à 130 μm et se termine à 260 μm du bord. Comme les profondeurs impactées par le traitement sont différentes selon les échantillons, les largeurs des zones étudiées ont été choisies de manière à avoir des aires de tailles similaires.

Pour chaque zone supposée avoir été impactée par le traitement, un calcul du diamètre des grains a été réalisé en incluant les macles dans les grains ou en les considérant comme des grains (suivant la procédure décrite dans la Section I.1.3.4). Un calcul similaire est également effectué hors de la zone impactée et sur des échantillons non traités pour observer l'évolution des diamètres des grains. L'histogramme présenté dans la Figure 39 regroupe les diamètres moyens calculés en incluant les macles dans les grains. Les moyennes et écart-types indiqués ont été calculés en utilisant trois mesures par condition d'essai. Des profils similaires ont été obtenus dans le cas où les macles sont considérées comme des grains à part entière.

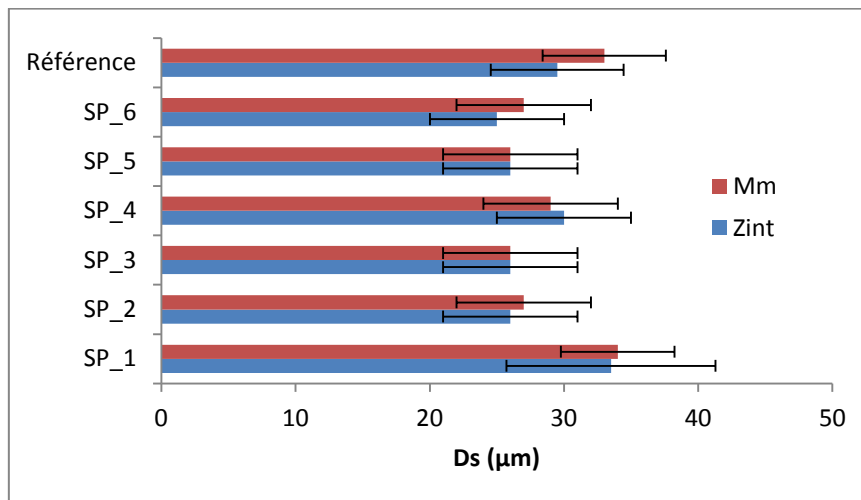


Figure 39 : Histogramme des diamètres des grains où Ds est le diamètre des grains en incluant les macles à l'intérieur des grains. Le nom Zint (respectivement Mm) correspond à la zone affectée (respectivement non affectée) par le traitement de grenailage de précontrainte.

L'analyse conjointe des moyennes et des écarts-types indique que les grains présentent un diamètre moyen environ égal à 29 μm , à l'état initial et quelles que soient les conditions du grenailage.

Un examen plus poussé du graphique semblerait montrer qu'en moyenne les tailles de grains des conditions 2, 3, 5 et 6 sont légèrement plus faibles que celles des conditions 1 et 4, ce qui tendrait à montrer qu'un plus fort recouvrement entraîne une légère réduction de la taille des grains. Cependant, cette baisse n'est pas significative puisqu'elle reste de l'ordre des écarts-types des mesures. En outre,

les zones « Mm » correspondant à ces échantillons présentent également une plus faible taille des grains. Cette différence peut donc être également due à l'hétérogénéité du matériau.

La Figure 40 présente la désorientation moyenne des grains dans le matériau, à l'état initial et pour les six traitements. En incluant les macles dans les grains, les désorientations sont majoritairement comprises entre 0° et 6° . La fraction des grains possédant des désorientations supérieures à 8° est *quasi* nulle. Il existe une dispersion des valeurs moyennes des fractions présentant des angles compris entre 0 et 6° mais elle reste comprise dans l'écart-type. Ces résultats sembleraient indiquer qu'il n'y a pas de modifications significatives des orientations induites par le grenailage quelles que soient les conditions adoptées pour le traitement.

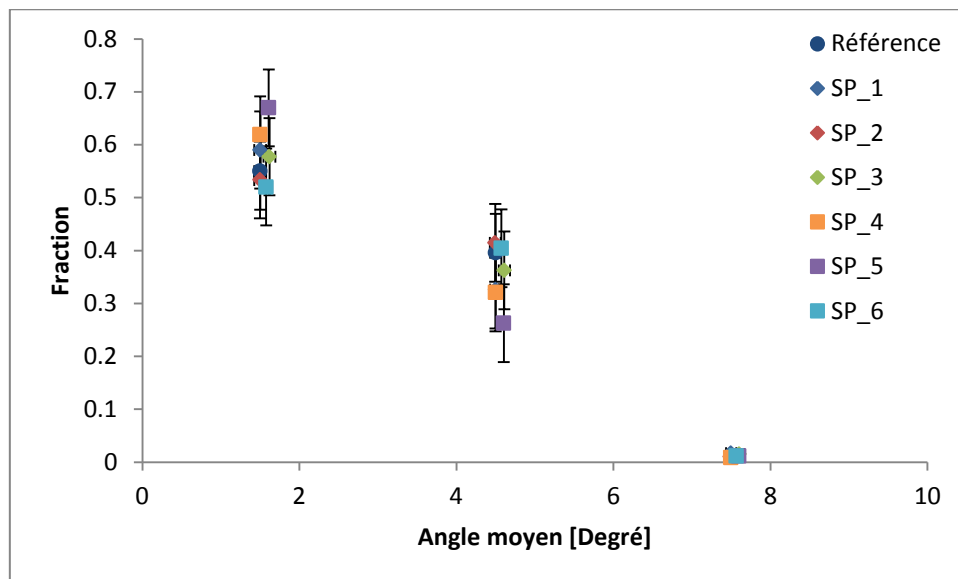


Figure 40 : Désorientation moyenne dans un grain d'un acier AISI 316L grenailé selon 6 conditions.

De manière similaire, les valeurs moyennes de fraction de grains sont différentes selon les traitements pour des valeurs de dispersion d'orientation comprises entre 0 et 10° (cf. Figure 41). Cependant, ces différences de valeurs restent comprises dans les écarts-types. La dispersion des orientations ne semble donc pas être modifiée par le grenailage. Enfin, la Figure 42 indique que les désorientations aux joints de grains suivent la même tendance : le grenailage ne semble pas avoir d'effet notable sur la microstructure à l'échelle étudiée.

Des résultats sensiblement différents ont été trouvés lors de l'observation des cartographies des désorientations locales (cf. Figure 38) et lors de l'étude quantitative des modifications à l'échelle des grains. Ces différences peuvent s'expliquer de la manière suivante. Tout d'abord, la simple observation des cartographies ne permet pas de tenir compte des variations entre zones d'étude. En effet, le matériau n'étant pas totalement recristallisé, des différences de désorientations apparaissent entre zones d'études. C'est pourquoi nous avons souhaité réaliser une étude quantitative. Il pourrait être avancé que les différences constatées proviennent des quantités observées. En effet, l'étude

quantitative présente des désorientations moyennées pour un grain sur des zones étendues et non les désorientations locales. Cependant, les valeurs des désorientations locales ont également été traitées de manière quantitative et présentent les mêmes tendances. Il semblerait donc que ce soit la taille des zones d'étude qui induisent ces différences de résultats. En effet, les études quantitatives présentent des valeurs moyennées sur une certaine zone. Il semble que la dispersion des désorientations des grains sur ces zones tend à « noyer » les effets du traitement constatés à l'aide des cartographies. Ces observations permettent également de souligner les différences entre les résultats EBSD et ceux fournis par la filiation. A titre d'exemple, pour l'échantillon SP_3, le profil de dureté indique une profondeur impactée par le traitement environ égale à 150 μm alors que des désorientations locales ont été perçues sur une profondeur de 50 μm seulement.

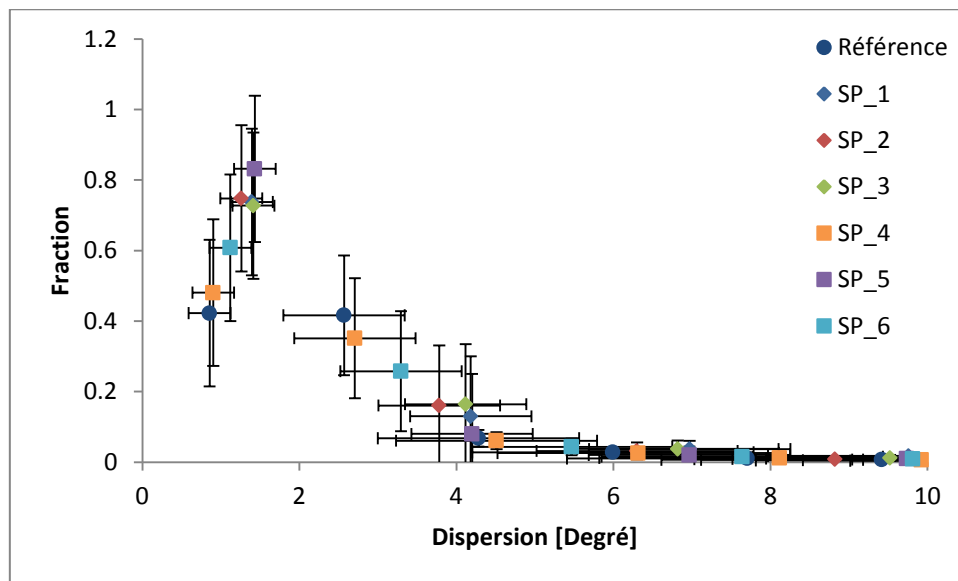


Figure 41 : Dispersion des orientations dans un grain d'un acier AISI 316L grenailé selon 6 conditions.

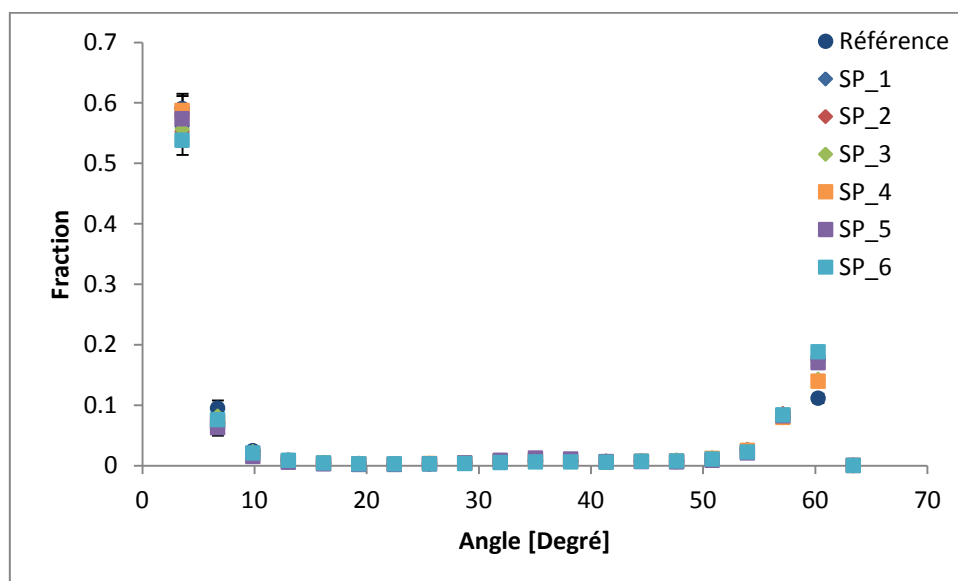


Figure 42 : Désorientations des joints de grains de l'acier AISI 316L grenailé selon 6 conditions.

II.3.4. Discussion

Les résultats fournis par les filiations de dureté semblent montrer que l'augmentation de l'intensité Almen ou du taux de recouvrement n'impacte que peu la valeur de la dureté en surface. Leurs effets sont bien plus grands sur la profondeur impactée par le traitement. Child *et al.* [12] ont également examiné l'évolution de la dureté mais pour des intensités Almen comprises entre 4 et 10 A. Lors de leurs essais, ils ont noté un léger accroissement des valeurs de dureté en surface avec l'augmentation de l'intensité de grenailage : l'échantillon grenailé avec des intensités de 4-6 A présentaient une dureté en surface environ égale à 480 HV_{0,05} contre une dureté de 515 HV_{0,05} pour l'échantillon traité avec un intensité de 8-10 A. L'augmentation de l'intensité Almen avait un effet nettement plus important sur la profondeur impactée : l'échantillon traité avec 4-6 A présentait une évolution de la dureté sur environ 90 µm tandis que l'échantillon traité avec 8-10 A présentait une évolution sur approximativement 250 µm. Les résultats de cette étude possèdent donc les mêmes tendances que les nôtres même si la comparaison reste limitée : l'étude de Child *et al.* porte sur un superalliage de nickel grenailé avec des intensités dix fois inférieures à celles que nous avons testées.

La faible taille de la base expérimentale ne permet pas de généraliser sur l'effet du taux de recouvrement et de l'intensité Almen sur la microstructure ou sur la dureté. Néanmoins, elle permet de montrer que les effets du traitement sur l'évolution de la dureté ou sur la microstructure ne correspondent pas forcément aux mêmes échelles. En effet, la dureté évolue entre 130 et 250 µm alors que les désorientations locales observées ne concernent que des profondeurs bien inférieures dont le maximum est 150 µm.

II.4. 316L – Origine 3

II.4.1. Etat initial et Traitements

Les échantillons se présentent sous la forme de disques de 16 mm de diamètre et d'environ 1,3 cm de hauteur. La Figure 43 présente des figures de pôle obtenues sur une coupe transversale de cet acier. La microstructure et la qualité d'indexation sont similaires à celles obtenues pour l'acier d'origine 1. Les indices de confiance et de qualité d'image sont égaux à 0,8 et 90. Le matériau se présente sous un état recristallisé avec la présence de nombreuses macles.

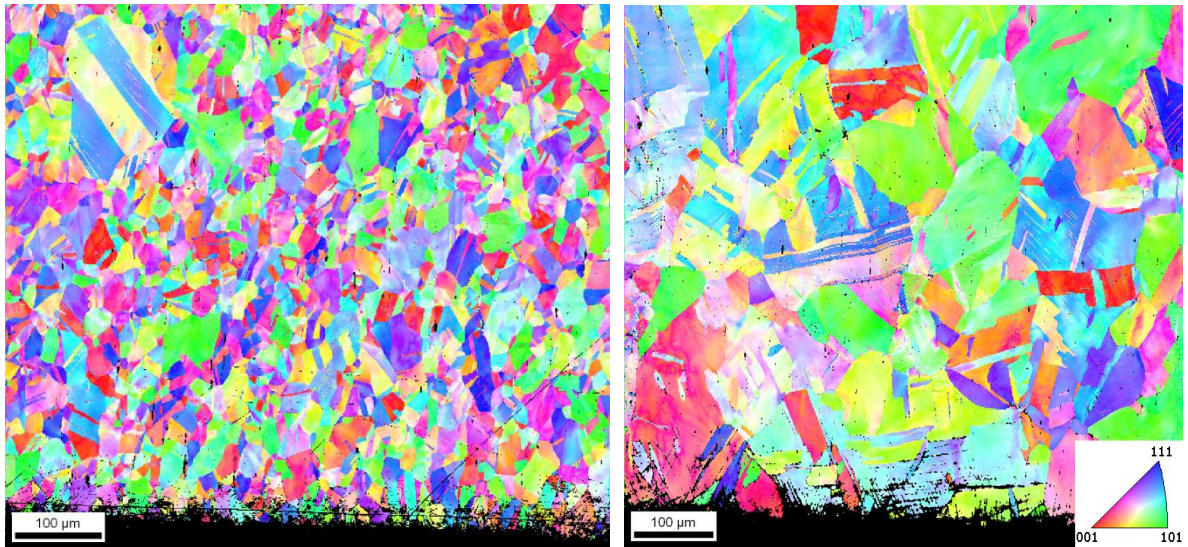


Figure 43 : Figures de pôle inverse [RD] obtenue par EBSD de l'échantillon d'acier AISI 316L d'origine 3.

Les désorientations locales (*cf.* Figure 44) sont faibles puisque majoritairement comprises entre 0 et 2°, avec quelques zones où les désorientations peuvent avoisiner les 4 degrés. Les désorientations locales sont comprises entre 6 et 15° au voisinage des joints de grains. En revanche, contrairement à la microstructure de l'acier d'origine 1, le matériau fourni présente une importante dispersion des tailles de grains : certaines zones contiennent des grains de tailles moyennes ($\approx 15 \mu\text{m}$ de diamètre) tandis que d'autres zones contiennent des grains de très grandes tailles ($\approx 150 \mu\text{m}$ de diamètre). Les distributions des tailles de grains des cartographies présentées dans la Figure 43 (et Figure 44) sont représentées dans la Figure 45.

Comme cette dispersion de tailles peut introduire un biais dans l'analyse de l'effet du traitement sur la microstructure, seuls les résultats correspondant aux zones contenant des grains de tailles moyennes sont par la suite discutés. Les zones contenant de fortes tailles de grains ont également été analysées et présentent des résultats similaires.

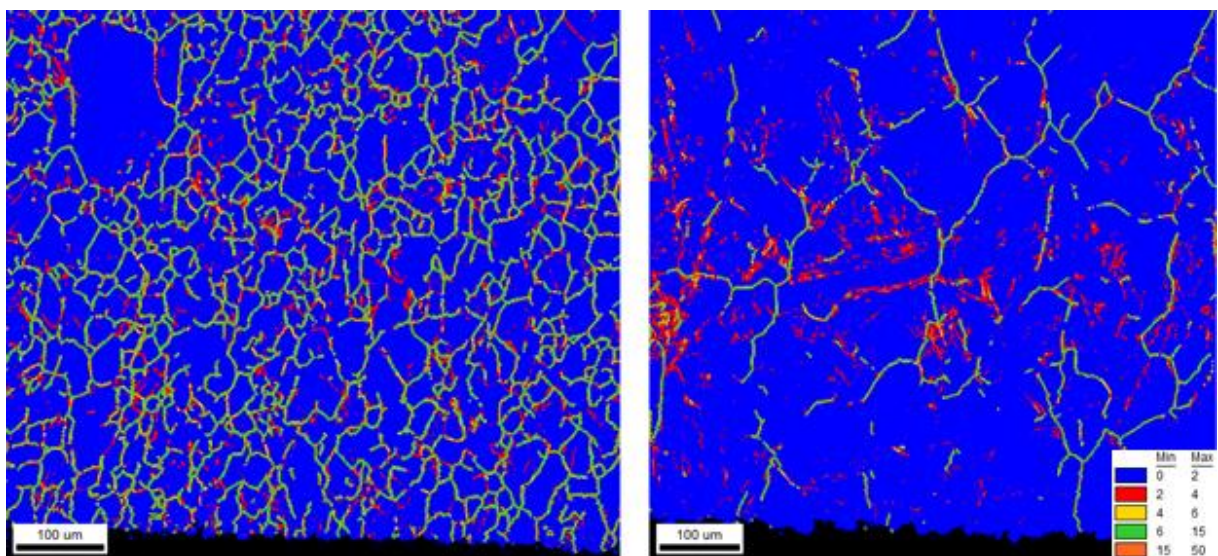


Figure 44 : Cartographie des désorientations locales l'échantillon d'acier AISI 316L d'origine 3.

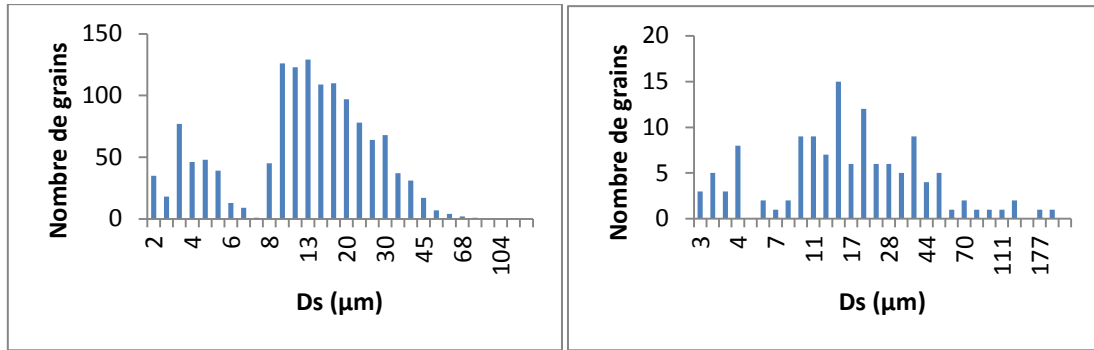


Figure 45 : Distributions des tailles de grains des cartographies présentées dans les Figure 43 et Figure 44. Les macles sont incluses dans les grains.

Les échantillons d'Origine 3 ont été polis miroir puis grenaillés par ultrasons selon les conditions décrites dans le Tableau 6. Ces conditions ont été choisies de manière à avoir un large panel de profondeurs impactées par ce traitement.

Nom	Nature des billes	Diamètre (mm)	Hauteur crête à crête (μm)	Recouvrement (%)
USP_1	304L	1	30	100
USP_2	304L	2	30	100
USP_3	304L	2	60	100
USP_4	100C6	2	60	100
USP_5	100C6	2	80	100
USP_6	100C6	2	60	1000
USP_7	100C6	2	60	10000
USP_8	100C6	1	60	100

Tableau 6 : Conditions utilisées pour le grenaillage à ultrasons de l'acier AISI 316L.

II.4.2. Profils d'indentation

Les profils d'indentation réalisés sur la coupe de chaque échantillon sont présentés, par condition, dans la Figure 46. Chaque point de profil provient d'une moyenne de tests effectués sur la tranche de l'échantillon comme indiqué dans la procédure décrite dans la Section I.1.5.2, à l'exception du premier point. Ce dernier a été réalisé en indentant directement la surface traitée (et non sa coupe). Cette différence de procédure s'explique par le besoin d'accéder à la dureté en surface pour pouvoir identifier le gradient de dureté. En effet, pour les premières conditions d'essais, les gradients de duretés sont tellement faibles qu'il est primordial d'avoir accès à un point proche de la surface pour pouvoir réellement observer l'effet du traitement. Ces premiers points proviennent de la moyenne de 50 essais. Ils présentent en moyenne de forts écarts-types car certaines conditions de traitement ont engendré des rugosités très importantes en surface (*cf.* Chapitre III). C'est par exemple le cas pour l'échantillon USP_7 où la valeur de dureté en surface a un écart-type trop important (≈ 2 GPa) pour apporter une quelconque information. Néanmoins, cette valeur n'a pas été supprimée pour permettre une comparaison complète des résultats des échantillons.

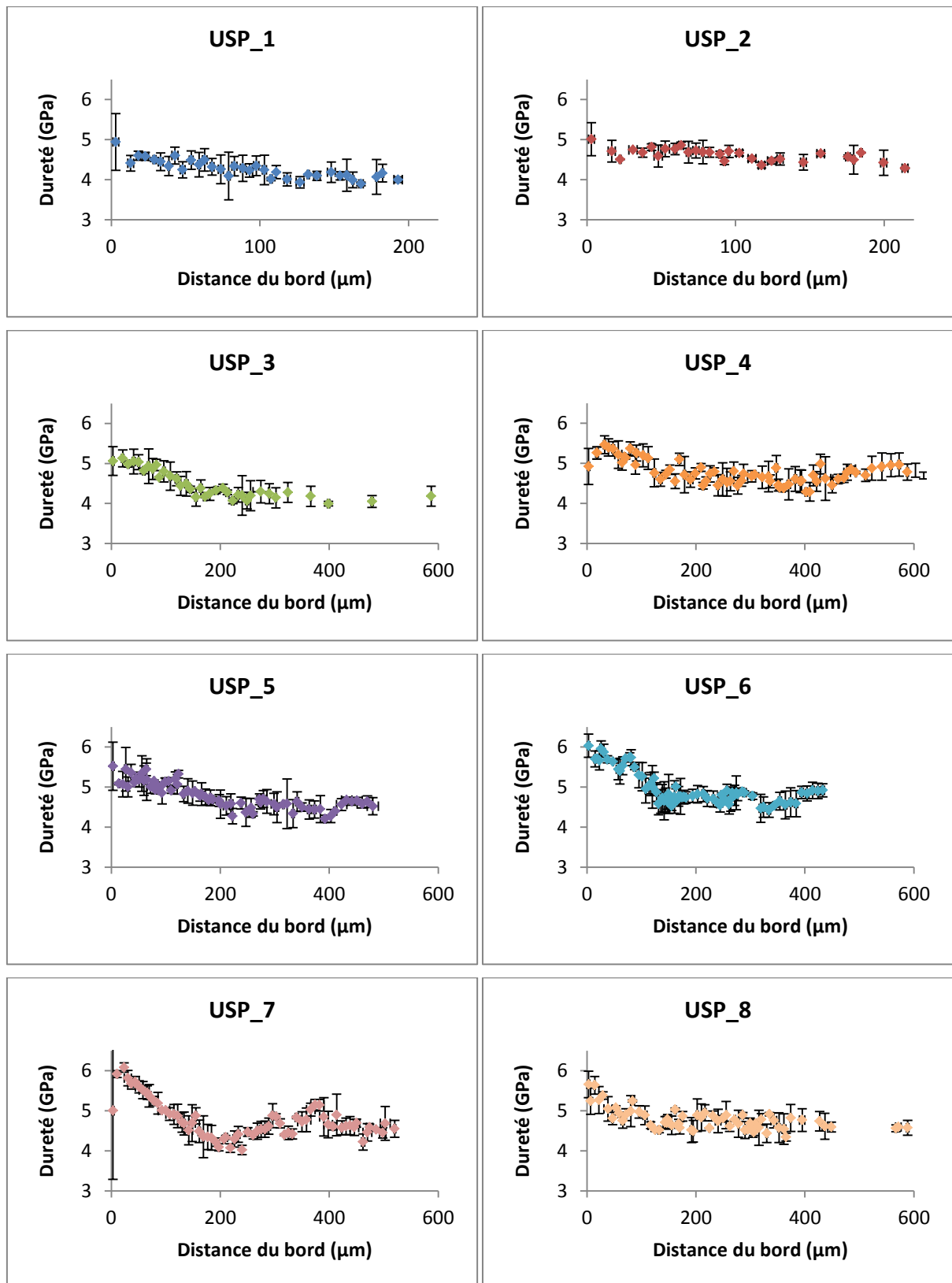


Figure 46 : Profils d'indentations réalisés sur des coupes d'AISI 316L grenailés par ultrasons selon 8 conditions.

Les profils (hors point initial) présentent globalement des écarts-types assez importants, pouvant parfois atteindre 1 GPa. Ces écarts peuvent être dus à l'hétérogénéité de la microstructure. Des différences de taille de grains entre zones et des différences de recristallisation peuvent engendrer des

différences de dureté. Les tests effectués sur un échantillon de référence ont engendré le même ordre de grandeur pour les écarts-types et semblent donc confirmer cette explication.

Les échantillons ont des duretés en surface assez proches puisqu'elles se situent entre 5 et 6 GPa. La dureté au cœur des échantillons étant de l'ordre de 4,3 GPa, le grenailage par ultrasons engendre donc une augmentation de la dureté d'un facteur compris entre 1,2 et 1,4. Les gradients de dureté semblent présenter une décroissance de type linéaire quelles que soient les conditions de traitement utilisées. Les différences entre échantillons se manifestent surtout au niveau de la profondeur impactée par le traitement. Les échantillons USP_1 et USP_2 ont les plus faibles profondeurs impactées, respectivement égales à 30 et 50 μm environ. Les échantillons USP_4 et USP_8 présentent quant à eux une variation de la dureté sur des profondeurs environ égales à 130 et 150 μm . Les échantillons USP_3, USP_6 et USP_7 ont une profondeur impactée similaire, approximativement égale à 200 μm . L'échantillon USP_5 présente la plus forte variation de la dureté puisqu'elle varie sur une profondeur d'environ 250 μm .

D'après ces résultats, il semblerait que changer le matériau des billes n'impacte pas la dureté en surface ou son gradient en profondeur (*cf.* profils des échantillons USP_3 et USP_4). L'effet de l'augmentation du diamètre peut être examiné à l'aide des échantillons USP_1 et USP_2 grenailés avec les billes en acier 304L et les échantillons USP_4 et USP_8 pour les échantillons grenailés avec les billes en acier 100C6. Pour les deux matériaux des billes, l'augmentation du diamètre induit un accroissement de la profondeur impactée. Elle augmente d'environ 30 à 50 μm pour les échantillons grenailés avec l'acier 304L et est encore plus marquée pour l'autre couple d'échantillons puisque la profondeur augmente de 130 μm à 200 μm . En revanche, aucune variation de la dureté en surface n'est détectée. L'effet du taux de recouvrement est examiné à l'aide des résultats des échantillons USP_4, USP_6 et USP_7. Il semble qu'une augmentation du taux de recouvrement n'induit pas de modification de la profondeur impactée mais provoque une augmentation de la dureté en surface. Cet effet est marqué pour un accroissement du taux de recouvrement de 100% à 1000%, où la dureté en surface a augmenté de 5 GPa à 6 GPa. Toutefois, la dureté en surface reste constante lors de la hausse du taux de recouvrement de 1000% à 10 000%. Un phénomène de saturation semble prendre place. Enfin, l'augmentation de l'amplitude de vibration de la sonotrode peut être investiguée à l'aide de l'observation des échantillons USP_2 et USP_3 pour ceux impactés avec les billes en acier 304L, et les échantillons USP_4 et USP_5 pour ceux traités avec les billes en acier 100C6. Les profils d'indentation indiquent que l'augmentation de l'amplitude ne modifie pas la dureté en surface. En revanche, cette augmentation a un très fort effet sur la profondeur impactée. Cette dernière augmente de 150 μm lors du passage de 30 à 60 μm d'amplitude pour les billes 304L, et de 50 μm pour un accroissement d'amplitude de la sonotrode de 60 à 80 μm , avec les billes en acier 100C6.

II.4.3. EBSD

Les cartographies d'orientation et de désorientations locales des échantillons USP_1 à USP_6 et de l'échantillon USP_8 semblent indiquer que les différents traitements effectués n'affectent pas la microstructure, comme l'illustrent la Figure 47 et la Figure 48 présentant les cartographies obtenues pour l'échantillon USP_4. Les tailles de grains ainsi que les désorientations locales semblent être similaires à celles observées pour l'échantillon de référence. En effet, les désorientations locales sont globalement faibles puisque majoritairement comprises entre 0 et 2° tandis que les désorientations aux joints de grains sont comprises entre 6 et 15°. En revanche, la condition 7 semble avoir fortement impacté la microstructure sur les 200 premiers micromètres (*cf.* Figure 47 et Figure 48). Cet impact reste cependant difficile à examiner car l'indexation de cette zone est très mauvaise. Les quelques points indexés semblent dévoiler une diminution de la taille des grains. Il s'agit peut être d'un début de nanocrystallisation de la surface. Sur les 50 premiers micromètres, il est impossible de distinguer la structure du matériau car le nombre de diagramme de Kikuchi acquis est quasiment nul. Entre 50 et 150 µm de profondeur, des désorientations comprises entre 4 et 50° sont observées. Puis entre 150 et 250 µm de profondeur, les désorientations locales sont principalement comprises entre 0 et 4°, avec des désorientations aux joints de grains comprises entre 6 et 15°. Au-delà de 250 µm de profondeur, les désorientations observées sont similaires à celles du matériau de référence.

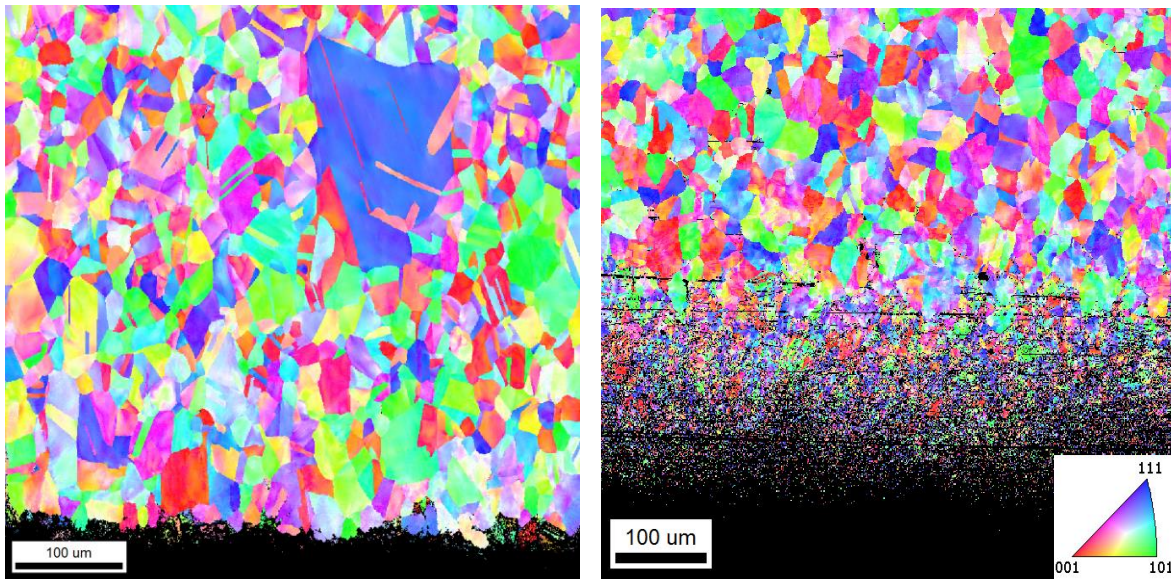


Figure 47 : Figure de pôle inverse [RD] obtenue par EBSD de l'échantillon d'acier AISI 316L grenailé par ultrasons avec, à gauche (respectivement à droite) la condition 4 (respectivement 7).

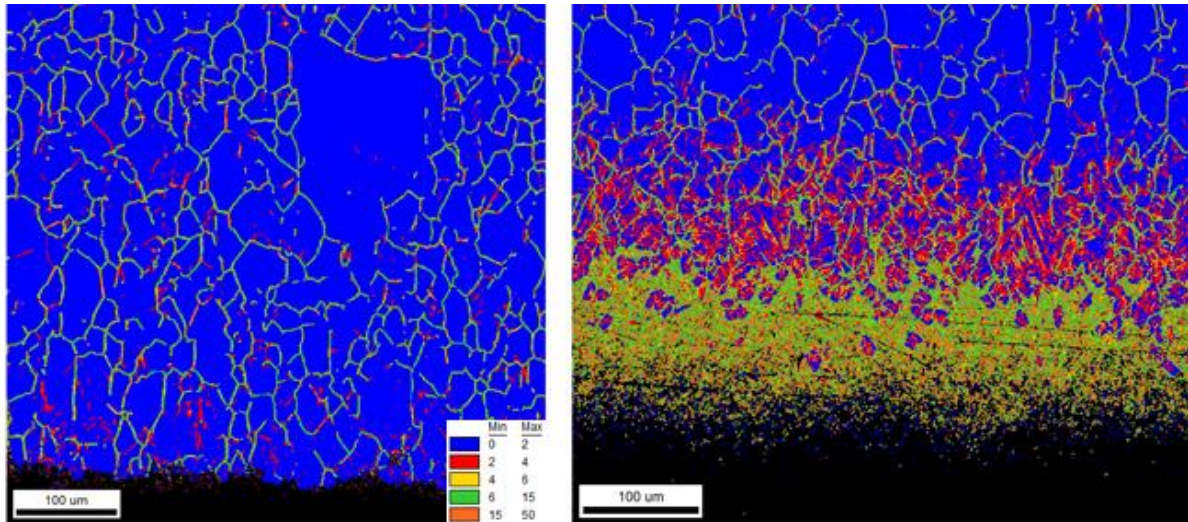


Figure 48 : Cartographies des désorientations locales pour les échantillons USP_4 (à gauche) et USP_7 (à droite).

Suite à ces premières observations, une étude qualitative a été menée sur les différents échantillons. Les résultats de l'échantillon USP_7 ne sont pas inclus dans cette étude quantitative à cause de la trop faible qualité des résultats EBSD. La Figure 49 montre les tailles moyennes de grains obtenues en incluant les macles à l'intérieur des grains, pour les différentes conditions de traitement. La taille moyenne des grains est environ égale à 20 µm. Seules les échantillons USP_1 et USP_2 s'écartent de cette moyenne avec des tailles de grains respectivement égales à 17 µm et 29 µm. Ces différences restent néanmoins de l'ordre de l'écart-type. Les dispersions des tailles de grains semblent varier de condition de traitement en condition de traitement : l'échantillon USP_4 présente par exemple une bien plus faible dispersion des tailles de grains que l'échantillon USP_8. De même, on note des différences de dispersion des tailles de grains entre les zones traitées et les zones non traitées des échantillons. Cependant, comme indiqué précédemment, le matériau à l'état initial présente une dispersion importante de la taille des grains. Il n'est donc pas possible d'établir un lien entre les différences de dispersion ou de valeurs moyennes des tailles de grain et les conditions de traitement étudiées. Il semble que les conditions de traitement étudiées n'aient pas eu d'effet sur la taille moyenne des grains (excepté pour l'échantillon USP_7 mais la dégradation de la qualité des cartographies ne permet pas son étude).

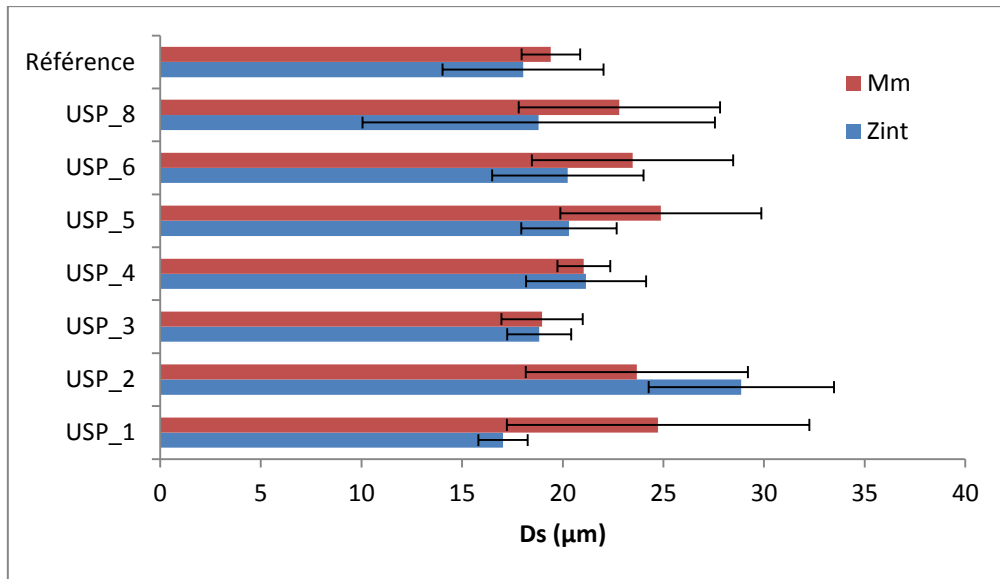


Figure 49 : Histogramme des diamètres des grains où Ds est le diamètre des grains en incluant les macles à l'intérieur des grains. Le nom Zint (respectivement Mm) correspond à la zone affectée (respectivement non affectée) par le traitement.

Les désorientations moyennes à l'intérieur des grains restent inférieures à 2° pour l'ensemble des grains, lorsque les macles sont incluses dans les grains (*cf.* Figure 50). Cette valeur est très faible et semble confirmer les observations précédentes. La Figure 51 présente les dispersions des orientations dans les grains, avec l'inclusion des macles dans les grains. Les dispersions sont majoritairement comprises entre 0 et 8° pour l'ensemble des traitements étudiés. Une faible fraction de grains présente des angles de dispersion entre 20 et 30° environ, mais cela concerne l'ensemble des traitements ainsi que l'échantillon de référence.

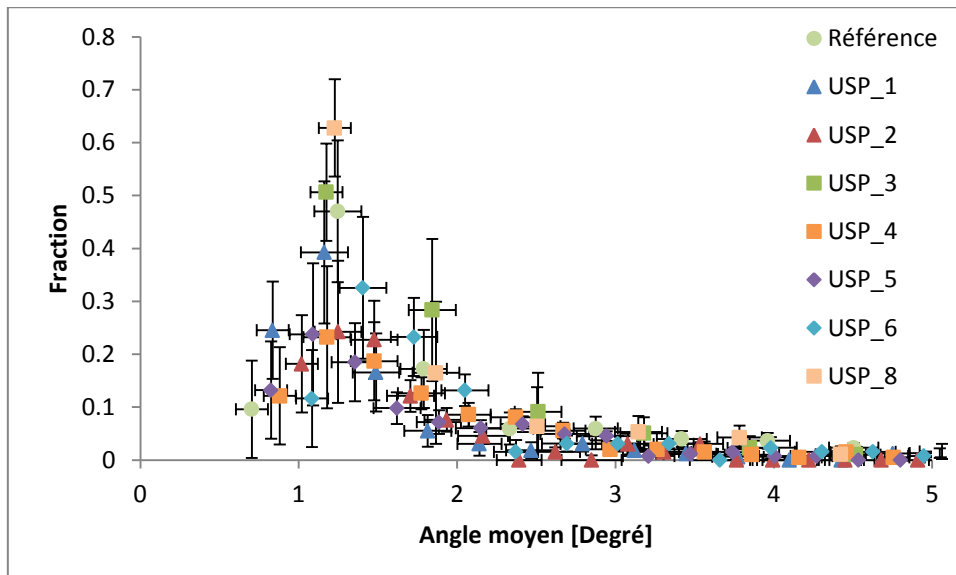


Figure 50 : Désorientation moyenne dans un grain d'un acier AISI 316L grenaille par ultrasons selon 7 conditions.

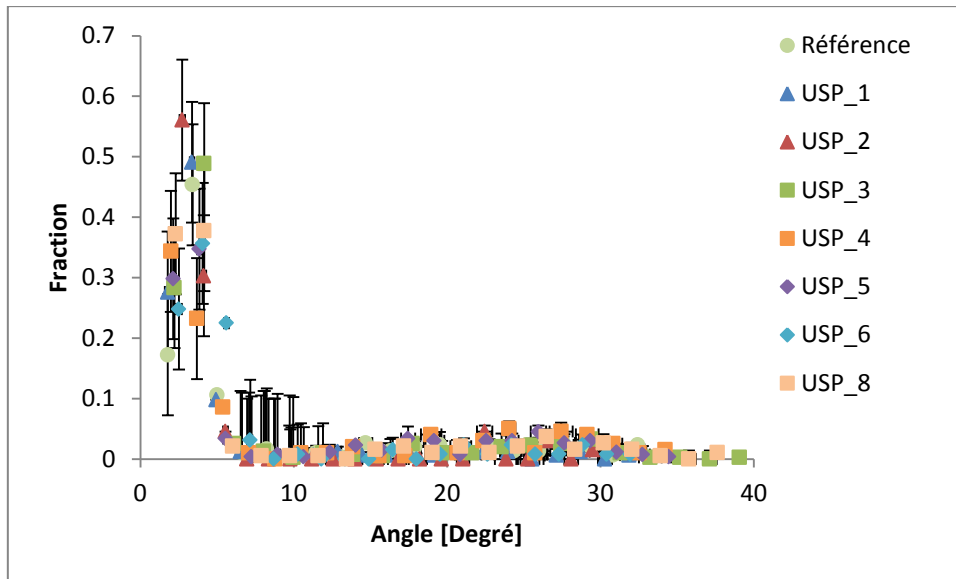


Figure 51 : Dispersion des orientations dans un grain d'un acier AISI 316L grenaillé par ultrasons selon 7 conditions.

Enfin, la Figure 52 présente les résultats obtenus pour les désorientations aux joints de grains. Les résultats sont similaires à ceux obtenus pour les études précédentes : avec ou sans traitement, les désorientations aux joints de grains restent principalement inférieures à 10°. Le petit pic vers 60° correspond une fois encore à la présence de macles dans le matériau.

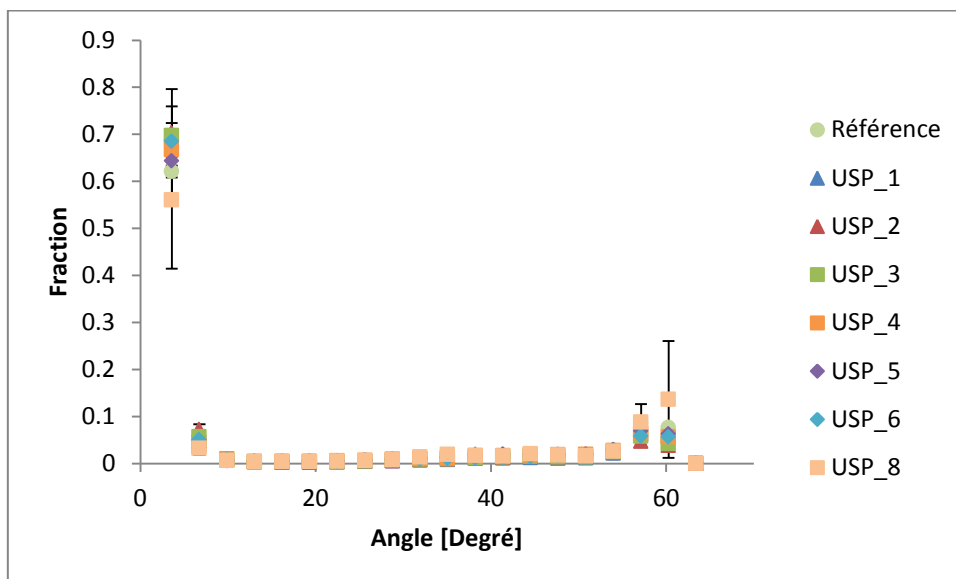


Figure 52 : Désorientations des joints de grains de l'acier AISI 316L grenaillé par ultrasons selon 7 conditions.

II.4.4. Contraintes résiduelles

Les contraintes résiduelles ont été mesurées suivant la technique décrite dans la Section I.1.7. La Figure 53 présente un exemple de pic de diffraction obtenu pour l'échantillon USP_1 ainsi que la droite obtenue lors de la régression linéaire 2θ versus $\sin^2\psi$ réalisée pour déterminer les contraintes résiduelles. Les résultats de cet échantillon sont représentatifs de l'ensemble des mesures effectuées :

le rapport signal-bruit obtenu lors des mesures par diffraction des rayons X est non négligeable mais les pics de diffraction restent facilement identifiables.

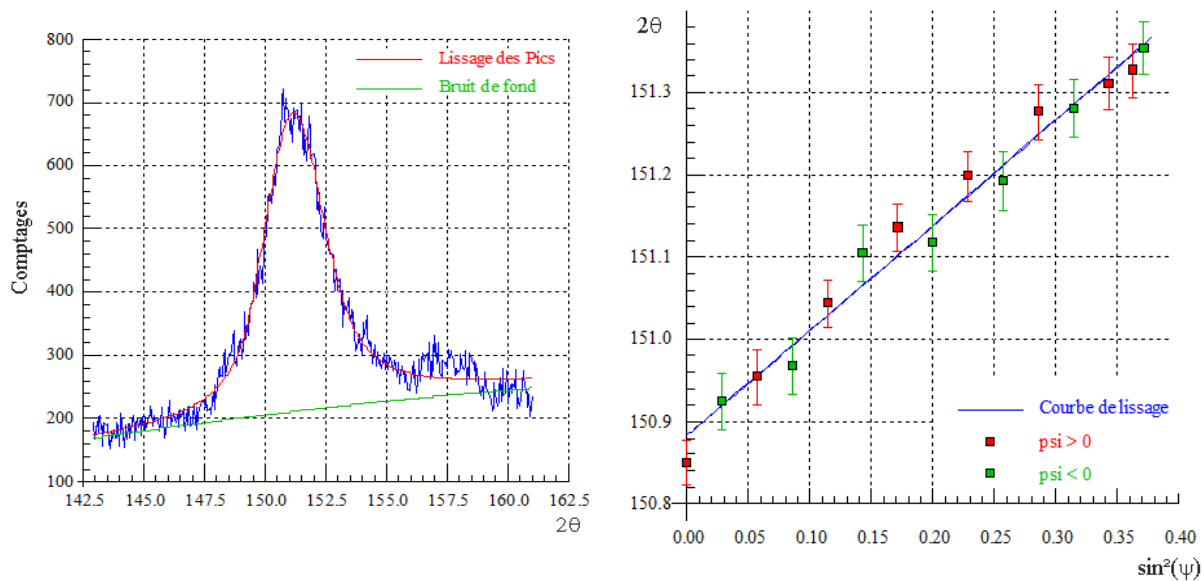


Figure 53 : Exemple de pic de diffraction pour l'échantillon USP_1 (à gauche) et la régression linéaire 2θ versus $\sin^2(\psi)$ effectué pour l'échantillon USP_1 (à droite).

Les valeurs des contraintes résiduelles identifiées sont présentées dans la Figure 54. Il est important de noter que les incertitudes incluses dans cette figure représentent l'erreur commise lors de la régression linéaire effectuée pour identifier les contraintes (2θ versus $\sin^2\psi$, cf. Figure 53) mais ne donnent pas d'indications sur les incertitudes de mesures. Toutes les contraintes mesurées sont négatives, indiquant que le matériau est en compression, ce qui était attendu. La valeur des contraintes résiduelles en surface pour l'échantillon de référence est non nulle, cela traduit l'effet du polissage qui tend à écrouir le matériau en surface (échantillon poli-miroir).

Les échantillons USP_3 et USP_4 partagent les mêmes conditions de traitement à l'exception du matériau de la bille : 304L pour le premier et 100C6 pour le second. Les valeurs des contraintes résiduelles en surface sont égales à -486 MPa pour l'échantillon USP_3 et -501 MPa pour l'échantillon USP_4. Il semblerait donc que l'utilisation de billes en 100C6, *i.e.* de billes faites d'un matériau plus dur que l'acier 304L, engendre des contraintes résiduelles de compression plus élevées en surface.

L'effet d'une augmentation de l'amplitude de vibration de la sonotrode sur l'évolution des contraintes résiduelles en surface peut être examiné grâce aux échantillons USP_2 et USP_3 pour les billes en 304L et USP_4 et USP_5 pour les billes en 100C6. Pour les billes en 304L, une augmentation de l'amplitude de 30 μm (USP_2) à 60 μm (USP_3) induit une augmentation des contraintes résiduelles de compression en surface de -420 MPa à -486 MPa. Pour les billes en 100C6, une augmentation de l'amplitude de vibration de la sonotrode de 60 μm (USP_4) à 80 μm (USP_5) engendre un accroissement des valeurs de contraintes de -501 MPa à -561 MPa. D'après ces résultats, il semblerait qu'une augmentation de l'amplitude de vibration de la sonotrode permet l'introduction de plus fortes contraintes de compression en surface.

L'effet du diamètre des billes sur la valeur des contraintes résiduelles en surface peut être investigué à l'aide des échantillons USP_1 et USP_2 pour les billes en 304L et, USP_4 et USP_8 pour les billes en 100C6. L'augmentation du diamètre des billes de 304L de 1 mm (USP_1) à 2 mm (USP_2) induit une très légère augmentation des contraintes résiduelles de -413 MPa à -420 MPa. Un accroissement du diamètre des billes de 100C6 de 1 mm (USP_8) à 2 mm (USP_4) entraîne une diminution de la valeur des contraintes résiduelles mesurées en surface puisqu'elles sont respectivement égales à -566 MPa et -501 MPa. D'après ces résultats, il semble difficile de conclure sur l'effet du diamètre des billes sur le niveau des contraintes résiduelles en surface. Il semblerait que cet effet soit directement couplé à la nature des billes et peut-être également à l'amplitude de vibration de la sonotrode.

Enfin, l'augmentation du taux de recouvrement de 100% (USP_4) et 1000% (USP_6) entraîne une élévation des contraintes résiduelles en surface puisque les valeurs mesurées sont respectivement égales à -501 MPa et -592 MPa. Au contraire, l'augmentation du taux de recouvrement de 1000% à 10 000% (USP_7) entraîne une diminution des contraintes résiduelles en surface puisqu'une valeur égale à -551 MPa a été relevée pour l'échantillon USP_7. Il est difficile de conclure avec certitude sur l'effet du recouvrement. Ce point sera davantage commenté dans la section suivante.

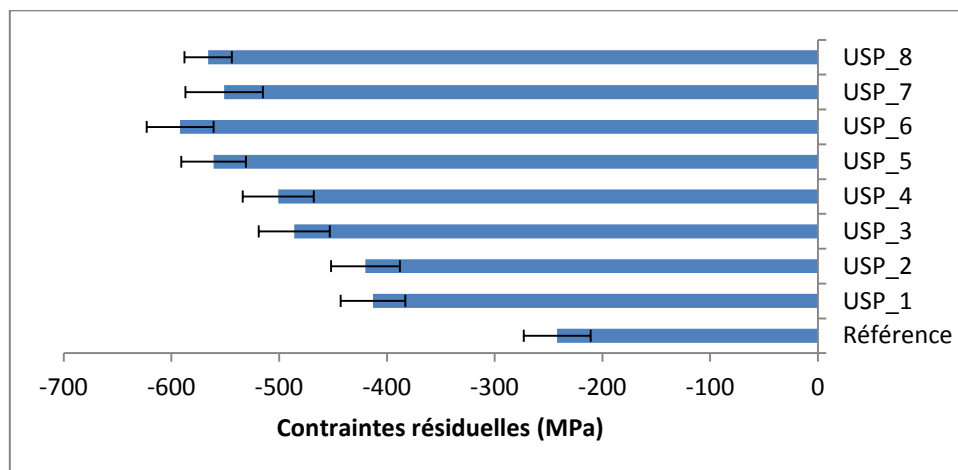


Figure 54 : Contraintes résiduelles en surface de l'acier AISI 316L grenailé par ultrasons selon 8 conditions.

II.4.5. Discussion

L'utilisation de différents paramètres (taille de bille, matériau des billes, amplitude de vibration de la sonotrode et taux de recouvrement) permet de comparer les tendances obtenues au niveau des profils de dureté à celles de la littérature.

Nos résultats semblent indiquer que le matériau des billes n'a pas d'influence sur la valeur de la dureté en surface ou sur la profondeur impactée. Ce résultat est plutôt surprenant puisque les billes 304L ont une dureté environ égale à 3,6 GPa tandis que les billes 100C6 ont une dureté de 7,6 GPa. D'après la littérature, l'utilisation d'un matériau plus dur pour les billes que pour la pièce traitée engendre une augmentation de la dureté en surface et permet d'augmenter la profondeur impactée. A titre d'exemple, Harada *et al.* [13] ont grenailé une pièce d'acier carburé à l'aide de billes 1,07 et 1,6 fois

plus dures que le matériau traité ainsi qu'avec des billes 1,7 fois moins dures que le matériau traité. La seule variation de la dureté de la bille a engendré des différences significatives dans les profils : l'utilisation de billes 1,7 fois moins dures n'a pas modifié la dureté du matériau alors que les billes plus dures ont toutes deux engendré une augmentation de la dureté en surface d'environ 20%. Ce type d'effet n'est montré que pour certaines conditions d'essais et aucune indication n'est donnée sur les incertitudes des essais. Plusieurs explications peuvent être proposées pour expliquer l'absence de cet effet sur nos échantillons. La première concerne les conditions utilisées pour le traitement : il se peut que les conditions du traitement soient assez sévères pour que le matériau utilisé pour les billes n'ait que peu d'effet sur la variation de la dureté. Il y aurait une sorte d'effet de saturation : la surface est tellement écrouie avec les paramètres utilisés (taux de recouvrement, amplitude de vibration de la sonotrode, diamètre des billes) que la nature des billes ne contribue que peu ou pas à l'écrouissage. La seconde explication met en jeu la détermination de la dureté en surface : le premier point du profil a été réalisé par indentation normale et non par indentation sur la coupe du matériau. Or, les rugosités de surface de ces matériaux sont très importantes et il se peut donc que l'augmentation de la dureté n'ait pas été détectée à cause des trop grandes incertitudes induites par la rugosité.

L'effet du diamètre sur le profil de dureté a pu être investigué grâce aux résultats fournis par deux couples d'échantillons. Ces derniers semblent indiquer que l'augmentation du diamètre impacte la profondeur de variation de la dureté mais pas la valeur de la dureté en surface. Ces résultats sont en accord avec la littérature. Arifvianto *et al.* [14] ont également testé l'influence du diamètre des billes lors d'une étude sur l'impact des conditions du SMAT sur les profils de dureté d'un acier AISI 316L. Ils ont montré qu'une augmentation du diamètre tendait à augmenter la dureté en surface ainsi que la profondeur impactée. Cependant, aucune donnée n'est fournie sur les dispersions des mesures de dureté. En outre, les diamètres de bille utilisés sont nettement supérieurs à ceux de notre étude (puisque situés entre 3 et 6 mm). Une fois encore, il se peut que nos échantillons présentent une légère évolution de la dureté en surface mais qu'elle ne soit pas détectée à cause d'une trop forte rugosité, induisant des incertitudes non négligeables sur la détermination de la dureté.

L'effet du taux de recouvrement est étudié à l'aide des résultats des échantillons 4, 6 et 7. Il semble qu'une augmentation du taux de recouvrement n'induit pas de modification de la profondeur impactée mais provoque une augmentation de la dureté en surface. Cet effet est marqué pour un accroissement du taux de recouvrement de 100% à 1000%, où la dureté en surface augmente de 5 GPa à 6 GPa. En revanche, la dureté en surface reste constante lors de la hausse du taux de recouvrement de 1000% à 10 000%. Il semblerait donc qu'un phénomène de saturation prenne place. L'impact du taux de recouvrement sur le profil de dureté du matériau a pu être investigué grâce aux résultats fournis par trois essais présentant des taux de recouvrement de 100%, 1000% et 10 000%. La variation de ce taux ne semble pas affecter la profondeur sur laquelle varie la dureté. En revanche, une augmentation de la dureté en surface a été détectée lors du passage de 100% à 1000% de taux de recouvrement mais celle-ci reste constante lors d'une augmentation du taux de 1000% à 10 000%. De

manière similaire, il semblerait donc y avoir une saturation pour ce qui est de l'augmentation de la dureté. Arifvianto *et al.* [14] ont également étudié ce phénomène mais en se rapportant au temps de traitement et non au taux de recouvrement. Ils ont observé qu'un accroissement du temps de traitement tend à faire augmenter la dureté en surface jusqu'à ce qu'il y ait saturation : dans leur cas, la dureté reste constante au-delà de 10 minutes de traitement. Des résultats similaires ont été rapportés lors d'autres études [15], [16], [17] mais la saturation du niveau de dureté n'a pas toujours été observée. L'augmentation de l'amplitude de vibration de la sonotrode semble avoir un fort impact sur la profondeur de variation de la dureté et un effet *quasi* nulle sur la dureté en surface. Dans la thèse de Thiriet [17], une évolution similaire des profils d'indentation est rapportée. En effet, lors de la superposition des profils de dureté obtenus après grenailage par ultrasons de l'alliage 718, il est rapporté que l'augmentation de l'amplitude de la sonotrode de 30 à 50 μm , engendre une augmentation de la profondeur affectée de 80 μm environ. Selon ces travaux, l'augmentation de la dureté en surface est, en revanche, dépendante de la combinaison de conditions de traitement utilisée : une augmentation de l'amplitude de la sonotrode peut ou non engendrer une hausse de la dureté en surface.

En ce qui concerne les valeurs des contraintes résiduelles identifiées, il est difficile de comparer nos résultats avec ceux de la littérature car l'ensemble des conditions de traitement est rarement fourni. Toutefois, comme précisé précédemment, toutes les contraintes résiduelles mesurées en surface sont négatives, ce qui traduit une mise en compression de la surface, comme attendu (*e.g.* [18]). L'évolution des valeurs des contraintes résiduelles en fonction des conditions de traitement a déjà été discutée. La seule difficulté d'interprétation concerne l'effet du taux de recouvrement sur la valeur des contraintes résiduelles. En effet, les résultats précédents montrent qu'une augmentation du taux de recouvrement de 100% à 1000% engendre une augmentation des contraintes résiduelles tandis qu'une augmentation de 1000% à 10 000% induit une diminution des contraintes résiduelles. Deux hypothèses peuvent être émises pour expliquer cette dernière variation. Tout d'abord, les résultats de l'échantillon USP_7, correspondant au taux de recouvrement de 10 000%, peuvent être affectés par la rugosité en surface, de nature différente de celle des autres échantillons. En effet, les mesures par diffraction des rayons X peuvent être dégradées principalement à cause d'un fort écrouissage du matériau ou d'une importante rugosité de surface. Tous les échantillons traités par grenailage à ultrasons présentent une rugosité de surface non négligeable due aux multiples impacts des billes. Toutefois, comme exposé dans le chapitre suivant (Section III.3.4), l'échantillon USP_7 a une rugosité de surface importante et présente en outre une morphologie différente des autres échantillons. Cela peut peut-être induire de plus fortes incertitudes sur les mesures. Une autre hypothèse, plus plausible, consiste à considérer que la valeur de contraintes résiduelles plus faible identifiée pour l'échantillon USP_7 est le résultat d'une délamination de la couche écrouie (*cf.* Figure 67). Malheureusement, la

quantité de matière enlevée n'a pas pu être mesurée, cette indication nous aurait sans doute permis de confirmer cette hypothèse.

Enfin, les contraintes résiduelles mesurées semblent globalement corrélées aux mesures de dureté effectuées en surface. Il est difficile d'établir un lien pour chaque échantillon car les écarts-types des mesures de dureté sont élevés. Toutefois, pour les deux mesures (dureté et contraintes résiduelles), les valeurs relevées sur les surfaces traitées à l'aide des billes de 304L sont moins élevées que celles correspondant aux surfaces traitées avec les billes de 100C6, ce qui tend à attester la présence d'une corrélation.

II.5. Conclusion

Le traitement de surface thermochimique combinant une nitruration et une surcarburation présente la plus forte signature d'un point de vue microstructural. Il y a une nette corrélation entre les évolutions de la taille des grains, de la densité de précipités et du profil de dureté. La teneur en carbone semble également suivre cette évolution même si elle n'a pas pu être caractérisée jusqu'à cette profondeur à cause des limites de la technique de caractérisation (SDL). D'importantes désorientations ont pu être relevées aux joints de grains avec une évolution similaire à la densité de précipités : ces désorientations sont très nombreuses en surface pour accommoder les distorsions introduites par les précipités puis se raréfient avec la profondeur.

Au contraire, les échantillons ayant subi des traitements thermochimiques de cémentation basse température et d'implantation ionique ne présentent pas de modification microstructurale à l'échelle étudiée. L'évolution du profil de dureté correspond aux variations de composition chimique *i.e.* principalement à l'évolution de la teneur en Carbone pour la cémentation basse température et à l'évolution de la teneur en Azote pour l'implantation ionique.

Les échantillons issus des traitements de surface de type mécanique étudiés (grenaillage de précontrainte par air comprimé et grenaillage par ultrasons) ne présentent pas ou peu de modifications microstructurales. Seuls les échantillons traités avec les plus fortes intensités possèdent des désorientations plus fortes en surface. Toutefois, ces dernières ne présentent pas la même évolution que la dureté puisque leur présence est détectée sur des profondeurs bien moins importantes.

Pour le grenaillage de précontrainte, une augmentation de l'intensité Almen ou du taux de recouvrement n'impacte que peu la valeur de la dureté en surface d'après les mesures de profil de dureté effectuées. Elle impacte surtout la profondeur affectée par le traitement.

Pour le grenaillage par ultrasons, l'évolution des profils de dureté ne semble pas être affectée par le matériau des billes de grenaillage (100C6 ou 304L) : la valeur de dureté en surface et la profondeur d'évolution de la dureté sont similaires quel que soit le matériau utilisé. Toutefois, l'incertitude des mesures de dureté est importante et a pu masquer cet effet. L'augmentation du diamètre des billes ou de l'amplitude de vibration de la sonotrode impacte la profondeur sur laquelle la dureté évolue mais pas la valeur de dureté en surface. Au contraire, l'augmentation du taux de recouvrement n'a pas

d'effet sur la profondeur affectée mais impacte la valeur de dureté en surface. Les quelques mesures de contraintes résiduelles effectuées en surface nous ont permis de vérifier la mise en compression du matériau. Comme un faible nombre de conditions de traitement a été examiné pour le grenailage par ultrasons, il est difficile de conclure avec certitude sur l'effet des conditions de traitement sur la valeur des contraintes de compression en surface. Toutefois, il semblerait qu'une augmentation de l'amplitude de vibration de la sonotrode tend à engendrer de plus fortes contraintes de compression en surface. De même, l'utilisation de billes en acier 100C6 à la place des billes en 304L induit de plus fortes contraintes en surface. Il est plus difficile de conclure sur l'effet du diamètre des billes ou du taux de recouvrement comme des variations non monotones ou dépendant des autres conditions de traitement ont été relevées.

L'ensemble des paramètres procédé ayant été fournis pour les échantillons grenailés par ultrasons, nous avons pu réaliser une étude fine de l'évolution de la rugosité en fonction des conditions de traitement, présentée dans le chapitre qui suit.

II.6. Références

1. Ueda Y., Kanayama N., Ichii K., Oishi T. et Miyake H. (2005) Metallurgical characteristics of the plasma (ion)-carburized layer of austenitic stainless steel SUS316L. *Surf Coat Technol* **193**: 50-54.
2. Ueda Y., Kanayama N., Ichii K., Oishi T. et Miyake H. (2005) Effect of nitrogen on the plasma (ion)-carburized layer of high nitrogen austenitic stainless steel. *Surf Coat Technol* **200**: 521-524.
3. Peng D.Q., Kim T.H., Chung J.H. et Park J.K. (2010) Development of nitride-layer of AISI 304 austenitic stainless steel during high-temperature ammonia gas-nitriding. *Appl Surf Sci* **256**: 7522-7529.
4. Jones N.G., Ward-Close C.M., Brown P.M. et Dye D. (2010) An evaluation of the tensile properties of a supersaturated carbon layer via in situ synchrotron diffraction. *Scripta Mater* **63**: 85-88.
5. Corujeira Gallo S. et Dong H. (2011) EBSD and AFM observations of the microstructural changes induced by low temperature plasma carburising on AISI 316. *Appl Surf Sci* **258**: 608-613.
6. Formosa D., Hunger R., Spiteri A., Dong H., Sinagra E. et Buhagiar J. (2012) Corrosion behaviour of carbon S-phase created on Ni-free biomedical stainless steel. *Surf Coat Technol* **206**: 3479-3487.
7. Farrell K., Specht E.D., Pang J., Walker L.R., Rar A. et Mayotte J.R. (2005) Characterization of a carburized surface layer on an austenitic stainless steel. *J Nucl Mater* **343**: 123-133.
8. Stauder B., Jacquot P., Prunel G., Rey O. et Buvron M. (2003) Influence de la cémentation basse température sur la résistance au grippage et à l'usure des aciers inoxydables austénitiques. *Traitement thermique* **349**: 27-30.
9. Pelletier H., Mille P., Cornet A., Grob J.J., Stoquert J.P. et Muller D. (1999) Effects of high energy nitrogen implantation on stainless steel microstructure. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms* **148**: 824-829.
10. Guemaz M., Mosser A., Grob J.J. et Stuck R. (1998) Sub-surface modifications induced by nitrogen ion implantation in stainless steel (SS316L). Correlation between microstructure and nanoindentation results. *Surf Coat Technol* **100-101**: 353-357.
11. Collin J.-M., Mauvoisin G., Bartier O., El Abdi R. et Pilvin P. (2009) Experimental evaluation of the stress-strain curve by continuous indentation using different indenter shapes. *Mater Sci Eng, A* **501**: 140-145.
12. Child D.J., West G.D. et Thomson R.C. (2011) Assessment of surface hardening effects from shot peening on a Ni-based alloy using electron backscatter diffraction techniques. *Acta Mater* **59**: 4825-4834.
13. Harada Y., Fukaura K. et Haga S. (2007) Influence of microshot peening on surface layer characteristics of structural steel. *J Mater Process Technol* **191**: 297-301.

14. Arifvianto B., Suyitno, Mahardika M., Dewo P., Iswanto P.T. et Salim U.A. (2011) Effect of surface mechanical attrition treatment (SMAT) on microhardness, surface roughness and wettability of AISI 316L. *Mater Chem Phys* **125**: 418-426.
15. Sun Y. (2013) Sliding wear behaviour of surface mechanical attrition treated AISI 304 stainless steel. *Tribol Int* **57**: 67-75.
16. Anand Kumar S., Ganesh Sundara Raman S., Sankara Narayanan T.S.N. et Gnanamoorthy R. (2012) Fretting wear behaviour of surface mechanical attrition treated alloy 718. *Surf Coat Technol* **206**: 4425-4432.
17. Thiriet T. (2010) Traitements mécaniques et thermo-chimiques couplés sur acier inoxydable et alliage base nickel austéniques. Institut National Polytechnique de Lorraine, Nancy.
18. Mylonas G.I. et Labeas G. (2011) Numerical modelling of shot peening process and corresponding products: Residual stress, surface roughness and cold work prediction. *Surf Coat Technol* **205**: 4480-4494.

Chapitre III : Etude expérimentale multi-échelle de matériaux à gradient de propriétés – Partie II : Effets des paramètres procédé sur l'évolution de la rugosité

III.1.	Introduction	83
III.2.	Caractérisation topographique multi-échelle.....	85
III.3.	Recherche d'un paramètre de rugosité pertinent	89
III.3.1.	Effet du matériau des billes.....	89
III.3.2.	Effet du diamètre des billes	92
III.3.3.	Effet de l'amplitude de vibration de la sonotrode	95
III.3.4.	Effet du taux de recouvrement	96
III.4.	Création d'un modèle prédictif	98
III.5.	Discussion et Conclusion.....	100
III.6.	Références.....	103

III.1. Introduction

Le grenailage par ultrasons fait partie des traitements mécaniques de surface couramment utilisés pour renforcer la durée de vie des pièces mécaniques. On compte également le traitement d'attrition mécanique (SMAT) [1], le grenailage à ultrasons par impact ou encore le grenailage laser [2]. Tous ces traitements visent également à augmenter la résistance aux frottements du matériau. Toutefois, les déformations plastiques en surface induisent, dans certaines configurations de traitement, une augmentation significative de la rugosité favorisant ainsi l'amorce de fissures et dégradent la durée de vie des composants mécaniques [3].

La littérature fait état de plusieurs travaux examinant l'évolution de la rugosité après un traitement de surface de type mécanique. Deux thèmes principaux peuvent être identifiés :

- (i) Le premier thème regroupe les travaux comparant l'influence de différents types de traitements mécaniques de surface sur l'évolution de la rugosité. A titre d'exemple, Maawad *et al.* [4] ont comparé les effets du grenailage, du brunissage, du traitement par chocs laser et du grenailage par ultrasons sur la rugosité d'un composant en alliage de Titane α , en utilisant comme paramètre de rugosité R_z , *i.e.* la valeur absolue moyenne des cinq pics les plus élevés et des cinq vallées les plus basses sur la longueur d'évaluation. Gao [5] a exploré les effets du grenailage et du martelage par laser sur la durée de vie en déterminant le facteur de concentration de contraintes K_t , proposé par [6]. Le facteur K_t est exprimé en fonction de la hauteur maximale crête-à-creux R_t et de l'espacement moyen des pics locaux adjacents.
- (ii) Le second thème regroupe les travaux focalisés sur l'impact des conditions d'un traitement de surface donné sur l'évolution de la topographie. Arifvianto *et al.* [7] ont examiné les effets du SMAT sur la rugosité d'une pièce en acier inoxydable AISI 316L en utilisant diverses combinaisons de conditions de traitement (basées sur la variation de la vitesse du moteur, le temps de traitement, le diamètre des billes, le nombre de billes). De manière similaire, Mordiyuk et Prokopenko [8] ont évalué l'impact de la durée du traitement sur la rugosité du matériau.

Une synthèse (non exhaustive) des paramètres utilisés pour caractériser la rugosité est présentée dans le Tableau 7, indiquant que dans une large partie des travaux, l'écart moyen arithmétique, R_a , est adopté comme indicateur quantitatif de l'évolution de la rugosité. Cependant, l'utilisation de ce seul paramètre est insuffisante pour caractériser la topographie de manière exhaustive ou approfondie. Par conséquent, certains groupes de recherche ont choisi d'utiliser des paramètres supplémentaires pour une meilleure caractérisation de la topographie. A titre d'exemple, la hauteur moyenne maximale du profil R_z [9], la profondeur maximale de creux du profil R_{max} [10] ont été ajoutées à l'observation du R_a . De même, l'évolution des facteurs d'asymétrie R_{sk} et d'aplatissement R_{ku} [11] peuvent être étudiés

pour mieux caractériser la distribution des hauteurs des pics et la symétrie des profils de rugosité d'un composant.

Référence	Traitement de surface	Paramètre de rugosité
[12]	Sablage	R_a, R_{max}
[7]	SMAT	R_a
[11]	Grenaillage	$R_a, R_z, R_c, R_{sk}, R_{ku}$
[13]	Grenaillage	R_a, R_y
[14]	Grenaillage par chocs laser	R_a, R_t
[15]	Sablage	R_a
[16]	Grenaillage	S_a
[17]	Traitement de nanocristallisation en surface	PV, R_q, R_a
[4]	Grenaillage, Grenaillage par ultrasons, Grenaillage par chocs laser et Brunissage	R_z
[8]	Grenaillage ultrason par impacts	R_a
[18]	Sablage	$S_a, S_q, S_{sk}, S_{ku}, S_z, S_{bi}, S_{ci}, S_{vi}$
[19]	Grenaillage	R_a
[20]	Traitement de nanocristallisation en surface	R_a
[5]	Grenaillage laser et Grenaillage	R_a
[21]	Grenaillage	R_a, R_t, S_m
[22]	Grenaillage ultrason par impacts	R_a
[23]	Grenaillage et SMAT	R_a, R_q
[24]	SMAT	R_a, R_{max}
[25]	Grenaillage et Grenaillage ultrason par impacts	R_z
[9]	SMAT	R_a, R_z
[26]	Grenaillage	R_a
[27]	Grenaillage	R_a
[28]	Grenaillage and Grenaillage par ultrasons	R_a, R_y
[29]	SMAT	R_a
[30]	Grenaillage	R_a, R_y

Tableau 7 : Paramètres de rugosité utilisés pour caractériser l'influence des traitements de surface sur la rugosité.

Les paramètres décrivant la rugosité sont nombreux mais ils restent globalement peu exploités. Dans le cas des traitements de surface par impact et de leurs effets sur la rugosité, la question de la pertinence du choix des paramètres de rugosité à examiner est peu abordée, à l'exception de certaines applications comme dans le biomédical [18], où certains paramètres de rugosité sont reconnus comme pertinents pour la description de certaines fonctionnalités (*e.g.* la lubrification).

Dans ce travail de thèse, nous avons adopté des paramètres de rugosité 3D. Ces derniers permettent de mieux caractériser certaines spécificités morphologiques ou fonctionnalités de la surface, notamment à l'aide des techniques de segmentation d'image. Pour chaque type de condition (*i.e.* diamètre des billes, nature des billes, amplitude de vibration de la sonotrode et taux de recouvrement), nous cherchons le paramètre de rugosité le plus apte à décrire les effets de ces conditions sur la rugosité. Puis, avec les

données disponibles, nous allons tenter d'établir une relation globale liant la rugosité des surfaces traitées aux conditions de traitement utilisées.

III.2. Caractérisation topographique multi-échelle

Les mesures de rugosité ont été réalisées à l'aide de l'interféromètre Zygo NewView™ 7300 (cf. Section I.1.6). Sur chaque échantillon, 20 surfaces de dimensions 1,19 mm x 0,89 mm, décrites par 2176 x 1632 points, ont été aléatoirement mesurées pour s'assurer de la bonne représentativité des paramètres de rugosité calculés. Elles sont issues de l'assemblage (*Stitching*) de 10 mesures de surface de dimensions 348 μm x 262 μm avec un pourcentage de recouvrement égal à 20%.

Pour caractériser la rugosité des échantillons, cinquante paramètres de rugosité de surface ont été calculés. A titre d'exemple, nous avons utilisé :

- Des paramètres d'amplitude [31] comme l'écart moyen arithmétique S_a , l'écart moyen quadratique S_q , l'asymétrie de la courbe de distribution des profondeurs S_{sk} ou encore l'aplatissement de la courbe de distribution des profondeurs S_{ku} . Les paramètres S_a et S_q sont les équivalents 3D des paramètres 2D R_a et R_q plus traditionnellement utilisés.
- Des paramètres fonctionnels de volume [32] comme le volume de matière de la surface V_m ou le volume de vide de la surface V_v ,
- Des paramètres fonctionnels [33] comme la rugosité du noyau S_k ou la profondeur de rugosité des pics S_{pk} ,
- Des paramètres hybrides [31] comme la densité de sommets S_{ds} ou la dimension fractale de la surface S_{fd} ,
- Des paramètres de fonction [32] comme la densité de pics de la surface S_{pd} ou la hauteur des cinq points les plus hauts S_{5v} . Ces paramètres sont dérivés à partir d'une segmentation de la surface en motifs (*i.e.* en collines ou vallées) grâce à l'algorithme de ligne de partage des eaux (*Watersheds algorithm*). Cette méthode permet de différencier les variations locales (*i.e.* les pics et creux) des plus larges structures (*i.e.* les collines et vallées). Chaque hauteur (respectivement profondeur) d'un motif est définie comme la distance entre la frontière du motif et son point le plus haut (respectivement le plus bas). Des exemples de mesures de rugosité 3D et la détermination correspondante de leurs motifs sont présentés dans la Figure 55.

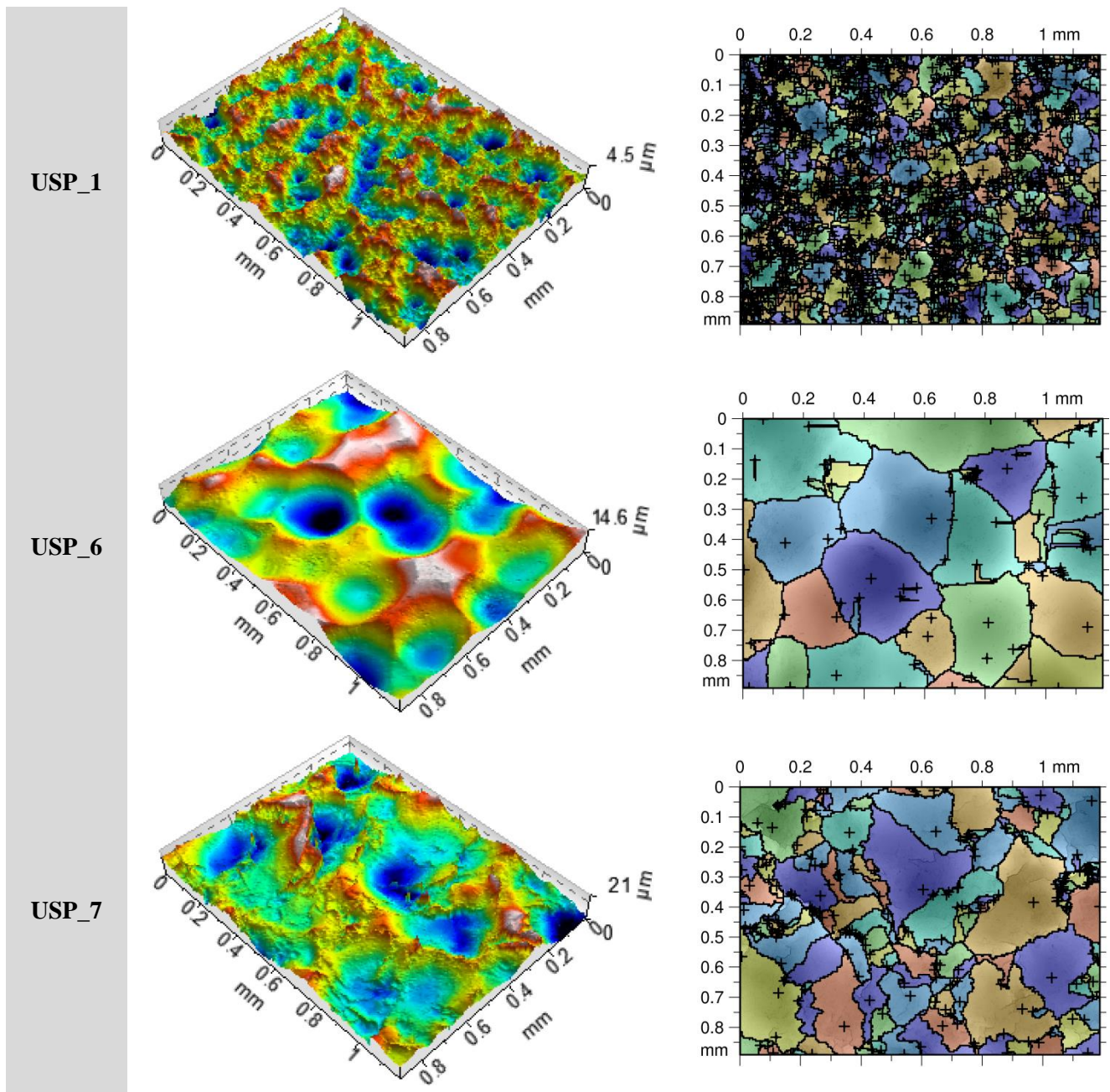


Figure 55 : Mesures 3D des surfaces des échantillons USP_1, USP_6 et USP_7 et la détermination des motifs correspondante (sans filtrage).

La topographie des surfaces obtenues à l'aide des différentes conditions de traitement par grenailage à ultrasons a été examinée à l'aide d'une analyse multi-échelle. Plus précisément, 50 paramètres de rugosité ont été évalués sur 21 longueurs d'évaluation avec deux types de filtre Gaussien robuste : un filtre passe-haut et un filtre passe-bas. L'utilisation de ces filtres avec plusieurs longueurs d'évaluation permet d'accéder à différents niveaux d'ondulations et de rugosité de la surface.

Le but est d'identifier si certains paramètres de rugosité sont plus sensibles aux conditions de traitement examinées (*e.g.* à la variation du diamètre des billes) et si certains d'entre eux sont, par conséquent, plus pertinents pour décrire l'impact du procédé. La Figure 56 et la Figure 57 illustrent les effets du couplage d'un filtre et d'une longueur d'évaluation.

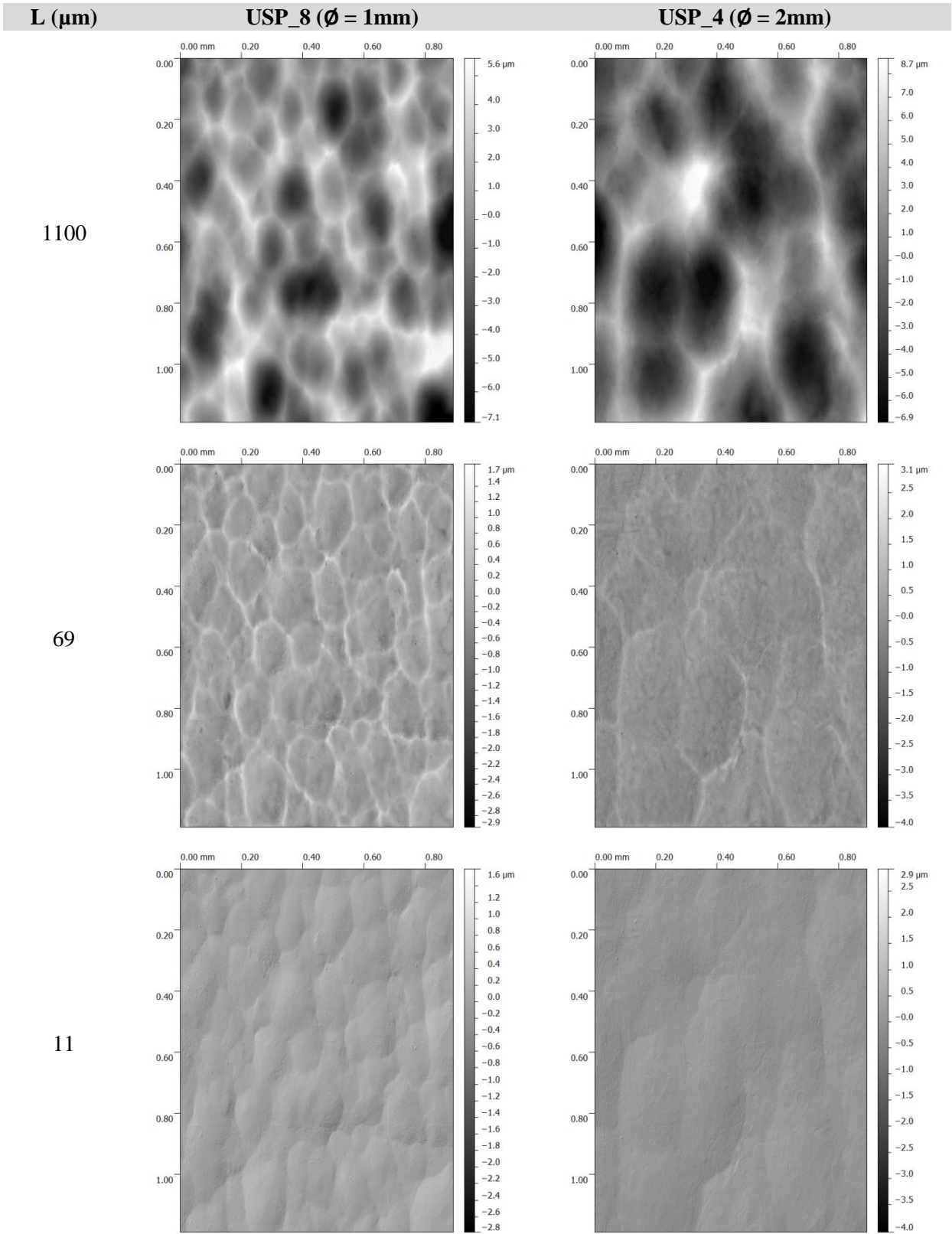


Figure 56 : Surfaces observées à l'aide d'un filtre passe-haut.

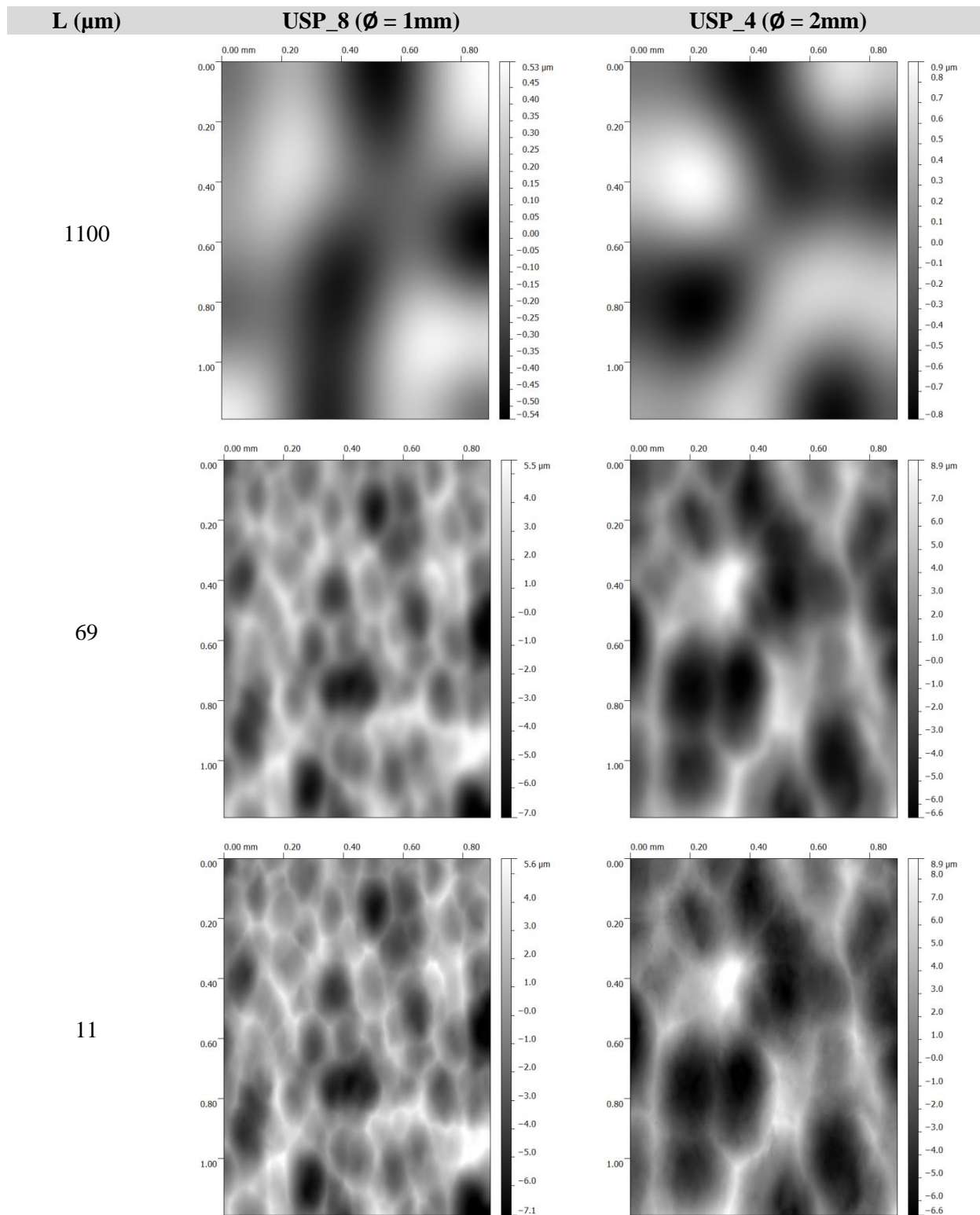


Figure 57 : Surfaces observées à l'aide d'un filtre passe-bas

L'évaluation de la capacité des paramètres de rugosité à caractériser les effets des différents types de condition de traitement est basée sur le couplage d'une analyse de variance (ANOVA) avec une technique de ré-échantillonnage récente appelée Bootstrap. Le principal objectif de la technique du Bootstrap est de fournir un intervalle de confiance intégrant la variabilité des données de la rugosité (*i.e.* l'obtention de mesures de surface différentes sur un même échantillon). L'idée du Bootstrap

consiste à générer un large nombre N ($N = 1000$ dans cette étude) de groupes d'échantillons simulés de taille K , à partir d'un groupe de données expérimentales de taille K (ici $K = 20$ puisque 20 mesures de rugosité de surface ont été réalisées sur chaque échantillon). Chaque groupe d'échantillons simulés résulte d'un tirage aléatoire des données expérimentales avec remise. Le groupe d'échantillons simulés contient donc des mesures expérimentales des surfaces mais n'est pas identique au groupe de données expérimentales de départ : certaines mesures peuvent apparaître deux fois ou plus dans un groupe alors que d'autres n'apparaîtront pas. Ces 1000 groupes obtenus à l'aide du Bootstrap sont ensuite utilisés pour bâtir une fonction de densité de probabilité empirique pour chaque paramètre de rugosité S_i associé avec un filtre et une longueur d'évaluation. La fonction de densité de probabilité empirique est ensuite utilisée dans l'analyse de la variance. Pour chaque paramètre S_i , la statistique F est calculée en considérant 2 ou 3 classes de paramètres procédé (e.g. pour le diamètre, les classes sont 1 mm et 2 mm alors que pour le taux de recouvrement les classes sont 100%, 1000% et 10 000%). En plus de la moyenne et de la médiane de la statistique F , les 5^{ème} et 95^{ème} centiles sont déterminés comme ils peuvent être utilisés pour calculer un intervalle de confiance à 90%. La moyenne de la statistique F est utilisée pour classer les différents paramètres de rugosité S_i (associés à un filtre et une longueur d'évaluation) selon leur capacité à caractériser les classes considérées.

III.3. Recherche d'un paramètre de rugosité pertinent

III.3.1. Effet du matériau des billes

L'effet du matériau des billes sur la rugosité a été étudié en observant les résultats des échantillons USP_3 et USP_4 puisque seul ce paramètre varie dans les conditions de traitement. Les paramètres de rugosité calculés pour chaque type de filtre et de longueur d'évaluation ont été classés selon la valeur moyenne de leur statistique F , comme illustré par la Figure 58.

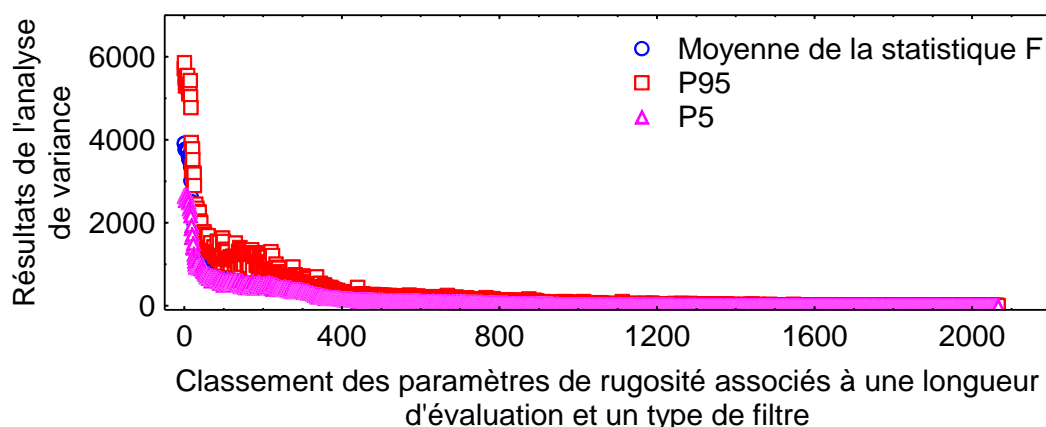


Figure 58 : Classement de la pertinence des paramètres de rugosité associés à différentes longueurs d'évaluation et types de filtre, grâce à la moyenne de la statistique F , pour la description de l'effet du matériau des billes sur la rugosité.

Le paramètre le plus pertinent est la densité de sommets, S_{ds} , calculée sur une longueur d'évaluation de $19 \mu\text{m}$ avec un filtre passe-haut. Ce paramètre appartient aux paramètres « hybrides » décrivant les

caractéristiques d'amplitude et d'espacement des pics de la surface. Il représente le nombre de pics par unité d'aire. Selon [31], les pics pris en compte pour le calcul du paramètre S_{ds} sont détectés par voisinage local *i.e.* un point est considéré comme un pic s'il est plus haut que ses huit voisins.

La Figure 59 montre la distribution de ce paramètre pour les deux types de matériaux, à l'échelle pertinente. Il est intéressant de noter que les histogrammes sont parfaitement séparés. Cela confirme la capacité de ce paramètre à décrire l'effet du matériau de la bille sur la topographie de l'échantillon traité. La valeur moyenne du paramètre S_{ds} est de 0,0195 pics/mm² pour l'échantillon impacté avec les billes en acier 100C6 et elle est de 0,0116 pics/mm² pour les billes en 304L. Une densité de pics plus faible pour le matériau traité avec les billes en 304L signifie que les vallées sont significativement plus larges que celles obtenues avec les billes en 100C6.

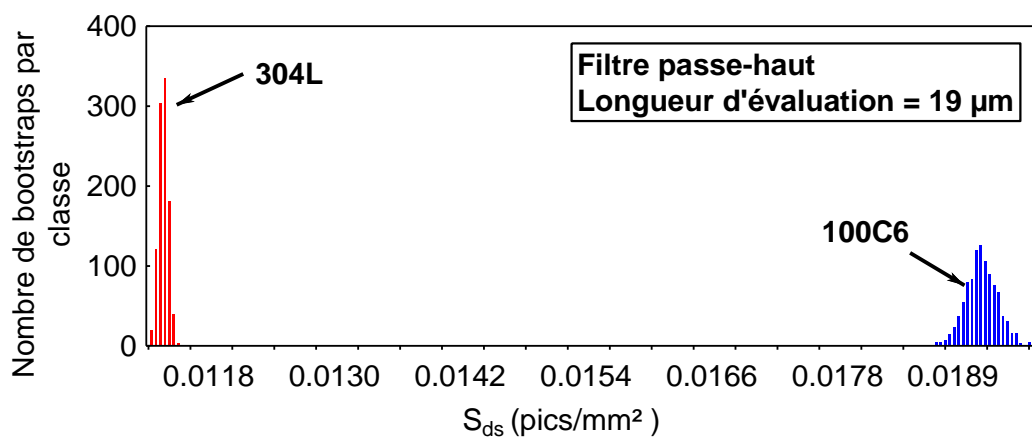
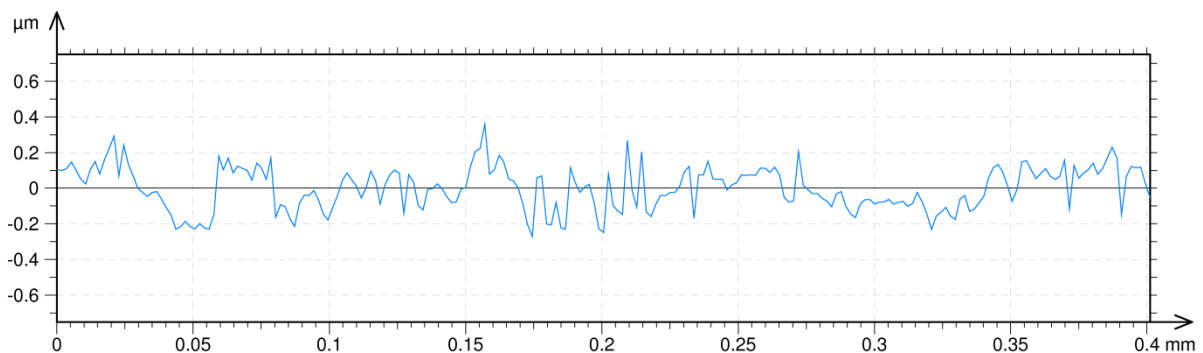


Figure 59 : Distribution des valeurs de densité de sommets S_{ds} pour l'échantillon traité avec les billes en 100C6 (USP_4) et pour celui traité avec les billes en 304L (USP_3) pour une longueur d'évaluation de 19 μm à l'aide d'un filtre passe haut.

Les duretés des billes en 304L et en 100C6 sont respectivement de 3,6 GPa et 7,6 GPa tandis que la dureté des échantillons AISI 316L traités est approximativement égale à 3,5 GPa. Comme les billes de 304L ont une dureté approximativement égale à celle des échantillons traités, elles se déforment probablement davantage que les billes de 100C6 lors des impacts. Par conséquent, les billes de 304L tendent à produire de plus larges vallées et donc une densité de pics plus faible que les billes de 100C6. Cela est confirmé par la forme des profils des deux échantillons traités, présentés dans la Figure 60.



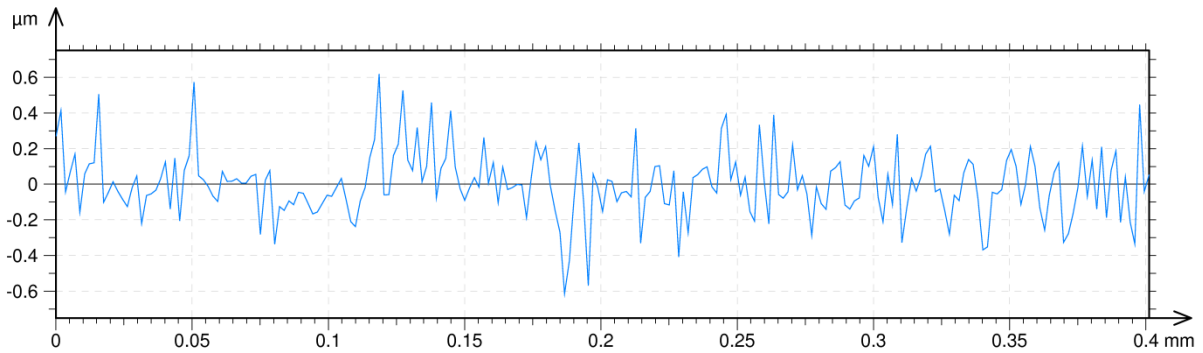


Figure 60 : Profils des échantillons USP_3 (haut) et USP_4 (bas) obtenus avec une longueur d'évaluation égale à 19 µm et un filtre passe-haut.

Harada *et al.* [34] ont reporté des observations similaires sur l'effet du matériau des billes sur la rugosité des surfaces traitées. Ils ont noté que le degré de déformation plastique généré après le grenailage d'un acier était considérablement plus élevé lorsque des billes en carbure cémenté étaient utilisées à la place de billes en fonte. La rugosité plus importante a été attribuée à la différence de dureté : les billes en fonte ont une dureté plus faible que la pièce traitée alors que celles en carbure cémenté sont significativement plus dures que la pièce traitée.

Concernant la pertinence des paramètres de rugosité, le classement réalisé à l'aide de la valeur moyenne de la statistique F indique que l'écart moyen arithmétique S_a est classé à la 51^{ème} position (sur un total de 2100 combinaisons testées). Ce paramètre donne également deux distributions nettement séparées (illustrées dans la Figure 61) et permet donc de discerner les effets du changement de matériau des billes sur la rugosité. Toutefois, le paramètre S_{ds} reste statistiquement meilleur : il collecte davantage d'informations et permet donc de mieux expliquer les effets de la nature du matériau des billes sur la topographie. En effet, le paramètre S_{ds} est calculé après la segmentation de l'image initiale de la topographie, en utilisant l'algorithme de segmentation par ligne de partage des eaux (*Watershed algorithm*). Ce dernier permet de supprimer les pics et creux non significatifs. Par conséquent, les pics identifiés représentent la morphologie locale reliée aux impacts. Plus précisément, la densité de sommets peut être liée au nombre d'impacts résiduels causés par les billes, à un facteur près. Ce sens physique justifie pleinement la position du paramètre dans le classement de pertinence. En outre, les diamètres d'impact ont une nature stochastique : ils dépendent de l'énergie d'impact tout comme de l'état de surface (*i.e.* sa capacité d'écroûissage). La variation des diamètres des impacts conduit à une variation de la topographie qui est détectée dans le classement des paramètres de rugosité. En effet, les 18 premières positions du classement sont occupées par le paramètre de densité de sommets associé à une large gamme de longueurs d'évaluation (*cf.* Tableau 8). Cette large gamme d'échelles reflète la variation des diamètres des impacts, confirmant par conséquent la pertinence de la densité de sommets pour la description de l'effet du matériau des billes sur la topographie des échantillons traités. Cela souligne les avantages apportés par les paramètres de rugosité 3D, capables de mettre en relief les spécificités de la surface étudiée.

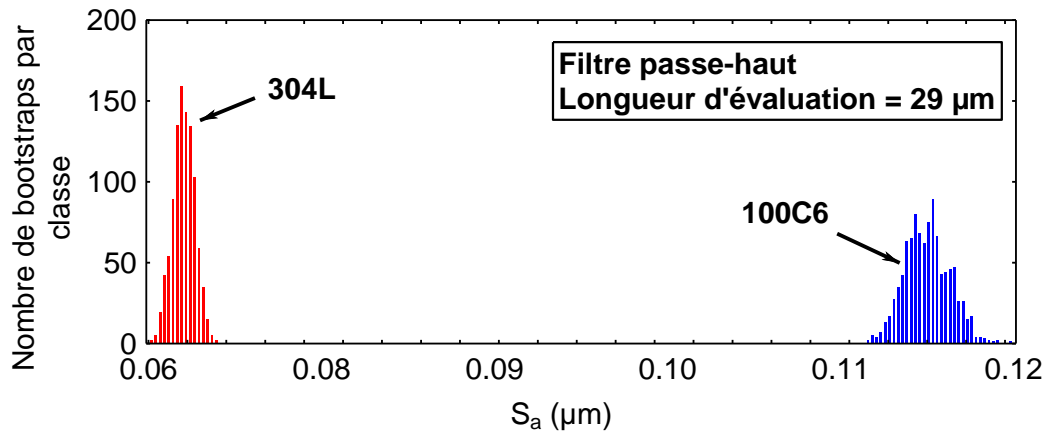


Figure 61 : Distribution des valeurs de l'écart moyen arithmétique S_a pour l'échantillon traité avec des billes en 100C6 (USP_4) et pour celui traité avec les billes en 304L (USP_3), pour une longueur d'évaluation de 19 μm et un filtre passe-haut.

Position	Paramètre de rugosité	Filtre	Longueur d'évaluation (μm)
1	S_{ds}	Passe-Haut	19
2	S_{ds}	Passe-Haut	23
3	S_{ds}	Passe-Haut	13
4	S_{ds}	Passe-Haut	7
5	S_{ds}	Passe-Haut	5
6	S_{ds}	Passe-Haut	15
7	S_{ds}	Passe-Haut	11
8	S_{ds}	Passe-Haut	6
9	S_{ds}	Passe-Haut	9
10	S_{ds}	Passe-Haut	35
11	S_{ds}	Passe-Haut	25
12	S_{ds}	Passe-Haut	29
13	S_{ds}	Passe-Haut	92
14	S_{ds}	Passe-Haut	55
15	S_{ds}	Passe-Haut	69
16	S_{ds}	Passe-Haut	122
17	S_{ds}	Passe-Haut	157
18	S_{ds}	Passe-Haut	220
19	Densité de plis	Passe-Haut	122
20	Densité de plis	Passe-Haut	69

Tableau 8 : Classement par pertinence des paramètres de rugosité associés à une longueur d'évaluation et un type de filtre.

III.3.2. Effet du diamètre des billes

Cette section est dédiée à l'analyse de l'effet du diamètre des billes sur la topographie des échantillons traités. L'impact de ce paramètre est investigué à l'aide de deux types de billes : des billes en acier 304L et 100C6. Pour les billes en acier 304L, l'effet du diamètre sur la rugosité a été évalué à travers l'analyse des échantillons USP_1 et USP_2, grenillés par ultrasons à l'aide de billes de diamètres 1 mm et 2 mm. La classification trouvée à l'aide de l'analyse de variance nous a permis d'identifier le paramètre le plus pertinent : la densité moyenne des plis calculée avec une longueur d'évaluation de 7 μm et un filtre passe-bas. Le calcul de la densité moyenne des plis est basé sur la segmentation des mesures topographiques à l'aide de l'algorithme de segmentation par ligne de partage des eaux. Ce

dernier partage l'image examinée en motifs (collines ou vallées) et localisent leurs points les plus hauts (pics) ou les plus bas (creux). Cette identification fournit une topographie linéaire dont la longueur est mesurée puis divisée par la valeur de l'aire examinée, comme illustré par la Figure 62. La densité moyenne des plis est, par conséquent, une mesure des plis créés par les impacts des billes.

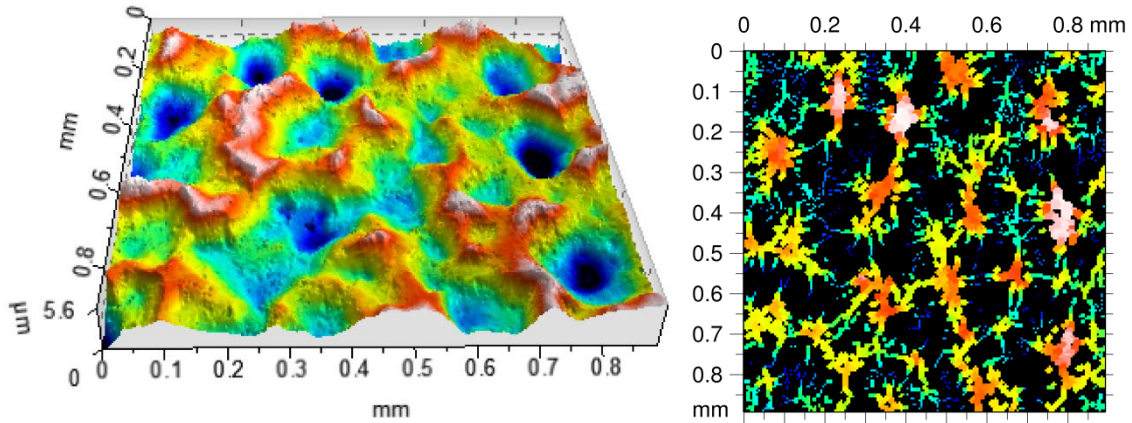


Figure 62 : Topographie 3D de la surface de l'échantillon USP_2 et la détermination des plis associée.

La valeur de la densité moyenne des plis est égale à 232 cm/cm^2 pour l'échantillon grenailé à l'aide des billes de 2 mm diamètre tandis qu'elle est égale à 347 cm/cm^2 pour celui grenailé avec les billes de 1 mm de diamètre. L'écart moyen arithmétique S_a apparaît pour la première fois dans le classement réalisé à partir des valeurs moyennes de la statistique F à la 33^{ème} position. Ce paramètre est égal à $0,08 \text{ µm}$ pour les billes de 2 mm et $0,15 \text{ µm}$ pour les billes de 1 mm.

Pour les billes en 100C6, le paramètre le plus pertinent pour décrire l'effet du diamètre des billes sur la topographie des échantillons traités est également la densité moyenne des plis mais cette fois avec l'utilisation d'un filtre passe-haut et d'une longueur d'évaluation égale à 122 µm . La valeur de la densité moyenne des plis est approximativement égale à 334 cm/cm^2 pour l'échantillon grenailé à l'aide des billes de diamètre 1 mm (USP_8) et elle est de 450 cm/cm^2 pour celui grenailé à l'aide des billes de 2 mm (USP_4). L'écart moyen arithmétique S_a est à la 96^{ème} position du classement de pertinence. Le S_a est égal à $0,31 \text{ µm}$ pour les billes de 2 mm de diamètre et est de $0,35 \text{ µm}$ pour les billes de 1 mm.

D'après les résultats précédents, une augmentation du diamètre des billes tend à décroître la valeur du S_a quel que soit le matériau de la bille. Au contraire, la valeur de la densité moyenne des plis dépend du matériau des billes : pour les billes de 100C6, une augmentation du diamètre des billes entraîne une augmentation de la densité moyenne des plis alors que, dans le cas des billes de 304L, elle entraîne une diminution de la rugosité moyenne. L'évolution du paramètre S_a peut être facilement appréhendée : l'augmentation du diamètre des billes entraîne un élargissement de la taille des vallées et donc une diminution de la densité de pics en moyenne. Arifvianto *et al.* [7] ont observé une tendance similaire en traitant un acier AISI 316L à l'aide de billes de diamètres 3,18, 4,76 et 6,35 mm. La densité moyenne des plis décrit les variations locales de la topographie. La Figure 63 et la Figure 64 présentent les profils des échantillons grenailés avec des billes en 304L et 100C6 aux échelles

pertinentes *i.e.* obtenus avec une longueur d'évaluation égale à 7 μm (et respectivement 122 μm) et un filtre passe-bas (respectivement passe-haut). La Figure 63 montre que l'échantillon traité avec les billes de 1 mm présente plus de petits pics et de petits creux que celui traité à l'aide des billes de 2 mm de diamètre. Au contraire, dans la Figure 64, cette tendance s'inverse : l'échantillon traité avec les billes de 100C6 d'un diamètre 2 mm présente plus de petites variations que celui traité avec des billes de 1 mm. Comme indiqué précédemment, les billes de 304L sont moins dures que les billes de 100C6 et tendent probablement à se déformer davantage lors des impacts. Par conséquent, les billes de 304L génèrent probablement moins de pics locaux et donc des vallées plus lisses. Les billes de 100C6 déforment vraisemblablement plus sévèrement le matériau, donnant lieu à des variations locales de la topographie plus importantes dans les échantillons traités.

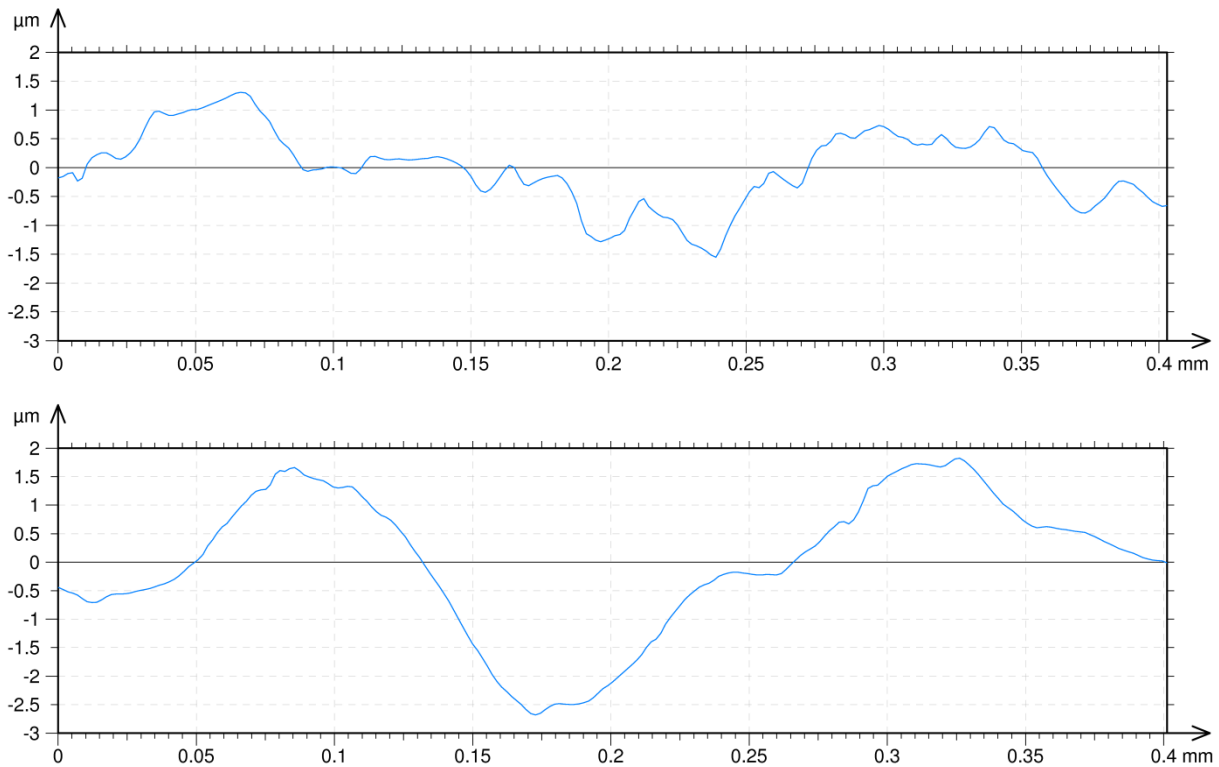
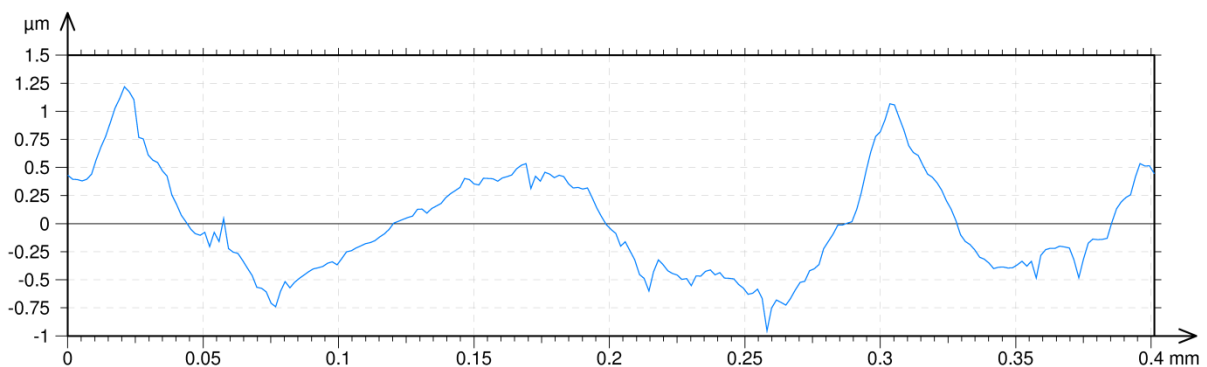


Figure 63 : Profils des échantillons USP_1 ($\varnothing = 1$ mm, en haut) et USP_2 ($\varnothing = 2$ mm, en bas) obtenus avec une longueur d'évaluation de 7 μm et un filtre passe-bas.



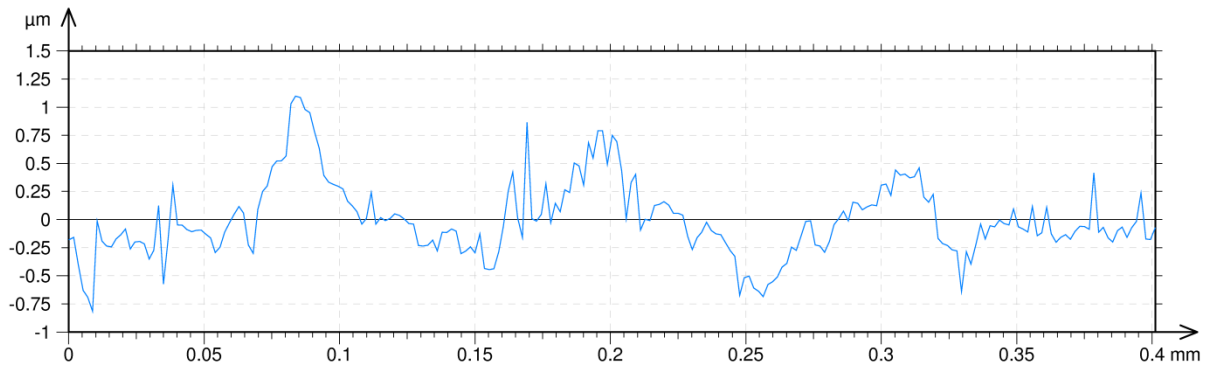
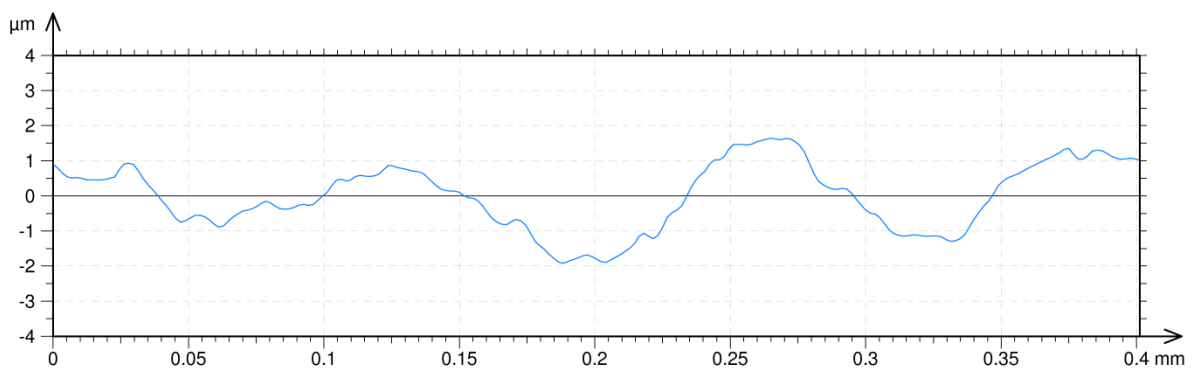


Figure 64 : Profils des échantillons USP_8 ($\varnothing = 1$ mm, en haut) et USP_4 ($\varnothing = 2$ mm, en bas) obtenus avec une longueur d'évaluation de 122 μm et un filtre passe-haut.

III.3.3. Effet de l'amplitude de vibration de la sonotrode

La recherche du paramètre de rugosité approprié pour la description de l'effet de l'amplitude de vibration de la sonotrode sur la topographie des échantillons est successivement réalisée pour les différents matériaux des billes.

Tout d'abord, l'effet de l'amplitude de vibration de la sonotrode est investigué pour les échantillons traités à l'aide des billes en 304L. Deux valeurs d'amplitude de vibration de la sonotrode ont été testées : 30 μm (USP_2) et 60 μm (USP_3). Le paramètre le plus pertinent identifié à l'aide de l'analyse de la variance est la densité de sommets S_{ds} , calculée avec un filtre passe-bas et une longueur d'évaluation de 7 μm . La valeur S_{ds} est égale à 530 pics/ mm^2 pour l'amplitude égale à 60 μm et elle est de 920 pics/ mm^2 pour l'amplitude égale à 30 μm . Le classement réalisé à l'aide de la moyenne de la statistique F indique que l'écart moyen arithmétique S_a est, quant à lui, classé 25^{ème}. Il est égal à 1 μm pour l'échantillon traité avec une amplitude de 30 μm et égal à 1,8 μm pour celui grenailé avec une amplitude de 60 μm . L'utilisation d'une amplitude de vibration plus élevée entraîne une diminution de la densité de sommets S_{ds} et une augmentation de l'écart moyen arithmétique S_a . Une augmentation de l'amplitude de vibration induit une plus grande énergie cinétique au niveau des impacts et par conséquent entraîne de plus fortes déformations et donc des vallées et des pics plus importants en moyenne. Mais, localement (à une échelle inférieure aux cratères causés par les billes), l'utilisation d'une plus grande énergie entraîne un aplatissement des petits pics et creux donnant par conséquent une plus faible densité de sommets, comme illustré dans la Figure 65.



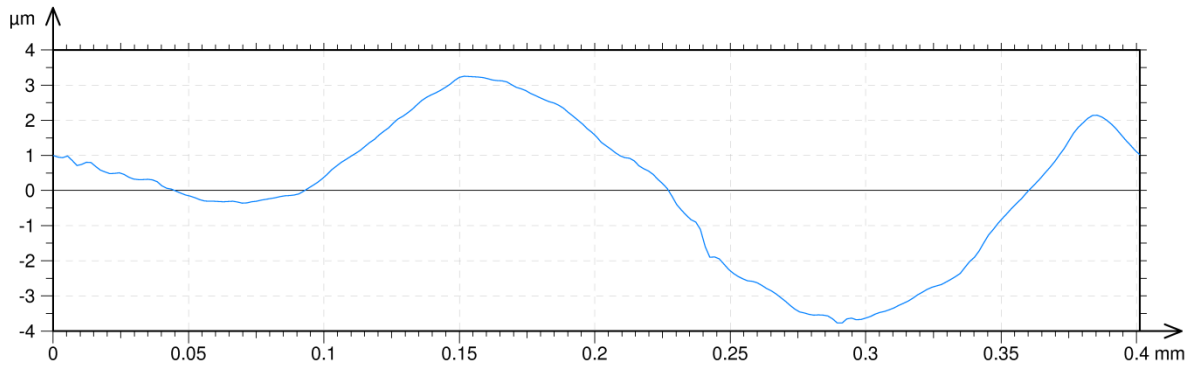


Figure 65 : Profils des échantillons USP_2 (30 µm d'amplitude, en haut) et USP_3 (60 µm d'amplitude, en bas) obtenus avec une longueur d'évaluation de 7 µm et un filtre passe-bas.

Le meilleur paramètre identifié avec les échantillons traités à l'aide des billes de 100C6 est la hauteur des pics extrêmes S_{xp} avec un filtre passe-haut et une longueur d'évaluation de 7 µm. La hauteur des pics extrêmes est un paramètre fonctionnel : il est basé sur la hauteur du taux de portance surfacique *i.e.* la hauteur à laquelle un certain taux de surface portante est atteint. Cette hauteur est calculée à partir de la définition d'un plan moyen. Le paramètre S_{xp} correspond à la soustraction de la hauteur à laquelle un taux de portance de 50% est atteint à celle correspondant à un taux de portance de 2,5%.

Le paramètre S_{xp} est égal à 0,275 µm pour une amplitude de vibration de 60 µm et est égal à 0,335 µm pour une amplitude de 80 µm. Comme précédemment indiqué, une augmentation de l'amplitude de vibration induit l'utilisation d'une énergie cinétique plus élevée lors des impacts et conduit donc à une augmentation globale de la rugosité. Les valeurs du paramètre S_{xp} suivent cette tendance. Ce paramètre est plus pertinent que d'autres paramètres de rugosité plus communément utilisés tels que l'écart moyen arithmétique S_a car le S_{xp} implique l'utilisation de seuils. Le paramètre S_{xp} , basé sur la courbe d'Abbot, est calculé en éliminant les pics et vallées les plus importants et permet donc de se focaliser sur les variations les plus significatives tout en éliminant les points aberrants ou non significatifs.

III.3.4. Effet du taux de recouvrement

L'effet du taux de recouvrement a été examiné à l'aide de trois échantillons : les échantillons USP_4, USP_6 et USP_7, présentant respectivement un taux de recouvrement de 100%, 1000% et 10 000%. Le paramètre le plus pertinent pour décrire les effets du taux de recouvrement sur la rugosité est, d'après l'analyse de variance, la densité moyenne des plis évaluée sur une longueur d'évaluation de 29 µm à l'aide d'un filtre passe-bas. Comme indiqué dans la Figure 66, la densité moyenne des plis est respectivement égale à 175, 137 et 240 cm/cm² pour un taux de recouvrement de 100%, 1000% et 10 000%. On remarque qu'il y a une inversion de tendance : une augmentation du taux de recouvrement de 100% à 1000% induit une diminution de la densité moyenne des plis alors qu'une augmentation du taux de recouvrement de 1000% à 10 000% induit une augmentation de la densité moyenne des plis d'un facteur 1,5. On retrouve cette même inversion avec l'écart moyen arithmétique

(classé en 13^{ème} position) puisqu'il est environ égal à 0,15 μm pour un recouvrement de 100%, 0,10 μm pour un recouvrement de 1000% et 0,45 μm pour un recouvrement de 10 000%.

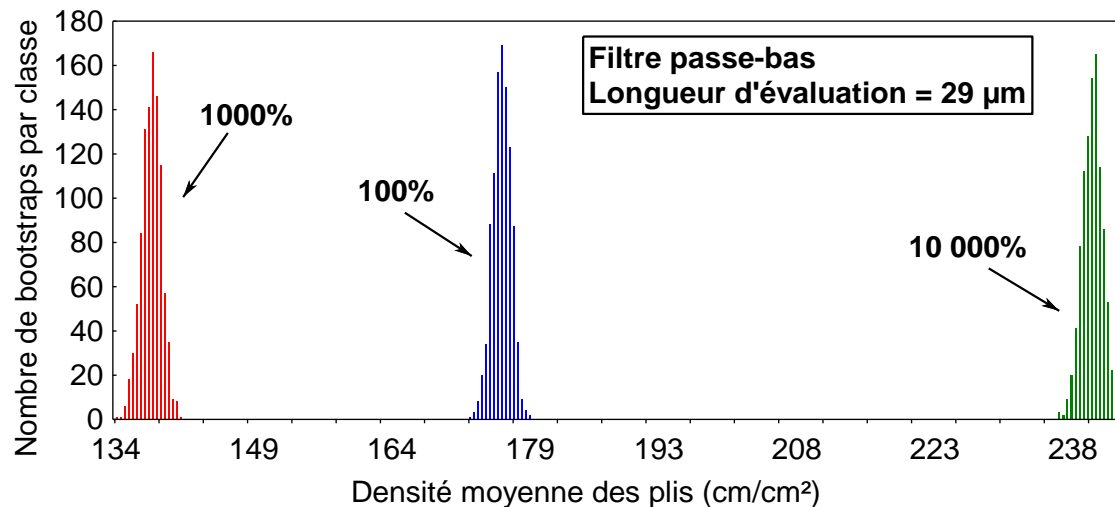


Figure 66 : Distributions des valeurs de la densité moyenne de plis obtenues pour les échantillons possédant un taux de recouvrement de 100% (USP_4), 1000% (USP_6) et 10 000% (USP_7), pour une longueur d'évaluation de 29 μm et un filtre passe-bas.

L'évolution de la rugosité des échantillons en fonction du taux de recouvrement (ou du temps de traitement) a été examinée par plusieurs équipes de recherche. Toutefois, différentes conclusions ont été tirées suivant les conditions de traitement examinées. Dai *et al.* [17] ont identifié trois grandes étapes lors du traitement de plaques en alliage d'aluminium à l'aide de l'observation du paramètre PV. Ce dernier décrit la distance mesurée entre le pic le plus élevé et la vallée la plus basse. Ils ont identifié une première phase pendant laquelle le paramètre PV croît avec la durée du traitement. Cette augmentation de la rugosité est due à la création d'indents dans le matériau lors des impacts : la surface, originellement « lisse », est petit-à-petit recouverte de multiples impacts. Dans un deuxième temps, ils ont observé une décroissance du paramètre PV. Cela correspond à un recouvrement complet de la surface. Dai *et al.* ont expliqué cette décroissance par une diminution des pics de la surface lors des nouveaux impacts alors que les vallées ne sont plus affectées par ces derniers. La troisième et dernière étape est décrite comme une phase de saturation. Selon Dai *et al.*, il y a un équilibre dynamique entre la génération des pics et vallées et la réduction de la hauteur des pics. Mordyuk et Prokopenko [8] ont reporté des étapes similaires en observant l'évolution du R_a en fonction de la durée de traitement du grenailage par impact ultrasonique.

En revanche, Miao *et al.* [35] sont parvenus à des conclusions différentes de celles tirées par Dai *et al.* [17]. Miao *et al.* n'ont identifié que deux phases lors de l'observation de l'évolution du paramètre PV avec l'augmentation du temps de traitement. Dans une première étape, ils ont noté que la valeur du paramètre PV augmentait de manière *quasi* linéaire avec l'augmentation du nombre d'impacts. Pendant la seconde phase, la rugosité continuait à augmenter avec le nombre d'impacts mais très faiblement à cause de la superposition des impacts. Des observations similaires ont été rapportées par Majzooobi *et al.* [36] et Bagherifard *et al.* [11]. Cette différence du nombre d'étapes pour décrire

l'évolution de la rugosité en fonction du temps de traitement peut être expliquée par le taux de recouvrement atteint (seulement 100% pour Miao *et al.* [35] et 300% pour Bagherifard *et al.* [11]) ou encore par la combinaison de paramètres procédé utilisée. Malheureusement, Dai *et al.* [17] n'ont donné que peu d'informations sur les conditions de traitement, ce qui interdit tout calcul du taux de recouvrement atteint, par exemple à l'aide de modèles théoriques comme celui développé par Kirk [37].

Un autre fait intéressant a été souligné par Bagherifard *et al.* [11]. Ces derniers ont noté que le début de la stabilisation de la rugosité était étroitement dépendant du paramètre choisi pour décrire la morphologie de l'échantillon. A titre d'exemple, ils ont noté que l'écart moyen arithmétique R_a se stabilisait beaucoup plus rapidement que le paramètre PV. L'évolution de la rugosité en fonction du temps de traitement ou du taux de recouvrement est donc également dépendante du paramètre de rugosité choisi pour la décrire.

Selon les résultats reportés dans la littérature, la décroissance de la densité moyenne des plis avec l'augmentation du taux de recouvrement de 100% à 1000% pourrait correspondre à la seconde phase décrite par Dai *et al.* [17]. Quant à l'augmentation de densité moyenne des plis de 1000% à 10 000%, il semble qu'elle soit causée par un phénomène différent : une délamination de la couche écrouie en surface, comme illustré dans la Figure 67. L'aspect de la surface de l'échantillon USP_7 est similaire à celui observé par Poorna Chander *et al.* [15] après avoir sur-grenaillé la surface d'un acier.

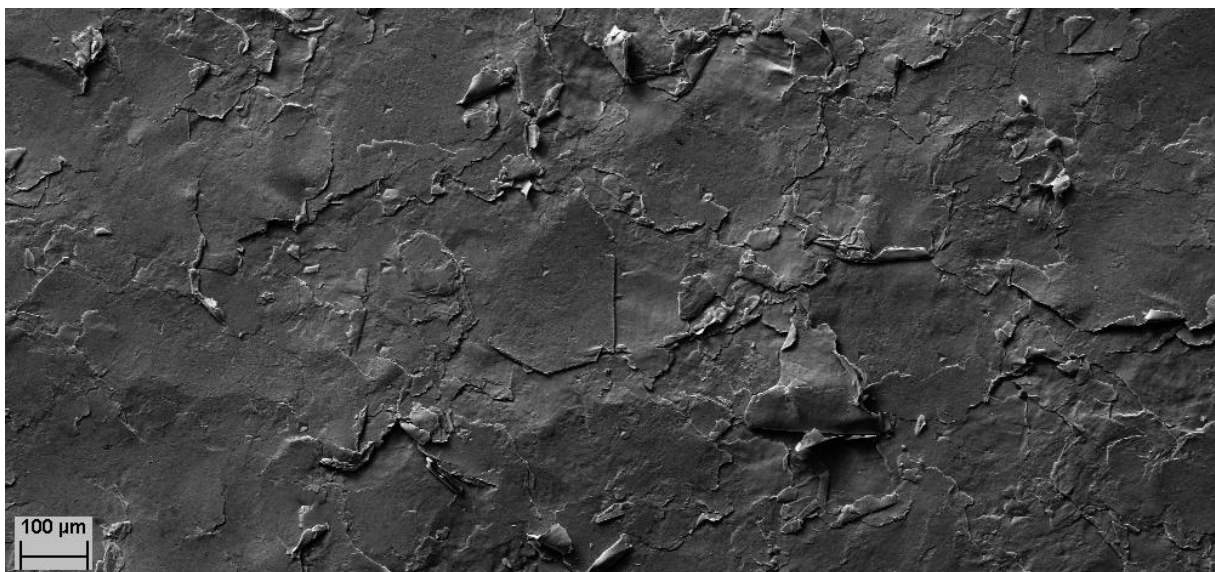


Figure 67 : Observation MEB de la délamination de la couche écrouie de l'échantillon USP_7.

III.4. Création d'un modèle prédictif

La méthode développée dans cette section consiste à chercher la meilleure relation existant entre les conditions de traitement et un paramètre de rugosité combiné à une longueur d'évaluation et un filtre. Pour cela, toutes les combinaisons de paramètres de rugosité, de longueur d'évaluation et du type de filtre sont exprimées comme une fonction linéaire des paramètres du procédé (*i.e.* en fonction du diamètre des billes, de la nature des billes, de l'amplitude de vibration de la sonotrode et du taux de

recouvrement). Pour le matériau des billes, l'acier 304L est représenté par la valeur numérique 1 tandis que l'acier 100C6 est représenté par le chiffre 0. Le type de fonction choisi pour le modèle prédictif s'explique par l'absence de différentes modalités pour chaque paramètre : il paraît en effet délicat de s'aventurer sur une relation autre que linéaire comme une seule des quatre conditions (le taux de recouvrement) possède trois modalités (100%, 1 000% et 10 000%).

La relation linéaire donnant le meilleur coefficient de corrélation ($R^2 = 0,97$) correspond à l'utilisation de la profondeur moyenne des plis (MDF) avec un filtre passe haut et une longueur d'évaluation de $122 \mu\text{m}$:

$$\text{MDF} = 0,755 - 0,213D + 0,005C - 0,07B + 0,014R \quad (4)$$

où D, C, B et R sont respectivement le diamètre des billes, l'amplitude de vibration de la sonotrode, le matériau des billes et le taux de recouvrement.

La Figure 68 montre les distributions des différents coefficients de l'équation précédente. D'après ces dernières, une augmentation de 1 du taux de recouvrement augmente la profondeur moyenne des plis de $0,014 \mu\text{m}$. Une augmentation de $1 \mu\text{m}$ de l'amplitude de vibration de la sonotrode induit une augmentation de $0,0052 \mu\text{m}$ de la profondeur moyenne des plis. Au contraire, une augmentation de 1 mm du diamètre des billes conduit à une diminution de $0,2 \text{ mm}$ tandis qu'un gain de 1 pour le matériau des billes induit une chute de $0,08 \mu\text{m}$ de la profondeur moyenne des plis.

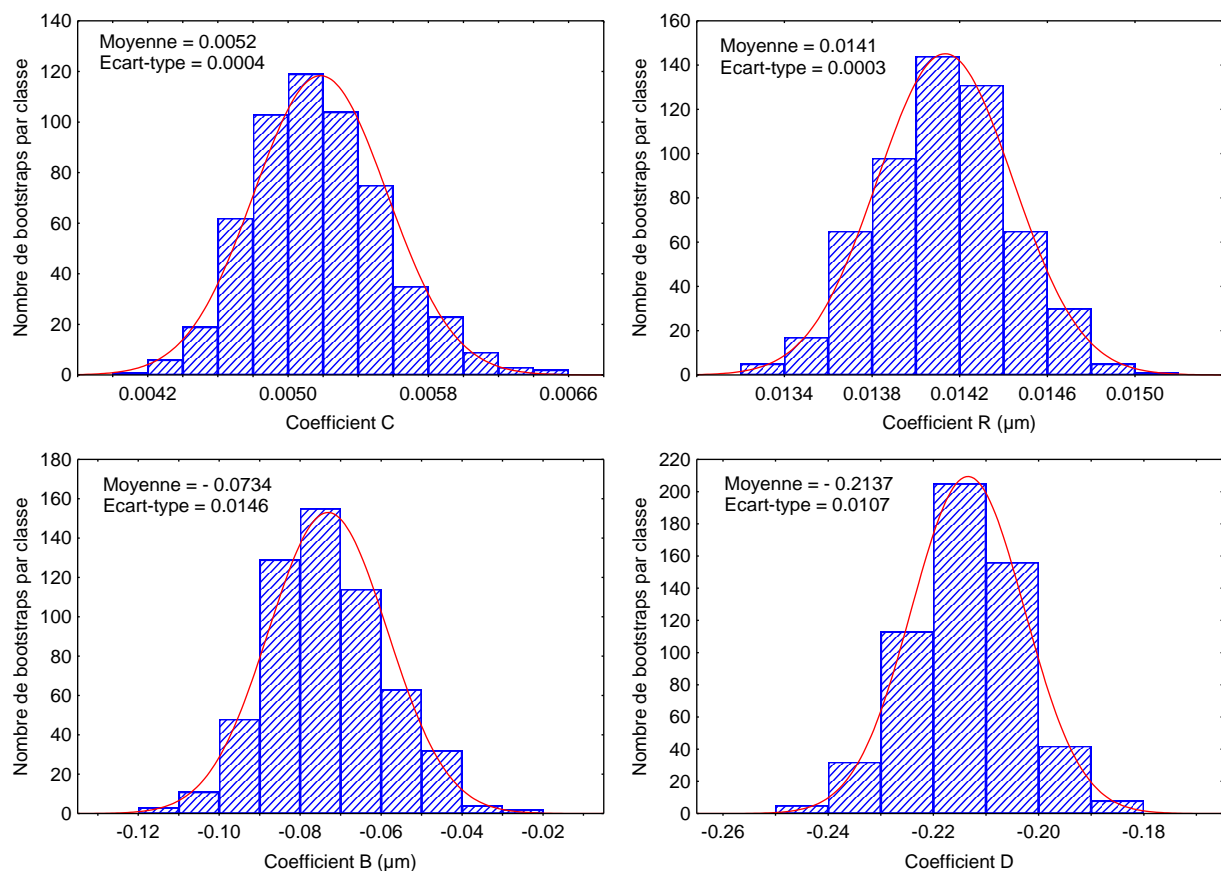


Figure 68 : Distribution des valeurs des coefficients du modèle prédictif.

La profondeur moyenne des plis prédite par l'Equation (4) est représentée en fonction de la profondeur moyenne des plis mesurée dans la Figure 69. Malgré une certaine dispersion des points représentant les valeurs obtenues par Bootstrap, une bonne prédiction est obtenue. En effet, une relation linéaire présentant un coefficient de corrélation égal à 0,97 est obtenue. Ce type de relation peut être très apprécié dans les cas où une certaine rugosité doit être recherchée ou respectée.

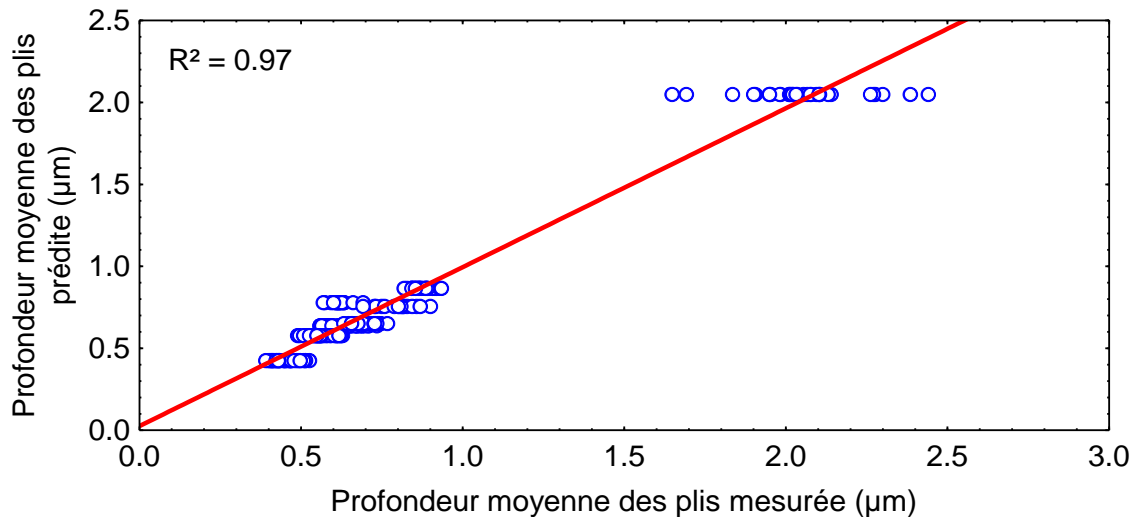


Figure 69 : Prédiction des valeurs de la profondeur moyenne des plis en fonction de celles mesurées.

III.5. Discussion et Conclusion

Une analyse multi-échelle de la rugosité causée par différentes conditions de grenailage par ultrasons a été réalisée en examinant les valeurs d'une cinquantaine de paramètres de rugosité 3D calculés avec une vingtaine de longueurs d'évaluation différentes et deux types de filtre Gaussien robuste (un passe-haut et un passe-bas). L'utilisation d'une analyse statistique de la variance a permis de montrer que les paramètres de rugosité doivent être choisis en fonction des paramètres procédé observés. Ici, nous avons identifié un paramètre de rugosité associé à une longueur d'évaluation et un type de filtre pour chaque type de condition de traitement (*i.e.* chaque paramètre procédé). Nous avons, par exemple, montré que pour caractériser les effets du taux de recouvrement sur la topographie des échantillons traités, il était plus pertinent d'observer la densité moyenne de plis évaluée dans notre cas sur une longueur de 29 µm avec un filtre passe-bas.

Nous avons également souligné les avantages qu'apportent les paramètres de rugosité 3D. Les résultats des paramètres de rugosité 3D n'ont pas été directement comparés à ceux donnés par des paramètres 2D mais des paramètres communs, comme l'écart moyen arithmétique S_a (de formule strictement équivalente au R_a) ont été évalués et jugés moins pertinents que les paramètres caractéristiques du 3D (*i.e.* n'existant qu'en trois dimensions). Les paramètres jugés les plus pertinents mettent en effet mieux en relief les particularités morphologiques de la surface et permettent une caractérisation plus fonctionnelle de la rugosité, notamment grâce à des techniques de segmentation d'images. La pertinence des paramètres n'a pu être évaluée que sur un faible nombre d'échantillons :

seuls huit échantillons ont été analysés et le plan d'expérience correspondant n'est pas croisé (*e.g.* pas d'évaluation conjointe de l'effet du diamètre et de la nature du matériau). Toutefois, l'analyse multi-échelle présentée ici reste prometteuse, même si les résultats présentés nécessitent une validation avec un plan d'expérience complet.

Enfin, nous avons établi une relation entre les conditions de traitement des surfaces grenillées par ultrasons et un paramètre de rugosité : la profondeur moyenne des plis évaluée sur 122 μm avec un filtre passe-haut. La relation linéaire obtenue est de bonne qualité puisqu'un coefficient de corrélation de 0,97 est obtenu. Cette relation est également prometteuse puisqu'elle semble confirmer qu'une prédiction de la rugosité en fonction des paramètres procédé utilisés peut être établie. Or, certains modèles de fatigue sont basés sur un calcul de paramètres de rugosité. Ce type de relation permettrait donc de lier les paramètres matériau à la rugosité obtenue et aux prévisions de durée de vie.

III.6. Références

1. Roland T., Restraint D., Lu K. et Lu J. (2006) Fatigue life improvement through surface nanostructuring of stainless steel by means of surface mechanical attrition treatment. *Scripta Mater* **54**: 1949-1954.
2. Masaki K., Ochi Y., Matsumura T. et Sano Y. (2007) Effects of laser peening treatment on high cycle fatigue properties of degassing-processed cast aluminum alloy. *Mater Sci Eng, A* **468-470**: 171-175.
3. Curtis S., de los Rios E.R., Rodopoulos C.A. et Levers A. (2003) Analysis of the effects of controlled shot peening on fatigue damage of high strength aluminium alloys. *Int J Fatigue* **25**: 59-66.
4. Maawad E., Brokmeier H.G., Wagner L., Sano Y. et Genzel C. (2011) Investigation on the surface and near-surface characteristics of Ti-2.5Cu after various mechanical surface treatments. *Surf Coat Technol* **205**: 3644-3650.
5. Gao Y.K. (2011) Improvement of fatigue property in 7050-T7451 aluminum alloy by laser peening and shot peening. *Mater Sci Eng, A* **528**: 3823-3828.
6. Li J.K., Mei Y., Duo W. et Renzhi W. (1992) An analysis of stress concentrations caused by shot peening and its application in predicting fatigue strength. *Fatigue Fract Eng Mater Struct* **15**: 1271-1279.
7. Arifvianto B., Suyitno, Mahardika M., Dewo P., Iswanto P.T. et Salim U.A. (2011) Effect of surface mechanical attrition treatment (SMAT) on microhardness, surface roughness and wettability of AISI 316L. *Mater Chem Phys* **125**: 418-426.
8. Mordiyuk B.N. et Prokopenko G.I. (2007) Ultrasonic impact peening for the surface properties' management. *J Sound Vibrat* **308**: 855-866.
9. Sun Y. (2013) Sliding wear behaviour of surface mechanical attrition treated AISI 304 stainless steel. *Tribol Int* **57**: 67-75.
10. Anand Kumar S., Ganesh Sundara Raman S., Sankara Narayanan T.S.N. et Gnanamoorthy R. (2013) Influence of counterbody material on fretting wear behaviour of surface mechanical attrition treated Ti-6Al-4V. *Tribol Int* **57**: 107-114.
11. Bagherifard S., Ghelichi R. et Guagliano M. (2012) Numerical and experimental analysis of surface roughness generated by shot peening. *Appl Surf Sci* **258**: 6831-6840.
12. Arifvianto B., Pohan G.A., Suyitno et Mahardika M. (2012) Effect of Slag Ball Blasting Treatment on Surface Structure, Roughness and Wettability of 316LVM Stainless Steel. *Procedia Engineering* **50**: 142-151.
13. Bhuiyan M.S., Mutoh Y. et McEvily A.J. (2012) The influence of mechanical surface treatments on fatigue behavior of extruded AZ61 magnesium alloy. *Mater Sci Eng, A* **549**: 69-75.
14. Cellard C., Restraint D., François M., Rouhaud E. et Le Saunier D. (2012) Laser shock peening of Ti-17 titanium alloy: Influence of process parameters. *Mater Sci Eng, A* **532**: 362-372.

15. Poorna Chander K., Vashista M., Sabiruddin K., Paul S. et Bandyopadhyay P.P. (2009) Effects of grit blasting on surface properties of steel substrates. *Mater Des* **30**: 2895-2902.
16. Child D.J., West G.D. et Thomson R.C. (2011) Assessment of surface hardening effects from shot peening on a Ni-based alloy using electron backscatter diffraction techniques. *Acta Mater* **59**: 4825-4834.
17. Dai K., Villegas J., Stone Z. et Shaw L. (2004) Finite element modeling of the surface roughness of 5052 Al alloy subjected to a surface severe plastic deformation process. *Acta Mater* **52**: 5771-5782.
18. Pereda M.D., Kang K.W., Bonetto R., Llorente C., Bilmes P. et Gervasi C. (2012) Impact of Surface Treatment on the Corrosion Resistance of ASTM F138-F139 Stainless Steel for Biomedical Applications. *Proced Mat Sci* **1**: 446-453.
19. Wang Z., Jiang C., Gan X., Chen Y. et Ji V. (2011) Influence of shot peening on the fatigue life of laser hardened 17-4PH steel. *Int J Fatigue* **33**: 549-556.
20. Cao X.J., Pyoun Y.S. et Murakami R. (2010) Fatigue properties of a S45C steel subjected to ultrasonic nanocrystal surface modification. *Appl Surf Sci* **256**: 6297-6303.
21. Gariépy A., Bridier F., Hoseini M., Bocher P., Perron C. et Lévesque M. (2013) Experimental and numerical investigation of material heterogeneity in shot peened aluminium alloy AA2024-T351. *Surf Coat Technol* **219**: 15-30.
22. Mordyuk B.N., Karasevskaya O.P., Prokopenko G.I. et Khripta N.I. (2012) Ultrafine-grained textured surface layer on Zr-1%Nb alloy produced by ultrasonic impact peening for enhanced corrosion resistance. *Surf Coat Technol* **210**: 54-61.
23. Shaw L.L., Tian J.-W., Ortiz A.L., Dai K., Villegas J.C., Liaw P.K., Ren R. et Klarstrom D.L. (2010) A direct comparison in the fatigue resistance enhanced by surface severe plastic deformation and shot peening in a C-2000 superalloy. *Mater Sci Eng, A* **527**: 986-994.
24. Anand Kumar S., Ganesh Sundara Raman S., Sankara Narayanan T.S.N. et Gnanamoorthy R. (2012) Fretting wear behaviour of surface mechanical attrition treated alloy 718. *Surf Coat Technol* **206**: 4425-4432.
25. Hessert R., Bamberg J., Satzger W. et Taxer T. (2008) Ultrasonic impact treatment for surface hardening of the aero-engine material IN718. Proc. ICSP-10, Tokyo.
26. Tsuji N., Tanaka S. et Takasugi T. (2009) Effects of combined plasma-carburizing and shot-peening on fatigue and wear properties of Ti-6Al-4V alloy. *Surf Coat Technol* **203**: 1400-1405.
27. Vrbka M., Křupka I., Svoboda P., Šperka P., Návrát T., Hartl M. et Nohava J. (2011) Effect of shot peening on rolling contact fatigue and lubricant film thickness within mixed lubricated non-conformal rolling/sliding contacts. *Tribol Int* **44**: 1726-1735.
28. Watanabe Y., Hattori K., Handa M., Yoshida N., Taki T., Duchazeaubeneix J.-M. et Hasegawa N. (2005) Effect of ultra shot peening on contact surface strength. Proc. ICSP - 9, Paris, France, 179-184.

29. Wei Y.-h., Liu B.-s., Hou L.-f., Xu B.-s. et Liu G. (2008) Characterization and properties of nanocrystalline surface layer in Mg alloy induced by surface mechanical attrition treatment. *J Alloys Compd* **452**: 336-342.
30. Zhang P., Lindemann J. et Leyens C. (2010) Shot peening on the high-strength wrought magnesium alloy AZ80—Effect of peening media. *J Mater Process Technol* **210**: 445-450.
31. Stout K.J., Matthia T., Sullivan P.J., Dong W.P., Mainsah E., Luo N. et Zahouani H. (1993) The developments of methods for the characterisation of roughness in three dimensions.
32. International Organization for Standardization (2012) ISO standard 25178.
33. International Organization for Standardization (1996) ISO standard 13565.
34. Harada Y., Fukaura K. et Haga S. (2007) Influence of microshot peening on surface layer characteristics of structural steel. *J Mater Process Technol* **191**: 297-301.
35. Miao H.Y., Larose S., Perron C. et Lévesque M. (2009) On the potential applications of a 3D random finite element model for the simulation of shot peening. *Adv Eng Software* **40**: 1023-1038.
36. Majzoobi G.H., Azadikhah K. et Nemati J. (2009) The effects of deep rolling and shot peening on fretting fatigue resistance of Aluminum-7075-T6. *Mater Sci Eng, A* **516**: 235-247.
37. Kirk D. (2005) Theoretical principles of shot peening coverage. *The Shot Peener* **19**: 28-30.

Chapitre IV : Simulation du test d'indentation et difficultés d'identification des propriétés matériau

IV.1.	Introduction	109
IV.2.	Conditions de simulation	109
IV.2.1.	Simulation 2D <i>versus</i> 3D.....	109
IV.2.2.	Caractéristiques des modèles et Stratégies de vérification de leur sensibilité	112
IV.2.2.1.	Conditions aux limites	112
IV.2.2.2.	Types d'éléments et taille du maillage	113
IV.2.3.	Principales lois de comportement et critères de plasticité utilisés	114
IV.2.3.1.	Matériaux homogènes	115
IV.2.3.2.	Matériaux à gradient de propriétés	117
IV.2.3.3.	Comportement de l'indenteur	118
IV.2.4.	Influence du coefficient de frottement	118
IV.2.5.	Influence des défauts de formes de l'indenteur	122
IV.2.6.	Influence de la rugosité	124
IV.2.7.	Simulation des contraintes résiduelles	126
IV.3.	Difficultés rencontrées : différences entre simulation et résultats expérimentaux	127
IV.3.1.	Problème de détermination du point de référence	128
IV.3.2.	Les Effets de taille (ISE)	130
IV.4.	Vers une identification des propriétés mécaniques	132
IV.4.1.	Présentation du modèle éléments finis	132
IV.4.2.	Vérification du modèle éléments finis	133
IV.5.	Sensibilité de la courbe Force-Déplacement	135
IV.5.1.1.	Cas d'un matériau homogène	135
IV.5.1.2.	Cas d'un matériau hétérogène : bicouche ou gradient de propriétés	137
IV.5.2.	Discussion	142
IV.6.	Conclusion	145
IV.7.	Références.....	149

IV.1. Introduction

L'apparente simplicité du test d'indentation instrumentée est contrebalancée par les difficultés à interpréter les données : ce test met en jeu une sollicitation complexe qui reste mal comprise. Jusqu'à récemment, les données du test d'indentation étaient uniquement interprétées à l'aide de formules semi-empiriques ou empiriques, comme le soulignent les travaux de Tabor [1] majoritairement basés sur des observations expérimentales. Les récents progrès en informatique et ingénierie ont conduit à l'apparition d'un nouvel outil pour l'étude des phénomènes mécaniques : la simulation numérique. A travers l'étude d'une centaine d'articles, nous avons tenté de comprendre comment le test d'indentation doit être simulé et quels sont les effets des conditions choisies sur les résultats. Les principaux phénomènes pouvant détériorer la bonne correspondance entre résultats expérimentaux et résultats numériques sont examinés. Enfin, à l'aide d'un modèle éléments finis, la sensibilité de la courbe de chargement du test d'indentation à une variation de paramètres matériau est investiguée.

IV.2. Conditions de simulation

IV.2.1. Simulation 2D versus 3D

L'utilisation de simplifications géométriques et de l'axisymétrie de certains modèles ont d'abord permis la création de modèles 2D. Puis, l'évolution des moyens de calcul a rendu possible les simulations en 3D (*e.g.* [2]), bien que n'ayant pas remplacé les modèles 2D. La préférence pour les modèles 2D peut être expliquée par deux principaux facteurs. Le premier est la durée des temps de calcul 3D qui reste importante, tout comme la nécessité d'avoir des moyens de stockages considérables. Le second facteur concerne la forme des indenteurs utilisés et l'emploi qui est fait des résultats du modèle. L'utilisation de modèles 2D dans le cas d'indenteurs conique ou sphérique ne nécessite aucune hypothèse simplificatrice sous réserve que le matériau étudié soit isotrope ou que sa structure puisse être modélisée par axisymétrie (*e.g.* modélisation de gradient des propriétés plastiques selon la profondeur, modélisation de contraintes bi-axiales).

Les indenteurs pyramidaux comme le Vickers et le Berkovich nécessitent, quant à eux, l'utilisation d'hypothèses simplificatrices. Ces indenteurs sont modélisés par un cône d'aire de contact équivalente (*i.e.* un cône ayant un angle de $140,6^\circ$), ce qui pose la question de l'influence de cette hypothèse sur les résultats du test d'indentation. Il est à noter que l'exploitation de la simulation du test d'indentation se résume souvent à l'utilisation de la courbe Force-Déplacement. Or, plusieurs auteurs ont montré que le remplacement d'indenteurs pyramidaux par des indenteurs coniques d'aires de contact équivalentes n'a aucune influence notable sur la courbe Force-Déplacement lors du passage du 2D au 3D. Un exemple est présenté dans les travaux de Lichinchi *et al.* [3] sur la caractérisation des propriétés d'un film mince dur, déposé sur un substrat mou, et ayant un comportement élastique-

parfaitement plastique. Ces derniers ont comparé la courbe Force-Déplacement d'une simulation 3D réalisée avec un indenteur Berkovich à celle obtenue avec un modèle 2D mettant en jeu un cône d'aire de contact équivalente. Les courbes obtenues sont quasiment identiques, indiquant que la simulation 2D est un outil efficace pour la simulation du test d'indentation. Plus récemment, Ruan *et al.* [4] ont suivi la même approche pour confirmer l'équivalence 2D-3D en simulant l'indentation d'un matériau élastique-parfaitement plastique, dans des conditions similaires. Sur la base d'un modèle axisymétrique-conique, Ruan *et al.* [4] ont comparé leurs résultats à ceux issus d'un modèle 3D similaire à celui de Larsson *et al.* [5]. Ils ont observé une correspondance quasi-parfaite entre les courbes Force-Déplacement issues dans calculs 2D et 3D. Toutefois, ces cas d'études ne concernent que des comportements assez simples (absence d'écroutissage du matériau) et ne prennent pas en compte l'influence d'autres facteurs tels que le frottement ou encore une forme d'indenteur imparfaite. Or, ces paramètres peuvent avoir une influence non négligeable sur la courbe Force-Déplacement. Tunvisut *et al.* [6] ont, quant à eux, simulé l'indentation d'un matériau élastoplastique présentant un écroutissage en loi puissance et ont comparé les résultats du modèle axisymétrique aux résultats expérimentaux obtenus avec un indenteur Vickers. Une fois encore, une excellente correspondance a été trouvée entre les courbes Force-Déplacement numériques provenant du modèle simplifié et celles du modèle expérimental.

Warren *et al.* [7] ont proposé une étude plus complète sur la confrontation des calculs 2D *versus* 3D lors de la simulation de l'essai d'indentation. Le comportement du matériau a été modélisé par une loi élastoplastique avec un écroutissage de type puissance et les effets associés au frottement et au défaut de pointe de l'indenteur ont été pris en compte. L'étude des champs de contraintes de von Mises calculés à l'aide des modèles 2D et 3D a montré que l'approximation d'un indenteur Berkovich par un cône a des limitations (*i.e.* impossibilité de reproduire des champs de contraintes exactes ou la forme de l'empreinte). Sakharova *et al.* [8] ont également montré que la forme de l'indenteur peut influencer les résultats de la simulation du test d'indentation de manière significative. En juxtaposant les résultats donnés par des simulations réalisées avec des indenteurs conique, Vickers et Berkovich, ils ont souligné que, suivant le matériau étudié, les indenteurs peuvent ne pas être interchangeables (*i.e.* ils donnent des résultats significativement différents au niveau des courbes d'indentation et du calcul de la dureté). Pour cela, ils ont réalisé une étude systématique du rapport h_f/h_{max} ($0,2 < h_f/h_{max} < 0,98$) où h_f est la profondeur résiduelle d'indentation après la décharge et h_{max} est la profondeur d'indentation maximale. Ils ont trouvé que, pour des matériaux présentant de faibles rapports h_f/h_{max} , les résultats fournis par l'indenteur Vickers sont plus proches de l'indenteur conique que ceux calculés à l'aide d'un indenteur Berkovich. Au contraire, pour des matériaux présentant des rapports h_f/h_{max} élevés (*i.e.* en général pour des matériaux à faible ou moyenne dureté), l'équivalence entre les trois indenteurs est acceptable. L'hypothèse simplificatrice nécessaire pour simuler les indenteurs pyramidaux par des cônes présente donc des limitations. Selon les matériaux, il peut être nécessaire d'opter pour un modèle 3D si les essais sont réalisés avec un indenteur Berkovich ou Vickers.

La simplification 3D-2D doit également être considérée avec soin lors de l'indentation de surfaces de géométries complexes telles que des surfaces rugueuses. Walter *et al.* [9] ont investigué l'impact de la rugosité en comparant les données fournies par des simulations 2D et 3D. Ces simulations mettent en jeu l'indentation d'un revêtement CrN possédant un R_a compris entre 2,6 et 11,2 nm, à l'aide d'un indenteur sphérique. Les courbes de chargement obtenues grâce aux deux types de simulation présentent une dispersion plus importante avec l'augmentation de la rugosité. Cette dispersion est plus marquée dans le cas des courbes issues du modèle 2D. Par ailleurs, les courbes Force-Déplacement obtenues présentent des déviations des deux côtés de la courbe de référence (*i.e.* correspondant à l'indentation d'un échantillon lisse) tandis que celles du modèle 3D sont toutes décalées vers la droite de cette courbe. Les auteurs ont interprété cette différence comme étant due à la symétrie du modèle 2D. En effet, lorsque ce modèle a été tourné à 360° en vue de modéliser son rendu 3D, le profil 2D des aspérités a été transformé en un ensemble de cercles concentriques (*cf.* Figure 70). Cette disposition tend à créer un corps plus rigide qu'un ensemble d'aspérités distribuées aléatoirement (cas du modèle 3D). Walter *et al.* ont également observé que l'aire de contact moyenne du modèle 2D était plus élevée que celle du modèle 3D et que cet effet augmentait avec l'accroissement de la rugosité.

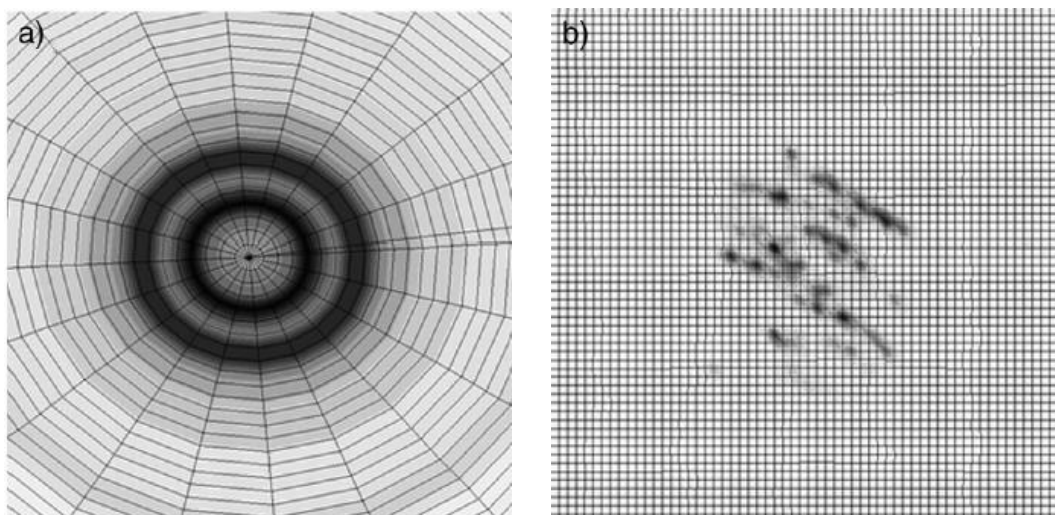


Figure 70 : Représentation des champs de contraintes de von Mises à la surface d'un matériau avec $R_a = 5,4$ nm pour un modèle (a) 2D (rotation des champs obtenus dans le modèle axisymétrique) (b) 3D, d'après [9]. Les nuances les plus foncés indiquent les plus grands niveaux de contraintes.

Ainsi, les différents travaux de la littérature indiquent que, pour les indenteurs pyramidaux, l'hypothèse 2D *versus* 3D (ou cône *versus* indenteurs pyramidaux) doit prendre en compte les objectifs et conditions de l'étude. Si seules les courbes Force-Déplacement sont exploitées alors l'utilisation d'une simulation 2D avec l'hypothèse conique-axisymétrique est adéquate. Les écarts constatés entre les courbes issus des calculs 2D ou 3D sont largement inférieures aux erreurs expérimentales associées à la reproductibilité de l'essai. Toutefois, si les champs de contraintes ou de déformations ou encore l'apparition d'un bourrelet sont étudiés, il est nécessaire d'effectuer une simulation 3D. De même, si le matériau a une structure complexe (*e.g.* non isotrope, symétrie limitée

des propriétés, ...) ou si la surface de la pièce est de nature complexe (*e.g.* présence de rugosité), l'utilisation d'une simulation 3D est préférable, quel que soit le type d'indenteur utilisé.

IV.2.2. Caractéristiques des modèles et Stratégies de vérification de leur sensibilité

IV.2.2.1. Conditions aux limites

Différentes conditions aux limites sont utilisées dans la modélisation éléments finis de l'essai d'indentation. Si le modèle est en deux dimensions alors des conditions de symétrie sont inévitablement présentes. Pour les autres faces du substrat, plusieurs cas sont envisageables. Les plus simples sont :

- (i) « bloquer » toutes les faces du modèle, à l'exception de la surface indentée. Le terme « bloquer » signifie ici l'emploi de d'encastrement ou d'une condition de glissement,
- (ii) « bloquer » la face du dessous et laisser les côtés libres.

La première condition reste très peu utilisée dans les simulations du test d'indentation car elle tend à augmenter la rigidité du modèle, même si cet effet tend à disparaître si les dimensions du modèle sont assez grandes (*e.g.* [10]). La seconde condition reste la plus utilisée actuellement (*e.g.* [11-16]). Dans certains cas, les conditions aux limites utilisées ne sont pas ou peu précisées en justifiant que le modèle a été testé et est insensible aux conditions aux limites (*e.g.* [17, 18]). Dans d'autres cas, l'absence des effets associés aux conditions aux limites est justifiée en arguant que les dimensions du modèle sont grandes devant l'aire de contact étudiée, ce qui permet de supposer que le substrat étudié semi-infini et donc insensible aux conditions aux limites (*e.g.* [19-21]).

D'après ces différents résultats, il semble que la simulation du test d'indentation soit globalement peu affectée par le choix des conditions aux limites si les dimensions du substrat sont suffisamment grandes devant la profondeur indentée.

Au contraire, dans les cas où les dimensions du substrat simulé sont restreintes (*e.g.* le modèle nécessite un grand nombre de degrés de libertés), un soin particulier doit être apporté à l'étude des conditions aux limites. C'est par exemple le cas dans l'étude proposée par Walter *et al.* [9] où la rugosité de surface mesurée par AFM est prise en compte dans la simulation. La surface 3D simulée leur impose un espacement des nœuds très faible. Pour limiter les temps de calcul, les auteurs ont modélisé un volume de $6 \times 6 \times 6 \mu\text{m}^3$ indiquant qu'il s'agit d'un bon compromis entre précision et temps de calcul. Toutefois, ces dimensions sont très faibles comparées au volume total de l'échantillon, nécessitant une bonne description des conditions aux limites, au risque d'altérer la précision des résultats numériques. Pour évaluer l'impact des conditions aux limites, Walter *et al* examinent les quatre options suivantes :

- Tous les nœuds des côtés et du dessous sont fixés : ils ne subissent aucun déplacement dans la direction normale à la surface considérée.
- Seuls les nœuds du dessous sont fixés tandis que ceux des côtés sont gardés libres.

- Les mouvements des nœuds des côtés et du dessous sont prescrits selon les équations dérivées par Boussinesq permettant de déterminer le déplacement d'un point arbitraire à l'intérieur d'un corps semi-infini sollicité par une force centrée.
- Sous-modélisation : la solution est d'abord calculée pour un modèle plus important avec des éléments plus grands. La solution trouvée est ensuite insérée au niveau des frontières d'un modèle plus petit avec un maillage raffiné. Ce système est réitéré à plusieurs reprises jusqu'à l'obtention des conditions aux limites pour le modèle étudié.

Pour évaluer la pertinence de ces quatre conditions aux limites, les courbes d'indentation du matériau (dont la surface est considérée comme « lisse » dans cette partie) sont comparées à la solution exacte donnée par la mécanique de contact Hertzienne. La première solution donne la réponse la plus rigide et est donc la plus éloignée de la solution exacte. Le deuxième choix permet l'obtention d'une courbe beaucoup moins rigide, mais qui reste éloignée de la solution exacte. La meilleure solution est obtenue avec la quatrième configuration, dite « sous-modélisation ». Elle est donc adoptée pour la simulation du matériau rugueux.

Ces quelques études mettent en relief l'importance des conditions aux limites et leur impact sur la précision des résultats, particulièrement lorsqu'une réduction de la taille du modèle s'impose (*e.g.* cas des simulations 3D).

IV.2.2.2. Types d'éléments et taille du maillage

La simulation en 2D du test d'indentation nécessite l'utilisation d'éléments axisymétriques. Les éléments les plus utilisés sont des quadrangles constitués, soit de 4 nœuds à interpolation bilinéaire (*e.g.* [22, 23]), soit de 8 nœuds à interpolation quadratique (*e.g.* [24, 25]). Pour les modèles 3D, les hexaèdres à 8 nœuds sont préférés : ils peuvent être isoparamétriques (*e.g.* [5, 26]), à interpolation linéaire (*e.g.* [9, 27]) ou à interpolation quadratique (*e.g.* [28]).

Un autre paramètre influent dans la simulation du test d'indentation est la taille des éléments au niveau de la zone indentée, *i.e.* la zone où les plus fortes déformations prennent place. Un soin particulier doit être apporté au maillage de cette zone pour deux raisons : faciliter la détection du contact et permettre une description précise de la déformation du matériau. La détection du contact met en jeu la définition de deux éléments : le maître (l'indenteur) et l'esclave (le substrat indenté). Pour que la détection du contact entre ces deux éléments puisse être réalisée avec précision, le maillage de la zone indentée doit être suffisamment fin (sinon il y a un risque de pénétration de l'indenteur sans détection du contact). Si le maillage est trop grossier et que le contact ne peut pas être détecté avant pénétration, cela mène en général à une divergence du calcul. Les études de sensibilité présentées dans la littérature visent le plus souvent à vérifier la bonne description de la déformation. En général, la sensibilité de cette région est investiguée en observant l'évolution des courbes d'indentation, même si les méthodes d'évaluation de la sensibilité employées diffèrent selon les auteurs :

- Liu *et al.* [29] ont évalué l'impact de ces changements de taille en quantifiant les déviations maximales prenant place entre différentes courbes d'indentation obtenues avec des éléments 10% plus petits, 10% plus grands et 50% plus grands que les éléments du maillage de référence. Les maillages avec des éléments plus larges que ceux de référence présentaient de fortes oscillations. Au contraire, le maillage avec des éléments 10% plus petits ne présentait qu'une faible déviation par rapport à la référence, ce qui leur a permis de valider leur choix de raffinement. Cela leur a permis de confirmer la bonne convergence de leur modèle.
- Bressan *et al.* [30] ont examiné l'impact de la taille des éléments dans la région d'indentation mais en comparant, cette fois, la valeur des charges maximales atteintes et l'aspect global des courbes (*e.g.* qualifiées de « rugueuses » lorsque de nombreuses oscillations sont présentes).
- La qualité du maillage peut également être évaluée en observant les valeurs de la dureté obtenues à partir des courbes d'indentation (*e.g.* [31]).

D'autres auteurs préfèrent valider leur maillage en comparant les résultats de leur modèle éléments finis avec un modèle analytique. A titre d'exemple, Beghini *et al.* [15] ont évalué la qualité du maillage adopté en comparant les contraintes calculées à l'aide du modèle éléments finis à la solution analytique donnée par la théorie de Hertz. Beghini *et al.* ont également examiné la profondeur maximale d'indentation atteinte à l'approche de la plasticité. Cette étude comparative est cependant restreinte au comportement élastique, comme aucune solution analytique n'est connue dans le domaine élastoplastique.

Comme l'ont souligné certains auteurs (*e.g.* [32]), un soin particulier doit être porté à l'élaboration du maillage lorsque des effets de bourrelets ou d'enfoncement sont étudiés à l'aide de la simulation numérique car ils sont bien plus sensibles à la taille des éléments (à cause des procédures de contact). A titre d'exemple, Lee *et al.* [33] ont validé leur choix de maillage en investiguant l'influence du choix de la taille des éléments sur l'évaluation du bourrelet. Pour cela, ils ont divisé la profondeur d'indentation finale incluant l'effet de bourrelet par la profondeur nominale, mesurée à partir de la surface d'origine.

Le nombre d'éléments dans la zone de contact ou la taille de la zone raffinée sont des paramètres intéressants puisqu'ils permettent de reproduire les simulations éléments finis en éliminant toute variation due au maillage. Cependant, la description du maillage est rarement complète. Certains auteurs mentionnent le nombre d'éléments en contact avec l'indenteur lors de la simulation [18, 34, 35] tandis que d'autres ne présentent que le nombre total d'éléments [36-38]

IV.2.3. Principales lois de comportement et critères de plasticité utilisés

Les principales lois de comportement et critères de plasticité recensés lors de l'étude bibliographique sont réunis ici selon deux axes. Le premier intitulé regroupe les lois utilisées pour simuler un matériau « homogène » (isotrope ou anisotrope) ou des films minces et s'oppose donc aux matériaux dont les propriétés présentent un gradient en profondeur (second axe).

IV.2.3.1. Matériaux homogènes

Dans la majorité des lois recensées dans la littérature, les auteurs considèrent un comportement uniaxial et suppose le matériau isotrope. Nous écrivons ici ces lois plus généralement en utilisant la contrainte équivalente et la déformation plastique équivalente. L'étude bibliographique a également permis de mettre en exergue la prédominance des critères de plasticité de type quadratique. Le critère de von Mises est le plus utilisé : seules quelques études font appel au critère de Hill, particulièrement pertinent lorsque le matériau est anisotrope.

Parmi les comportements les plus simples, les trois formulations suivantes sont les plus utilisées :

- matériaux supposés parfaitement élastiques durant la déformation, *e.g.* [22],
- matériaux supposés parfaitement plastiques, *e.g.* [3, 25],
- loi bilinéaire où la partie élastique est décrite par la loi de Hooke et la partie plastique par le module tangent E_T , *e.g.* [39].

La loi de comportement la plus utilisée dans la simulation du test d'indentation, particulièrement lors du développement de méthode d'identification des propriétés des matériaux, est la loi d'Hollomon. Cette loi s'exprime de la manière suivante :

$$\bar{\sigma} = K \bar{\varepsilon}_p^n, \quad (5)$$

où $\bar{\sigma}$ est la contrainte équivalente, $\bar{\varepsilon}_p$ est la déformation plastique équivalente, n est le coefficient d'écroutissage et K est une constante dépendant du matériau. En pratique, la plupart des auteurs préfèrent l'écrire :

$$\begin{cases} \sigma = E \varepsilon_e & \text{pour } \sigma < \sigma_y \\ \sigma = R \varepsilon^n & \text{pour } \sigma \geq \sigma_y \end{cases}, \quad (6)$$

où E est le module de Young, ε_e est la déformation élastique, R est une constante dépendant du matériau, σ_y est la limite d'élasticité et ε est la déformation totale. Ils supposent donc une élasticité linéaire isotrope, un matériau isotrope et considèrent une sollicitation de type uniaxial, *i.e.* le tenseur des contraintes n'a qu'une seule composante non nulle. D'après l'hypothèse des petites déformations, la déformation totale peut s'écrire comme suit :

$$\varepsilon = \varepsilon_e + \varepsilon_p. \quad (7)$$

En faisant appel à l'existence d'une continuité mathématique entre la partie 1 et la partie 2 de l'Equation (6) précédente, ils en déduisent les expressions suivantes (*e.g.* [15, 17, 21, 26, 40-47]) :

$$\sigma = \sigma_y \left(\frac{E}{\sigma_y} \right)^n \varepsilon^n \quad \text{ou} \quad \sigma = \sigma_y \left(1 + \frac{E}{\sigma_y} \varepsilon_p \right)^n. \quad (8)$$

Il est important de noter que, cette expression, bien que mathématiquement juste, suppose une corrélation entre les propriétés élastiques et les propriétés plastiques (*via* l'expression de la constante

K) qui reste discutable d'un point de vue mécanique. Cette corrélation est recherchée dans les approches inverses car elle permet de réduire le nombre de paramètres matériaux à identifier mais peut également induire des erreurs d'identification dues à la corrélation imposée. En outre, les hypothèses sur lesquelles sont basées cette formulation ne correspondent généralement pas au cadre de l'indentation : les niveaux de déformations plastiques atteints sont souvent importants et supposent l'utilisation de l'hypothèse de grandes déformations. De même, le champ de contraintes généré par l'indentation n'est pas de type uniaxial.

D'autres lois puissance sont également présentes dans les différentes publications mais restent moins utilisées. C'est par exemple le cas de la loi de Ludwik (*e.g.* [24, 48]) :

$$\bar{\sigma} = \sigma_y + k\bar{\varepsilon}_p^{-n}, \quad (9)$$

où k est une constante liée aux propriétés du matériau.

Parmi ces lois puissance, il y a également la loi de Swift (*e.g.* [8, 31]) :

$$\bar{\sigma} = \sigma_y + C(\varepsilon_0 + \bar{\varepsilon}_p)^n, \quad (10)$$

où C est une constante liée au matériau et ε_0 représente une possible prédéformation du matériau.

Enfin, on retrouve également la loi de Ramberg-Osgood, *e.g.* Haj-Ali *et al.* [49] l'ont écrit avec l'hypothèse 1D comme suit :

$$\varepsilon = \frac{\sigma}{E} + \frac{\sigma^n}{F}, \quad (11)$$

où F est un coefficient dépendant de la nature du matériau.

D'autres auteurs (*e.g.* [50]) ont choisi d'utiliser des lois de type saturant comme la loi de Voce [51] :

$$\bar{\sigma} = \sigma_y + R_{\text{inf}} \left(1 - \exp(-b\bar{\varepsilon}_p)\right), \quad (12)$$

où R_{inf} et b sont des constantes dépendant du matériau.

Cette loi décrivant un écrouissage isotrope est souvent associée à un écrouissage cinématique basé sur la formulation d'Armstrong et Frederick [52] qui est décrit par le tenseur d'ordre 2, \bar{X} , dont la loi d'évolution est donnée par la relation suivante :

$$\dot{\bar{X}} = \frac{2}{3} C \dot{\varepsilon}_p - \gamma \bar{X} \dot{\varepsilon}_p, \quad (13)$$

où C et γ sont les paramètres matériau. Cette combinaison d'écrouissage, plus souvent désignée comme le modèle de Lemaître - Chaboche [53] est privilégiée par les auteurs lors de chargements cycliques (*e.g.* [50, 54]).

Dans le cas de l'étude des phénomènes prenant place lors de l'indentation de cristaux, des modèles constitutifs de type mésoplastique sont utilisés. A titre d'exemple, Liu *et al.* [55] ont adopté une

approche basée sur la plasticité cristalline, avec un écrouissage isotrope reprenant le modèle établi par Peirce *et al.* [56] et Hutchinson *et al.* [57].

IV.2.3.2. Matériaux à gradient de propriétés

Parmi les matériaux à gradient de propriétés, on peut distinguer ceux présentant une variation des propriétés élastiques et ceux possédant un gradient des propriétés plastiques.

Suresh *et al.* [19] ont étudié le comportement d'un matériau ayant un gradient de propriétés élastiques décrit par la relation suivante :

$$E = E_0 \exp(az), \quad (14)$$

où E_0 est le module de Young à la surface du matériau, z décrit la profondeur et la constante a permet de qualifier la forme du gradient.

Diverses stratégies sont employées pour modéliser le gradient des propriétés plastiques. Peu d'études ont été publiées sur le sujet. Parmi celles recensées, on peut distinguer trois types de stratégies pour la modélisation du gradient. Dans la première méthode, le gradient est décrit par un seul paramètre de la loi de comportement, tel que la variation de limite d'élasticité dans la direction du gradient. Choi *et al.* [23] ont par exemple choisi d'utiliser une loi de type Hollomon dans laquelle la limite d'élasticité varie en fonction de la profondeur, comme suit :

$$\sigma_y(z) = \sigma_y^{\text{surf}} (1 + \beta z), \quad (15)$$

où σ_y^{surf} est la limite d'élasticité à la surface du matériau et β est un facteur permettant de décrire le gradient.

La seconde méthode repose sur l'utilisation d'une loi des mélanges. Nakamura *et al.* [11] ont par exemple décrit la variation de composition V_c d'un mélange de phases métallique et céramique en approximant ce dernier par une loi puissance idéalisée :

$$V_c = \left(\frac{z}{t} \right)^n, \quad (16)$$

où t est l'épaisseur de la couche présentant un mélange de phases et n est une constante caractéristique du mélange.

Moussa *et al.* [58] ont, quant à eux, décrit le gradient en mélangeant la loi de comportement du substrat et celle du matériau en surface :

$$\begin{cases} \sigma = \sigma^{\text{surf}} & \text{pour } z > e_1, \\ \sigma = \sigma^{\text{sub}} + \frac{\sigma^{\text{surf}} - \sigma^{\text{sub}}}{e_2} (e_2 + e_1 - z) & \text{pour } e_1 < z < e_1 + e_2, \\ \sigma = \sigma^{\text{sub}} & \text{pour } z > e_1 + e_2 \end{cases} \quad (17)$$

où σ^{surf} et σ^{sub} sont décrits par une loi puissance correspondant respectivement au comportement en surface et au comportement du substrat, e_1 est l'épaisseur de la couche en surface où les propriétés sont supposées constantes et $e_2 - e_1$ est l'épaisseur de la couche intermédiaire où le gradient varie linéairement et de manière décroissante.

La troisième méthode implémente directement le gradient en modifiant la loi de comportement du matériau de la couche concernée. Giannakopoulos *et al.* [20] ont par exemple modifié la loi de Ramberg-Osgood en y incluant une variation locale des propriétés élastoplastiques en fonction de la profondeur :

$$\bar{\varepsilon}_p = \left(\frac{\bar{\sigma}}{J} \right)^n \left(\frac{z}{d} \right)^m, \quad (18)$$

où J est la contrainte caractéristique, n est la coefficient d'écroissage, m est un paramètre contrôlant l'intensité du gradient et d est l'épaisseur où une variation des propriétés élastoplastiques avec la profondeur est observée.

Même si l'étude de l'indentation des matériaux à gradient reste récente, ces quelques exemples montrent qu'il existe un nombre non négligeable de représentations du gradient.

IV.2.3.3. Comportement de l'indenteur

Les indenteurs pyramidaux ou coniques sont majoritairement simulés comme des corps parfaitement rigides (*e.g.* [30, 59]). Dans certains cas, les auteurs corrigent une éventuelle déformation de l'indenteur (*e.g.* [3]) en utilisant la relation suivante :

$$\frac{1}{E_r} = \frac{1-\gamma^2}{E} + \frac{1-\gamma_i^2}{E_i}, \quad (19)$$

où E et γ sont respectivement le module élastique et le coefficient de poisson du spécimen, E_i et γ_i sont les paramètres de l'indenteur et E_r est le module effectif du système. Cette correction permet de minimiser les biais dus à une éventuelle déformation de l'indenteur.

Les indenteurs sphériques sont en général modélisés par un comportement élastique (*e.g.* [12, 24]). Ces indenteurs sont moins rigides que les indenteurs pointus puisqu'ils sont souvent réalisés en carbure de tungstène, contrairement aux indenteurs pointus réalisés en diamant ou en saphir. Cependant, certains auteurs gardent l'hypothèse d'une parfaite rigidité de l'indenteur pour une large gamme de matériaux testés présentant différents niveaux de dureté (*e.g.* [60]). Pour minimiser les erreurs, il est cependant préférable de tenir compte de la déformation de l'indenteur.

IV.2.4. Influence du coefficient de frottement

Le frottement fait partie des paramètres dont l'influence reste discutée. Certains groupes de recherche ont choisi de ne considérer que des cas où le frottement est nul, en arguant que :

- (i) L'effet du frottement sur les résultats du test d'indentation est négligeable [14, 17, 61],

- (ii) L'effet du frottement est faible pour le matériau étudié [3],
- (iii) Ne pas considérer le frottement aide à faciliter la convergence [15],
- (iv) Supposer que les surfaces sont lisses permet de négliger les effets du frottement [6].

L'effet du frottement sur les résultats du test d'indentation reste mal maîtrisé et est une question importante dans la compréhension du test d'indentation. Cela a donc donné naissance à plusieurs études qui partagent deux principaux objectifs. Le premier est la quantification de l'influence du frottement sur les résultats du test d'indentation. Le second est la recherche d'une valeur pour le coefficient de frottement à introduire dans les calculs éléments finis, pour reproduire aussi fidèlement que possible la réalité expérimentale. La plupart de ces études diffèrent au niveau des conditions et hypothèses choisies pour la simulation (*i.e.* forme de l'indenteur, profondeur d'indentation maximale, loi de comportement, *etc*) et restent donc difficiles à comparer. Malgré ces différences, quelques tendances principales peuvent être dégagées.

L'ensemble des travaux examinés utilisent la loi de Coulomb pour décrire le frottement, *e.g.* [62, 63]. Seule l'étude de Gao *et al.* [64] semble se démarquer en comparant le modèle de Coulomb au modèle de contraintes de frottement (*friction stress model*), similaire au modèle de zones cohésives utilisé en mécanique de la rupture. Gao *et al.* indiquent que le modèle de contraintes de frottement donne de meilleurs résultats que la loi de Coulomb pour l'évaluation du facteur de correction β défini par Oliver and Pharr [65]. Toutefois, la loi de Coulomb reste la méthode la plus utilisée pour décrire le frottement grâce à sa simplicité d'application.

Tabor [1] a décrit l'évolution de la force normale P en fonction du coefficient de frottement μ et du demi-angle α d'un indenteur conique à l'aide de l'équation suivante :

$$P = q \frac{(1 + \mu)}{\tan \alpha} \frac{\pi d^2}{4}, \quad (20)$$

où d est le diamètre de contact, q est proportionnel à la contrainte normale. Ce dernier paramètre est indépendant de la forme de l'indenteur d'après Hankins. Cette relation permet de montrer que pour des grandes valeurs du demi-angle α , la valeur du coefficient de frottement μ devient très faible. Par conséquent, pour les indenteurs Berkovich et Vickers possédant un demi-angle égal à $70,3^\circ$, l'effet du frottement sur la charge normale peut être négligé.

Pour approfondir cette dépendance, Bucaille *et al.* [17] ont mené différentes simulations par éléments finis en prenant des demi-angles égaux à $42,5^\circ$, 50° , 60° et $70,3^\circ$ et un coefficient de Coulomb variant entre 0 et 0,3. La comparaison des forces normales leur a permis de quantifier l'influence de la valeur du coefficient du frottement en fonction de la valeur de l'angle de l'indenteur. Leurs conclusions indiquent qu'une variation du coefficient de frottement de 0 à 0,3 ne fait varier la force normale maximale, pour une profondeur donnée, que de 3% pour les demi-angles les plus élevés (60° et $70,3^\circ$). L'influence du frottement est plus forte pour de faibles valeurs de demi-angles : une augmentation de 20% de la force maximale est constatée quand μ varie de 0 à 0,2 pour le demi-angle représentant le

Cube Corner (42,5°). Bressan *et al.* [30] ont observé une légère augmentation de la valeur de la force maximale induite par l'enfoncement d'un cône équivalent à un Vickers, avec la variation de la valeur du coefficient de frottement. Cette observation leur a permis de conclure que l'effet du frottement était négligeable dans ce contexte.

Antunes *et al.* [66] ont examiné l'influence de la valeur du coefficient de frottement (μ égal à 0,08, 0,16 et 0,24) sur la forme des courbes d'indentation résultant d'une simulation 3D mettant en jeu l'indentation d'un matériau élastoplastique à l'aide d'un indenteur Vickers. Comme les courbes étaient confondues, ils ont conclu que l'influence du frottement pouvait être négligée. Sakharova *et al.* [8] ont confirmé ces résultats en utilisant des hypothèses similaires dans leur simulation et ont élargi ces observations à l'indentation de matériaux composites à l'aide d'un indenteur Vickers, Berkovich ou conique. D'autres travaux, comme ceux publiés par Warren *et al.* [7] ont noté que le frottement avait un léger effet sur la partie charge de la courbe d'indentation alors qu'aucun effet n'était constaté sur la décharge ou sur l'empreinte résiduelle. Globalement, ces travaux sont principalement axés sur l'identification de l'effet du frottement dans un cadre d'étude précis (*e.g.* il n'y a pas d'analyse de l'influence du choix de la loi de comportement).

De telles observations existent également pour les indenteurs sphériques. Lee *et al.* [33] ont noté une légère augmentation de la valeur de la charge, pour une profondeur d'indentation fixée, lors de l'augmentation du coefficient de frottement. Toutefois, aucune quantification de cette augmentation n'a été faite. En utilisant une loi élastique-viscoplastique, Berke *et al.* [67] ont montré que le coefficient de frottement impacte la courbe d'indentation. Lorsque le frottement est pris en compte, il y a une augmentation de la charge nécessaire pour atteindre la même profondeur d'indentation que celle obtenue en l'absence de frottement. Ils ont aussi trouvé que la première partie de la courbe tendait à se rigidifier après une profondeur d'indentation environ égale à 20 nm, et que cet effet tendait à s'accroître avec l'augmentation de la profondeur. Toutefois, aucun effet du coefficient de frottement n'est constaté lors de la décharge. Cette dépendance de la courbe d'indentation à la valeur du coefficient de frottement a également été notée par Mesarovic *et al.* [68] et confirmée par les travaux de Cao *et al.* [46, 60]. Cao *et al.* ont précisé que pour des matériaux élastique parfaitement plastique, les effets du frottement peuvent être importants pour de larges rapports de h/R (où h est la profondeur d'indentation et R le rayon de l'indenteur). Ils ont également souligné que cet effet pouvait être élevé pour des matériaux ayant un faible coefficient d'écroutissage. Pour un rapport h/R et un coefficient d'écroutissage donnés, ils ont noté qu'un large rapport E/σ_y peut aussi augmenter l'effet du frottement. En conséquence, Cao *et al.* ont conclu qu'un large coefficient d'écroutissage ou un large rapport E/σ_y étaient nécessaires pour négliger les effets du frottement dans le cas de l'indentation de matériaux élastoplastiques à l'aide d'un indenteur sphérique.

Toutefois, beaucoup de travaux s'accordent à dire qu'au-delà d'une certaine valeur du coefficient de frottement, les courbes d'indentation deviennent indissociables. Dans le cas des matériaux élastiques

viscoplastiques, Berke *et al.* [67] ont montré que cette valeur limite du coefficient de frottement était voisine de 0,3. Ces résultats sont confirmés par les travaux de Habbab *et al.* [69] et Bucaille *et al.* [17], pour les matériaux élastoplastiques.

Ainsi, une dépendance significative de l'effet du frottement aux hypothèses et aux conditions du modèle éléments finis est observée. Cet effet est exacerbé dans le cas de matériaux élastique parfaitement plastique ou possédant un coefficient d'écroutissage faible. La forme de l'indenteur doit également être prise en compte. Les résultats obtenus avec des indenteurs pointus ayant des angles élevés ne sont pas affectés par la valeur du frottement pour des profondeurs d'indentation supérieures au défaut de pointe. En revanche, dans le cas d'indenteurs sphériques, les résultats sont sensibles au coefficient de frottement. Cette sensibilité est d'autant plus forte que le rapport h/R est élevé. Enfin, pour des coefficients de frottement supérieur à 0,3, un « phénomène de saturation » apparaît et les courbes d'indentation deviennent indissociables.

L'effet du frottement sur la variation de l'amplitude du bourrelet ou de l'enfoncement du matériau a également été examiné. Un bourrelet signifie que l'aire de contact du matériau tend à se déformer vers le haut (remontée de matière) tandis qu'un enfoncement traduit un « affaissement » du matériau. Liu *et al.* [29] ont noté que l'augmentation de la valeur du coefficient de frottement de 0 à 0,4 tendait à réduire le bourrelet formé par l'indenteur sphérique étudié. En effet, le frottement empêche le glissement du matériau et donc la formation du bourrelet. Des tendances similaires ont été observées par Bucaille *et al.* [17] pour des indenteurs coniques de différents angles. Ils ont noté que la formation du bourrelet était plus importante pour de faibles angles et qu'elle était réduite par la présence de frottement. Guo *et al.* [70] ont relevé des tendances similaires et ont souligné le fait que, lorsque le demi-angle de l'indenteur conique est assez élevé ($\theta \geq 80^\circ$), le frottement devenait prédominant *i.e.* il y a une *quasi* absence de glissement au niveau de l'interface matériau-indenteur. Ils ont également mis en relief un phénomène de saturation de l'évolution de la taille du bourrelet ou de l'enfoncement du matériau. Gao *et al.* ont noté que dans le cas des matériaux élastoplastiques, lorsque le coefficient de frottement devient supérieur à 0,3, les profils de l'empreinte d'indentation deviennent insensibles à l'augmentation du coefficient. Leur modèle éléments finis leur a permis de constater que cet effet était dû à une absence de glissement au niveau de l'interface entre l'indenteur et le matériau. Mata et Alcalà [34] ont également étudié le rôle du frottement lors de l'indentation de matériaux en loi puissance à l'aide d'indenteurs pointus. Ils ont conclu que si aucun bourrelet ou enfoncement du matériau n'apparaît durant l'indentation alors le frottement n'a pas d'effet sur les courbes d'indentation. C'est par exemple le cas pour les matériaux possédant un coefficient d'écroutissage élevé. En revanche, l'effet du frottement doit être attentivement évalué et pris en compte dans les simulations pour les matériaux subissant un fort écroutissage lors de l'indentation. Des résultats similaires ont été reportés par Taljat *et al.* [45].

Enfin, Antunes *et al.* [31] ont observé que la distribution de la déformation plastique équivalente était aussi affectée par la valeur du coefficient de frottement. L'indentation Vickers d'un matériau élastoplastique donnait une déformation équivalente maximale plus élevée et localisée différemment lors de l'utilisation de faibles valeurs pour le coefficient de frottement. Globalement, Antunes *et al.* ont noté qu'une augmentation de la valeur du coefficient de frottement tendait à lisser le gradient de déformation.

L'ensemble de ces observations montrent qu'il est important d'étudier l'effet du frottement pour une bonne identification des paramètres matériau, particulièrement pour ceux qui tendent à créer des bourrelets ou des enfoncements ainsi que dans le cas d'indenteur sphérique.

IV.2.5. Influence des défauts de formes de l'indenteur

Même si les indenteurs sont réalisés avec une grande précision, leur forme reste imparfaite : défaut de pointe dans le cas des indenteurs pyramidaux ou coniques et défaut de sphéricité pour les indenteurs sphériques. Ces défauts sont initialement dus à des difficultés d'usinage et se trouvent renforcés par l'utilisation des indenteurs. Une attention particulière doit être accordée à ces défauts puisqu'ils peuvent introduire des erreurs au niveau de l'estimation de l'aire de contact et par conséquent affecter les résultats du test d'indentation.

Plusieurs groupes de recherche ont évalué les effets de ces défauts sur les résultats des tests d'indentation et plus particulièrement leurs effets sur la courbe d'indentation. Antunes *et al.* [66] ont étudié l'effet du défaut de pointe d'un indenteur Vickers à l'aide d'une simulation 3D dans laquelle le défaut de pointe est représenté par un méplat (*cf.* Figure 71). En faisant varier la taille de ce méplat, ils ont montré que, pour une charge donnée, la profondeur d'indentation atteinte décroît avec l'augmentation de la taille du défaut. A titre d'exemple, la simulation de l'indentation d'un acier avec un indenteur Vickers dont l'arête du méplat varie entre 0,02 μm et 0,1 μm a induit une variation de la profondeur indentée de 17%, pour des profondeurs environ égales à 0,25 μm .

Des résultats similaires ont été trouvés par Bressan *et al.* [30] et Bouzakis *et al.* [71], même si la modélisation du défaut a été réalisée de manières différentes. Bressan *et al.* ont choisi d'utiliser un modèle axisymétrique où le défaut de pointe d'un indenteur conique a été modélisé par une sphère tandis que Bouzakis *et al.* ont modélisé le défaut par un cône dont la largeur et la hauteur varient (*cf.* Figure 71). Warren *et al.* [7] ont confirmé ces résultats et ont souligné l'insensibilité de la décharge au défaut de pointe, ainsi que celle de la profondeur résiduelle d'indentation. Ils ont complété ces résultats en modélisant un indenteur Berkovich en 3D, présentant un défaut de pointe sphérique de rayon 150 nm. En comparant la force d'indentation totale à celle due à la présence d'un défaut, ils ont pu montrer que celui-ci avait un effet négligeable. En effet, leur profondeur d'indentation maximale était égale à 200 nm, ce qui explique pourquoi seulement 2% de la force totale était portée par le

défaut de pointe. Cet effet aurait été beaucoup plus important pour de faibles profondeurs d'indentation [72].

Même si ces études se distinguent par leurs conditions de simulation (simulation 2D d'un indenteur conique équivalent à un indenteur Berkovich ou Vickers *versus* simulation 3D d'un indenteur Berkovich ou Vickers, représentation du défaut par un méplat *versus* une sphère), elles s'accordent sur le fait que le défaut de pointe a une influence sur les courbes d'indentation. Cette influence est due à la perturbation de l'évaluation de l'aire de contact, particulièrement marquée dans le cas de faibles indentations. Il est important de noter que certains auteurs ont montré que l'influence du défaut de pointe sur la dureté, le module de Young ou sur les courbes d'indentation peut être négligée si l'aire de contact de l'indenteur est corrigée [4, 31].

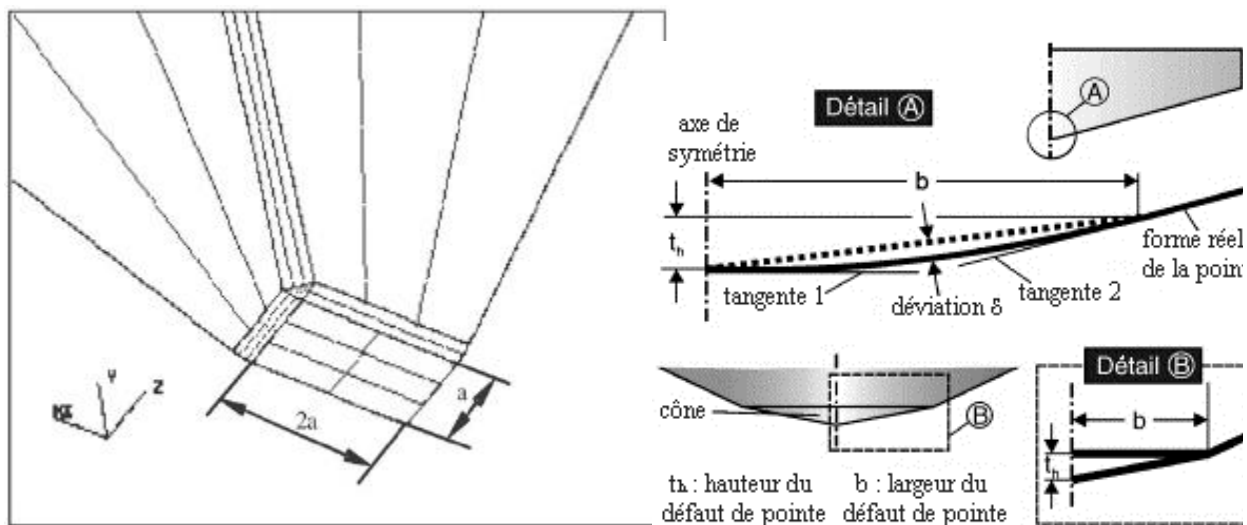


Figure 71 : Modélisation du défaut de pointe d'un indenteur Vickers (Antunes *et al.* [66], à droite) et modélisation du défaut dans un modèle axisymétrique (Bouzakis *et al.* [71], à gauche).

L'effet de pointe devient dominant si les champs de contraintes ou de déformations sont étudiés. Dans ce cas, il devient nécessaire de représenter la pointe le plus fidèlement possible. Antunes *et al.* [31, 66] ont examiné l'influence du défaut de pointe sur les champs de déformations plastiques équivalentes. Ils ont constaté qu'un indenteur Vickers avec un méplat avait un comportement semblable à celui d'un poinçon *i.e.* il y a présence d'un état de contraintes hydrostatique. En simulant un indenteur Vickers pointu, une déformation plastique plus forte est apparue dans la région située sous l'indenteur. Ces différences disparaissent lorsque la profondeur d'indentation devient supérieure à $0,3 \mu\text{m}$.

Les indenteurs sphériques souffrent également de défauts de conception : il reste très difficile d'usiner un indenteur d'une sphéricité parfaite. Quelques auteurs (*e.g.* [73]) ont souligné ce point en mettant en exergue les incertitudes induites lors de l'application d'analyse inverse conçue pour identifier les propriétés de matériaux indentés avec des indenteurs sphériques parfaits. Même si des procédures de calibration existent pour prendre en compte ce défaut [74], peu d'études le considèrent lors des simulations.

Dans celles recensées, ce défaut est considéré comme étant prépondérant dans l'axe de symétrie, et non dans la direction circonférentielle, ce qui permet de garder une modélisation éléments finis axisymétrique. A titre d'exemple, Tyulyukovskiy et Hubert [73] ont utilisé un réseau neuronal pour calculer un facteur de correction dépendant des courbes d'indentation mesurées et de la fonction d'aire de l'indenteur. Ils ont déterminé la fonction d'aire de plusieurs indenteurs sphériques, de rayon compris entre 1 et 10 μm . Puis, en s'inspirant des fonctions d'aires identifiées, ils ont développé une formulation plus générale leur permettant d'exprimer des formes d'indenteurs plus ou moins imparfaites. Tyulyukovskiy et Hubert ont par la suite généré un grand nombre de simulations en faisant varier la fonction d'aire de l'indenteur et les paramètres du matériau afin de déterminer les courbes d'indentation correspondantes. En parallèle, ils ont calculé la courbe d'indentation générée par les mêmes matériaux mais en supposant cette fois l'indenteur parfait. L'ensemble de ces données leur a ensuite permis d'entraîner un réseau de neurones à mettre en relation une courbe obtenue avec un indenteur imparfait à celle correspondant à l'utilisation d'un indenteur parfaitement sphérique. Cette approche inverse se limite par contre à des cas où l'indenteur peut être supposé parfaitement rigide pendant l'essai et a été développée pour des matériaux élastiques-viscoplastiques. De manière similaire, Brammer *et al.* [75] ont démontré l'importance de la prise en compte du défaut de sphéricité et son impact sur les courbes d'indentation pour plusieurs matériaux. Ils ont proposé une méthode de correction permettant de transformer une courbe d'indentation obtenue avec un indenteur imparfait en une courbe correspondant à l'utilisation d'un indenteur parfait équivalent. Cette méthode, développée pour des matériaux élastoplastiques, suppose une totale rigidité de l'indenteur lors de la sollicitation du matériau. Collin *et al.* [24] ont exprimé le défaut de sphéricité de l'indenteur par l'utilisation d'une fonction décrivant l'évolution d'un rayon équivalent en fonction du rayon de contact. Cette définition est plus complète car elle prend, cette fois-ci, en compte l'élasticité de l'indenteur et l'évolution du rayon de contact en fonction de la charge étudiée. Cependant, cette correction est obtenue à l'aide d'un ajustement des données simulées et n'est pertinente que pour l'indenteur de l'étude.

Ces quelques études montrent bien l'importance de la prise en compte du défaut de forme de l'indenteur dans certains cas. Pour les indenteurs pyramidaux et conique, cette correction est particulièrement nécessaire pour de faibles indentations. En revanche, dans le cas des indenteurs sphériques, cette correction semble nécessaire quelle que soit l'échelle de l'étude.

IV.2.6. Influence de la rugosité

Les études expérimentales montrent que la rugosité peut fortement affecter les résultats des tests d'indentation et donc la détermination des propriétés mécaniques des matériaux à cause de la perturbation de l'aire de contact. A titre d'exemple, De Souza *et al.* [76] ont souligné l'importante dispersion de leurs résultats lors de l'évaluation de la dureté d'un titane nitruré par bombardement ionique (écart moyen arithmétique de la rugosité R_a compris entre 20 et 240 nm). Les effets de la

rugosité sont particulièrement significatifs pour des indentations peu profondes. La norme européenne EN ISO 14577-1 [77] conseille d'utiliser une profondeur d'indentation dépassant l'écart moyen arithmétique de la rugosité R_a . Cette limitation peut poser problème lors de la caractérisation de films minces, nécessitant des profondeurs d'indentation très faibles.

Même si les études consacrées à l'analyse de l'effet de la rugosité sur les résultats d'indentation sont peu nombreuses, elles peuvent être distinguées par les stratégies employées pour simuler la rugosité. Ces stratégies peuvent être schématiquement classées en trois catégories :

- (i) La première catégorie regroupe les études analysant l'interaction d'un indenteur avec une unique aspérité ou cavité. A titre d'exemple, Li *et al.* [78] ont étudié l'interaction d'un indenteur conique doté d'une pointe sphérique rigide avec un matériau élastoplastique pour examiner l'influence de la rugosité sur la dispersion de la valeur de la dureté et sur les courbes d'indentation.
- (ii) La seconde catégorie réunit les études complexifiant la représentation de la rugosité en vue de se rapprocher de la réalité. Jiang *et al.* [79] ont utilisé une méthode quasi-continue couplant la simulation éléments finis et atomistique afin de décrire l'indentation d'un monocristal de cuivre présentant des défauts, à l'aide d'un indenteur rigide cylindrique. Dans cette simulation, les défauts du cristal prennent la forme de rainures. En faisant varier la largeur des rainures et le diamètre de l'indenteur, ils ont étudié l'effet de la rugosité sur la détermination du module de Young et de la dureté en fonction de la taille des défauts et de l'indenteur. Berke *et al.* [67] ont tenté de se rapprocher d'une rugosité réelle en créant un profil dont la forme résulte de l'addition de quatre fonctions sinusoïdales d'amplitudes, de longueurs d'onde et de phases différentes. Le profil généré est ensuite inséré à la surface d'un modèle axisymétrique afin d'étudier l'effet de la rugosité (et du coefficient de frottement) sur la détermination de la valeur du module de Young d'un matériau élastique viscoplastique. Walter *et al.* [22] ont choisi de simuler la rugosité de surface d'un matériau en utilisant des profils AFM mesurés sur des films minces de CrN (R_a compris entre 2 et 10 nm). Cependant, cette représentation reste limitée puisque ces profils ont été insérés dans un modèle axisymétrique, ce qui correspond donc à la génération de cercles concentriques dans un modèle 3D équivalent.
- (iii) La modélisation la plus complexe recensée à ce jour a été publiée par Walter *et al.* [9]. Pour investiguer l'effet de la rugosité sur la dispersion des courbes d'indentation et sur la valeur du module de Young, Walter *et al.* ont créé un modèle 3D où la hauteur des nœuds en surface a été interpolée de manière à reproduire les mesures AFM réalisées sur des films minces de CrN (R_a compris entre 2,6 et 11 nm). Cependant, ce modèle ne prend en compte que les déformations élastiques puisque le matériau indenté est supposé élastique tandis que l'indenteur sphérique utilisé est supposé rigide dans les conditions de sollicitation (la profondeur maximale indentée est égale à 33 nm).

Ces quelques études soulignent les difficultés de calcul inhérentes à la modélisation de la rugosité. La simulation de cas réels (*i.e.* rugosité complexe, matériaux élastoplastiques) nécessite une grande puissance de calcul et reste difficile à gérer.

IV.2.7. Simulation des contraintes résiduelles

L'introduction de contraintes résiduelles dans la simulation par éléments finis du test d'indentation est presque exclusivement dédiée à l'étude de leur impact sur les résultats du test d'indentation ou à la construction de méthodes permettant leur identification à partir de l'exploitation des données du test. Cependant, à cause de la complexité du sujet, ces modèles éléments finis sont en majorité basés sur des hypothèses simples :

- (i) Les contraintes étudiées sont principalement uniaxiales ou équi-biaxiales (*e.g.* [80-83]) et permettent donc l'utilisation de modèles axisymétriques. Quelques modèles mettent en jeu des contraintes biaxiales de valeurs différentes mais ils restent peu nombreux (*e.g.* [84, 85]).
- (ii) Le champ de contraintes résiduelles étudié est uniforme sur la profondeur sollicitée ou plus précisément sur la profondeur d'influence de l'indenteur [80].
- (iii) Le comportement du matériau est souvent simple. Dans la majorité des études, il est considéré comme élastique-parfaitement plastique (*e.g.* [84-87]). Seuls quelques études le supposent bilinéaire [82] ou possédant un écrouissage en loi puissance [83, 88].

L'importance de la prise en compte des contraintes résiduelles a été mise en évidence par des essais expérimentaux, dans lesquels la dureté mesurée par essais d'indentation conventionnel était impactée par la présence de ces contraintes. Le développement d'outils informatiques a permis d'accélérer la recherche sur cet impact et plus particulièrement sur l'effet des contraintes résiduelles sur les propriétés identifiées à l'aide du test d'indentation instrumentée. L'une des premières études est celle de l'analyse conjointe de Tsui *et al.* [89] et Bolshakov *et al.* [90], mettant en jeu l'indentation d'un alliage d'aluminium à l'aide d'un indenteur pointu. Cette étude examine l'influence de contraintes résiduelles uniaxiales et biaxiales sur la détermination de la dureté et du module de Young, à l'aide d'essais expérimentaux et d'un modèle éléments finis. La détermination de la dureté à l'aide de la méthode d'Oliver et Pharr [91] a tout d'abord révélé une augmentation de la dureté avec l'introduction de contraintes de compression (ou une diminution de celle-ci avec l'introduction de contraintes de traction).

Toutefois, l'observation des aires de contact à l'aide d'un microscope optique a révélé que cette variation de la dureté n'était qu'un artefact expérimental : elle est causée par l'apparition d'un bourrelet ou d'un enfoncement qui modifie la géométrie de contact avec l'indenteur et fausse le calcul de la dureté. La valeur de la dureté n'est pas affectée par la présence de contraintes résiduelles si l'aire

de contact réelle est prise en compte pour son calcul. L'étude de Bolshakov *et al.* [90] a également permis de souligner que les contraintes résiduelles ne perturbent pas la détermination du module de Young mais affectent en revanche la forme des courbes d'indentation.

De nombreuses études ont suivi les travaux de Tsui *et al.* [89] et Bolshakov *et al.* [90]. Ces études poursuivent deux principaux buts :

- Proposer des méthodes permettant d'identifier les contraintes résiduelles du matériau en quantifiant l'évolution de certains paramètres issus des tests d'indentation (*e.g.* la taille du bourrelet),
- Approfondir les précédentes observations sur les effets des contraintes résiduelles sur les résultats des tests d'indentation en faisant varier les conditions de l'essai : plage de matériaux plus importante [86], loi de comportement plus complexe [83], changement de forme de l'indenteur [92].

D'après les différentes études effectuées sur l'influence des contraintes résiduelles sur les résultats du test d'indentation, il ressort que les contraintes résiduelles peuvent avoir une influence non négligeable sur la courbe d'indentation (et l'aire de contact) et, par conséquent, sur les propriétés mécaniques déterminées à partir de l'exploitation de cette courbe. Chen *et al.* [86] ont noté que, dans le cas d'un matériau supposé élastique parfaitement plastique, la dureté est insensible à la présence de contraintes résiduelles si $E/\sigma_y > 300$. Si le rapport E/σ_y est inférieur à 300 alors une diminution de la dureté mesurée peut apparaître. Sakharova *et al.* [81] ont retrouvé les mêmes tendances avec une loi de comportement élastique parfaitement plastique. Avec l'introduction d'un écrouissage non linéaire, Sakharova *et al.* ont noté que la sensibilité des matériaux mous dépend de la valeur de l'écrouissage : un matériau avec un coefficient d'écrouissage égal à 0,3 est plus sensible qu'un matériau avec un coefficient égal à 0,01 (c'est-à-dire presque parfaitement plastique).

Ces quelques études montrent que la présence de contraintes résiduelles peut introduire des variations non négligeables dans les courbes d'indentation et les propriétés mécaniques qui en découlent. Cependant, cet effet reste encore assez flou car les simulations actuellement menées ne reproduisent pas la complexité des cas expérimentaux. En effet, les états de contraintes étudiés sont supposés homogènes dans la zone sollicitée et ne sont pas couplés à d'autres effets comme la présence d'une rugosité en surface.

IV.3. Difficultés rencontrées : différences entre simulation et résultats expérimentaux

Nous avons vu que différentes conditions peuvent être utilisées pour simuler l'essai d'indentation instrumentée. Certaines de ces conditions ont un impact non négligeable sur les résultats (courbe

Effort-Déplacement, profil d'empreinte). Nous allons évoquer ici les difficultés rencontrées lors de tentatives de reproduction des résultats d'essais expérimentaux à l'aide de la simulation numérique.

Les essais expérimentaux sont souvent entachés d'une variabilité non négligeable. Cette variabilité est causée par différents facteurs. Il y a les phénomènes de surface *e.g.* la présence de forces d'attraction et de répulsion lors de l'approche de la pointe, qui peuvent induire des incertitudes sur la détection de la surface. On peut également citer les effets associés à la préparation des échantillons pouvant induire une contamination, une oxydation ou encore un écrouissage en surface, ... L'ensemble de ces effets perturbent les résultats et l'exploitation des essais d'indentation. Dans le cas spécifique de la nano- ou micro-indentation, ces différents phénomènes sont en partie responsables des problèmes associés à la détermination du point de référence et aux effets de taille en nano- ou microindentation (*Indentation Size Effect - ISE*).

IV.3.1. Problème de détermination du point de référence

Le problème de détermination du point de référence est directement lié aux difficultés à déterminer le moment où l'indenteur entre en contact avec la surface. Les nanoindenteurs et microindenteurs instrumentés classiques sont, en général, programmés pour contrôler un paramètre, la rigidité de contact harmonique, dont le seuil est fixé par l'utilisateur. Une fois cette limite atteinte, la profondeur d'indentation est remise à zéro. La position du zéro est donc considérablement influencée par la rigidité du matériau, les forces de surface, la présence de pollution, le choix du seuil ou encore la rugosité de l'échantillon. Pour essayer de compenser la position incertaine du premier contact, plusieurs méthodes ont été développées.

Fischer-Cripps [93] recense différentes méthodes de correction. L'une d'elle propose de fixer une force initiale seuil pour la détection du point de contact. Une fois cette force atteinte, le déplacement est remis à zéro et l'enregistrement de la courbe Effort-Déplacement (P-h) débute. La position du zéro demeurant incertaine, les données initiales sont décrites à l'aide de l'ajustement d'une courbe, extrapolée jusqu'à $P = 0$. Cette extrapolation fournit une valeur de profondeur de contact initiale, qui est ensuite soustraite à toutes les valeurs de profondeurs suivantes. Il y a donc une translation de la courbe P-h vers la droite (*cf.* Figure 72). Le principal inconvénient de cette méthode est qu'elle requiert une certaine connaissance des propriétés du matériau pour correctement régler la valeur de la force seuil.

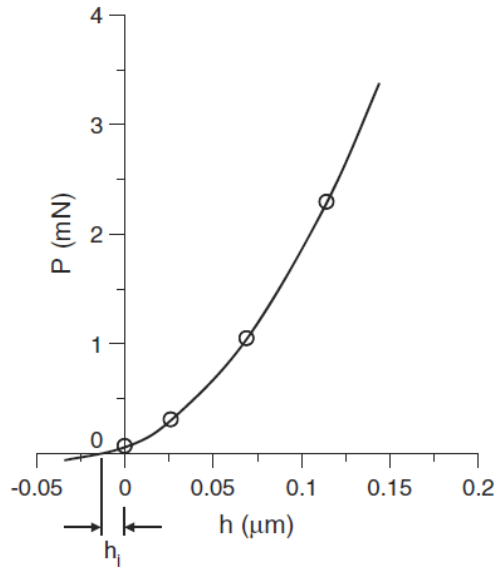


Figure 72 : Schéma de la détermination de la pénétration initiale h_i , d'après [93].

De manière similaire, Grau *et al.* [94] ont souligné l'importance du premier point de contact et ont décrit le chargement initial en ajustant un polynôme de degré 2 à la courbe, ensuite extrapolé jusque $P = 0$ pour pouvoir déterminer la pénétration initiale. Ullner *et al.* [95] ont étudié l'impact de cette méthode sur les résultats et ont conclu que son effet restait très dépendant de la charge étudiée, de la dispersion des mesures expérimentales, de l'incertitude pouvant être acceptée sur la détermination de la profondeur, de l'intervalle utilisé pour l'ajustement de la fonction et de la fonction choisie pour l'ajustement.

Dans le cas des indenteurs sphériques, Chudoba *et al.* [96] et Kalindi *et al.* [27] ont proposé d'extrapoler la courbe P-h près du point de contact en ajustant les 30 premiers nanomètres à l'aide de la théorie de Hertz (P est proportionnel à $h^{3/2}$). Cependant, cette méthode ne convient pas à tous les matériaux car cette portion élastique de la courbe est *quasi* inexistante pour certains matériaux.

Pour limiter l'impact de la mauvaise détermination du premier point de contact, Brammer *et al.* [97] ont construit une méthode d'identification des propriétés mécaniques basée sur la dérivée de la courbe P-h et non sur la courbe P-h elle-même. En outre, ils ont choisi de tronquer le début de la courbe P-h pour éviter toute perturbation des résultats. Ils ont montré que l'utilisation de la dérivée permettait de supprimer les erreurs dues à une mauvaise détermination du point de référence lors de l'identification des propriétés. La troncature de la courbe reste, quant à elle, discutable car cela risque d'éliminer certaines informations locales du matériau.

La plupart des méthodes développées pour corriger la mauvaise détermination du point de référence sont basées sur l'exploitation de courbes expérimentales et sur leur extrapolation. Nous avons vu qu'elles sont souvent adaptées pour des cas particuliers et qu'il est difficile de les généraliser. Tronquer les premiers nanomètres peut être une solution dans le cas où la réponse globale du matériau est recherchée. Toutefois, pour des études à des échelles plus fines, cette troncature est problématique

car elle risque d'éliminer certains phénomènes prenant place en surface et pouvant être important pour la caractérisation locale du matériau. La détermination du point de référence est donc un problème complexe et reste une difficulté majeure puisqu'elle introduit de nombreux biais et peut dégrader les concordances entre les résultats des calculs EF et les résultats expérimentaux.

IV.3.2. Les Effets de taille (ISE)

A de faibles profondeurs, un effet de taille, ou ISE, est observé en indentation traditionnelle et en indentation instrumentée. Cet effet correspond à une augmentation de la dureté avec une diminution de la profondeur d'indentation, pour des profondeurs inférieures au micromètre (*cf.* Figure 73). Toutefois, dans certains cas, une décroissance de la dureté a été observée (*e.g.* [98]), on parle alors d'ISE inverse. Ce dernier étant généralement attribué à des artefacts de mesures, il ne sera pas discuté ici.

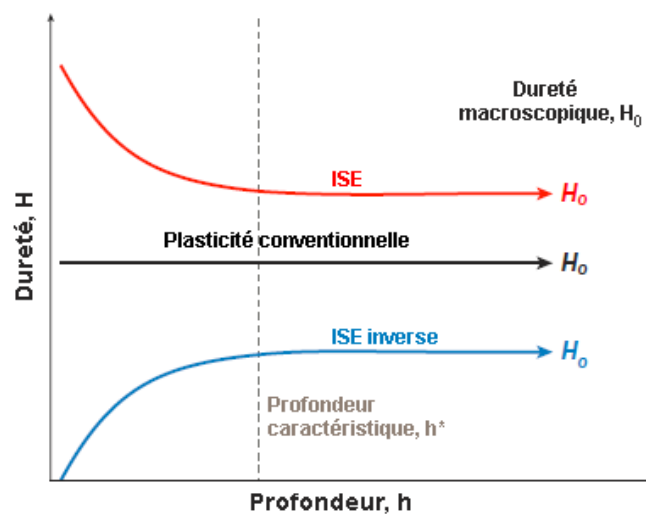


Figure 73 : Schéma illustrant l'ISE, d'après [65].

Le plus souvent, l'ISE est observé lors de l'indentation de matériaux à l'aide d'indenteurs géométriquement similaires (*i.e.* coniques ou pyramidaux). Il est souvent difficile d'identifier de manière certaine les origines de l'ISE. En effet, une **mauvaise calibration de l'aire de contact** de l'indenteur peut induire des erreurs sur le calcul de la dureté. De telles erreurs peuvent être assimilées à un ISE. C'est par exemple le cas lorsqu'un indenteur est supposé parfaitement pointu lors du dépouillement des résultats expérimentaux, alors qu'il présente un défaut de pointe. Cette supposition amène à surestimer la dureté à de faibles profondeurs à cause de la mauvaise estimation de l'aire de contact et peut même affecter la physique mise en jeu lors du dépouillement. En effet, quand le défaut de pointe est important, (*i.e.* indenteur très émoussé), le contact peut être de type sphérique au début du chargement, affectant ainsi la détermination de la dureté pour de faibles profondeurs.

La **préparation des échantillons** est également cruciale pour une bonne détermination des propriétés mécaniques à l'aide du test d'indentation. Parmi les principaux problèmes rencontrés lors de la préparation des échantillons, on compte :

- (i) Une modification des propriétés de surface causée par le polissage *e.g.* **écrouissage**,
- (ii) Une **pollution** de la surface *e.g.* **oxydation** de la surface,
- (iii) L'introduction d'une **rugosité** de surface. Cette dernière impacte particulièrement les résultats lorsque la rugosité est à l'échelle du contact avec l'indenteur. Comme précédemment indiqué, la norme européenne EN ISO 14577-1 [77] conseille d'utiliser une profondeur d'indentation supérieure à l'écart moyen arithmétique de la rugosité. Kim *et al.* [99] ont par exemple développé un modèle d'ISE décrivant l'influence de la rugosité sur la valeur de la dureté. Pour cela, ils ont supposé que la déformation d'un matériau rugueux par nanoindentation est issue du couplage de deux événements : l'aplatissement de la partie rugueuse et la déformation de la partie plane. En séparant analytiquement, le travail fourni pour aplanir la partie rugueuse et celui fourni pour déformer la partie plane, ils ont proposé un nouveau modèle descriptif de l'ISE.

Une **mauvaise détermination du point de référence** de la courbe d'indentation peut également induire une augmentation artificielle de la dureté à de faibles profondeurs si elle n'est pas corrigée.

Récemment, Pharr *et al.* [100] ont également souligné que l'utilisation de la **technique CSM** à de faibles profondeurs pouvait induire des erreurs sur la détermination de la dureté.

L'ISE ayant également été détecté lors de l'indentation de matériaux nobles (*i.e.* contrôle de l'écrouissage en surface) dans des conditions parfaitement contrôlées (*e.g.* absence de contamination de la surface), des modèles ont été développés pour tenter d'expliquer l'apparition de ce phénomène. Ces modèles peuvent être regroupés en deux catégories : les modèles à base physique fondés sur la théorie des dislocations et les modèles phénoménologiques, basés sur des descriptions conventionnelles de la plasticité dans lesquelles sont introduits des paramètres d'échelle. Le modèle de Nix et Gao [101] compte parmi les modèles à base physique les plus connus. Ce modèle explique l'effet de taille observé en faisant appel au concept de **dislocations géométriquement nécessaires**. Ces dernières sont présentes dans la zone indentée pour accommoder la déformation permanente associée au volume déplacé en surface par l'indenteur. Ces dislocations s'ajoutent aux dislocations statistiquement distribuées issues de la déformation du matériau, ce qui donne naissance à un phénomène de durcissement plus important à de faibles profondeurs d'indentation.

L'ISE est donc un phénomène particulièrement complexe dont l'origine reste difficile à déterminer. De nombreux artefacts expérimentaux peuvent en effet donner lieu à l'apparition d'un durcissement en surface et ces différentes contributions restent impossibles à dissocier, ce qui rend particulièrement difficile leur introduction dans un calcul EF.

IV.4. Vers une identification des propriétés mécaniques

IV.4.1. Présentation du modèle éléments finis

L'étude bibliographique précédente a montré que le remplacement d'indenteurs pyramidaux par des indenteurs coniques d'aire de contact équivalente n'a aucune influence notable sur la courbe Effort-Déplacement (notée P-h par la suite). Par conséquent, l'ensemble des calculs présentés dans ce chapitre sont effectués avec un modèle axisymétrique. Deux types d'indenteurs ont été utilisés : un indenteur Berkovich, modélisé par un cône de demi-angle $70,3^\circ$ et un indenteur sphérique de rayon $79 \mu\text{m}$. Ces indenteurs ont tous deux été considérés comme parfaitement rigides puisque les indenteurs expérimentaux auxquels ils correspondent sont en diamant et possèdent donc une rigidité bien plus importante que celle des aciers étudiés ici.

L'échantillon a été modélisé à l'aide d'éléments 2D axisymétriques à 8 nœuds, à déplacement quadratique, tandis que les éléments de contact possèdent 3 nœuds. Le contact entre l'échantillon et l'indenteur a été modélisé à l'aide d'une relation maître-esclave. Les dimensions de l'échantillon ont été choisies de manière à réduire les temps de calcul sans pour autant affecter la courbe P-h (*e.g.* par l'introduction d'une rigidité artificielle causée par l'adoption de trop faibles dimensions pour le modèle éléments finis). Pour cela, les dimensions et conditions aux limites des échantillons expérimentaux ont tout d'abord été reproduites, *i.e.* encastrement de la partie basse de l'échantillon et parties latérales libres. Puis, les dimensions du modèle ont été progressivement réduites en veillant à ne pas affecter la réponse P-h.

Une étude de sensibilité similaire a été réalisée pour le maillage. Ce dernier a été graduellement raffiné jusqu'à stabilisation de la solution. Il est intéressant de noter que la forme de la courbe P-h est sensiblement identique quel que soit le nombre d'éléments situés sous l'indenteur. La Figure 74 illustre les courbes P-h obtenues dans le cas de l'indenteur sphérique. Avec un faible nombre d'éléments sous l'indenteur (6×6), la courbe obtenue possède une forme équivalente en moyenne mais présente des oscillations témoignant du trop faible nombre d'éléments sous l'indenteur. Les champs de distribution de la contrainte équivalente de von Mises sont présentés dans la Figure 75. Leur allure est en moyenne identique mais l'augmentation du nombre d'élément permet une meilleure définition de la répartition de la contrainte.

Les calculs sont effectués en statique avec l'hypothèse de grandes déformations. La plasticité est décrite à l'aide du critère de von Mises. La sollicitation est programmée grâce à un contrôle du déplacement de l'indenteur. La solution est approchée à l'aide de la méthode de Newton-Raphson, dont la convergence est renforcée par l'utilisation de la recherche linéaire (*line search*).

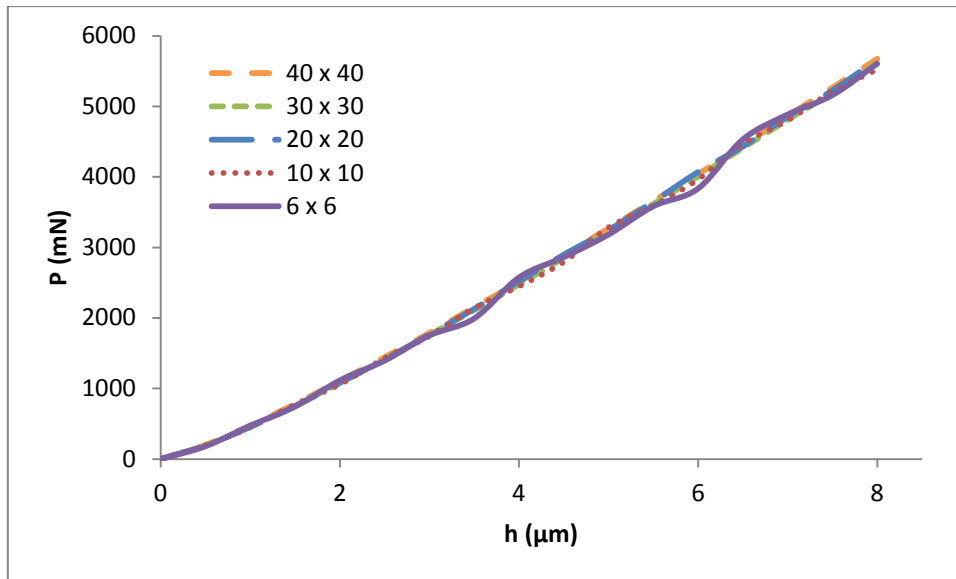


Figure 74 : Courbes de charge P en fonction de la profondeur d'indentation h , pour différents nombres d'éléments sous un indenteur sphérique.

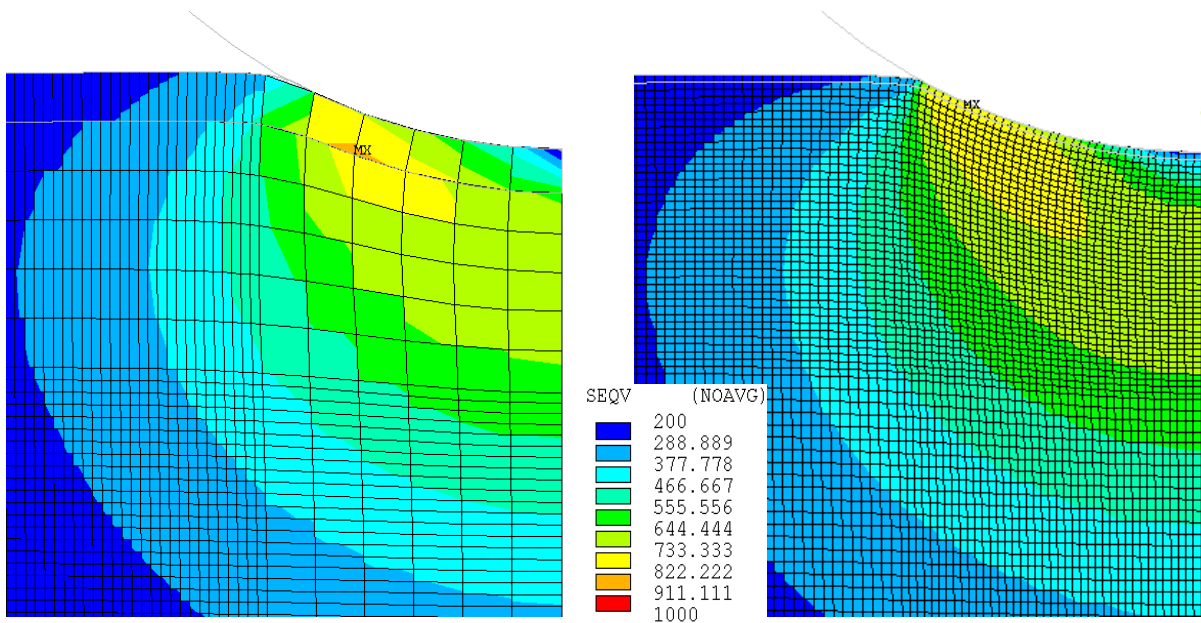


Figure 75 : Champs de contraintes équivalentes de von Mises obtenus pour un nombre d'éléments sous l'indenteur respectivement égal à 6×6 et 40×40 .

IV.4.2. Vérification du modèle éléments finis

Parmi les principales méthodes utilisées par les numériciens pour valider leur modèle éléments finis, on compte :

- (i) La comparaison des résultats obtenus (*i.e.* la courbe P - h dans le cas de l'indentation) avec ceux fournis par un autre modèle éléments finis,
- (ii) La comparaison des résultats obtenus avec la théorie : ce cas se limite cependant à une sollicitation élastique. Dans le cas de l'indentation, nous avons précédemment vu que cela consiste à comparer les résultats obtenus avec un indenteur sphérique avec ceux prédits par la

théorie de Hertz. Cependant, cela ne garantit pas la validité du modèle dans le domaine non linéaire (*e.g.* plasticité).

(iii) La comparaison de la courbe P-h numérique avec la courbe P-h expérimentale.

La première méthode est souvent difficile à mettre en pratique car l'ensemble des données de la simulation n'est pas toujours complètement accessible (*e.g.* taille du maillage, conditions aux limites, taille du modèle). La seconde méthode ne concerne que les sollicitations élastiques et les indenteurs sphériques, ce qui limite son champ d'application. Enfin, la troisième méthode est théoriquement la plus judicieuse mais reste souvent difficilement applicable : les courbes expérimentales peuvent avoir une certaine dispersion et certains paramètres expérimentaux sont difficiles à contrôler et à déterminer (*e.g.* le frottement).

Les matériaux étudiés ici présentant une dispersion des courbes d'Effort-Déplacement non négligeable, nous avons choisi de vérifier notre modèle éléments finis en comparant la courbe donnée par la simulation de l'indentation d'un matériau bicouche, avec la courbe prédite par le modèle analytique de Jönsson et Hogmark [102]. Ce choix est, tout d'abord, motivé par la volonté de comparer le modèle EF avec des résultats reproduisant au mieux les observations expérimentales. L'utilisation d'un modèle analytique répond à ce besoin. En outre, numériquement, l'indentation d'un matériau bicouche (*i.e.* d'un film sur un substrat) est judicieuse puisque, si la profondeur d'indentation est suffisante, alors la courbe P-h est affectée par les erreurs relatives au film et au substrat (*e.g.* les propriétés insérées dans le code éléments finis, un problème de maillage). Cette accumulation d'erreurs est plus facilement détectée que celles prenant place dans un matériau homogène. Enfin, le modèle EF sera utilisé pour étudier la sensibilité de la courbe P-h à la variation d'un changement de propriétés dans le cas d'un matériau bicouche et d'un matériau à gradient de propriétés.

Le modèle Jönsson et Hogmark prédit la dureté « composite » obtenue par l'indentation d'un matériau bicouche de la manière suivante :

$$H_c = (H_f - H_s) \left\{ 2C_2 \frac{t}{h} - C_2^2 \left(\frac{t}{h} \right)^2 \right\} + H_s, \quad (21)$$

où H_c , H_f et H_s sont respectivement la dureté composite (réponse globale du film et du substrat), la dureté du film et la dureté du substrat, t est l'épaisseur du film, h est la profondeur d'indentation calculée pour un indenteur Vickers et C_2 est une constante égale à $2\sin^2(11^\circ)$.

La Figure 76 présente la superposition des courbes obtenues, pour un film de $1,5 \mu\text{m}$ d'épaisseur, à l'aide du modèle de Jönsson et Hogmark et du calcul éléments finis (les indenteurs Vickers et Berkovich ont tous deux une aire de contact semblable, permettant leur modélisation par un cône de demi-angle $70,3^\circ$). Une très bonne correspondance est obtenue entre les prédictions du modèle EF adopté et le modèle analytique de Jönsson et Hogmark. Cette démarche a été répétée pour différents types de configuration (*i.e.* différentes profondeurs d'indentation, duretés et largeurs de films). De très bonnes correspondances ont également été obtenues, ce qui valide le modèle éléments finis.

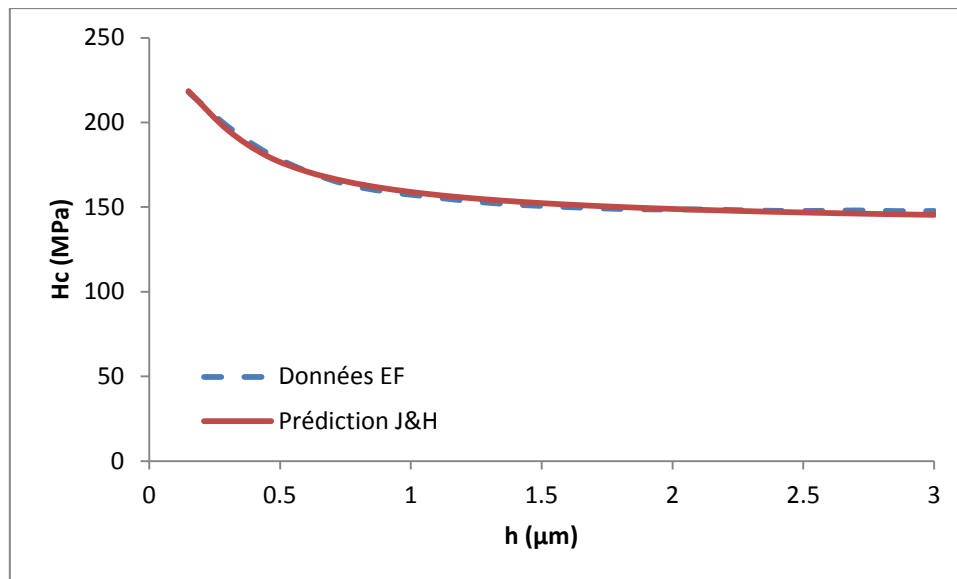


Figure 76 : Dureté composite H_c en fonction de la profondeur d'indentation h . Confrontation des résultats issus du modèle éléments finis adopté dans ce travail de thèse (Données EF) et du modèle analytique de Jönsson et Hogmark (Prédiction J&H).

IV.5. Sensibilité de la courbe Force-Déplacement

La courbe Force-Déplacement étant la principale information utilisée lors de l'identification des propriétés mécaniques par approche inverse, nous avons étudié sa sensibilité à la variation des paramètres matériau pour évaluer la pertinence de son utilisation pour l'identification du comportement des matériaux avec un test de microindentation instrumentée. Les paramètres matériau pris comme éléments de référence correspondent à ceux identifiés à partir de l'essai de traction simple dans le cas d'un acier AISI 316L (origine 2, cf. Section II.3). Nous avons, tout d'abord, testé différentes lois de comportement en faisant varier leurs paramètres matériau pour évaluer leurs effets sur la partie charge de la courbe P-h. Cette étude de sensibilité a été effectuée dans le cas d'un matériau homogène, bicouche et possédant différents profils de gradient de propriétés. Le paramètre Var défini dans l'équation ci-dessous a été adopté pour une analyse quantitative de la sensibilité de la réponse P-h :

$$\text{Var} = \frac{|A_{\text{ref}} - A_{\text{est}}|}{A_{\text{ref}}}, \quad (22)$$

où A_{ref} est l'aire comprise sous la courbe de référence et A_{est} est l'aire comprise sous la courbe étudiée. Nous avons choisi d'effectuer un calcul d'aire plutôt que de comparer les résultats point par point pour éviter tout ré-échantillonnage ou redécoupage des courbes, nécessitant le lissage de la courbe P-h par une forme mathématique particulière.

IV.5.1.1. Cas d'un matériau homogène

Nous avons, en premier lieu, testé la sensibilité de la courbe P-h aux paramètres matériau lors de l'indentation d'un matériau homogène, dont le comportement plastique est modélisé à l'aide d'une loi bilinéaire. Cette loi est gouvernée par deux paramètres : la limite d'élasticité σ_y et le module tangent

E_t . Dans un premier temps, nous avons réalisé une simulation en prenant un jeu de paramètres matériau de référence, décrivant au mieux la réponse de l'acier AISI 316L d'origine 2 au test de traction. Puis, nous avons fait varier ces paramètres de plus ou moins 10% et 20% autour des valeurs de référence. La Figure 77 présente l'évolution du paramètre variabilité relative (Var) pour un indenteur conique similaire à un indenteur Berkovich et pour un indenteur sphérique.

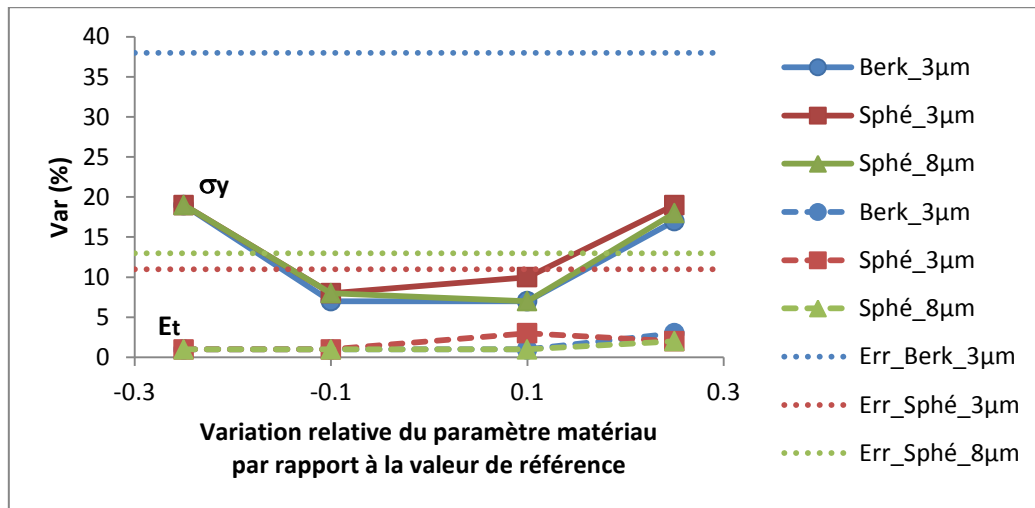


Figure 77 : Estimation du paramètre Var pour différents niveaux de variations de la limite d'élasticité σ_y et du module tangent E_t dans le cas d'une loi de comportement bilinéaire, pour un indenteur similaire à un indenteur Berkovich avec une profondeur maximale d'indentation de 3 μm (noté Berk_3 μm) et pour un indenteur sphérique avec des profondeurs maximales d'indentation égales à 3 μm et 8 μm . Les niveaux d'erreurs expérimentales (Err_) sont également indiqués.

Un changement de la valeur du module tangent E_t impacte très peu la courbe P-h puisque les valeurs de variation sont comprises entre 0 et 3% quel que soit le type d'indenteur examiné. Les variations sont plus marquées pour la limite d'élasticité σ_y puisqu'elles sont comprises entre 7 et 19% pour les deux indenteurs. Dans le cas de l'indenteur sphérique, une profondeur d'indentation plus importante a été testée afin d'observer l'évolution de la sensibilité de la courbe P-h aux changements de paramètres matériaux, dans le cas d'un indenteur non géométriquement similaire. Les valeurs numériques du paramètre Var sont sensiblement les mêmes à 3 μm ou 8 μm de profondeur : une augmentation de la profondeur d'indentation n'induit pas une plus grande variabilité dans la gamme de profondeurs testée.

Lors de l'indentation de l'acier AISI 316L d'origine 2, une dispersion non négligeable des courbes expérimentales a été observée. Après 100 essais d'indentation à l'aide d'un indenteur Berkovich et d'un indenteur sphérique de rayon 79 μm , la dispersion des courbes expérimentales a été quantifiée avec l'Equation (22) où A_{ref} est l'aire de la plus basse courbe du faisceau et A_{est} est celle de la plus haute courbe du faisceau. Les courbes réalisées avec l'indenteur Berkovich et l'indenteur sphérique présentent des variations maximales respectivement égales à 11% et 38% pour une profondeur d'indentation maximale de 3 μm et égale à 13% dans le cas d'une profondeur d'indentation de 8 μm pour l'indenteur sphérique.

D'après les résultats numériques précédents, seules les variations de la limite d'élasticité de $\pm 25\%$ dans le cas de l'indenteur sphérique permettent d'obtenir des variations de la courbe P-h qui sont supérieures à la dispersion expérimentale.

Nous avons effectué ce type de calcul pour trois autres lois de comportement : la loi d'Hollomon (la plus utilisée en approche inverse, cf. Equation (8)), la loi de Ludwig (cf. Equation (9)) et la loi de Voce (pour tester une loi saturante, cf. Equation (10)). Le Tableau 9, le Tableau 10 et le Tableau 11 résument les résultats respectivement obtenus pour les lois d'Hollomon, de Ludwig et de Voce. Comme pour la loi bilinéaire, seule la variation de la limite d'élasticité de $\pm 25\%$ et l'utilisation d'un indenteur sphérique permettent d'obtenir une réponse de la courbe P-h supérieure à la dispersion expérimentale.

Hollomon	σ_y				n			
	Var (%)	-10%	10%	-25%	25%	-10%	10%	-25%
Berk_3 μm	7	5	18	15	5	2	11	8
Sphé_3 μm	10	5	20	12	4	3	11	4
Sphé_8 μm	8	7	19	16	3	4	9	9

Tableau 9 : Estimation du paramètre Var pour différents niveaux de variations des paramètres de la loi d'Hollomon.

Ludwig	σ_y				n				K			
	Var (%)	-10%	10%	-25%	25%	-10%	10%	-25%	25%	-10%	10%	-25%
B_3 μm	8	8	20	20	2	2	6	1	1	1	0	2
S_3 μm	7	9	21	19	2	1	5	2	0	0	0	1
S_8 μm	8	8	20	19	2	2	6	3	1	0	2	2

Tableau 10 : Estimation du paramètre Var pour différents niveaux de variations des paramètres de la loi de Ludwig.

Voce	σ_y				Rinf				b			
	Var (%)	-10%	10%	-25%	25%	-10%	10%	-25%	25%	-10%	10%	-25%
B_3 μm	7	7	19	17	1	1	0	4	1	1	2	3
S_3 μm	7	11	15	20	1	3	1	1	1	3	1	1
S_8 μm	7	8	18	18	0	2	1	2	0	2	1	2

Tableau 11 : Estimation du paramètre Var pour différents niveaux de variations des paramètres de la loi de Voce.

IV.5.1.2. Cas d'un matériau hétérogène : bicouche ou gradient de propriétés

Dans le cadre de la microindentation instrumentée, la section précédente a permis de montrer que la courbe P-h est surtout sensible à une modification de la valeur de la limite d'élasticité. Dans le cas de la loi de Voce, un indenteur sphérique permet de détecter une modification de la limite d'élasticité à

partir d'une variation de 25%. L'indenteur conique similaire à un Berkovich est moins sensible puisqu'il faut atteindre une variation supérieure à 25% pour obtenir une variation de la courbe P-h supérieure à la dispersion des courbes expérimentales. Si nous supposons maintenant que la dureté est égale à trois fois la limite d'élasticité, cela signifie qu'une variation de dureté H supérieure à 25% doit être atteinte pour pouvoir être détectée à l'aide d'un indenteur conique similaire à un Berkovich.

Nous nous sommes ensuite intéressés à la réponse d'un matériau bicouche. Pour cela, nous avons repris la loi de Voce et en supposant que $H = 3\sigma_y$, nous avons simulé des matériaux bicouches où la dureté du film varie entre 1,5 et 10 fois celle du substrat. Nous avons choisi de ne faire varier que la limite d'élasticité comme il s'agit du paramètre le plus sensible d'après les observations précédentes. Pour simplifier les observations, le substrat est également modélisé avec la loi de Voce et possède les mêmes constantes R_{inf} et b que le film. Dans un premier temps, nous comparons les courbes obtenues avec les matériaux bicouches à celles d'un matériau homogène de dureté égale à celle du film du matériau bicouche. En prenant le matériau homogène comme référence et en faisant varier la profondeur d'indentation, nous obtenons la Figure 78. Nous retrouvons les tendances de la Figure 77. L'indenteur sphérique présente la meilleure sensibilité si nous conservons les critères de dispersion expérimentale précédents : il permet une meilleure détection de la présence d'un matériau bicouche que l'indenteur conique similaire à un indenteur Berkovich. En effet, ce n'est qu'avec une variation de la dureté d'un facteur 3 entre le film et le substrat et seulement au-delà d'une profondeur d'indentation égale à l'épaisseur du film, que les variations de la courbe P-h sont détectables (*i.e.* elles sont supérieures à la dispersion expérimentale). Or, avec des profondeurs d'indentation égales à 50% ou 100% de l'épaisseur du film, nous sommes en présence d'une dureté composite : la dureté du film ainsi caractérisée est affectée par celle du substrat. Ici, nous avons choisi de comparer la réponse du film à celle d'un matériau homogène de dureté égale à celle du film. En conséquence, à des profondeurs d'indentation égales à 50% ou 100% de l'épaisseur du film, nous maximisons les différences de comportement. Cela montre une fois encore le manque de sensibilité de l'indenteur.

Les matériaux à gradient étudiés dans le Chapitre II présentent, d'après les profils de dureté effectués, un rapport de dureté entre la surface et le cœur du matériau approximativement compris entre 0,5 et 3,5. D'après les résultats précédents, si la dispersion des courbes expérimentales n'est pas diminuée, nous nous situons dans un domaine où la sensibilité de la courbe P-h produite à l'aide d'un indenteur Berkovich est réduite. L'indenteur sphérique serait, sans doute, plus apte à déterminer les variations de dureté dans ce domaine. En outre, la majorité des traitements étudiés induisent une rugosité non négligeable en surface, ce qui aurait tendance à diminuer la sensibilité des courbes P-h dans le cas où une rectification du matériau n'est pas possible.

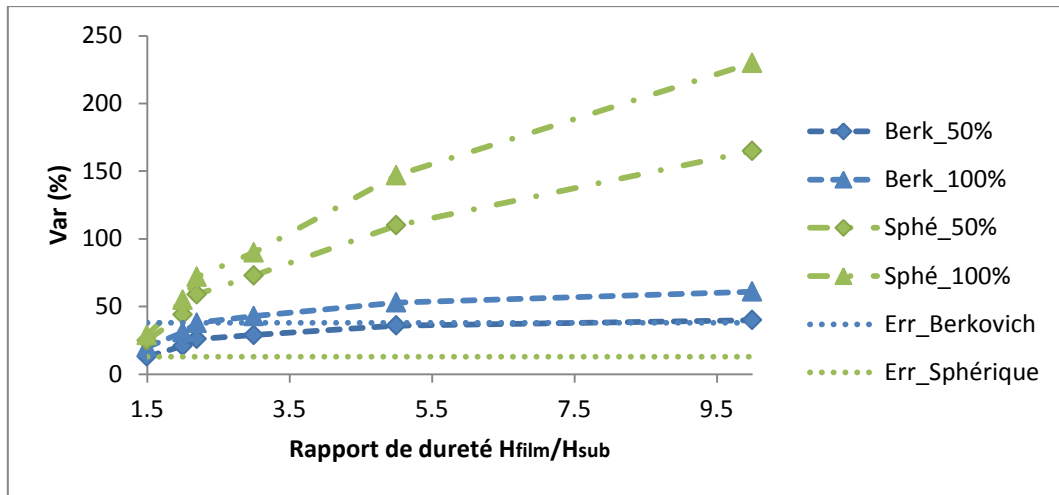


Figure 78 : Estimation du paramètre Var pour des films de 1,5 fois à 10 fois la dureté du substrat H_{sub} , pour des profondeurs d'indentation égales à 50% ou 100% de l'épaisseur du film, pour un indenteur conique similaire à un indenteur Berkovich et pour un indenteur sphérique.

Dans un second temps, nous avons souhaité comparer les courbes P-h obtenues avec la sollicitation d'un matériau bicouche à celles obtenues avec un gradient de type exponentiel ou linéaire, pour différentes valeurs de dureté. Les propriétés du matériau bicouche et des matériaux à gradient reprennent les hypothèses précédentes : la loi de Voce est utilisée pour décrire le comportement du film, du substrat et du gradient. Comme précédemment, les mêmes valeurs numériques sont utilisées pour les constantes R_{inf} et b , dans le substrat, le film et le gradient.

Pour le gradient de type exponentiel, la limite d'élasticité varie selon la relation suivante :

$$\sigma_y = \sigma_{y,sub} + k_1 \exp\left(-\frac{z}{k_2}\right), \quad (23)$$

où $\sigma_{y,sub}$ est la limite d'élasticité du substrat, z est la profondeur, k_1 et k_2 sont des constantes dépendant de la forme du gradient. La constante k_1 est déterminée de manière à ce que le matériau à gradient ait la même valeur de limite d'élasticité en surface que le film ($k_1 = \sigma_{y,fil} - \sigma_{y,substrat}$). La constante k_2 est, quant à elle, réglée de manière à obtenir une valeur de limite d'élasticité égale à celle du substrat à une profondeur égale à l'épaisseur du film (*i.e.* $k_2 = 1 \mu\text{m}$ pour une épaisseur de film de $3 \mu\text{m}$).

La Figure 79 illustre la variation de la limite d'élasticité en fonction de la profondeur pour le gradient de type exponentiel et le gradient de type linéaire.

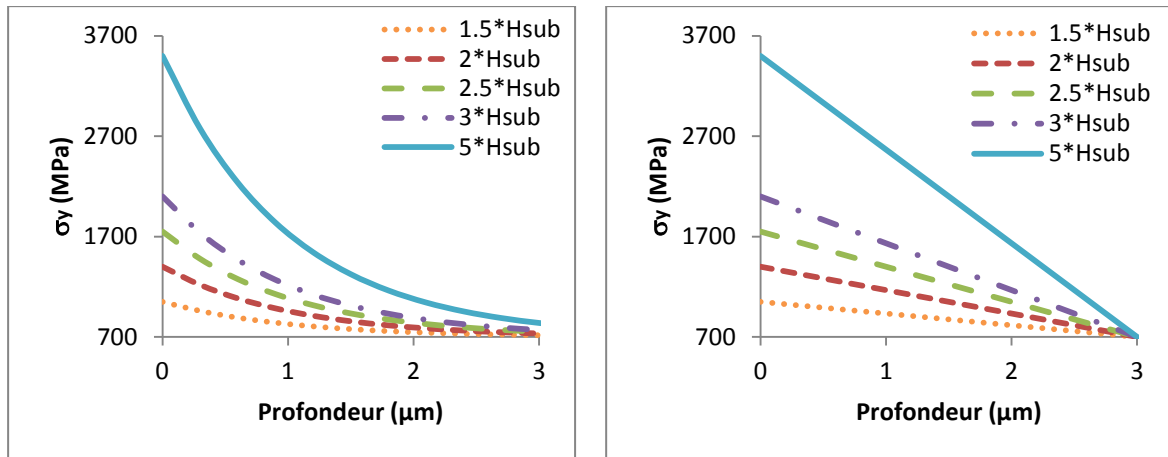


Figure 79 : Représentation de la variation de la limite d'élasticité en fonction de la profondeur avec un gradient de type exponentiel (à gauche) et linéaire (à droite).

Si nous prenons maintenant comme référence les courbes P-h obtenues avec les matériaux bicouches, nous obtenons la Figure 80 pour l'indenteur conique similaire à un Berkovich et la Figure 81 pour un indenteur sphérique. Pour simplifier les représentations, nous n'avons indiqué que la dispersion des courbes expérimentales obtenue pour une profondeur d'indentation égale à 100% de l'épaisseur du film (ou du gradient). Pour l'indenteur sphérique, cela n'est pas problématique car la dispersion des courbes expérimentales est du même ordre. En revanche, pour l'indenteur Berkovich, la dispersion des courbes expérimentales diminue significativement pour une profondeur d'indentation égale à 20% de l'épaisseur du film puisque le paramètre Var est égal à 28%. Il semblerait qu'il y ait une divergence du faisceau de courbes d'indentation expérimentales avec l'augmentation de la profondeur. Nous allons prendre en compte cette valeur pour l'interprétation.

Pour des profondeurs comprises entre 20% et 100% de l'épaisseur du film, il est très difficile de distinguer la réponse fournie par l'indentation d'un matériau au gradient linéaire de celle fournie par un matériau bicouche, quel que soit l'indenteur utilisé. La seule configuration permettant d'obtenir des résultats supérieurs à la dispersion expérimentale est l'indentation d'un matériau présentant un rapport de dureté surface-cœur égal à 5, à l'aide d'un indenteur sphérique et pour une profondeur égale à 20% de l'épaisseur du gradient.

Il est également difficile de faire la différence entre la réponse fournie par un matériau bicouche et un matériau à gradient de type exponentiel. Pour l'indenteur conique similaire à un indenteur Berkovich, une profondeur d'indentation égale à 20% (respectivement 50%) de l'épaisseur du gradient ne permet d'obtenir des résultats supérieurs à la dispersion expérimentale que si le rapport de dureté surface-cœur du matériau est supérieur ou égal à 5 (respectivement 10). Pour l'indenteur sphérique, le rapport Var est supérieur à la dispersion expérimentale pour une profondeur égale à 20% (respectivement 50%) de l'épaisseur du gradient et un rapport de dureté supérieur ou égal à 2,2 (respectivement 3).

Globalement, nous avons une meilleure sensibilité pour de faibles profondeurs d'indentation (inférieures à 20%), nous retrouvons la même sensibilité qu'avec un matériau bicouche : plus la

profondeur d'indentation est élevée, plus la réponse du substrat est importante et donc plus il devient difficile de distinguer la réponse du gradient et ses spécificités.

Ces quelques tests nous ont permis de voir qu'un gradient linéaire est très difficile à différencier d'un matériau bicouche dans les conditions d'essai testées. Ce manque de sensibilité est problématique d'un point de vue expérimental, si seule la courbe de chargement est utilisée pour identifier les propriétés d'un matériau. En revanche, cette information est intéressante d'un point de vue simulation numérique, car elle implique sans doute qu'un gradient de type linéaire peut être modélisé par un matériau bicouche. Pour l'ordre de grandeur des rapports de dureté entre surface et cœur du matériau des échantillons à gradient précédemment étudiés (cf. Chapitre II), seul l'indenteur sphérique permet de différencier la réponse d'un matériau présentant un gradient de type exponentiel de la réponse d'un matériau bicouche.

Ces quelques comparaisons montrent une fois encore les difficultés à distinguer les différences de propriétés à l'aide du test d'indentation si l'on se base sur le simple effet du gradient sur la courbe P-h. L'indenteur sphérique a, dans notre cas, entraîné une dispersion des courbes expérimentales plus faible que celle de l'indenteur Berkovich. Cela a permis l'obtention d'une plus grande sensibilité de la courbe P-h à la variation des propriétés du matériau.

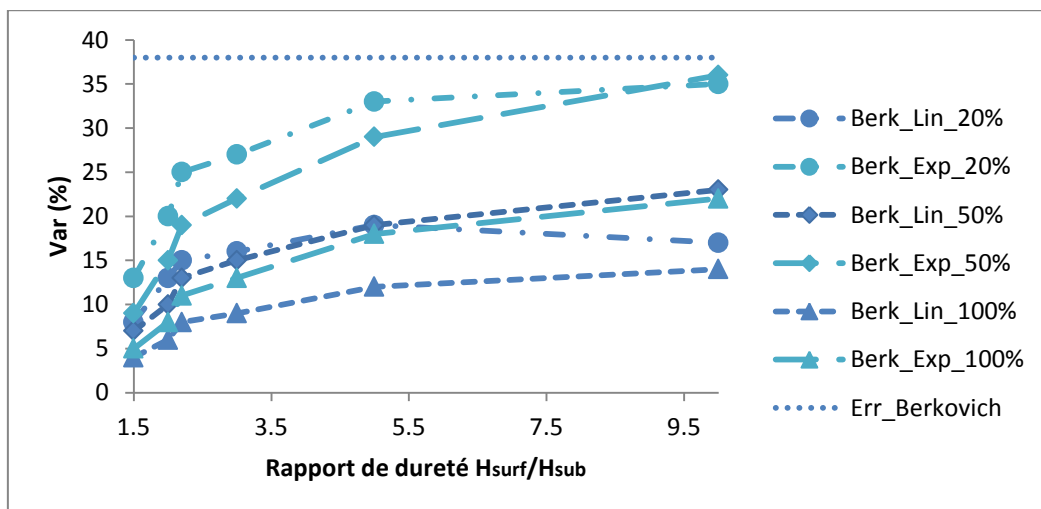


Figure 80 : Estimation du paramètre Var pour un gradient de type linéaire et un gradient de type exponentiel avec une dureté en surface de 1,5 fois à 10 fois la dureté du substrat H_{sub} , pour un indenteur conique similaire à un Berkovich, pour des profondeurs d'indentation correspondant à 20%, 50% et 100% de l'épaisseur du gradient.

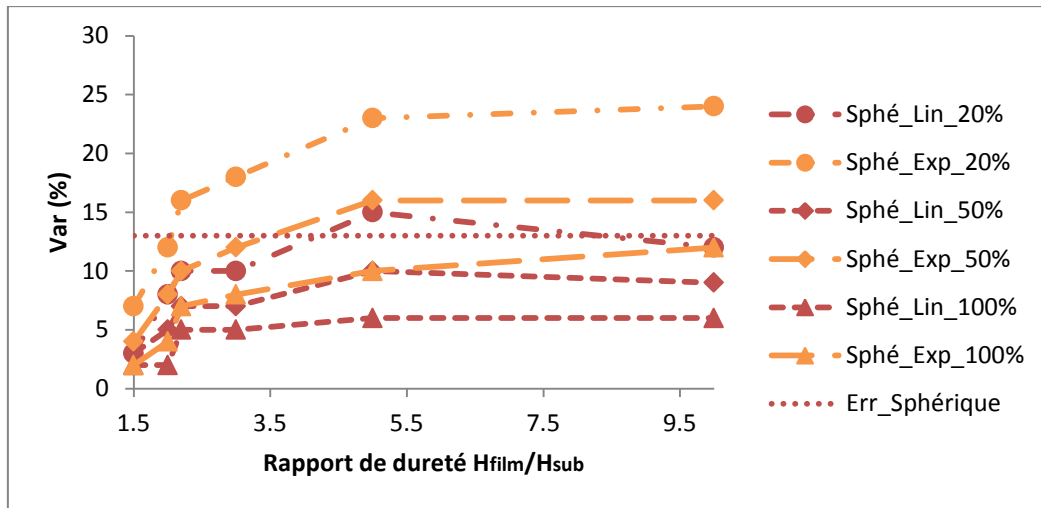


Figure 81 : Estimation du paramètre Var pour un gradient de type linéaire et un gradient de type exponentiel avec une dureté en surface de 1,5 fois à 10 fois la dureté du substrat H_{sub} pour un indenteur sphérique, pour des profondeurs d'indentation correspondant à 20%, 50% et 100% de l'épaisseur du gradient.

IV.5.2. Discussion

L'étude de la réponse de la courbe P-h à un changement des propriétés du matériau dans le cas d'une indentation à l'aide d'un indenteur sphérique ou Berkovich a clairement mis en exergue la sensibilité réduite de la courbe aux variations de propriétés. En effet, bien que des variations de la courbe P-h soient constatées, elles restent souvent de l'ordre de la dispersion expérimentale, ce qui ne permet pas de détecter avec précision des changements de propriétés du matériau. Ce manque de sensibilité est problématique dans le cas des matériaux homogènes mais également dans le cas de matériaux bicouches ou à gradient de propriétés mécaniques.

La difficulté à identifier des propriétés mécaniques avec l'utilisation d'un **unique indenteur pyramidal** a déjà été soulignée dans différents travaux [103-106]. Les indenteurs pyramidaux respectent le principe de similarité géométrique : les mêmes champs de déformations et contraintes sont obtenus quelle que soit la profondeur indentée, à un facteur près. Ils ne permettent donc l'accès qu'à un seul point de la courbe Contrainte-Déformation. Il y a, par conséquent, une absence d'unicité de la solution. Le manque d'unicité est également causé par l'existence de matériaux dits « mystiques » (terme utilisé dans la littérature *e.g.* [103]), *cf.* Figure 82. Ces derniers sont des matériaux qui possèdent des propriétés mécaniques différentes mais qui produisent des courbes P-h identiques.

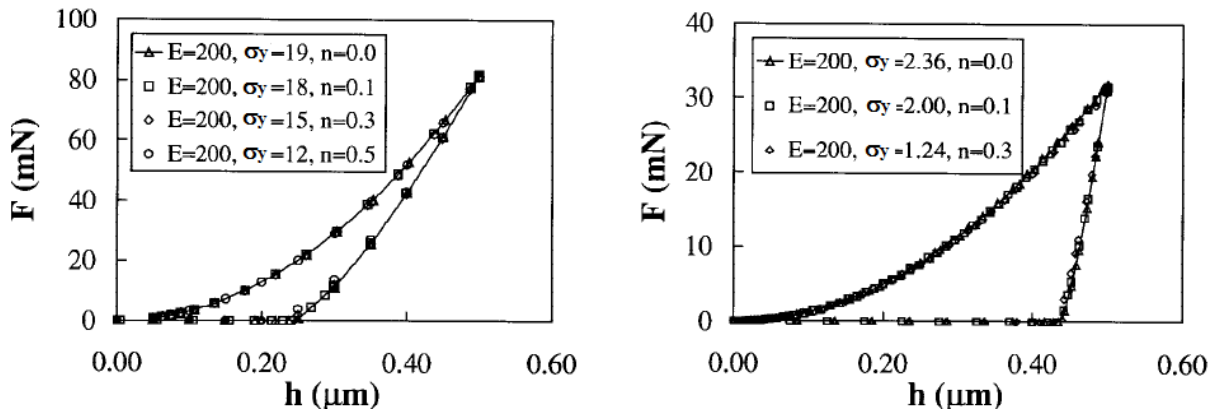


Figure 82 : Exemples de courbes d'indentation identiques pour des matériaux aux propriétés hautement élastiques (i.e. large σ_y/E à gauche) et hautement plastiques (i.e. petit σ_y/E , à droite), d'après [106]. Le comportement est décrit par la loi de Hollomon.

Pour pallier les problèmes d'unicité, certains auteurs ont suggéré l'utilisation de **plusieurs indenteurs coniques d'angles distincts** [44, 107, 108]. Cependant, cela nécessite l'utilisation d'indenteurs aux angles considérablement dissemblables pour mettre en place un type de sollicitation différent et ainsi permettre l'obtention d'informations supplémentaires. L'emploi d'indenteurs à angles aigus (e.g. le cube corner) reste également problématique. De tels indenteurs sont plus sensibles au frottement que les indenteurs conventionnels (Vickers, Berkovich). Les méthodes basées sur l'utilisation de plusieurs indenteurs sont également remises en question comme l'illustrent les récents travaux de Phadikar *et al.* [109]. A l'aide d'une étude de sensibilité, ces auteurs ont montré que l'exploitation simultanée de courbes P-h issues d'essais d'indentation réalisés à l'aide de deux indenteurs d'angles 50° et 80° améliorerait la qualité de l'identification des propriétés mécaniques (module de Young, limite d'élasticité et coefficient d'érouissage). Toutefois, en introduisant une erreur sur les paramètres matériau, ils ont montré que les variations expérimentales devaient être limitées à $\pm 1\%$ pour garantir la robustesse de la méthode. Phadikar *et al.* ont souligné qu'au-delà de 5% d'erreur expérimentale, aucune des trois propriétés matériau ne pouvait être déterminée avec fiabilité.

D'autres équipes de recherche (e.g. [60, 110]) préconisent l'utilisation d'un **indenteur sphérique** car il n'est pas géométriquement similaire et permet donc d'accéder à différents points de la courbe Contrainte-Déformation, contrairement aux indenteurs coniques, qui ne permettent l'accès qu'à un seul point. L'unicité semble donc assurée avec ce type d'indenteur. Toutefois, les résultats de l'indenteur sphérique ne sont pas simples à analyser puisqu'ils engendrent, dans un premier temps, un champ de déformation élastoplastique avant l'apparition d'une déformation plastique complète [111]. Ce type d'indenteur est également plus difficile à usiner : des défauts de sphéricité peuvent compliquer l'analyse. En outre, comme pour l'indenteur conique à faible angle, l'indenteur sphérique est relativement plus sensible aux frottements que les indenteurs pointus traditionnels. L'identification des propriétés à l'aide d'un indenteur sphérique est également limitée à un certain niveau de déformation. Liu *et al.* [112] ont montré que le test d'indentation ne permet pas d'explorer les propriétés du matériau au-delà d'une certaine déformation critique, malgré des profondeurs d'indentation

importantes. Enfin, des travaux récents [113] ont montré que l'indentation sphérique ne permettait pas d'assurer une identification précise des matériaux (*i.e.* fournir une seule courbe Contrainte-Déformation) mais fournissait plutôt un faisceau de courbes Contraintes-Déformation.

L'étude de sensibilité présentée dans ce paragraphe, et plus généralement la revue des travaux de la littérature sur l'exploitation de l'essai d'indentation pour l'identification du comportement du matériau, mettent en exergue les limites de la courbe P-h comme seule donnée expérimentale pour l'identification des propriétés mécaniques des matériaux. Plusieurs pistes peuvent être envisagées pour enrichir l'information expérimentale, comme :

- (i) **Solliciter le matériau avant de l'indenter** pour accéder à des informations supplémentaires. En effet, en faisant varier les champs de déformations, de nouvelles informations pourraient sans doute être obtenue. Cette solution peut, toutefois, être limitée par l'endommagement et la fissuration prématurée du matériau du fait de la sévérité des champs de contraintes imposés.
- (ii) La **multi-indentation** est également une piste possible pour l'acquisition d'informations additionnelles. Des micro ou nano-indentations pourraient être faites près de macro-indentations préalablement réalisées dans le matériau. Comme précédemment, ce type de solution permettrait d'élargir les sollicitations imposées au matériau. Cependant, la réalisation d'empreintes préalables entraîne souvent une évolution de la planéité en surface (présence de bourrelet, d'enfoncement), ce qui peut affecter la qualité des indentations ultérieures.
- (iii) Exploiter l'information issue de **l'empreinte** laissée par l'indentation. La morphologie de cette empreinte pourrait aider à caractériser le matériau. L'avantage de cette source d'information est que sa mesure peut être réalisée avec des techniques d'observation simples, rapides et pouvant même être automatisées. Cela donne accès à l'aire de contact exacte. La présence d'une asymétrie pourrait être une source d'information sur la variabilité dans le matériau : il pourrait être intéressant de comparer les profils d'une même empreinte mais également les profils de différentes empreintes. Quelques études [51, 84, 114, 115] ont suggéré son utilisation pour l'identification des propriétés mécaniques du matériau ou des contraintes résiduelles. Ces études proposent des approches inverses enrichies grâce à l'étude de la morphologie de l'empreinte (son aire de contact) et montrent que cet apport d'information permet une identification plus fiable des propriétés. Cependant, aucune vérification expérimentale n'est proposée : seuls des calculs EF sont présentés. Or, l'utilisation de l'empreinte semble effectivement être une source d'information intéressante mais une utilisation pertinente de cette dernière nécessite un travail de réflexion. Une étude bibliographique sur l'empreinte d'indentation [116] a en effet montré qu'aucun indicateur n'était prédominant pour son étude. Ce point a été illustré en énumérant les différents indicateurs utilisés pour examiner les bourrelets

prenant place autour de l'indent. Ainsi, certains auteurs préfèrent quantifier le volume [117]. D'autres préfèrent mesurer la hauteur maximale du bourrelet [118], ou encore le quantifier grâce à une mesure dans le plan [119]. Il semble nécessaire d'étudier les différents paramètres pouvant décrire la morphologie de l'empreinte afin de construire un indicateur pertinent pouvant être utilisé dans les approches inverses. Cette construction ne sera pas aisée puisqu'elle nécessite de définir une référence pour la mesure : certains préfèrent définir un plan de référence pour calculer des hauteurs (*e.g.* [32]) tandis que d'autres utilisent des comparaisons relatives en mesurant la surface avant et après indentation (*e.g.* [120]). Il faut également pouvoir gérer la rugosité ainsi qu'une possible asymétrie de l'empreinte. De nombreuses questions devront donc être examinées pour garantir une certaine richesse d'information.

- (iv) Une autre source d'information supplémentaire peut être obtenue grâce à la **caractérisation de la microstructure des matériaux**. Dans le cas des matériaux à gradient de propriétés, des informations sur l'évolution de la composition chimique en profondeur, sur la taille des grains ou encore sur les désorientations présentes dans le matériau peuvent aider à caractériser le gradient. En exprimant, par exemple, la limite d'élasticité en fonction de la composition chimique du matériau ou en identifiant préalablement l'épaisseur du gradient, le nombre de paramètres à identifier pour décrire le comportement du matériau pourraient être réduits. Toutefois, ces analyses nécessitent généralement une destruction de la pièce étudiée (souvent à haute valeur ajoutée) et sont majoritairement longues à réaliser.

IV.6. Conclusion

A travers l'analyse d'une centaine d'articles portant sur la simulation de l'essai d'indentation instrumentée, nous avons investigué l'influence des hypothèses utilisées dans les modèles éléments finis sur les résultats et mis en exergue le manque d'homogénéité des différentes stratégies de modélisation employées (*i.e.* modélisation en 2D ou 3D, prise en compte du frottement, modélisation des conditions aux limites, *etc.*).

Nous avons ainsi constaté la prédominance des modèles 2D, appréciés pour leur simplicité et rapidité. L'axisymétrie employée dans les modèles 2D se prête très bien à la modélisation de formes de révolution comme la sphère ou le cône. Dans le cas des indenteurs pyramidaux, cela nécessite de remplacer l'indenteur étudié par un indenteur conique d'aire de contact équivalente. Toutefois, cette hypothèse n'affecte pas la courbe Force-Déplacement pour la majorité des matériaux. Dans certaines configurations, le modèle 3D reste indispensable, c'est par exemple le cas pour la modélisation de la rugosité. Dans ce cas, les conditions aux limites du modèle doivent être choisies avec soin : pour restreindre le nombre de degrés de liberté du modèle, seul un faible volume de matériau peut être modélisé. La proximité de la zone sollicitée avec les bords du modèle peut considérablement affecter

les résultats du calcul (*e.g.* la courbe P-h). La sous-modélisation est une solution pertinente dans ce type de configuration. Dans le cas où la taille du modèle est moins contraignante (*e.g.* modélisation 2D), les conditions aux limites n'ont que peu d'influence si elles sont situées assez loin de la zone sollicitée (substrat semi-infini). Nous avons également répertorié les différentes lois de comportement utilisées dans les modèles. Même si elles sont relativement nombreuses, la loi d'Hollomon reste prédominante par sa simplicité et l'utilisation d'un faible nombre de paramètres pour décrire le comportement du matériau. En comparant les différentes études réalisées sur l'influence du frottement sur les résultats du test d'indentation, il est apparu que le frottement doit être plus particulièrement étudié si l'indentation est réalisée avec des indenteurs sphériques ou des indenteurs pointus à angles aigus (*e.g.* cube corner). La valeur du coefficient de frottement impacte les courbes d'indentation mais également l'empreinte.

La rugosité et la présence de contraintes résiduelles peuvent également fortement impacter les courbes d'indentation ou le profil d'empreinte. Ces deux configurations restent cependant difficiles à modéliser (coûteux en temps) ou à reproduire fidèlement. D'autres phénomènes introduisent d'importantes différences entre les résultats des modèles éléments finis et ceux fournis par les essais expérimentaux : la mauvaise détermination du point de contact ou la présence d'effets de taille sont, par exemple, difficiles à gérer.

A l'aide d'un modèle éléments finis 2D, nous avons testé la sensibilité des courbes d'indentation à une variation des paramètres matériau, avec un indenteur conique et un indenteur sphérique, dans le cadre de la microindentation. La validité de ce modèle a tout d'abord été vérifiée en comparant ses résultats aux prédictions du modèle de Jönsson et Hogmark, dans le cadre de l'indentation d'un matériau bicouche (film sur substrat). Une très bonne correspondance a été obtenue entre la variation de la dureté composite calculée à l'aide de notre modèle et celle estimée avec le modèle analytique.

Ce modèle a ensuite été utilisé pour étudier la sensibilité de la courbe de chargement à des variations des paramètres matériaux, dans le domaine du comportement plastique. Dans un premier temps, nous avons étudié un matériau homogène, modélisé à l'aide de quatre lois de comportement différentes : bilinéaire, Hollomon, Ludwig et Voce. L'influence de la variation des paramètres matériaux a été évaluée en comparant les variations de la courbe d'indentation (selon une courbe de référence) aux écarts expérimentaux obtenus avec un matériau aux propriétés proches de celles testées. Il a été montré que la courbe de chargement est relativement peu sensible à un changement de paramètres matériau. Comme l'indenteur sphérique a généré une faible dispersion expérimentale, il a été jugé plus apte à détecter les variations de paramètres matériau. Cette détection reste néanmoins limitée puisque seule la limite d'élasticité induit des variations assez importantes pour être distinguées. Le coefficient d'écroutissage ou les autres constantes des lois de comportement étudiées présentent des variations bien inférieures à la dispersion expérimentale relevée. De même, en introduisant une variation décroissante linéaire ou exponentielle de la limite d'élasticité, nous avons montré que la courbe de

changement est peu sensible à la forme du gradient. Ces différentes observations rejoignent celles récemment émises dans la thèse de Charbel Moussa [113] : les informations fournies par la courbe d'indentation ne permettent pas d'identifier une unique courbe Contrainte-Déformation décrivant le comportement du matériau mais plutôt de déterminer un faisceau de courbes Contrainte-Déformation. D'après ces résultats, il semble que l'unicité de la solution identifiée à l'aide d'un essai d'indentation ne peut être garantie qu'en enrichissant les données d'entrées des procédures d'identification. L'utilisation de l'empreinte constitue une piste intéressante mais qui nécessite de nombreuses investigations (*e.g.* étude de sa variabilité, recherche d'un indicateur morphologique pertinent).

A travers ce chapitre, nous avons également surligné l'importante dispersion des courbes d'indentation expérimentales obtenues à l'aide d'un Berkovich, pour une profondeur de quelques micromètres. Il est, en effet, difficile de générer une information expérimentale précise en surface car beaucoup de phénomènes perturbateurs sont présents (*e.g.* écrouissage dû à la préparation du matériau, rugosité). Réduire cette dispersion permettrait de réduire les erreurs commises lors des identifications et contribuerait à améliorer leur robustesse. C'est dans cette optique que nous avons développé un traitement statistique des courbes d'indentation avec prise en compte des effets de surface.

IV.7. Références

1. Tabor D. (1949) *The Hardness of Metals* Oxford University Press, USA.
2. Giannakopoulos A.E., Larsson P.L. et Vestergaard R. (1994) Analysis of Vickers indentation. *Int J Solids Struct* **31**: 2679-2708.
3. Lichinchi M., Lenardi C., Haupt J. et Vitali R. (1998) Simulation of Berkovich nanoindentation experiments on thin films using finite element method. *Thin Solid Films* **312**: 240-248.
4. Ruan H.H., Chen A.Y., Chan H.L. et Lu J. (2010) Characterization of plastically graded nanostructured material: Part II. The experimental validation in surface nanostructured material. *Mech Mater* **42**: 698-708.
5. Larsson P.L., Giannakopoulos A.E., Söderlund E., Rowcliffe D.J. et Vestergaard R. (1996) Analysis of Berkovich indentation. *Int J Solids Struct* **33**: 221-248.
6. Tunvisut K., O'Dowd N.P. et Busso E.P. (2001) Use of scaling functions to determine mechanical properties of thin coatings from microindentation tests. *Int J Solids Struct* **38**: 335-351.
7. Warren A.W. et Guo Y.B. (2006) Machined surface properties determined by nanoindentation: Experimental and FEA studies on the effects of surface integrity and tip geometry. *Surf Coat Technol* **201**: 423-433.
8. Sakharova N.A., Fernandes J.V., Antunes J.M. et Oliveira M.C. (2009) Comparison between Berkovich, Vickers and conical indentation tests: A three-dimensional numerical simulation study. *Int J Solids Struct* **46**: 1095-1104.
9. Walter C. et Mitterer C. (2009) 3D versus 2D finite element simulation of the effect of surface roughness on nanoindentation of hard coatings. *Surf Coat Technol* **203**: 3286-3290.
10. Cheng Y.-T. et Cheng C.-M. (1999) Scaling relationships in conical indentation of elastic-perfectly plastic solids. *Int J Solids Struct* **36**: 1231-1243.
11. Nakamura T., Wang T. et Sampath S. (2000) Determination of properties of graded materials by inverse analysis and instrumented indentation. *Acta Mater* **48**: 4293-4306.
12. Gu Y., Nakamura T., Prchlik L., Sampath S. et Wallace J. (2003) Micro-indentation and inverse analysis to characterize elastic-plastic graded materials. *Mater Sci Eng, A* **345**: 223-233.
13. Bartier O., Abdi R.E., Mauvoisin G. et Nayebi A. (2005) Contribution de l'essai d'indentation à la caractérisation d'aciers nitrurés Indentation test contribution to the nitrided steel characterisation. *Mec Ind* **6**: 10-10.
14. Khan M.K., Hainsworth S.V., Fitzpatrick M.E. et Edwards L. (2010) A combined experimental and finite element approach for determining mechanical properties of aluminium alloys by nanoindentation. *Comput Mater Sci* **49**: 751-760.
15. Beghini M., Bertini L. et Fontanari V. (2006) Evaluation of the stress-strain curve of metallic materials by spherical indentation. *Int J Solids Struct* **43**: 2441-2459.

16. Karthik V., Visweswaran P., Bhushan A., Pawaskar D., Kasiviswanathan K.V., Jayakumar T. et Raj B. (2012) Finite Element Analysis of Spherical Indentation to Study Pile-up/Sink-in Phenomena in Steels and Experimental Validation. *Int J Mech Sci* **54**: 74-83.
17. Bucaille J.L., Stauss S., Felder E. et Michler J. (2003) Determination of plastic properties of metals by instrumented indentation using different sharp indenters. *Acta Mater* **51**: 1663-1678.
18. Liao Y., Zhou Y., Huang Y. et Jiang L. (2009) Measuring elastic-plastic properties of thin films on elastic-plastic substrates by sharp indentation. *Mech Mater* **41**: 308-318.
19. Suresh S., Giannakopoulos A.E. et Alcalá J. (1997) Spherical indentation of compositionally graded materials: Theory and experiments. *Acta Mater* **45**: 1307-1321.
20. Giannakopoulos A.E. (2002) Indentation of plastically graded substrates by sharp indenters. *Int J Solids Struct* **39**: 2495-2515.
21. Chollacoop N., Dao M. et Suresh S. (2003) Depth-sensing instrumented indentation with dual sharp indenters. *Acta Mater* **51**: 3713-3729.
22. Walter C., Antretter T., Daniel R. et Mitterer C. (2007) Finite element simulation of the effect of surface roughness on nanoindentation of thin films with spherical indenters. *Surf Coat Technol* **202**: 1103-1107.
23. Choi I.S., Dao M. et Suresh S. (2008) Mechanics of indentation of plastically graded materials—I: Analysis. *J Mech Phys Solids* **56**: 157-171.
24. Collin J.M., Mauvoisin G. et El Abdi R. (2008) An experimental method to determine the contact radius changes during a spherical instrumented indentation. *Mech Mater* **40**: 401-406.
25. Ruan H.H., Chen A.Y. et Lu J. (2010) Characterization of plastically graded nanostructured material: Part I. The theories and the inverse algorithm of nanoindentation. *Mech Mater* **42**: 559-569.
26. Dao M., Chollacoop N., Van Vliet K.J., Venkatesh T.A. et Suresh S. (2001) Computational modeling of the forward and reverse problems in instrumented sharp indentation. *Acta Mater* **49**: 3899-3918.
27. Kalidindi S.R. et Pathak S. (2008) Determination of the effective zero-point and the extraction of spherical nanoindentation stress-strain curves. *Acta Mater* **56**: 3523-3532.
28. Harsono E., Swaddiwudhipong S., Liu Z.S. et Shen L. (2011) Numerical and experimental indentation tests considering size effects. *Int J Solids Struct* **48**: 972-978.
29. Liu Y., Wang B., Yoshino M., Roy S., Lu H. et Komanduri R. (2005) Combined numerical simulation and nanoindentation for determining mechanical properties of single crystal copper at mesoscale. *J Mech Phys Solids* **53**: 2718-2741.
30. Bressan J.D., Tramontin A. et Rosa C. (2005) Modeling of nanoindentation of bulk and thin film by finite element method. *Wear* **258**: 115-122.
31. Antunes J.M., Menezes L.F. et Fernandes J.V. (2006) Three-dimensional numerical simulation of Vickers indentation tests. *Int J Solids Struct* **43**: 784-806.

32. Bellemare S., Dao M. et Suresh S. (2007) The frictional sliding response of elasto-plastic materials in contact with a conical indenter. *Int J Solids Struct* **44**: 1970-1989.
33. Lee H., Haeng Lee J. et Pharr G.M. (2005) A numerical approach to spherical indentation techniques for material property evaluation. *J Mech Phys Solids* **53**: 2037-2069.
34. Mata M. et Alcalá J. (2004) The role of friction on sharp indentation. *J Mech Phys Solids* **52**: 145-165.
35. Tho K.K., Swaddiwudhipong S., Liu Z.S. et Zeng K. (2005) Simulation of instrumented indentation and material characterization. *Mater Sci Eng, A* **390**: 202-209.
36. Xu Z.-H. et Li X. (2008) Effects of indenter geometry and material properties on the correction factor of Sneddon's relationship for nanoindentation of elastic and elastic-plastic materials. *Acta Mater* **56**: 1399-1405.
37. Pulecio S.A.R., Farias M.C.M. et Souza R.M. (2010) Finite element and dimensional analysis algorithm for the prediction of mechanical properties of bulk materials and thin films. *Surf Coat Technol* **205**: 1386-1392.
38. Elghazal H., Lormand G., Hamel A., Girodin D. et Vincent A. (2001) Microplasticity characteristics obtained through nano-indentation measurements: application to surface hardened steels. *Mater Sci Eng, A* **303**: 110-119.
39. Pelletier H. (2006) Predictive model to estimate the stress-strain curves of bulk metals using nanoindentation. *Tribol Int* **39**: 593-606.
40. Zhao M., Ogasawara N., Chiba N. et Chen X. (2006) A new approach to measure the elastic-plastic properties of bulk materials using spherical indentation. *Acta Mater* **54**: 23-32.
41. Swaddiwudhipong S., Tho K.K., Liu Z.S. et Zeng K. (2005) Material characterization based on dual indenters. *Int J Solids Struct* **42**: 69-83.
42. Casals O. et Alcalá J. (2005) The duality in mechanical property extractions from Vickers and Berkovich instrumented indentation experiments. *Acta Mater* **53**: 3545-3561.
43. Jiang L.-m., Zhou Y.-c. et Huang Y.-l. (2010) Elastic-plastic properties of thin film on elastic-plastic substrates characterized by nanoindentation test. *Transactions of Nonferrous Metals Society of China* **20**: 2345-2349.
44. Heinrich C., Waas A.M. et Wineman A.S. (2009) Determination of material properties using nanoindentation and multiple indenter tips. *Int J Solids Struct* **46**: 364-376.
45. Taljat B. et Pharr G.M. (2004) Development of pile-up during spherical indentation of elastic-plastic solids. *Int J Solids Struct* **41**: 3891-3904.
46. Cao Y., Qian X. et Huber N. (2007) Spherical indentation into elastoplastic materials: Indentation-response based definitions of the representative strain. *Mater Sci Eng, A* **454-455**: 1-13.
47. Lee J., Lee C. et Kim B. (2009) Reverse analysis of nano-indentation using different representative strains and residual indentation profiles. *Materials & Design* **30**: 3395-3404.

48. Kucharski S. et Mróz Z. (2001) Identification of plastic hardening parameters of metals from spherical indentation tests. *Mater Sci Eng, A* **318**: 65-76.
49. Haj-Ali R., Kim H.-K., Koh S.W., Saxena A. et Tummala R. (2008) Nonlinear constitutive models from nanoindentation tests using artificial neural networks. *Int J Plast* **24**: 371-396.
50. Collin J.-M., Parenteau T., Mauvoisin G. et Pilvin P. (2009) Material parameters identification using experimental continuous spherical indentation for cyclic hardening. *Comput Mater Sci* **46**: 333-338.
51. Bolzon G., Maier G. et Panico M. (2004) Material model calibration by indentation, imprint mapping and inverse analysis. *Int J Solids Struct* **41**: 2957-2975.
52. Armstrong P.J. et Frederick C.O. (1966) A mathematical representation of the multiaxial baushinger effect.
53. Chaboche J.L. (1986) Time-Independent Constitutive Theories for Cyclic Plasticity. *Int J Plast* **2**: 149-188.
54. Huber N. et Tsakmakis C. (1998) Experimental and theoretical investigation of the effect of kinematic hardening on spherical indentation. *Mech Mater* **27**: 241-248.
55. Liu Y., Varghese S., Ma J., Yoshino M., Lu H. et Komanduri R. (2008) Orientation effects in nanoindentation of single crystal copper. *Int J Plast* **24**: 1990-2015.
56. Peirce D., Asaro R.J. et Needleman A. (1982) An analysis of nonuniform and localized deformation in ductile single crystals. *Acta Metall* **30**: 1087-1119.
57. Hutchinson J.W. (1976) Bounds and Self-Consistent Estimates for Creep of Polycrystalline Materials. *Proc R Soc London, Ser A* **348**: 101-127.
58. Moussa C., Bartier O., Mauvoisin G., Pilvin P. et Delattre G. (2012) Characterization of homogenous and plastically graded materials with spherical indentation and inverse analysis. *J Mater Res* **27**: 20-27.
59. Harsono E., Swaddiwudhipong S. et Liu Z.S. (2009) Material characterization based on simulated spherical-Berkovich indentation tests. *Scripta Mater* **60**: 972-975.
60. Cao Y.P. et Lu J. (2004) A new method to extract the plastic properties of metal materials from an instrumented spherical indentation loading curve. *Acta Mater* **52**: 4023-4032.
61. Lee J., Lee C. et Kim B. (2009) Reverse analysis of nano-indentation using different representative strains and residual indentation profiles. *Mater Des* **30**: 3395-3404.
62. Gerday A.F., Ben Bettaieb M., Duchêne L., Clément N., Diarra H. et Habraken A.M. (2009) Interests and limitations of nanoindentation for bulk multiphase material identification: Application to the β phase of Ti-5553. *Acta Mater* **57**: 5186-5195.
63. Horníková J., Šandera P., Černý M. et Pokluda J. (2008) Multiscale modelling of nanoindentation test in copper crystal. *Eng Fract Mech* **75**: 3755-3762.

64. Gao Y.F., Xu H.T., Oliver W.C. et Pharr G.M. (2008) A Comparison of Coulomb Friction and Friction Stress Models Based on Multidimensional Nanocontact Experiments. *Journal of Applied Mechanics* **75**: 034504-034503.
65. Oliver W.C. et Pharr G.M. (2004) Review: Measurement of hardness and elastic modulus by instrumented indentation: Advances in understanding and refinements to methodology. *J Mater Res* **19**: 3-20.
66. Antunes J.M., Menezes L.F. et Fernandes J.V. (2007) Influence of Vickers tip imperfection on depth sensing indentation tests. *Int J Solids Struct* **44**: 2732-2747.
67. Berke P., El Houdaigui F. et Massart T.J. (2010) Coupled friction and roughness surface effects in shallow spherical nanoindentation. *Wear* **268**: 223-232.
68. Mesarovic S.D. et Fleck N.A. (1999) Spherical indentation of elastic-plastic solids. *Proceedings of the Royal Society of London Series A: Mathematical, Physical and Engineering Sciences* **455**: 2707-2728.
69. Habbab H., Mellor B.G. et Syngellakis S. (2006) Post-yield characterisation of metals with significant pile-up through spherical indentations. *Acta Mater* **54**: 1965-1973.
70. Guo W.C., Rauchs G., Zhang W.H. et Ponthot J.P. (2010) Influence of friction in material characterization in microindentation measurement. *Journal of Computational and Applied Mathematics* **234**: 2183-2192.
71. Bouzakis K.D., Michailidis N., Hadjiyiannis S., Skordaris G. et Erkens G. (2002) The effect of specimen roughness and indenter tip geometry on the determination accuracy of thin hard coatings stress-strain laws by nanoindentation. *Mater Charact* **49**: 149-156.
72. Chen W., Li M., Zhang T., Cheng Y.-T. et Cheng C.-M. (2007) Influence of indenter tip roundness on hardness behavior in nanoindentation. *Mater Sci Eng, A* **445-446**: 323-327.
73. Tyulyukovskiy E. et Huber N. (2007) Neural networks for tip correction of spherical indentation curves from bulk metals and thin metal films. *J Mech Phys Solids* **55**: 391-418.
74. Kang S.-K., Kim Y.-C., Lee Y.-H., Kim J.-Y. et Kwon D. (2012) Determining effective radius and frame compliance in spherical nanoindentation. *Mater Sci Eng, A* **538**: 58-62.
75. Brammer P., Hernot X., Mauvoisin G., Bartier O. et Sablin S.S. (2013) A method to take account of the geometrical imperfections of quasi-spherical indenters. *Mater Des* **49**: 406-413.
76. De Souza G.B., Foerster C.E., Da Silva S.L.R., Serbena F.C., Lepienski C.M. et dos Santos C.A. (2005) Hardness and elastic modulus of ion-nitrided titanium obtained by nanoindentation. *Surf Coat Technol* **191**: 76-82.
77. International Organization for Standardization (2002) ISO standard 14577-1.
78. Li M., Chen W., Cheng Y.-T. et Cheng C.-M. (2009) Influence of contact geometry on hardness behavior in nano-indentation. *Vacuum* **84**: 315-320.
79. Jiang W.-G., Su J.-J. et Feng X.-Q. (2008) Effect of surface roughness on nanoindentation test of thin films. *Eng Fract Mech* **75**: 4965-4972.

80. Suresh S. et Giannakopoulos A.E. (1998) A new method for estimating residual stresses by instrumented sharp indentation. *Acta Mater* **46**: 5755-5767.
81. Sakharova N.A., Prates P.A., Oliveira M.C., Fernandes J.V. et Antunes J.M. (2011) A Simple Method for Estimation of Residual Stresses by Depth-Sensing Indentation. *Strain*.
82. Wang Q., Ozaki K., Ishikawa H., Nakano S. et Ogiso H. (2006) Indentation method to measure the residual stress induced by ion implantation. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms* **242**: 88-92.
83. Xu Z.-H. et Li X. (2005) Influence of equi-biaxial residual stress on unloading behaviour of nanoindentation. *Acta Mater* **53**: 1913-1919.
84. Bocciarelli M. et Maier G. (2007) Indentation and imprint mapping method for identification of residual stresses. *Comput Mater Sci* **39**: 381-392.
85. Buljak V. et Maier G. (2012) Identification of residual stresses by instrumented elliptical indentation and inverse analysis. *Mechanics Research Communications* **41**: 21-29.
86. Chen X., Yan J. et Karlsson A.M. (2006) On the determination of residual stress and mechanical properties by indentation. *Mater Sci Eng, A* **416**: 139-149.
87. Lepienski C.M., Pharr G.M., Park Y.J., Watkins T.R., Misra A. et Zhang X. (2004) Factors limiting the measurement of residual stresses in thin films by nanoindentation. *Thin Solid Films* **447–448**: 251-257.
88. Yan J., Karlsson A.M. et Chen X. (2007) Determining plastic properties of a material with residual stress by using conical indentation. *Int J Solids Struct* **44**: 3720-3737.
89. Tsui T.Y., Oliver W.C. et Pharr G.M. (1996) Influences of stress on the measurement of mechanical properties using nanoindentation: Part I. Experimental studies in an aluminum alloy. *J Mater Res* **11**: 752-759.
90. Bolshakov A., Oliver W.C. et Pharr G.M. (1996) Influences of stress on the measurement of mechanical properties using nanoindentation: Part II. Finite element simulations. *J Mater Res* **11**: 760-768.
91. Oliver W.C. et Pharr G.M. (1992) An Improved Technique for Determining Hardness and Elastic Modulus Using Load and Displacement Sensing Indentation Experiments. *J Mater Res* **7**: 1564-1583.
92. Swadener J.G., Taljat B. et Pharr G.M. (2001) Measurement of residual stress by load and depth sensing indentation with spherical indenters. *J Mater Res* **16**: 2091-2102.
93. Fischer-Cripps A.C. (2006) Critical review of analysis and interpretation of nanoindentation test data. *Surf Coat Technol* **200**: 4153-4165.
94. Grau P., Berg G., Fränzel W. et Meinhard H. (1994) Recording hardness testing. Problems of measurement at small indentation depths. *Phys Stat Solid (A)* **146**: 537-548.
95. Ullner C. (2000) Requirement of a robust method for the precise determination of the contact point in the depth sensing hardness test. *Meas* **27**: 43-51.

96. Chudoba T., Schwarzer N. et Richter F. (2000) Determination of elastic properties of thin films by indentation measurements with a spherical indenter. *Surf Coat Technol* **127**: 9-17.
97. Brammer P., Bartier O., Hernot X., Mauvoisin G. et Sablin S.S. (2012) An alternative to the determination of the effective zero point in instrumented indentation: Use of the slope of the indentation curve at indentation load values. *Mater Des* **40**: 356-363.
98. Bückle H. (1959) Progress in micro-indentation hardness testing. *Metallurgical Reviews* **4**: 49-100.
99. Kim J.-Y., Kang S.-K., Lee J.-J., Jang J.-i., Lee Y.-H. et Kwon D. (2007) Influence of surface-roughness on indentation size effect. *Acta Mater* **55**: 3555-3562.
100. Pharr G.M., Strader J.H. et Oliver W.C. (2009) Critical issues in making small-depth mechanical property measurements by nanoindentation with continuous stiffness measurement. *J Mater Res* **24**: 653-666.
101. Nix W.D. et Gao H.J. (1998) Indentation size effects in crystalline materials: A law for strain gradient plasticity. *J Mech Phys Solids* **46**: 411-425.
102. Jönsson B. et Hogmark S. (1984) Hardness measurements of thin films. *Thin Solid Films* **114**: 257-269.
103. Chen X., Ogasawara N., Zhao M. et Chiba N. (2007) On the uniqueness of measuring elastoplastic properties from indentation: The indistinguishable mystical materials. *J Mech Phys Solids* **55**: 1618-1660.
104. Tho K.K., Swaddiwudhipong S., Liu Z.S., Zeng K. et Hua J. (2004) Uniqueness of reverse analysis from conical indentation tests. *J Mater Res* **19**: 2498-2502.
105. Alkorta J., Martínez-Esnaola J.M. et Gil Sevillano J. (2005) Absence of one-to-one correspondence between elastoplastic properties and sharp-indentation load-penetration data. *J Mater Res* **20**: 432-437.
106. Cheng Y.-T. et Cheng C.-M. (1999) Can stress–strain relationships be obtained from indentation curves using conical and pyramidal indenters? *J Mater Res* **14**: 3493-3496.
107. Le M.-Q. (2008) A computational study on the instrumented sharp indentations with dual indenters. *Int J Solids Struct* **45**: 2818-2835.
108. Luo J. et Lin J. (2007) A study on the determination of plastic properties of metals by instrumented indentation using two sharp indenters. *Int J Solids Struct* **44**: 5803-5817.
109. Phadikar J.K., Bogetti T.A. et Karlsson A.M. (2013) On the Uniqueness and Sensitivity of Indentation Testing of Isotropic Materials. *Int J Solids Struct* --: --.
110. Nayebi A., El Abdi R., Bartier O. et Mauvoisin G. (2002) New procedure to determine steel mechanical parameters from the spherical indentation technique. *Mech Mater* **34**: 243-254.
111. Johnson K.L. (1985) *Contact Mechanics*, London
112. Liu L., Ogasawara N., Chiba N. et Chen X. (2009) Can indentation technique measure unique elastoplastic properties? *J Mater Res* **24**: 784-800.

113. Moussa C. (2012) Caractérisation mécanique par indentation instrumentée d'aciers carbonitrurés : aspects numériques et expérimentaux. Université de Rennes 1, Rennes.
114. Moy C.K.S., Bocciarelli M., Ringer S.P. et Ranzi G. (2011) Indentation and imprint mapping for the identification of material properties in multi-layered systems. *Comput Mater Sci* **50**: 1681-1691.
115. Ma Z.S., Zhou Y.C., Long S.G., Zhong X.L. et Lu C. (2012) Characterization of stress-strain relationships of elastoplastic materials: An improved method with conical and pyramidal indenters. *Mech Mater* **54**: 113-123.
116. Marteau J., Bigerelle M., Bouvier S. et Iost A. (2013) Reflection on the measurement and use of the topography of the indentation imprint. *Scanning* --: --.
117. Blunt L. et Sullivan P.J. (1994) The measurement of the pile-up topography of hardness indentations. *Tribol Int* **27**: 69-79.
118. Mordehai D., Kazakevich M., Srolovitz D.J. et Rabkin E. (2011) Nanoindentation size effect in single-crystal nanoparticles and thin films: A comparative experimental and simulation study. *Acta Mater* **59**: 2309-2321.
119. Cabibbo M. et Ricci P. (2012) True Hardness Evaluation of Bulk Metallic Materials in the Presence of Pile Up: Analytical and Enhanced Lobes Method Approaches. *Metall Mater Trans A*: 1-13.
120. Arivuoli D., Lawson N.S., Krier A., Attolini G. et Pelosi C. (2000) Nanoindentation studies of MOVPE grown GaAs/InP heterostructures. *Mater Chem Phys* **66**: 207-212.

Chapitre V : Traitement statistique des courbes d'indentation avec prise en compte des effets de surface

V.1.	Introduction	159
V.2.	Présentation du modèle de traitement des courbes d'indentation	159
V.2.1.	Théorie	159
V.2.2.	Statistiques : utilisation du Bootstrap	161
V.3.	Comparaison du modèle avec des modèles intermédiaires	161
V.3.1.	Données expérimentales et prétraitements	161
V.3.1.1.	Préparation des échantillons	161
V.3.1.2.	Mesures des rugosités	162
V.3.1.3.	Tests d'indentation et prétraitements.....	163
V.3.2.	Présentation des méthodes intermédiaires.....	163
V.3.3.	Influence du choix du référentiel	165
V.3.4.	Traitement individuel <i>versus</i> traitement simultané.....	166
V.3.5.	Influence de la prise en compte de l'ISE	169
V.3.6.	Origine des déviations.....	172
V.3.7.	Conclusion	173
V.4.	Application de l'approche proposée aux échantillons grenillés par ultrasons	174
V.4.1.	Introduction	174
V.4.2.	Résultats des tests d'indentation.....	174
V.4.3.	Relation entre la rugosité et la dureté	178
V.5.	Discussion et Conclusion.....	182
V.6.	Références.....	183

V.1. Introduction

La nano- ou microindentation instrumentée sont particulièrement appropriées pour la caractérisation des matériaux en surface ou ceux possédant une structure entravant l'utilisation de tests plus traditionnels tels que la traction : films minces, matériaux à gradient de propriétés. Toutefois, ces tests restent difficile à exploiter car l'indentation normale des matériaux suppose la prise en compte de différents problèmes de surface : la présence d'effets de taille (*Indentation Size Effect* - ISE), de perturbations en surface (films passifs, écrouissage), de la rugosité... Ces différents phénomènes peuvent entraîner une importante variabilité des résultats, ce qui peut être un obstacle à la détermination de propriétés telles que la dureté.

Pour pallier ce problème, nous avons élaboré une méthodologie originale de traitement des courbes d'indentation dans le cas d'indenteurs pointus, permettant de dissocier la dureté des effets de surface, ou plus précisément de la rugosité et de l'ISE.

V.2. Présentation du modèle de traitement des courbes d'indentation

V.2.1. Théorie

La partie chargement de la courbe d'indentation obtenue avec des indenteurs pointus est généralement décrite en utilisant une relation parabolique entre la charge P et la profondeur d'indentation h . Ce modèle est connu sous le nom de Loi de Kick [1] et s'exprime de la manière suivante :

$$P = Ch^2, \quad (24)$$

où C est une constante dépendant de la géométrie de la pointe et des propriétés du matériau. Ce modèle est en fait un cas particulier de la Loi de Meyer [2], plus connue par certains groupes de recherche.

Cette description de la charge est cependant rapidement devenue insuffisante pour décrire les courbes expérimentales. Zeng *et al.* [3] ont montré que ce modèle ne peut pas décrire le début de la courbe de chargement de plusieurs matériaux, comprenant notamment l'aluminium ou encore la silice fondue. Cette déviation a été préalablement remarquée par Bernhardt [4] qui a proposé de corriger la formule de Kick en ajoutant un terme linéaire à cette expression (*i.e.* un terme décrivant la zone où l'effet de taille est observé) :

$$P = \left\{ \alpha_1 h^2 + \alpha_2 h \right\}, \quad (25)$$

où α_1 et α_2 sont des constantes dépendant de la géométrie de la pointe de l'indenteur et des propriétés du matériaux.

L'inclusion d'un terme linéaire est utilisée pour caractériser la dépendance de la charge à l'augmentation de la profondeur d'indentation au début de la courbe de chargement (ISE). Ce modèle

est similaire au modèle de Li et Bradt, communément appelé PSR pour *Proportional Specimen Resistance* [5] :

$$P = \{b_1 d^2 + b_2 d\}, \quad (26)$$

où d est la diagonale d'indentation (indenteur Vickers) et b_1 et b_2 sont des constantes dépendant des caractéristiques de l'indenteur et du matériau.

Vingsbo *et al.* [6] ont également proposé un modèle équivalent basé, cette fois, sur l'expression de la dureté et non de la charge :

$$H = H_0 + \frac{k}{d}, \quad (27)$$

où H_0 est la macrodureté et k une constante déterminée à l'aide des données expérimentales. Comme résumé par le travail de Sangwal [7], différents chercheurs ont établi ce type de relation en analysant les courbes d'effort-déplacement ou l'évolution de la dureté avec la profondeur, obtenues avec des indenteurs pointus. Dans ce manuscrit, nous nous référerons à ce type de relation en utilisant l'expression « modèle de Bernhardt » puisqu'il a été le premier à le formaliser.

Afin de prendre en compte le retour élastique, la profondeur h est remplacée par la profondeur de contact h_c définie par Oliver et Pharr [8] comme suit :

$$h_c = h - \varepsilon P/S, \quad (28)$$

où ε est une constante dépendant de la géométrie de l'indenteur (*e.g.* 0,75 pour un indenteur Berkovich) et S représente la raideur de contact. La combinaison de cette expression avec l'Equation (25) permet l'obtention de la relation suivante :

$$P = \alpha \{H_0 h_c^2 + \beta h_c\}, \quad (29)$$

avec α une constante dépendant de la géométrie de l'indenteur, H_0 la macrodureté et β le facteur d'ISE. A partir de cette équation, nous supposons que les courbes expérimentales peuvent présenter une certaine déviation par rapport à ce modèle, suivant l'axe des abscisses, pouvant notamment être induite par la présence de rugosité. L'ajout de la déviation Δh_c à la profondeur de contact h_c dans l'équation précédente permet d'obtenir la relation qui suit :

$$P = \alpha \left\{ H_0 (h_c + \Delta h_c)^2 + \beta (h_c + \Delta h_c) \right\}. \quad (30)$$

Le développement et la réorganisation de l'équation précédente induit :

$$P = \alpha \left\{ H_0 h_c^2 + (2H_0 \Delta h_c + \beta) h_c + H_0 \Delta h_c^2 + \beta \Delta h_c \right\}. \quad (31)$$

Cette expression est la base de notre méthodologie qui consiste à traiter un ensemble de courbes expérimentales en vue d'accéder à des propriétés mécaniques statistiquement représentatives du matériau. Pour cela, nous considérons un ensemble de N courbes expérimentales que nous décrivons à l'aide du modèle de Bernhardt (Equation (31)). Puis, une de ces courbes est choisie arbitrairement

parmi toutes les courbes expérimentales pour servir de référence. Nous déterminons ensuite le terme Δh_c de manière à minimiser les déviations entre la forme et la position de la courbe de référence, prédite par le modèle de Bernhardt, et celles des autres courbes.

Une autre caractéristique innovante de ce modèle est la prise en compte de l'ensemble des courbes pour la détermination des propriétés mécaniques. Pour cela, la macrodureté et le facteur d'ISE sont supposés homogènes sur chaque échantillon étudié. La minimisation effectuée s'exprime comme suit :

$$\min_{H_0, \Delta h_1, \dots, \Delta h_n, \beta} \sum_{i=1}^n \sum_{j=1}^{P_i} \left[P_{i,j} - \alpha \left(H_0 h_{c,j}^2 + (2H_0 \Delta h_{c,i} + \beta) h_{c,j} + H_0 \Delta h_{c,i}^2 + \beta \Delta h_{c,i} \right) \right]^2, \quad (32)$$

où l'indice j fait référence à un point appartenant à la courbe d'indice i.

V.2.2. Statistiques : utilisation du Bootstrap

Afin de judicieusement estimer la précision des résultats donnés par notre méthode, nous déterminons des intervalles de confiance à l'aide d'une technique de ré-échantillonnage récente : le Bootstrap. Cette technique consiste à créer de nouveaux échantillons à partir des données existantes à l'aide d'un tirage avec remise. Ici, nous utilisons un double Bootstrap, répété 1000 fois, afin de représenter la variabilité de l'essai mais également une possible hétérogénéité du matériau. Le principe du Bootstrap est le suivant : parmi les N courbes expérimentales, N courbes sont tirées au hasard avec remise. Puis, pour chacune de ces courbes contenant M points indépendants et identiquement distribués, M points sont tirés avec remise. Cela permet donc d'obtenir N courbes statistiquement représentatives de la variabilité de l'essai et de l'hétérogénéité du matériau. C'est sur ces N courbes qu'est appliquée l'optimisation décrite par l'Equation (32), dans le cas de notre méthode.

V.3. Comparaison du modèle avec des modèles intermédiaires

La robustesse de la méthodologie proposée est évaluée en comparant notre approche à des méthodes dites « intermédiaires », dans le sens où ces modèles ne prennent en compte que certaines hypothèses (telles que la présence d'un ISE), pour évaluer leurs impacts sur la détermination de la dureté.

V.3.1. Données expérimentales et prétraitements

Les résultats du traitement des courbes d'indentation par l'approche proposée sont comparés aux résultats issus de modèles intermédiaires en exploitant 100 courbes d'indentation réalisées sur des échantillons d'acier AISI 316L possédant différents niveaux de rugosité.

V.3.1.1. Préparation des échantillons

Les échantillons d'acier AISI 316L ont tous été abrasés à l'aide d'une polisseuse automatique permettant d'effectuer des mouvements de rotation excentrés et alternatifs. L'ensemble des échantillons a été poli jusqu'à un état poli-miroir (*i.e.* jusqu'à un papier SiC de grade 4000). Cette première étape permet l'obtention d'états de surface similaires, dont la reproductibilité est assurée par l'utilisation d'une nouvelle feuille de papier SiC à chaque étape du polissage. Puis, plusieurs

amplitudes de rugosité ont été créées en utilisant différents grades de papier SiC, sous des conditions de pression et de temps de traitement identiques (150 N, 3 minutes), à l'aide d'une lubrification à l'eau. Les différents états de surface sont obtenus en utilisant un papier SiC de grade 80, 120, 180, 220, 320, 550, 800, 1000, 1200, 2400 ou 4000. Dans la suite de ce chapitre, les résultats sont présentés en faisant référence au grade du papier abrasif.

V.3.1.2. Mesures des rugosités

La topographie des échantillons abrasés est mesurée à l'aide du profilomètre tactile TENCOR™ P10, permettant l'obtention de mesures 2D et 3D. La rugosité est mesurée à l'aide d'un styilet de pointe 2 µm sous une charge égale à 5×10^{-5} N, avec une résolution verticale de l'ordre du nanomètre. Afin d'estimer la texture de la topographie, une série de mesures préliminaires a été réalisée en trois dimensions sur des aires de 4 x 4 mm². Ces premiers résultats ont confirmé l'hypothèse d'isotropie de la rugosité, permettant de faire des analyses 2D sur des longueurs de 5 mm avec une fréquence d'échantillonnage plus haute. Pour chaque échantillon, 30 profils 2D de 25 000 points ont été mesurés de manière aléatoire sur la surface, avec une vitesse égale à 200 µm/s. Des exemples de profils pour les échantillons 120, 500, 1000 et 4000 sont donnés dans la Figure 83.

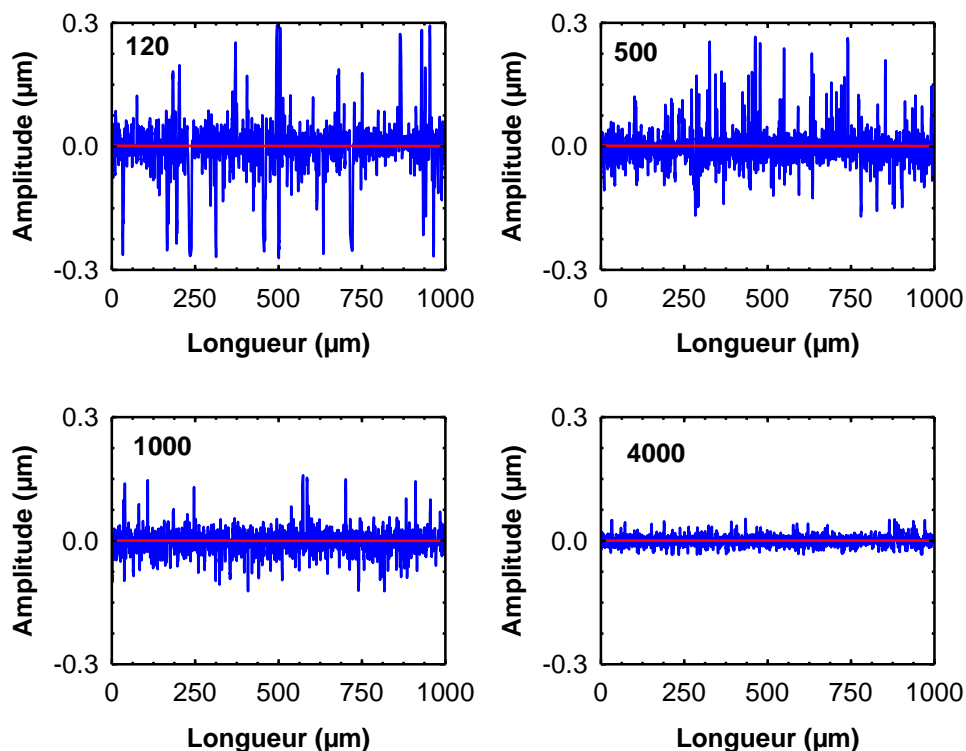


Figure 83 : Profils de rugosité des échantillons 120, 500, 1000 et 4000.

L'écart moyen quadratique R_q , utilisé pour étudier les relations entre la déviation Δh_c et la rugosité est, comme précédemment, calculé sur différentes échelles d'évaluation afin d'identifier l'échelle la plus pertinente.

V.3.1.3. Tests d'indentation et prétraitements

Les essais d'indentation ont été réalisés avec un Nanoindenteur XP® équipé d'une pointe Berkovich. Les conditions d'essais sont les suivantes : température ambiante, utilisation de la méthode de mesure continue (CSM), taux de déformation constant égal à $0,05 \text{ s}^{-1}$ et profondeur d'indentation maximale fixée à $3 \text{ }\mu\text{m}$. Chaque échantillon a été indenté 100 fois, en espaçant les mesures de $100 \text{ }\mu\text{m}$ pour s'assurer qu'aucune interaction n'a lieu entre les indentations. La Figure 84 présente les 100 courbes d'indentation obtenues avec les échantillons polis à l'aide des papiers de grade 80 et 4000.

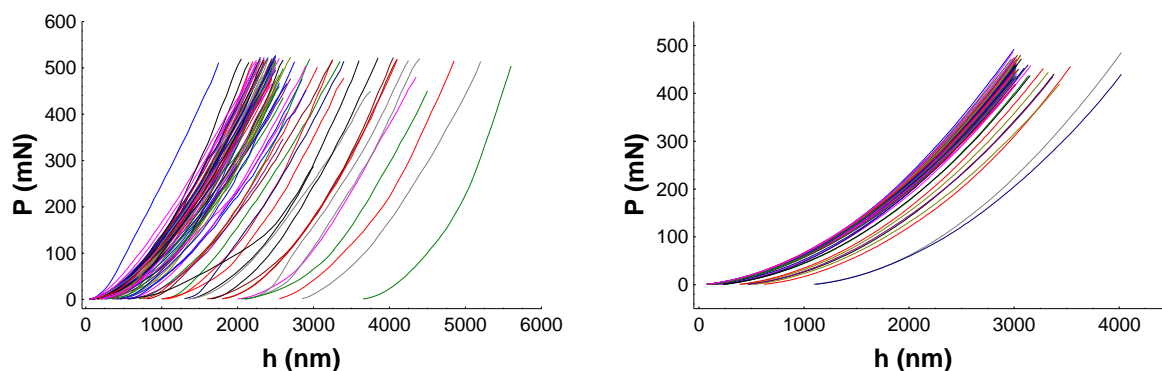


Figure 84 : Courbes de chargement obtenues pour les échantillons polis avec le grade 80 (à gauche) et 4000 (à droite).

L'application de notre méthode repose uniquement sur l'exploitation des courbes de chargement. Pour éviter tout artefact statistique, trois prétraitements sont effectués. Tout d'abord, la partie chargement des courbes d'indentation a été extraite en tronquant les courbes à 85% de la charge maximale. Cette troncature permet d'avoir une même valeur de charge finale pour toutes les courbes et permet donc d'éviter tout artefact statistique lors du traitement des données. Le second prétraitement consiste à transformer la profondeur d'indentation h en une variable indépendante et identiquement distribuées afin d'éviter tout biais lors de la régression non-linéaire. Enfin, dans le dernier prétraitement, la profondeur d'indentation h est transformée en profondeur de contact, h_c , suivant l'Equation (28).

V.3.2. Présentation des méthodes intermédiaires

Cinq types de méthodes de traitement des courbes d'indentation sont comparées afin d'évaluer l'approche proposée.

La première méthode, notée par la suite « **Méthode A** », correspond à notre modèle, décrit par l'Equation (32). Ses caractéristiques principales sont : le traitement simultané de toutes les courbes de l'échantillon, la prise en compte du facteur d'ISE et la localisation des courbes par rapport à un repère relatif et non absolu. En effet, les courbes sont représentées par leur déviation par rapport à une courbe de référence alors, qu'ordinairement, elles sont repérées à l'aide d'une valeur particulière.

Pour tester l'influence du référentiel sur les résultats, une seconde méthode est créée : la **Méthode B**. Cette dernière reprend les mêmes hypothèses que la Méthode A excepté pour la nature du repère qui est cette fois absolue : l'origine des courbes est définie telle que la charge soit égale à zéro pour une profondeur d'indentation nulle. Pour cela, toutes les courbes expérimentales ne respectant pas cette

condition sont translattées suivant l'axe des abscisses avant la minimisation. L'optimisation est cette fois décrite par l'équation suivante :

$$\min_{H_0, \beta} \sum_{i=1}^n \sum_{j=1}^{P_i} \left[P_{i,j} - \alpha \left(H_0 h_{c,j}^2 + \beta h_{c,j} \right) \right]^2, \quad (33)$$

La **Méthode C** est, comme la Méthode A, basée sur l'utilisation d'un repère relatif et prend en compte le facteur d'ISE, mais met en jeu un traitement individuel des courbes. Elle s'apparente donc aux méthodes utilisées usuellement où un ensemble de paramètres matériaux est calculé à partir de l'exploitation d'une seule courbe expérimentale. Lorsque plusieurs courbes sont présentes, ces méthodes les traitent séparément en calculant pour chaque courbe un ensemble de données avant d'en faire la moyenne. Dans le cas du traitement des 100 courbes, cela signifie ici qu'un jeu de paramètres est identifié par courbe, suivant l'utilisation de l'équation suivante :

$$\min_{H_0, \Delta h_i, \beta} \sum_{i=1}^{P_i} \left[P_{i,j} - \alpha \left(H_{0,i} h_{c,j}^2 + (2H_{0,i} \Delta h_{c,i} + \beta_i) h_{c,j} + H_0 \Delta h_{c,i}^2 + \beta_i \Delta h_{c,i} \right) \right]^2. \quad (34)$$

Une fois cette minimisation terminée pour toutes les courbes expérimentales, la moyenne de la macrodureté et celle du facteur d'ISE sont calculées comme suit :

$$\overline{H_0} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n \left[H_{0,i} \right], \quad (35)$$

$$\overline{\beta} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n \left[\beta_i \right]. \quad (36)$$

La **Méthode D** suppose un traitement simultané des courbes mais ne prend pas en compte l'ISE et ne met en jeu aucun décalage des courbes ($\Delta h_c = 0$). Cela signifie donc que les courbes sont décrites par la Loi de Kick. L'équation de minimisation se résume donc à :

$$\min_{H_0, \beta} \sum_{i=1}^n \sum_{j=1}^{P_i} \left[P_{i,j} - \alpha \left(H_0 h_{c,j}^2 \right) \right]^2. \quad (37)$$

La **Méthode E** met également en jeu un traitement simultané des courbes, ne prend pas en compte l'ISE mais suppose le décalage des courbes non nul. L'équation de minimisation devient donc :

$$\min_{H_0, \Delta h_1, \dots, \Delta h_n} \sum_{i=1}^n \sum_{j=1}^{P_i} \left[P_{i,j} - \alpha \left(H_0 h_{c,j}^2 + (2H_0 \Delta h_{c,i}) h_{c,j} + H_0 \Delta h_{c,i}^2 \right) \right]^2. \quad (38)$$

Enfin, la **Méthode F** prend en compte l'ISE et traite les courbes de manière simultanée mais ne met en jeu aucun décalage ($\Delta h_c = 0$). L'équation de cette méthode est par conséquent la suivante :

$$\min_{H_0, \beta} \sum_{i=1}^n \sum_{j=1}^{P_i} \left[P_{i,j} - \alpha \left(H_0 h_{c,j}^2 + \beta h_{c,j} \right) \right]^2. \quad (39)$$

Le Tableau 12 résume les différentes conditions des méthodes A à F.

Méthode	Type de traitement	Facteur d'ISE β	Décalage
A	Simultané	$\beta \neq 0$	Avec Δh_c
B	Simultané	$\beta \neq 0$	Avec $P = 0$
C	Individuel	$\beta \neq 0$	Avec Δh_c
D	Simultané	$\beta = 0$	Pas de décalage
E	Simultané	$\beta = 0$	Avec Δh_c
F	Simultané	$\beta \neq 0$	Pas de décalage

Tableau 12 : Résumé des hypothèses des méthodes A à F.

V.3.3. Influence du choix du référentiel

Une importante source d'erreur des tests de nano- ou microindentation instrumentée est la mauvaise détermination du point de référence des courbes effort-déplacement. Malgré l'amélioration de la précision des appareils de mesure, la position du point d'origine demeure incertaine à cause de la présence d'effets de surface, de pollution ou encore de rugosité. La mauvaise identification du point d'origine (*i.e.* la position de $h = 0$) peut nuire au calcul de caractéristiques mécaniques telles que la dureté. Les méthodes usuelles permettant de corriger la position du point de référence définissent en général ce point au travers d'une valeur ou d'un point précis (*e.g.* $h = 0$ lorsque $P = 0$). Elles supposent donc l'utilisation d'un référentiel absolu, comme la Méthode B, ce qui s'oppose à la méthodologie proposée (Méthode A).

La Figure 85 représente la minimisation de la dispersion des courbes de chargement de l'échantillon 4000 en utilisant la Méthode A et la Méthode B.

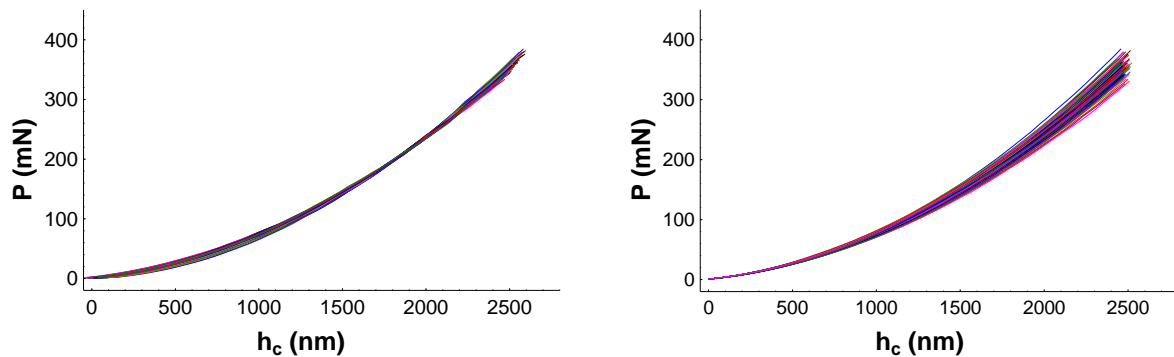


Figure 85 : Minimisation de la dispersion des courbes de chargement de l'échantillon 4000 en utilisant la Méthode A (à gauche) et la Méthode B (à droite).

Les deux méthodes permettent d'obtenir une importante réduction de la dispersion des courbes par rapport aux courbes originales (*cf.* Figure 84). Toutefois, la Méthode A donne de meilleurs résultats puisque les courbes sont difficiles à distinguer les unes des autres alors que la dispersion des courbes reste non négligeable en fin de chargement lorsque la Méthode B est appliquée. Cette première comparaison montre déjà que l'utilisation d'un référentiel relatif permet une meilleure correction de la position des courbes que l'utilisation d'un référentiel absolu.

Grâce à l'utilisation d'un double Bootstrap pour les deux méthodes considérées ici, les valeurs moyennes et les écarts-types de la macrodureté et du facteur d'ISE sont calculés. Le Tableau 13 résume les résultats obtenus pour l'échantillon 4000. Les valeurs moyennes de la macrodureté données

par les deux méthodes sont très proches. En revanche, l'écart-type de la Méthode B est 2,5 fois plus élevé que celui donné par la Méthode A. Cela montre une fois encore que repérer les courbes à l'aide d'un référentiel relatif est plus pertinent puisque cela permet d'atteindre une meilleure précision.

Cette différence de précision est moins marquée dans le cas de la détermination du facteur d'ISE puisque les valeurs moyennes calculées sont très proches, tout comme les écarts-types. Pour vérifier les valeurs moyennes identifiées pour le facteur d'ISE, les empreintes d'indentation réalisées sur l'échantillon 4000 ont été observées à l'aide d'un microscope interférométrique. Elles présentent toutes un bourrelet. Un exemple de mesure de ces empreintes est donné dans la Figure 86. L'observation d'un bourrelet indique qu'une valeur positive devrait être identifiée pour le facteur d'ISE [9], ce qui est en accord avec l'identification du facteur d'ISE des méthodes A et B.

Méthode	H_0 (GPa)		β (mN/nm)	
	Moyenne	Ecart-type	Moyenne	Ecart-type
A	1,863	0,004	1114	30
B	1,836	0,011	1271	29

Tableau 13 : Valeurs moyennes et écarts-types de la macrodureté H_0 et facteur d'ISE β , obtenus avec les méthodes A et B.

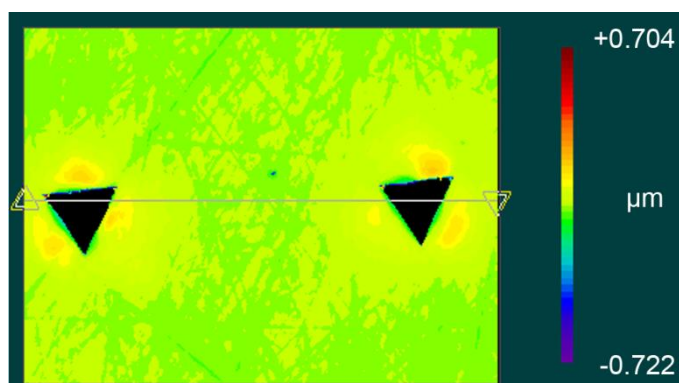


Figure 86 : Observation du bourrelet prenant place dans l'échantillon 4000, à l'aide d'un microscope interférométrique.

V.3.4. Traitement individuel *versus* traitement simultané

Comme précédemment indiqué, notre méthode met en jeu un traitement simultané de toutes les courbes expérimentales pour la détermination d'un jeu de paramètres. Cela s'oppose aux méthodes traditionnellement utilisées, qui déterminent un jeu de paramètres par courbe et calculent ensuite la moyenne de ces paramètres pour obtenir une meilleure représentativité. Cette section vise à identifier le gain de précision donné par un traitement simultané des courbes en comparant les résultats obtenus avec notre méthode (Méthode A) et avec la Méthode C (représentant l'utilisation d'un traitement individuel).

Les deux méthodes sont basées sur l'optimisation d'une fonction donnée, à l'aide d'une descente de gradient. L'optimisation mathématique utilisée ici consiste à minimiser la fonction étudiée en

choisissant de manière systématique des valeurs comprises dans un domaine défini. A cause de la haute non-linéarité de l'Equation (32), un schéma itératif d'optimisation doit être utilisé [10, 11]. Nous avons choisi d'utiliser l'algorithme Levenberg-Marquardt qui est une procédure d'optimisation relativement classique et disponible dans de nombreux logiciels. Toutefois, cet algorithme ne garantit pas l'obtention du minimum global. Par conséquent, comme les variations de la fonction restent inconnues, plusieurs points de départ doivent être testés pour éviter d'identifier un minimum local à la place d'un minimum global. En utilisant différents points de départ, notre méthode donne des résultats similaires (problème bien posé). Au contraire, la méthode C, traitant les courbes séparément, mène à l'obtention de résultats différents (problème mal posé). La minimisation de la dispersion des courbes obtenue avec cette méthode, à partir de 3 points de départ différents, est représentée dans la Figure 87.

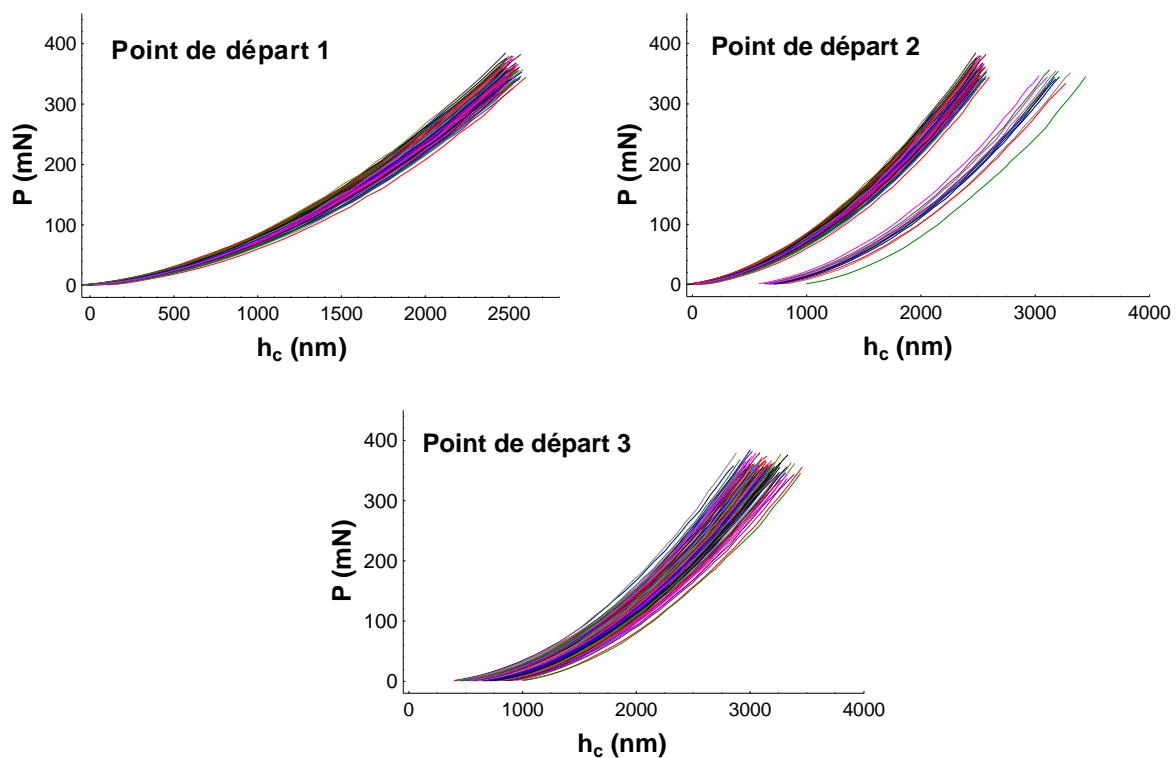


Figure 87 : Minimisation de la dispersion des courbes de chargement obtenue avec la Méthode C, pour les points de départ 1, 2 et 3.

Parmi les trois points de départ présentés, le point 1 donne la meilleure minimisation de la dispersion des courbes. Les courbes restent toutefois bien plus dispersées qu'avec la Méthode A (*cf.* Figure 85). Le décalage obtenu avec le point de départ 2 a donné naissance à deux sous-populations. Ces premières observations révèlent que la méthode traitant les courbes séparément est dépendante des valeurs initiales et par conséquent instable, comparée à l'approche proposée. Le Tableau 14 détaille les résultats obtenus avec les trois points de départ et rappelle les valeurs obtenues avec notre méthode. Quels que soient la méthode employée et le point de départ utilisé, les valeurs moyennes obtenues pour la macrodureté sont *quasi* identiques. Pour la méthode traitant les courbes séparément, la moyenne de la macrodureté est égale à 1,852 GPa et les écarts-types sont compris entre 0,007 et 0,008

GPa. Ces valeurs restent, certes, peu élevées mais seulement parce que la macrodureté est déterminée à l'aide de 100 courbes d'indentation. En outre, l'écart-type calculé pour la Méthode A est approximativement deux fois plus bas que ceux calculés avec la Méthode C. Si les données expérimentales suivent une distribution assimilable à une Gaussienne, cela implique que quatre fois moins de courbes expérimentales sont nécessaires avec notre méthode pour obtenir la même précision que celle obtenue avec la Méthode C.

Méthode	H_0 (GPa)		β (mN/nm)	
	Moyenne	Ecart-type	Moyenne	Ecart-type
A	1,863	0,004	1114	30
C (point de départ 1)	1,852	0,007	1153	25
C (point de départ 2)	1,852	0,008	914	63
C (point de départ 3)	1,852	0,008	-1157	26

Tableau 14 : Valeurs moyennes et écarts-types de la macrodureté H_0 et du facteur d'ISE obtenus avec la Méthode A et la Méthode C avec trois points de départs différents pour l'optimisation.

Les valeurs moyennes du facteur d'ISE trouvées avec les trois points de départ sont très différentes. Le premier point de départ donne une valeur moyenne égale à 1153 mN/nm, ce qui est similaire à celle obtenue avec notre méthode. L'écart-type obtenu avec ce point de départ est également similaire à celui de la Méthode A. En revanche, le second point de départ donne une valeur moyenne 1,3 fois plus petite et un écart-type 2,5 plus grand que celle donnée par le premier point de départ. La Figure 88 montre la distribution des facteurs d'ISE obtenus pour chaque courbe expérimentale analysée avec la Méthode C et le deuxième point de départ. Deux sous-populations de facteurs d'ISE peuvent y être distinguées. La première population possède un facteur d'ISE négatif alors que la seconde possède un facteur d'ISE positif [9]. Ces résultats expliquent pourquoi deux sous-populations peuvent être également distinguées dans la Figure 87. Cependant, les observations au microscope interférométrique ont permis de montrer que seuls des bourrelets étaient présents autour des empreintes d'indentation, ce qui se traduit par l'obtention d'un facteur d'ISE positif. De même, le facteur d'ISE identifié avec le troisième point de départ est incorrect puisqu'une valeur négative est identifiée, avec un écart-type de l'ordre de celui donné par notre modèle. Ces différents résultats montrent que la Méthode C, traitant séparément les courbes, manque de robustesse. Les écarts-types calculés à l'aide des points de départ 1 et 3 sont légèrement moins élevés que celui donné par notre modèle. Cette tendance peut être expliquée par un meilleur ajustement des courbes avec la Méthode C. En effet, chaque courbe est ajustée en utilisant une valeur différente pour la macrodureté et le facteur d'ISE. Au contraire, avec notre méthode, ces valeurs sont identiques pour l'ensemble des courbes.

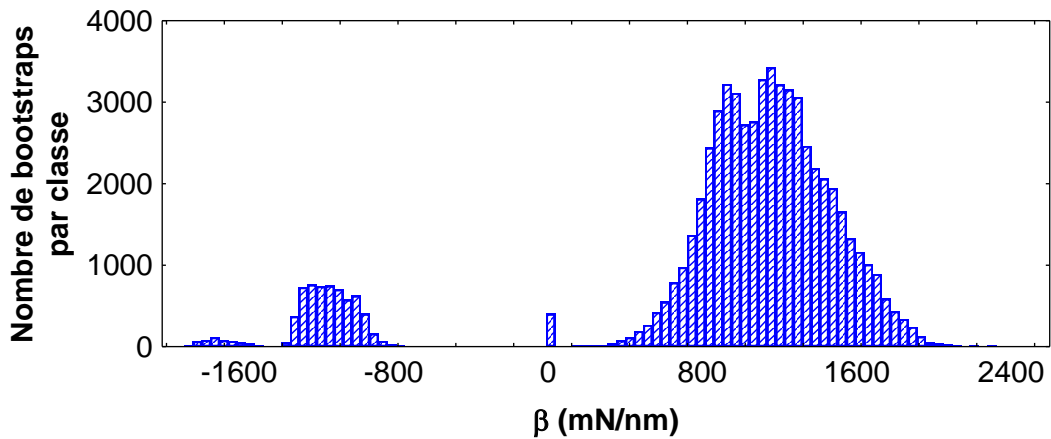


Figure 88 : Distribution des facteurs d'ISE obtenus avec la Méthode C et le point de départ 2.

Il est important de noter que les meilleurs résultats pour la détermination du facteur d'ISE et de la macrodureté sont obtenus lorsque le décalage des courbes est réussi. Pour expliquer cette tendance, les valeurs des écarts entre les courbes et la forme prédite par le modèle de Bernhardt, Δh_c , sont étudiées en fonction de la valeur du facteur d'ISE. Pour cela, un Bootstrap est réalisé afin d'obtenir 1000 couples de valeurs. La Figure 89 montre les résultats obtenus avec la Méthode C et la Méthode A. Avec la Méthode C, les déviations Δh_c diminuent de -1200 à 200 nm avec une augmentation de la valeur du facteur d'ISE de 0 à 2500 mN/nm. Cette évolution montre que, dans l'Equation (34), la valeur du facteur d'ISE β est liée à celle de l'écart Δh_c : il y a donc une corrélation entre ces paramètres. Ces résultats expliquent la dépendance des résultats avec la valeur du point de départ utilisé dans la minimisation. Dans notre modèle, l'écart Δh_c et le facteur d'ISE semblent être indépendants. En effet, le facteur d'ISE ne varie que de 1010 à 1220 mN/nm tandis que la valeur de la déviation est comprise entre -1100 et 20 nm. Cela prouve que le facteur d'ISE n'est pas dépendant de la valeur de la déviation Δh_c . Cette dernière observation confirme que le traitement simultané de toutes les courbes confère une meilleure robustesse à la méthode.

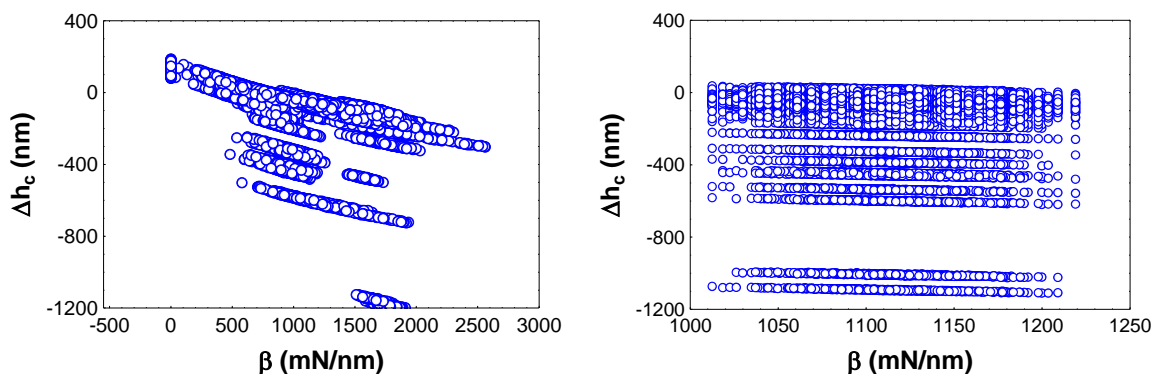


Figure 89 : Valeurs des écarts Δh_c en fonction des valeurs des facteurs d'ISE obtenus avec la Méthode C et le point de départ 1 (à gauche) et avec la Méthode A (à droite).

V.3.5. Influence de la prise en compte de l'ISE

Jusqu'ici les progrès apportés par notre méthode (Méthode A) ont principalement été quantifiés à l'aide d'une étude statistique. Nous analysons dans ce qui suit sa robustesse en observant les résultats

expérimentaux des onze échantillons abrasés. Notre méthode est maintenant comparée aux méthodes D, E et F supposant également un traitement simultané des courbes mais mettant en jeu des hypothèses différentes au niveau de la prise en compte de l'ISE et des décalages. Les variations de la macrodureté obtenues avec les méthodes A, D, E et F ainsi que la macrodureté mesurée expérimentalement sur l'échantillon 4000 sont représentées dans la Figure 90.

La méthode F, ne prenant pas en compte le décalage des courbes, donne des valeurs erronées : une macrodureté négative est calculée pour l'échantillon 80 tandis qu'une macrodureté nulle est obtenue pour les échantillons 80 et 220. Les valeurs de macrodureté des autres échantillons sont également sous-estimées puisque une valeur égale à 1,00 GPa est obtenue pour l'échantillon 4000 alors que la macrodureté expérimentale est égale à 1,83 GPa. Ces résultats montrent donc l'importance de la prise en compte des décalages d'origine lors de l'optimisation.

La méthode D ne prenant en compte ni les décalages, ni le facteur d'ISE, tend, quant à elle, à globalement surestimer la macrodureté, sauf pour l'échantillon 80 présentant une valeur anormalement basse, égale à 1,20 GPa. Il semble donc que la prise en compte des décalages, mais également celle du facteur d'ISE, soit primordiale pour la caractérisation des propriétés du matériau.

Les variations de la macrodureté obtenues avec les méthodes E et A sont physiquement cohérentes : le polissage avec des papiers à faible grade (*i.e.* avec de gros grains d'abrasifs) tend à durcir la surface du matériau tandis que ces effets sont moins importants avec des papiers à fort grade (*i.e.* avec de petits grains abrasifs). L'écroutissage en surface peut également être renforcé par la transformation de l'austénite en martensite à cause du frottement [12]. La martensite étant une phase plus dure que l'austénite, cela peut également contribuer à l'augmentation de la dureté. Toutefois, les mesures de magnétisme et EBSD n'ont pas permis de détecter de changement de phase.

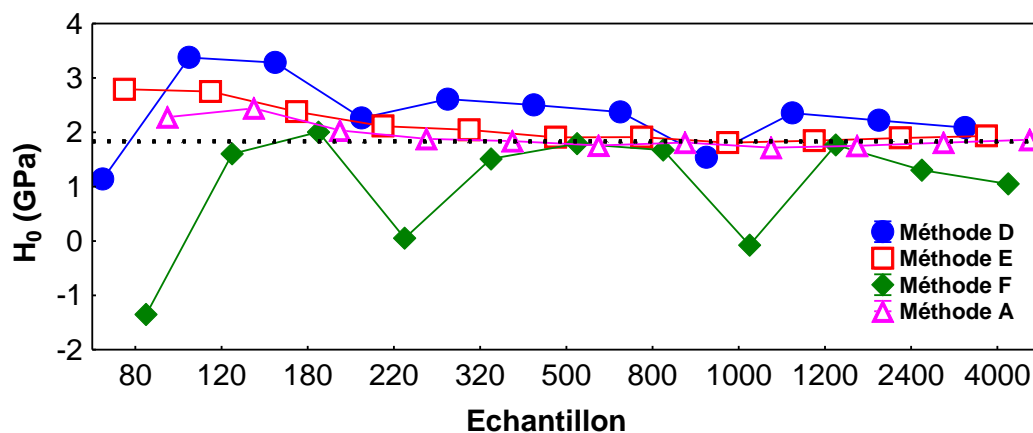


Figure 90 : Valeurs de la macrodureté H_0 calculés pour tous les échantillons abrasés en utilisant les méthodes A, D, E et F. La ligne en pointillés représente la macrodureté macroscopique mesurée sur l'échantillon 4000.

La Méthode E donne des valeurs de macrodureté globalement plus élevées que celles calculées à l'aide de la Méthode A. Pour l'échantillon 80, la Méthode E donne une valeur de macrodureté égale à 2,80 GPa alors qu'une macrodureté égale à 2,20 GPa est obtenue avec la Méthode A. Les valeurs de la macrodureté obtenues pour l'échantillon 4000 sont plus proches puisque la Méthode E donne 1,94 GPa et la Méthode A donne 1,89 GPa. La tendance globale de la Méthode E à surestimer la macrodureté montre l'importance de la prise en compte de l'ISE lors de l'analyse des courbes d'indentation.

Il est également important de noter que la Méthode A donne une valeur de macrodureté plus faible pour l'échantillon 80 que celle trouvée pour l'échantillon 120. Cette évolution va à l'encontre de nos attentes. Pour tenter d'expliquer cette valeur, les empreintes d'indentation ont été observées à l'aide d'un Microscope Electronique à Balayage. La Figure 91 montre une empreinte d'indentation représentative de l'échantillon 80. Cette empreinte est de taille inférieure à celle mesurée sur l'échantillon 4000 (*cf.* Figure 86). Il semble qu'à cause des importants sillons laissés par le polissage, l'échantillon tend à se comporter comme un matériau poreux, ce qui explique l'obtention d'une valeur inférieure pour la macrodureté.

Les facteurs d'ISE obtenus pour l'ensemble des échantillons à l'aide des méthodes F et A sont représentés dans la Figure 92. La Méthode A donne un facteur d'ISE qui décroît de 4000 mN/nm à 1500 mN/nm avec une augmentation du grade des papiers. La Méthode F donne, quant à elle, des valeurs d'ISE fluctuantes, avec des valeurs particulièrement élevées pour les échantillons 80, 200 et 1000. Nous avons précédemment observé qu'une diminution du grade du papier induit une augmentation de la macrodureté. Ce phénomène est causé par l'écroutissage du matériau. Selon [13, 14], le bourrelet est plus grand dans les matériaux qui présentent peu de potentiel d'écroutissage. D'après [9], un bourrelet plus important donne lieu à un facteur d'ISE plus élevé. Cette observation corrobore les résultats donnés par notre méthode comme un facteur d'ISE plus grand est trouvé pour les échantillons polis avec les grades les plus faibles. Toutefois, comme indiqué dans le chapitre précédent, il est important de noter que l'ISE peut avoir diverses origines. Pour les matériaux cristallins, il peut être causé par des problèmes de préparation (écroutissage en surface, présence d'oxydes), un défaut de pointe de l'indenteur, la présence de rugosité ou encore une mauvaise estimation de la surface de contact (présence d'un bourrelet). Des phénomènes microscopiques peuvent également être à l'origine de cet effet. L'apparition de dislocations géométriquement nécessaires pour accommoder le volume du matériau déplacé à la surface par l'indenteur peut également induire la présence d'une plus forte dureté en surface [15, 16]. Dans la suite de l'investigation de la robustesse de notre méthode, nous avons cherché à déterminer l'origine des écarts entre la forme des courbes et celle prédite par la loi de Bernhardt.

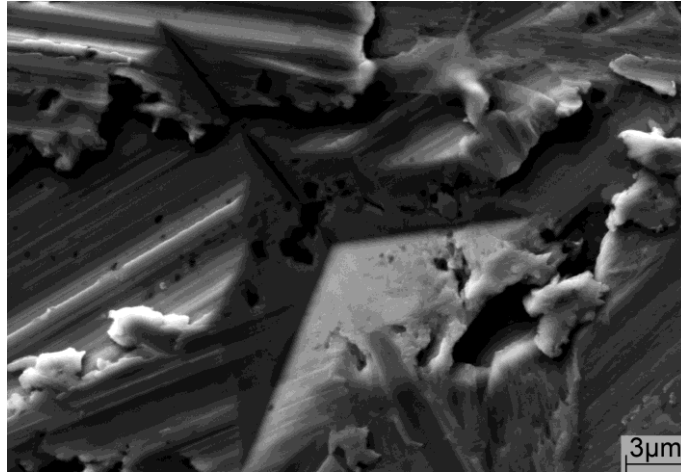


Figure 91 : Observation des empreintes d'indentation réalisées dans l'échantillon 80 à l'aide d'un microscope électronique à balayage.

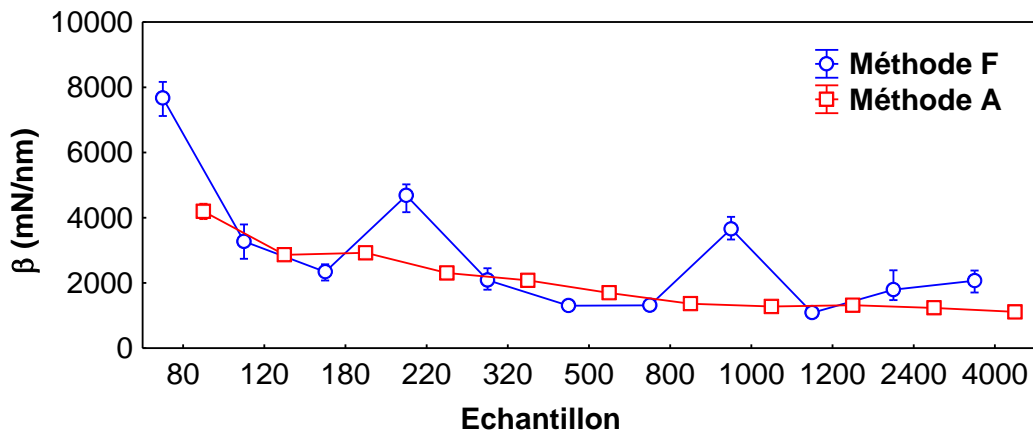


Figure 92 : Valeurs des facteurs d'ISE calculées pour l'ensemble des échantillons abrasés, à l'aide des méthodes F et A.

V.3.6. Origine des déviations

L'observation des courbes d'indentation expérimentales permet d'identifier deux types d'erreur, quel que soit le grade de papier SiC utilisé pour abraser l'échantillon, comme illustré dans la Figure 93.

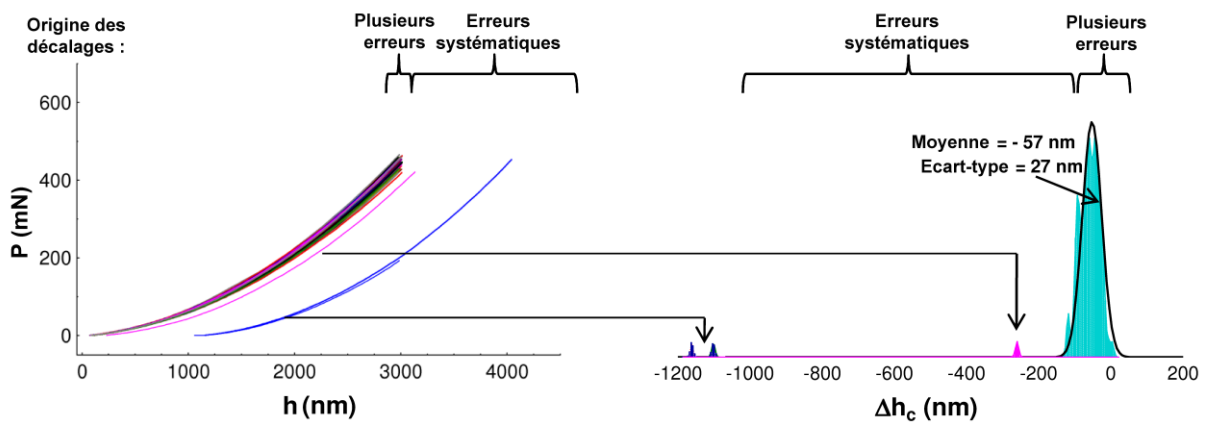


Figure 93 : Illustration des origines des écarts entre la forme des courbes de chargement et celle prédite par la loi de Bernhardt (Δh_c) à l'aide des résultats de l'échantillon 2400.

La première sous-population regroupe la majorité des courbes et présente une faible dispersion. La seconde population rassemble les courbes présentant une faible charge pour des profondeurs d'indentation importantes. Ces deux sous-populations sont également visibles lors de l'étude des valeurs des écarts Δh_c , comme illustré dans la Figure 93. L'enregistrement d'importantes profondeurs d'indentation pour de faibles charges est dû à la mauvaise détermination du point de référence par le nanoindenteur et peut, par exemple, être causé par la présence de pollution en surface. Cela fait partie des erreurs systématiques. La première sous-population est, quant à elle, issue de différents phénomènes tels que des bruits de mesure, la présence d'un défaut de pointe, des variations de la température ambiante pendant l'essai ou encore la présence de rugosité.

En utilisant les topographies mesurées sur les onze échantillons abrasés, l'effet de la rugosité sur la valeur de l'écart Δh_c est investigué. A l'aide des 100 courbes d'indentation expérimentales et du double Bootstrap, les écarts-types Δh_c de la déviation sont générés pour l'ensemble des échantillons. Les valeurs calculées sont ensuite représentées en fonction de l'écart moyen quadratique (*Root Mean Square*) R_q de la rugosité. La meilleure corrélation est identifiée pour une longueur d'évaluation environ égale à 15 μm et est donnée par une relation linéaire, comme illustré dans la Figure 94.

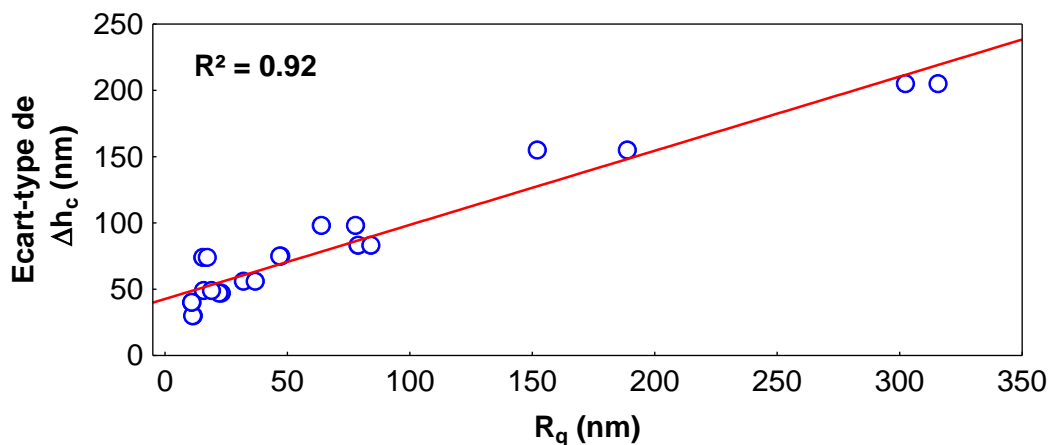


Figure 94 : Ecarts-types des déviations Δh_c en fonction de l'écart moyen quadratique de la rugosité R_q .

L'écart-type de la déviation Δh_c et l'écart moyen quadratique R_q varient respectivement de 25 nm à 210 nm et de 10 nm à 310 nm. Ces deux paramètres présentent donc un même ordre de grandeur quel que soit l'échantillon analysé. Un autre facteur important est l'identification de cette relation à une échelle d'évaluation environ égale à 15 μm , ce qui correspond à l'échelle des empreintes d'indentation. Cela montre que les déviations entre la forme des courbes expérimentales et celle prédite par Bernhardt sont clairement associées à la rugosité. Cette dernière observation confirme la robustesse de notre méthode et sa pertinence.

V.3.7. Conclusion

En comparant les hypothèses de notre méthode avec les considérations usuelles (*e.g.* utilisation d'une seule courbe pour les calculs), nous avons souligné l'importante dispersion des données d'indentation

et son influence sur l'identification de paramètres mécaniques tels que la dureté. L'identification des propriétés mécaniques est toujours l'objet d'importantes discussions, comme l'illustrent les nombreux articles publiés sur ce sujet (*e.g.* [17-19]). Ces résultats montrent que l'amélioration de la précision de l'identification des paramètres mécaniques ne pourra être faite qu'à travers l'analyse de la corrélation pouvant exister entre ces paramètres ainsi que grâce à l'évaluation de l'impact de la détermination du point de référence sur les résultats des tests d'indentation.

V.4. Application de l'approche proposée aux échantillons grenailés par ultrasons

V.4.1. Introduction

En utilisant le même protocole que celui décrit dans la Section V.3.1.3, 100 tests d'indentation ont été conduits sur les huit échantillons grenailés par ultrasons (Section II.4.1) ainsi que sur un échantillon de référence poli-miroir, nommé par la suite USP_0. Ces essais vont nous permettre d'évaluer l'approche proposée sur des échantillons plus représentatifs des besoins industriels. En reprenant les mesures de rugosité effectuées sur ces échantillons (Section III.2), nous allons également tenter de déterminer s'il existe une relation entre la rugosité et la dureté de ces échantillons.

V.4.2. Résultats des tests d'indentation

Les 100 tests d'indentation réalisés sur les huit échantillons grenailés par ultrasons présentent une forte dispersion, comme l'illustre la Figure 95.

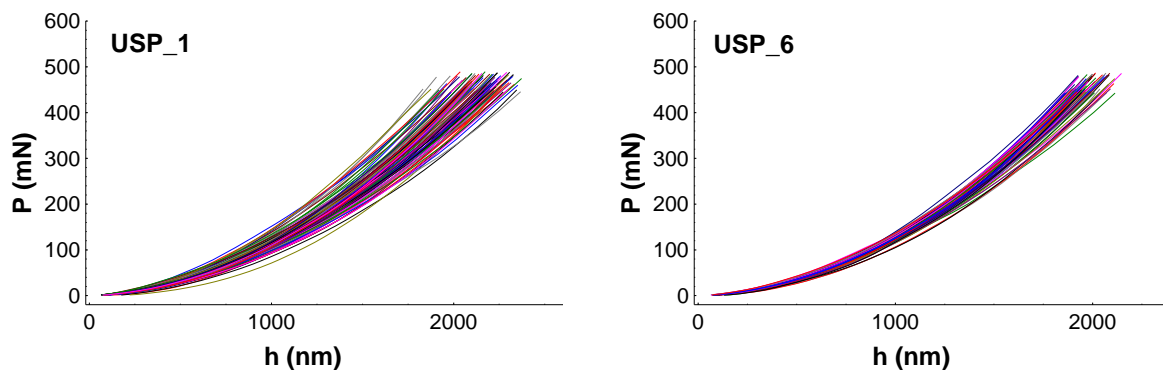


Figure 95 : Courbes d'indentation des échantillons grenailés par ultrasons USP1 et USP_6.

Les déviations entre la forme des courbes expérimentales et celle prédite par le modèle de Bernhardt sont calculées à l'aide de l'Equation (32), pour les huit échantillons grenailés par ultrasons et pour l'échantillon de référence. Les résultats de ces calculs sont présentés dans la Figure 96. Globalement, les histogrammes possèdent une forme gaussienne. Seul l'échantillon USP_7 s'éloigne de cette tendance à cause d'un effet de discrétisation. Cette discrétisation est due au trop faible nombre de courbes d'indentation utilisées pour construire ce graphique. En effet, toutes les courbes expérimentales n'ont pas pu être exploitées car plusieurs d'entre elles présentaient d'importantes ruptures de pente causées par l'importante rugosité de cet échantillon ($S_a \approx 3,1 \mu\text{m}$). La suppression de

ces dernières a conduit à l'utilisation de trente courbes d'indentation seulement, ce qui a induit l'effet de discrétisation observé. Toutefois, cet effet aurait pu être supprimé, soit en augmentant le nombre de tests d'indentation, soit en utilisant une méthode statistique d'estimation par noyau. L'échantillon de référence présente, comme attendu, le plus faible écart-type EC, approximativement égale à 28 nm. L'échantillon possédant la plus large déviation (151 nm) est l'échantillon USP_7. Les autres échantillons présentent, quant à eux, des déviations comprises entre 40 nm et 72 nm.

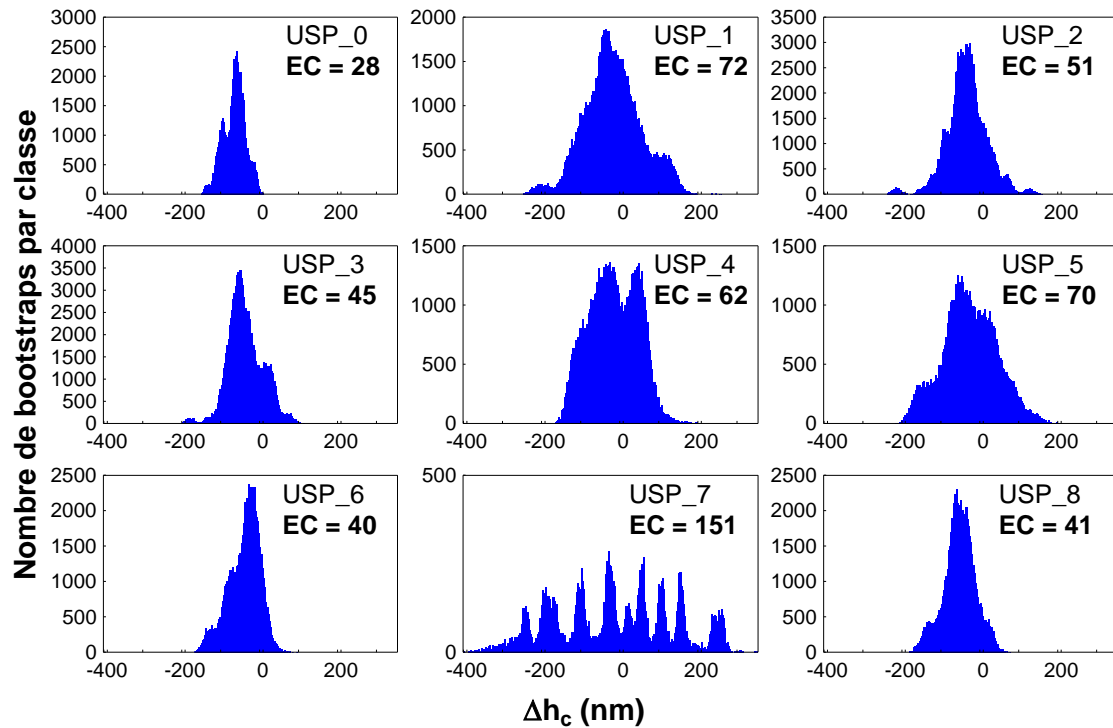


Figure 96 : Histogrammes des déviations Δh_c calculées pour l'échantillon de référence et les 8 échantillons grenillés par ultrasons.

Les valeurs de ces déviations sont sans doute associées à l'effet de l'amplitude de la rugosité sur la dispersion des courbes d'indentation. Pour évaluer cet effet, l'écart-type de la déviation Δh_c est représenté comme une fonction linéaire du paramètre de rugosité S_q (les mesures ayant été réalisées en trois dimensions, le paramètre 3D S_q est calculé à la place du paramètre 2D R_q mais ils sont mathématiquement équivalents). Cette relation a été calculée sur plusieurs longueurs d'évaluation pour déterminer l'échelle à laquelle la meilleure relation est obtenue. La Figure 97 représente la pertinence de la pente de cette relation linéaire en fonction de la longueur d'évaluation choisie pour calculer le paramètre S_q . La meilleure pertinence est identifiée pour une longueur d'évaluation approximativement égale à 15 μm , avec un coefficient de corrélation égal à 0,94. La relation linéaire entre l'écart-type des déviations Δh_c et le paramètre de rugosité S_q est représentée dans la Figure 98. La dispersion des courbes d'indentation est clairement corrélée à l'amplitude de la rugosité, à l'échelle des empreintes d'indentation (15 μm).

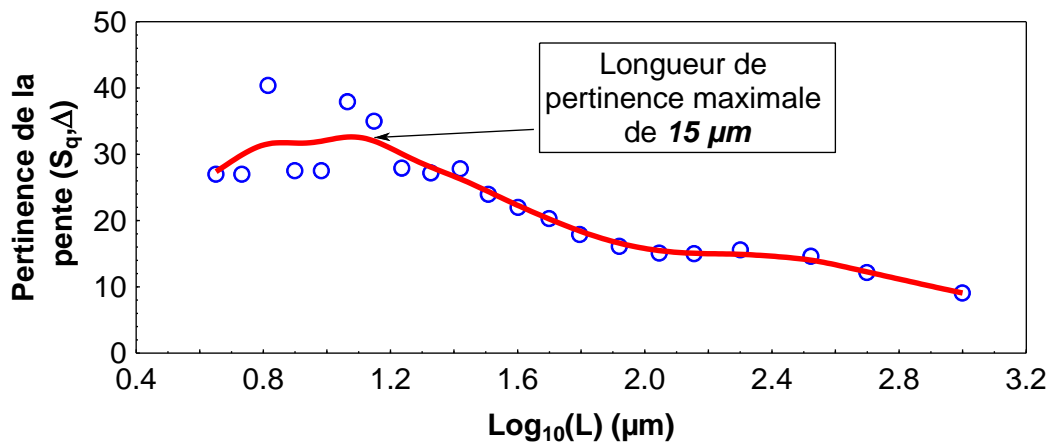


Figure 97 : Représentation de la pertinence de relation linéaire entre l'écart-type des déviations Δh_c et le paramètre de rugosité S_q en fonction de la longueur d'évaluation L .

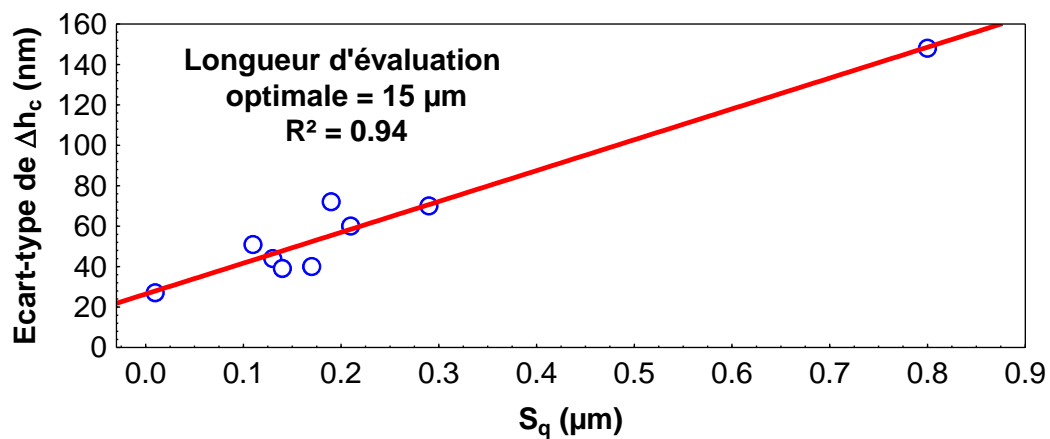


Figure 98 : Evolution de l'écart-type des déviations Δh_c en fonction du paramètre de rugosité S_q .

La distribution de la dureté a également une forme « de cloche », caractéristique d'une distribution Gaussienne, comme l'illustre la Figure 99.

Comme pour les écarts Δh_c précédemment étudiés, l'échantillon présentant la plus large dispersion est l'échantillon USP_7. Les échantillons présentent globalement des valeurs de macrodureté significativement différentes. Avec une moyenne égale à 3,5 GPa, l'échantillon de référence possède la macrodureté la plus basse. Les échantillons USP_2, USP_3, USP_1 et USP_4 ont des macroduretés moyennes respectivement égales à 4,2 GPa, 4,3 GPa, 4,4 GPa et 4,5 GPa. Les échantillons USP_5 et USP_8 présentent des résultats similaires puisqu'ils ont une macrodureté environ égale à 4,9 GPa avec des distributions *quasi* identiques. Les échantillons USP_6 et USP_7 possèdent les valeurs de macrodureté les plus élevées, respectivement égales à 5,3 GPa et 5,7 GPa.

Les valeurs de macrodureté calculées sont globalement moins élevées que les valeurs de dureté en surface associées aux profils de la Figure 46 (*cf.* Section II.4.2). Toutefois, ces différences restent de l'ordre des écarts-types de la Figure 46.

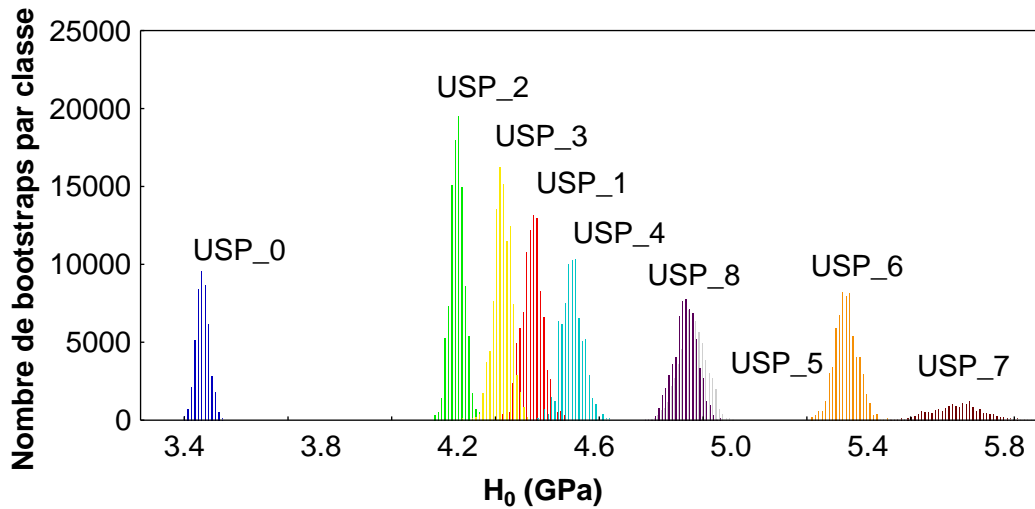


Figure 99 : Distributions des valeurs de macrodureté H_0 pour l'échantillon de référence et les huit échantillons grenillés par ultrasons.

L'Equation (32) permet également la détermination du facteur d'ISE β pour l'ensemble des échantillons. La Figure 100 décrit les facteurs d'ISE identifiés pour l'échantillon de référence et les échantillons grenillés par ultrasons. Les valeurs médianes sont toutes comprises entre 1000 et 2200 mN/nm, indiquant donc l'apparition d'un bourrelet lors de l'indentation. Pour confirmer ce résultat, les empreintes d'indentation ont été observées à l'aide du MEB. En tiltant les échantillons d'un angle de 65° , un bourrelet a pu être décelé, comme indiqué dans la Figure 101.

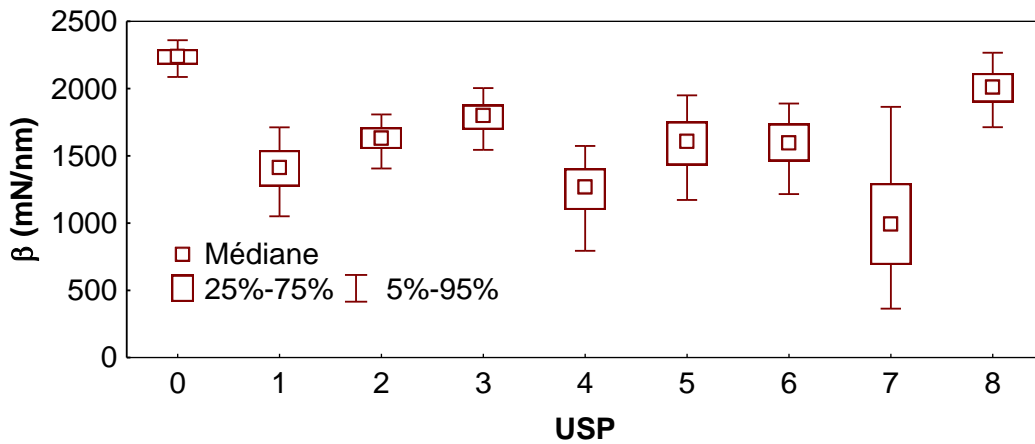


Figure 100 : Médianes et intervalles de confiance du facteur d'ISE β , calculés pour l'échantillon de référence et les échantillons grenillés par ultrasons.

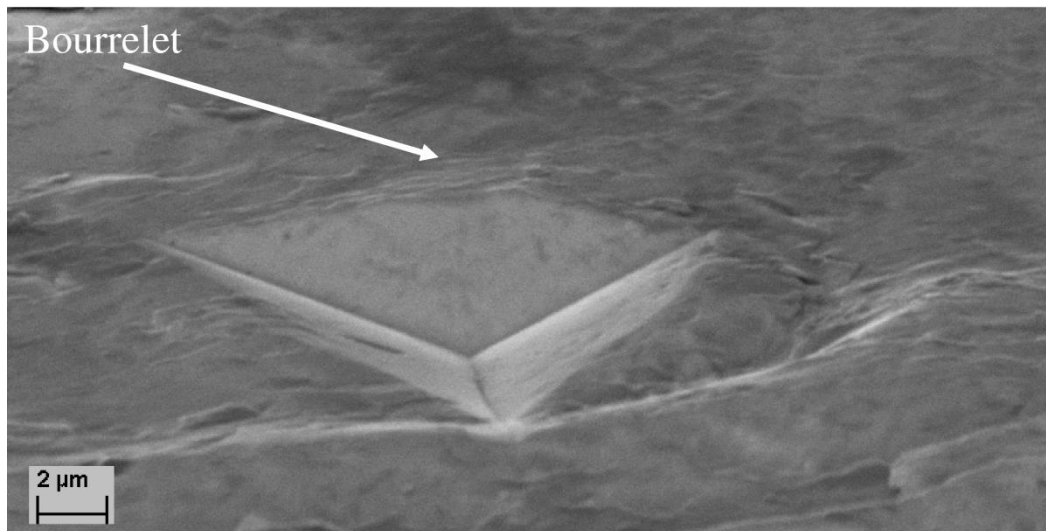


Figure 101 : Image MEB d'une empreinte d'indentation réalisée sur l'échantillon 7. L'image a été prise en tiltant l'échantillon à 65°.

V.4.3. Relation entre la rugosité et la dureté

Dans la section précédente, nous avons observé les déviations de forme entre les courbes expérimentales et celles prédites par le modèle de Bernhardt. Grâce à cela, nous avons montré que ces déviations étaient proportionnelles à l'amplitude de la rugosité lorsque cette dernière est évaluée à l'échelle des empreintes d'indentation (15 μm). En prenant en compte cette déviation et la présence d'ISE, la macrodureté H_0 de l'ensemble des échantillons a été calculée. Les valeurs de macrodureté identifiées pour les différents échantillons présentent des écarts non négligeables. Nous allons maintenant tenter de déterminer si ces valeurs sont directement reliées à la rugosité des échantillons.

En suivant l'approche proposée dans le cas des échantillons abrasés, nous examinons la relation entre la dureté et la rugosité pour les échantillons obtenus après grenailage par ultrasons. Les valeurs de différents paramètres de rugosité, simulées par Bootstrap (cf. Section III.2), sont exprimées en fonction des valeurs de la macrodureté, également simulées par Bootstrap. Pour chaque paramètre de rugosité associé à une longueur d'évaluation et un type de filtre Gaussien robuste (passe-haut ou passe-bas), quatre types de relation avec la dureté ont été testées. Les relations évaluées sont de type linéaire-linéaire, linéaire-logarithmique, logarithmique-linéaire ou logarithmique-logarithmique. Ces combinaisons ont donné naissance à approximativement 10 000 relations ou modèles, évalués en utilisant la valeur du coefficient de corrélation R^2 .

La meilleure corrélation entre la rugosité de surface et les valeurs de la dureté est obtenue en utilisant un filtre passe-haut, une loi puissance et le paramètre de rugosité S_{5V} , défini comme la hauteur des cinq points les plus bas de la surface. Cette relation a ensuite été testée sur un nombre important de longueurs d'évaluation afin de déterminer plus précisément la valeur de la longueur d'évaluation la plus pertinente, comme représenté dans la Figure 102. La variation du coefficient de corrélation en

fonction de la longueur d'évaluation présente un maximum unique, correspondant à une longueur d'évaluation approximativement égale à 100 μm .

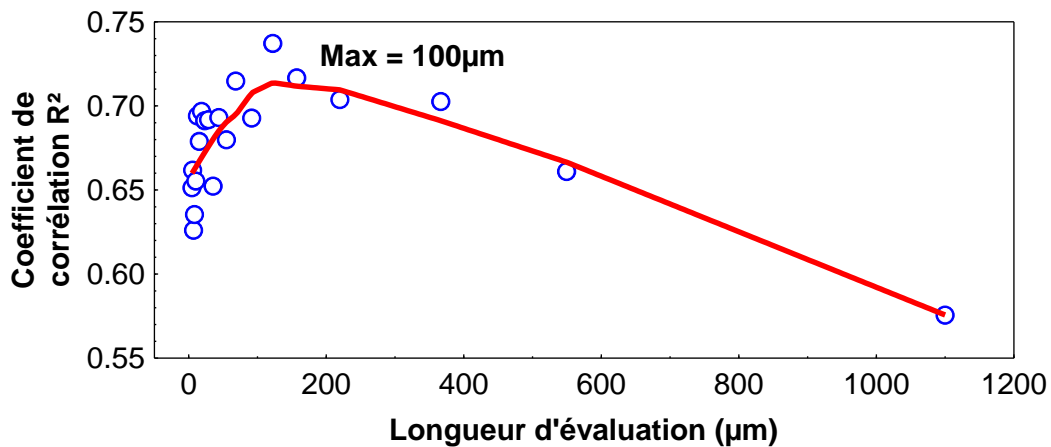


Figure 102 : Evolution du coefficient de corrélation R^2 en fonction de la longueur d'évaluation L .

La meilleure relation entre la dureté et la rugosité est donc une loi puissance, de coefficient de corrélation égal à 0,73 et s'exprime comme suit :

$$H_0 = 2,8(S_{5V} + 2,71)^{0,31} . \quad (40)$$

Elle est représentée dans la Figure 103. Il est important de noter que ce modèle a été construit en n'utilisant que les huit échantillons traités. Par conséquent, la valeur expérimentale de la macrodureté calculée pour l'échantillon de référence peut être utilisée pour tester la validité du modèle. En effet, lorsque la valeur du paramètre de rugosité S_{5V} est égale à zéro dans l'équation précédente, la loi puissance devrait pouvoir prédire la macrodureté expérimentale. Comme indiqué dans la Figure 104, l'Equation (40) prédit une valeur moyenne de la macrodureté égale à 3,7 GPa, avec un écart-type (déterminé par Bootstrap) de 0,3 GPa. Expérimentalement, la valeur de la macrodureté calculée est de $3,48 \pm 0,02$ GPa pour l'échantillon de référence. Cet intervalle étant inclus dans le précédent, cela confirme la valeur prédictive du modèle.

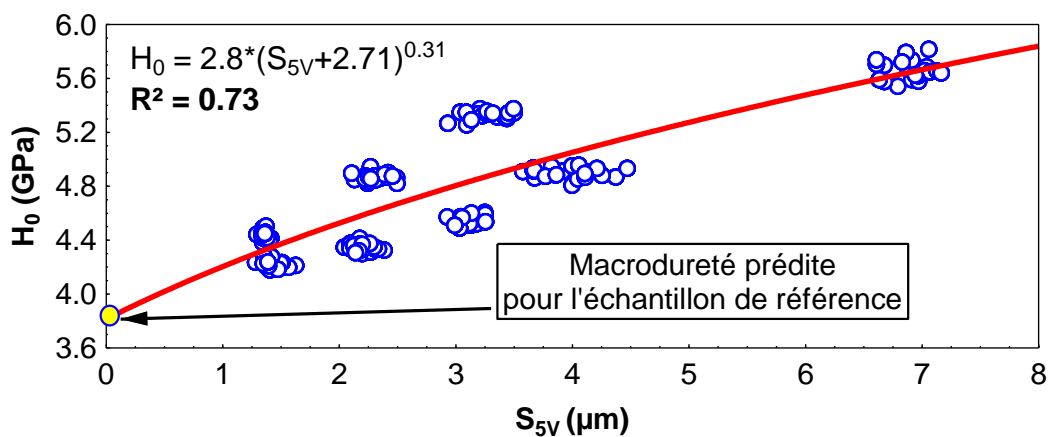


Figure 103 : Evolution de la macrodureté H_0 en fonction du paramètre de rugosité S_{5V} .

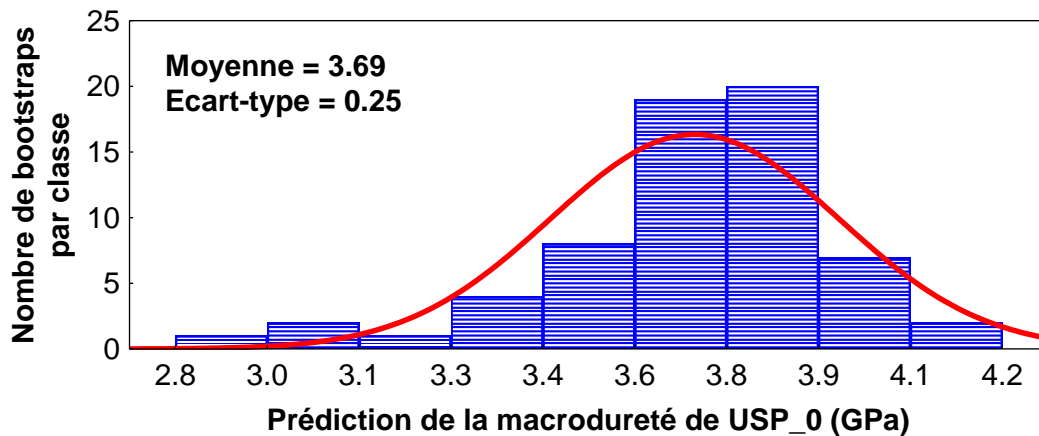


Figure 104 : Histogramme de la macrodureté H_0 de l'échantillon de référence USP_0, prédite par le modèle donné par l'Equation (40).

La détermination du paramètre S_{5V} est directement basée sur la taille des motifs identifiés (*cf.* Figure 55). Par conséquent, pour confirmer une possible relation entre ce paramètre et l'impact des billes, les motifs obtenus avec un filtre passe-haut et une longueur d'évaluation égale à 100 μm ont été étudiés. La Figure 105 montre la hauteur moyenne des motifs des échantillons USP_3 et USP_4 en fonction du diamètre des motifs. D'après cette figure, une hauteur environ égale à 0,3 μm correspond à un diamètre de motif compris entre 50 et 60 μm .

Or, en première approximation, l'indent formé par la pénétration d'une bille dans un matériau peut être décrit par l'expression suivante :

$$d^2 = 4uD, \quad (41)$$

où u est la profondeur de l'indent, d est le diamètre de l'indent et D est le diamètre de la bille. Pour une profondeur d'indent environ égale à 0,3 μm et un diamètre de bille de 2 mm, cette formule prédit un diamètre d'indent environ égal à 50 μm . Cette valeur est en accord avec la valeur du motif identifiée à l'échelle d'intérêt (*cf.* Figure 105). Cela confirme donc l'existence d'un lien direct entre le paramètre S_{5V} et les impacts de bille. Le diamètre d'indent calculé est également du même ordre de grandeur que la longueur d'évaluation utilisée pour construire l'Equation (40) (*i.e.* 100 μm). Il semble donc que la longueur d'évaluation identifiée soit directement liée à l'échelle des impacts des billes.

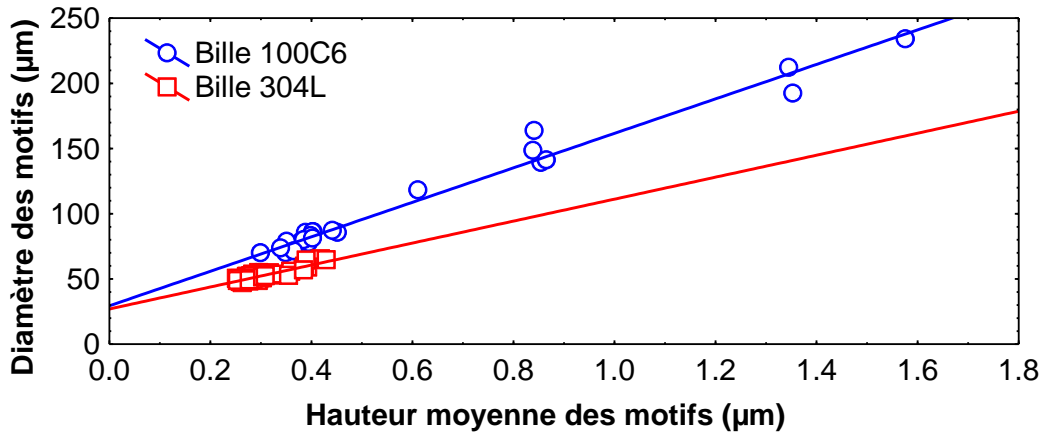


Figure 105 : Diamètre des motifs en fonction de la hauteur moyenne des motifs, calculés avec un filtre passe-haut et une longueur d'évaluation égale à 100 μm, pour les échantillons USP_3 (billes en 304L) et USP_4 (billes en 100C6).

Pour confirmer la relation entre le modèle développé et l'échelle identifiée, la longueur d'autocorrélation a été calculée pour l'ensemble des échantillons, comme indiqué dans la Figure 106. La longueur d'autocorrélation fournit une information spatiale sur la topographie : elle correspond à la longueur à laquelle la surface est corrélée avec elle-même (à titre d'exemple, dans le cas d'une sinusoïde, la longueur correspondante est égale à un quart de la période). Plus simplement, c'est un outil mathématique pouvant être utilisé pour caractériser la longueur à laquelle le profil « perd sa mémoire ». Pour comparer différentes topographies, il faut choisir la valeur maximale de la longueur d'autocorrélation afin d'éviter toute perte d'information sur les profils. Ici, le maximum est trouvé pour l'échantillon USP_5 et est approximativement égal à 90 μm. Cette valeur est du même ordre de grandeur que la longueur d'évaluation utilisée pour trouver l'Equation (40). Cela confirme donc que la meilleure relation entre la dureté et la rugosité se situe à une échelle correspondant à la taille des impacts des billes ($\approx 100 \mu\text{m}$).

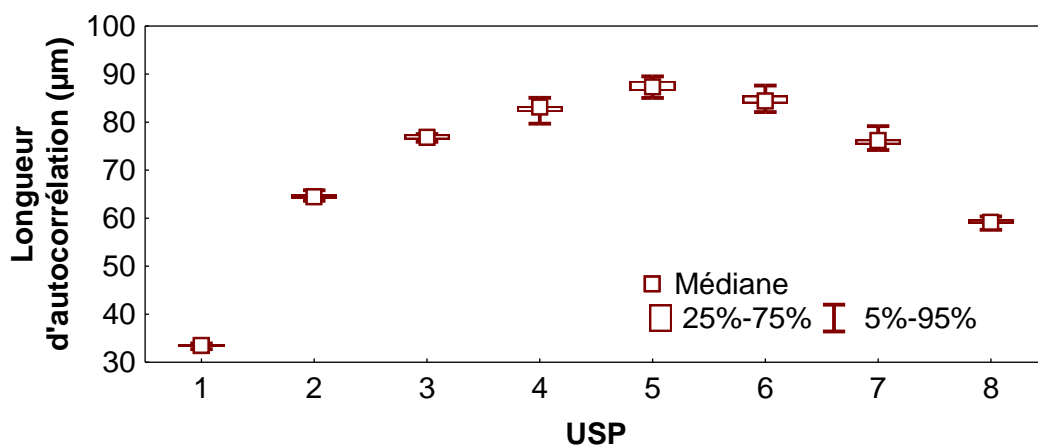


Figure 106 : Médianes et intervalles de confiance de la longueur d'autocorrélation calculés pour huit échantillons grenailés par ultrasons.

V.5. Discussion et Conclusion

Dans ce chapitre, nous avons présenté une nouvelle méthodologie de traitement des courbes d'indentation permettant de dissocier la dureté, des effets de surface (ISE et rugosité). Ce modèle est construit à partir de la loi de Bernhardt qui, en plus d'une relation parabolique entre la charge et la profondeur d'indentation, inclut un terme linéaire caractérisant la dépendance de la charge avec la profondeur d'indentation au début de la courbe de chargement. Ici, nous avons proposé de modifier cette loi en incluant une erreur (Δh_c). Le positionnement de cette incertitude peut être questionné. En effet, dans la première approche proposée [20, 21], le placement de cette incertitude n'était pas le même, ce qui a conduit à l'obtention d'une fonction différente pour la minimisation. Le premier modèle n'est pas présenté ici pour ne pas perturber le lecteur. La principale différence entre ce premier modèle et le modèle actuel est la présence d'une singularité à l'origine qui conduisait à l'obtention d'une dureté infinie lorsque la profondeur d'indentation tendait vers zéro. Cette différence est due à la manière dont l'incertitude était introduite et distribuée dans le modèle. Il est très difficile d'introduire une incertitude, déterministe ou aléatoire, dans un modèle non linéaire car sa propagation peut être complètement modifiée suivant son placement et l'ordre des distributions effectuées.

La méthodologie présentée ici semble néanmoins être pertinente puisqu'elle nous permet de déterminer les valeurs de la macrodureté et du facteur d'ISE avec une bonne précision, tout en intégrant dans notre analyse la morphologie de surface liée à des traitements de surface tels que le grenailage. En outre, nous avons pour le moment obtenu une relation linéaire entre l'écart-type des rugosités et l'écart-type des déviations, à l'échelle de l'indenteur, pour les trois matériaux testés *i.e.* un acier inoxydable AISI 316L ayant une dureté comprise entre 2 et 5,7 GPa (elle est dépendante de l'origine de l'acier et du traitement subi) [21, 22], un alliage de titane TiAl6V4 [23] d'une dureté comprise entre 3,6 et 4,1 GPa (non présenté ici) et un alliage d'aluminium AU4G [24] d'une dureté de l'ordre de 2 GPa (non présenté ici) et les différents traitements de surface étudiés *i.e.* abrasion [21-23], sablage [24] (non présenté ici), grenailage.

La précision fournie par ce modèle nous a également permis de construire une relation entre la dureté et la rugosité pour les échantillons grenailés étudiés ici. Cette relation devra être testée par la suite à l'aide d'une base de données plus complète pour confirmer sa robustesse mais elle semble être prometteuse.

V.6. Références

1. Kick F. (1885) *Das Gesetz der proportionalen Widerstände und seine Anwendungen : Nebst Versuchen über das Verhalten verschiedener Materialien bei gleichen Formänderungen sowohl unter der Presse als dem Schlagwerk* Verlag von Arthur Felix.
2. Tabor D. (1951) *The hardness of metals* Oxford University Press.
3. Zeng K. et Chiu C.h. (2001) An analysis of load-penetration curves from instrumented indentation. *Acta Mater* **49**: 3539-3551.
4. Bernhardt E.O. (1941) On Microhardness of Solids at the Limit of Kick's Similarity Law. *Z Metallkd* **33**: 135-144.
5. Li H. et Bradt R.C. (1993) The microhardness indentation load/size effect in rutile and cassiterite single crystals. *J Mater Sci* **28**: 917-926.
6. Vingsbo O., Hogmark S., Jönsson B. et Ingemarsson A. (1986) *Indentation Hardness of Surface-Coated Materials*. ASTM STP edn. ASTM STP, Philadelphia, USA.
7. Sangwal K. (2000) On the reverse indentation size effect and microhardness measurement of solids. *Mater Chem Phys* **63**: 145-152.
8. Oliver W.C. et Pharr G.M. (1992) An Improved Technique for Determining Hardness and Elastic Modulus Using Load and Displacement Sensing Indentation Experiments. *J Mater Res* **7**: 1564-1583.
9. Iost A. et Bigot R. (1996) Indentation size effect: Reality or artefact? *J Mater Sci* **31**: 3573-3577.
10. Marquardt D. (1963) An Algorithm for Least-Squares Estimation of Nonlinear Parameters. *SIAM Journal on Applied Mathematics* **11**: 431-441.
11. Levenberg K. (1944) A Method for the Solution of Certain Non-Linear Problems in Least Squares. *The Quarterly of Applied Mathematics* **2**: 164-168.
12. Jost N. et Schmidt I. (1986) Friction-induced martensitic transformation in austenitic manganese steels. *Wear* **111**: 377-389.
13. Oliver W.C. et Pharr G.M. (2004) Review: Measurement of hardness and elastic modulus by instrumented indentation: Advances in understanding and refinements to methodology. *J Mater Res* **19**: 3-20.
14. Alcalá J., Barone A.C. et Anglada M. (2000) The influence of plastic hardening on surface deformation modes around Vickers and spherical indents. *Acta Mater* **48**: 3451-3464.
15. Jeng Y.-R. et Tan C.-M. (2004) Theoretical study of dislocation emission around a nanoindentation using a static atomistic model. *Physical Review B* **69**: 104109.
16. Jeng Y.-R. et Tan C.-M. (2005) Static Atomistic Simulations of Nanoindentation and Determination of Nanohardness. *Journal of Applied Mechanics* **72**: 738-743.

17. Bucaille J.L., Stauss S., Felder E. et Michler J. (2003) Determination of plastic properties of metals by instrumented indentation using different sharp indenters. *Acta Mater* **51**: 1663-1678.
18. Giannakopoulos A.E. et Suresh S. (1999) Determination of elastoplastic properties by instrumented sharp indentation. *Scripta Mater* **40**: 1191-1198.
19. Pulecio S.A.R., Farias M.C.M. et Souza R.M. (2010) Finite element and dimensional analysis algorithm for the prediction of mechanical properties of bulk materials and thin films. *Surf Coat Technol* **205**: 1386-1392.
20. Bigerelle M., Mazeran P.E. et Rachik M. (2007) The first indenter-sample contact and the indentation size effect in nano-hardness measurement. *Mater Sci Eng, C* **27**: 1448-1451.
21. Marteau J., Mazeran P.E., Bouvier S. et Bigerelle M. (2012) Zero-Point Correction Method for Nanoindentation Tests to Accurately Quantify Hardness and Indentation Size Effect. *Strain* **48**: 491-497.
22. Marteau J., Bigerelle M., Xia Y., Mazeran P.E. et Bouvier S. (2013) Quantification of first contact detection errors on hardness and indentation size effect measurements. *Tribol Int* **59**: 154-162.
23. Xia Y., Bigerelle M., Marteau J., Mazeran P.E., Bouvier S. et Iost A. (2013) Effect of surface roughness in the determination of the mechanical properties of material using nanoindentation test. *Scanning*.
24. Ho S.H., Xia Y., Marteau J. et Bigerelle M. (2013) Influence de l'amplitude de la rugosité de surfaces sablées sur la mesure de dureté par nanoindentation. *Mat Tech*.

Conclusion générale et Perspectives

Cette thèse constitue un travail prospectif sur la caractérisation multi-échelle des propriétés des matériaux à gradient industriels. Pour conserver un caractère général, nous avons investigué un large spectre de traitements de surface, de nature thermo-chimique ou mécanique, introduisant une variation des propriétés sur une profondeur allant du micromètre au millimètre afin de couvrir une large gamme d'applications. A l'aide d'une étude bibliographique sur la simulation éléments finis de l'essai d'indentation instrumentée et d'une étude de sensibilité de la réponse de la courbe d'indentation à une variation des propriétés mécaniques d'un matériau, nous avons souligné le manque d'unicité des modèles éléments finis et discuté des enrichissements possibles pour garantir la robustesse des méthodes d'identification du comportement. Plus précisément, nous avons tenté de répondre à **trois questions principales**.

Les essais de caractérisation de la microstructure et de la composition chimique sont-ils adaptés aux matériaux industriels ? Est-il possible d'identifier ce qui est à l'origine du durcissement ?

La caractérisation des matériaux à gradient de propriétés a porté sur une large gamme de traitements, même si seuls ceux effectués sur un acier AISI 316L ont été détaillés ici, *i.e.* une nitruration associée à une surcarburation, une implantation ionique d'azote, une cémentation basse température, un grenailage de précontrainte et un grenailage par ultrasons. Pour caractériser l'effet des différents traitements sur différentes échelles, nous avons utilisé sept techniques expérimentales :

- Le Microscope Electronique à Balayage : information sur l'état de surface, la microstructure (taille des grains, présence de précipités, ...).
- L'EBSD : quantification des désorientations aux joints de grains et des orientations des grains, taille des grains,
- Spectrométrie à sélection d'énergie : composition chimique,
- Spectrométrie à Décharge Luminescente : teneur relative en éléments,
- Nano- et micro-indentation instrumentée : dureté,
- Microscopie interférométrique : rugosité,
- Diffraction des rayons X : contraintes résiduelles.

Nous avons examiné les apports des différentes techniques de caractérisation à différentes échelles et l'existence d'une possible signature des traitements de surface étudiés sur le matériau. Ainsi, dans le cas des traitements mécaniques analysés (*i.e.* le grenailage de précontrainte à air comprimé et le grenailage par ultrasons), aucun lien direct n'a été observé entre l'évolution de la dureté en fonction de la profondeur et une modification de la microstructure pour la majorité des échantillons : absence de fragmentation, peu d'évolution des désorientations intra- et inter-granulaires (ou sur une faible profondeur), pas d'évolution du taux de maillage ou de changement de phase (traitement réalisé sur un

acier AISI 316L austénitique). Cela laisse penser que les traitements mécaniques agissent essentiellement sur l'évolution des contraintes résiduelles. Une investigation complète des profils de contraintes résiduelles n'a pas pu être menée dans ce travail de thèse (*indisponibilité de l'équipement*). Il serait intéressant d'effectuer des mesures de l'évolution de ces contraintes en profondeur afin de compléter l'analyse multi-échelle proposée dans ce travail. Cela permettrait notamment d'examiner les corrélations entre les profils de dureté en profondeur et le profil des contraintes.

Par ailleurs, une importante évolution de la rugosité a été mise en exergue avec les traitements de surface de type mécanique. La rugosité peut être une source de concentrations de contraintes et donc diminuer la durée de vie d'une pièce par amorce prématurée de fissures. L'analyse fine de l'évolution de la rugosité des échantillons traités par grenailage à ultrasons a permis de mettre en exergue l'importance du choix du paramètre de rugosité ainsi que l'échelle d'évaluation de ce dernier pour obtenir une quantification pertinente des modifications provoquées par des changements de conditions de traitement. L'étude multi-échelle de la rugosité a permis d'établir une relation entre les paramètres procédé et la rugosité obtenue. Cette dernière pourrait être étendue à une plus large base de données en augmentant le nombre de configurations testées ou en croisant les types de condition (*e.g.* observer en parallèle les effets d'une augmentation du diamètre des billes et un changement de matériau). Cette approche pourrait également être appliquée à d'autres procédés de traitement de surface ou dans le cas d'une combinaison de procédés (*e.g.* observer l'impact du couplage nituration et grenailage). Cette relation entre paramètres procédé et rugosité pourrait être utilisée pour ajuster les modèles de fatigue existants : adaptation des modèles de fatigue établis en fonction des paramètres de rugosité obtenus *via* l'analyse multi-échelle pour permettre d'établir un lien direct entre paramètres procédé et durée de vie à partir des mesures de rugosité. L'étude multi-échelle de la rugosité a également permis de lier rugosité et dureté en surface. De même, la relation identifiée pourrait être testée sur une plus large gamme de conditions de traitements ou même être étendue à d'autres types de procédés à impact (*e.g.* vérifier sa validité dans le cas du SMAT).

Dans le cas des traitements thermochimiques et pour des températures de traitements élevées (cas de la nituration $\approx 1000^{\circ}\text{C}$), une relation étroite a été relevée entre l'évolution de la dureté et celle de la microstructure (*i.e.* évolution de la taille des grains, de la densité de précipités). L'évolution de la microstructure est elle-même liée à la variation de la composition chimique en fonction de la profondeur. Pour des températures de traitement plus basses ($> 500^{\circ}\text{C}$), l'évolution de la dureté suivait essentiellement celle des profils des concentrations chimiques en éléments.

Est-il possible d'identifier le gradient de propriétés d'un matériau industriel à l'aide d'un essai en surface et quels sont les éléments nécessaires pour la mise en place d'une procédure d'identification fiable ?

Pour répondre à ces questions, une recherche bibliographique détaillée a été réalisée sur la simulation de l'essai d'indentation instrumentée par éléments finis en croisant les résultats d'une centaine

d'articles. Cette recherche nous a permis de mettre en relief le manque d'homogénéité des différentes stratégies de modélisation employées (*e.g.* 2D versus 3D, prise en compte du frottement, loi de comportement choisie, conditions aux limites, ...) et d'évaluer l'influence de ces hypothèses sur les résultats (*e.g.* la courbe d'indentation ou les champs de contraintes).

Nous avons recensé les différentes implications relatives à l'utilisation d'un modèle 2D axisymétrique pour la modélisation du test d'indentation :

- La modélisation d'un indenteur Berkovich ou Vickers par un cône d'aire de contact équivalente n'a pas d'influence sur la courbe d'indentation pour la majorité des matériaux. Cette hypothèse ne peut en revanche pas être faite dans le cas où les champs de contraintes ou de déformations sont examinés ou encore si la forme de l'empreinte est étudiée.
- La modélisation de la rugosité à l'aide d'un modèle 2D n'est pas représentative de la réalité (trop rigide) : l'utilisation d'un modèle 3D s'impose pour son étude.
- L'utilisation d'un modèle axisymétrique est limitée aux matériaux isotropes ou dont la configuration est compatible avec l'hypothèse d'axisymétrie (*e.g.* gradient selon la profondeur ou modélisation de contraintes résiduelles biaxiales).

Nous avons rappelé l'importance du choix des conditions aux limites du modèle dans le cas où le nombre de degrés de liberté devient important, *e.g.* modélisation 3D de l'indentation d'un échantillon rugueux par reproduction de mesures expérimentales. L'influence de la valeur du coefficient de frottement a également été discutée. En comparant les différentes études réalisées sur ce sujet, il est apparu que le frottement a un effet particulièrement important sur les courbes d'indentation et le profil de l'empreinte dans le cas des indenteurs pointus à angles aigus (*e.g.* cube corner) et des indenteurs sphériques. Pour ces derniers, l'influence du frottement est particulièrement importante pour de larges rapports de la profondeur d'indentation sur le rayon de l'indenteur et pour des matériaux ayant un faible coefficient d'écrouissage.

Les effets de la rugosité ou de la présence de contraintes résiduelles sur les courbes d'indentation ont également été soulignés. Ces phénomènes restent néanmoins difficiles à modéliser : nécessité d'avoir un modèle 3D pour la rugosité ou de simplifier la répartition des contraintes résiduelles (*i.e.* biaxiales, homogènes). Dans le cas d'une comparaison avec des essais expérimentaux, il est difficile de gérer les phénomènes de surface et donc de parfaitement faire correspondre les résultats du modèle éléments finis avec les résultats expérimentaux. Les principaux phénomènes perturbateurs sont :

- la mauvaise détermination du point de référence des courbes d'indentation pouvant par exemple être provoquée par l'action de forces d'attraction et de répulsion lors de l'approche de la pointe, la présence de rugosité ou de pollution,
- les effets de taille provoqués par une mauvaise estimation de l'aire de contact, un problème de préparation des échantillons (*e.g.* pollution, oxydation, écrouissage), ou encore une mauvaise détermination du point de contact. Ces effets de taille en indentation sont également

interprétés dans la littérature par la présence de dislocations géométriquement nécessaires quand les profondeurs d'indentation sont de l'ordre de quelques nanomètres.

Le travail réalisé sur l'étude des hypothèses des modèles éléments finis pourra être valorisé en retravaillant le modèle 3D de contact statique entre une surface rugueuse et un plan rigide, développé au laboratoire. Dans ce modèle, la surface est décrite par une distribution sinusoïdale d'aspérités de tailles identiques. L'extension de ce modèle à l'indentation d'une surface rugueuse modélisée à l'aide de mesures AFM ou interférométrique permettrait de tester le modèle statistique de traitement des courbes d'indentation pour une configuration d'essai bien connue (*i.e.* connaissance des propriétés du matériau, *etc*).

Sur la base de cette revue bibliographique détaillée, nous avons construit un modèle éléments finis 2D axisymétrique pour tester la sensibilité des courbes d'indentation à une variation des paramètres matériau, avec un indenteur conique similaire à un indenteur Berkovich et un indenteur sphérique. Ce modèle a été vérifié en comparant ses résultats aux prédictions du modèle analytique de Jönsson et Hogmark, dans le cadre de l'indentation d'un matériau bicouche. La bonne correspondance obtenue entre la variation de la dureté composite prédite par le modèle analytique et celle estimée par notre modèle éléments finis nous a permis de valider ce dernier.

Ce modèle a ensuite été utilisé pour tester la sensibilité de la courbe de chargement à une variation des paramètres matériau, dans le domaine du comportement plastique. Pour cela, nous avons d'abord étudié un matériau homogène dont le comportement a été modélisé à l'aide de quatre types de lois (bilinéaire, Ludwig, Hollomon et Voce). Nous avons fait varier les paramètres matériau et avons comparé les écarts entre les courbes d'indentation obtenues aux écarts mesurés expérimentalement avec un matériau aux propriétés proches de celles utilisées dans notre étude par éléments finis. La courbe de chargement est relativement peu sensible à un changement de paramètres matériau. L'indenteur sphérique est plus apte à détecter les variations puisqu'il présente une dispersion expérimentale inférieure à celle obtenue avec l'indenteur Berkovich. La détection de ces variations reste néanmoins limitée puisque seules des variations de la limite d'élasticité de plus ou moins 25% ont été détectées tandis que le coefficient d'écrouissage et les autres constantes du comportement du matériau présentaient des variations inférieures aux incertitudes expérimentales. En outre, pour un matériau à gradient modélisé par une variation décroissante linéaire ou exponentielle de la limite d'élasticité en fonction de la profondeur, nous avons montré que la courbe de chargement était peu sensible à ces changements de forme du gradient. Ces observations rejoignent celles émises dans de récents travaux : les informations fournies par la courbe d'indentation ne permettent pas une identification unique des propriétés du matériau mais permettent de donner un intervalle de confiance de la solution identifiée. Elles rejoignent également d'autres travaux de la littérature portant sur l'évaluation de l'unicité de la solution proposée dans les méthodes d'identification des propriétés des matériaux à l'aide de l'essai. De ce fait, il devient nécessaire d'enrichir les données d'entrée des approches inverses pour assurer une identification robuste des propriétés des matériaux. L'empreinte

d'indentation constitue une piste intéressante mais nécessite des investigations pour prendre en compte les variabilités associées à sa mesure, déterminer un indicateur morphologique fiable. L'étude bibliographique sur l'empreinte d'indentation a en effet montré qu'aucun consensus n'existait sur la mesure des caractéristiques morphologiques de l'empreinte, comme la présence d'un bourrelet. Certains auteurs ont recours à une mesure de la hauteur du bourrelet ou basent leur calcul sur le diamètre du bourrelet tandis que d'autres ont recours à la mesure de l'aire ou du volume du bourrelet. Cela rend difficile toute étude comparative de la pertinence de ces différentes méthodes de caractérisation morphologique. Ainsi, l'élaboration d'indicateurs morphologiques pour la caractérisation de l'empreinte devient nécessaire avant toute exploitation de cette information expérimentale dans l'identification du comportement des matériaux par l'essai d'indentation. Le problème de la gestion de profils asymétriques d'empreinte ou encore la reproductibilité des mesures n'ont pas non plus été adressés. S'intéresser à la variabilité des mesures entre empreintes ou d'un profil à l'autre constitue sûrement une source d'information non négligeable sur le matériau. Cette maîtrise de la mesure de l'empreinte pourrait également être utilisée dans le cas de la multi-indentation (*i.e.* indenter au voisinage d'autres indents). Cette méthode de caractérisation pourrait en effet constituer une autre source d'information pour enrichir les méthodes d'identification des propriétés des matériaux. Toutefois, l'exploitation de la multi-indentation nécessiterait sans doute la prise en compte de la non-planéité de la surface et de son impact sur l'empreinte d'indentation (l'absence de planéité peut engendrer des problèmes de détermination de l'aire de contact et donc impacter les propriétés matériau calculées).

Comment mieux maîtriser la reproductibilité de l'essai d'indentation instrumentée ?

A travers la réalisation d'un nombre important d'essais d'indentation (une centaine par échantillon) sur des surfaces de morphologies différentes, nous avons examiné deux phénomènes affectant principalement les résultats des essais de nano- et micro-indentation : les effets de taille (*i.e.* variation de la dureté du matériau avec la profondeur d'indentation) et la rugosité. Une approche originale de traitement des courbes d'indentation a été proposée pour évaluer la dureté d'un matériau modifié par un traitement de surface donné (*e.g.* par sablage, grenailage de précontrainte) sans altérer la surface par une rectification ou un polissage (nécessaires pour assurer la bonne qualité des résultats d'indentation). Le développement d'un modèle statistique de traitement des courbes d'indentation a permis de corriger les erreurs de détermination du point de référence et de prendre en compte l'influence des effets de taille et de la rugosité sur la détermination de la dureté du matériau. En outre, le modèle développé a permis de réduire de manière significative la dispersion des courbes expérimentales en générant une courbe maîtresse plus représentative de la réponse du matériau. L'utilisation d'une telle courbe dans l'identification des propriétés des matériaux par l'essai d'indentation permet de réduire les incertitudes expérimentales et contribue à augmenter la robustesse de ces méthodes.

Le modèle statistique de traitement des courbes d'indentation avec prise en compte des effets de surface a été testé sur différents matériaux (acier AISI 316L, alliage d'aluminium AU4G, alliage de titane TiAl6V4) et sur différents types de traitement (abrasion, sablage, grenailage à ultrasons) pour examiner sa validité sur un large spectre de morphologies de surface ou de caractéristiques matériaux. Son application pourrait être étendue aux indenteurs sphériques. Cela nécessiterait de remplacer la loi de Bernhardt par une loi empirique décrivant au mieux l'évolution de la charge en fonction de la profondeur d'indentation pour un large éventail de matériaux. De même, la prise en compte des effets de taille nécessite d'être adaptée au cas de l'indenteur sphérique : cet indenteur présente un effet de taille surtout en lien avec le diamètre des sphères (*i.e.* des sphères avec un diamètre inférieur ou égal à 100 μm produisent des duretés plus élevées).

Annexe : Exemples d'autres matériaux et traitements de surface étudiés

Microstructure de l'acier 32CrMoV12-9

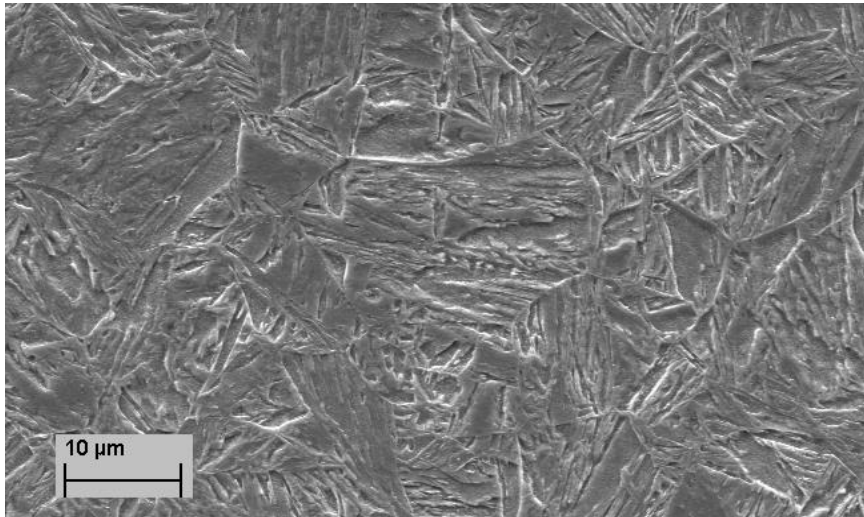


Figure 107 : Image MEB de la microstructure d'une coupe transversale de l'acier 32CrMoV12-9 (centre de l'échantillon).

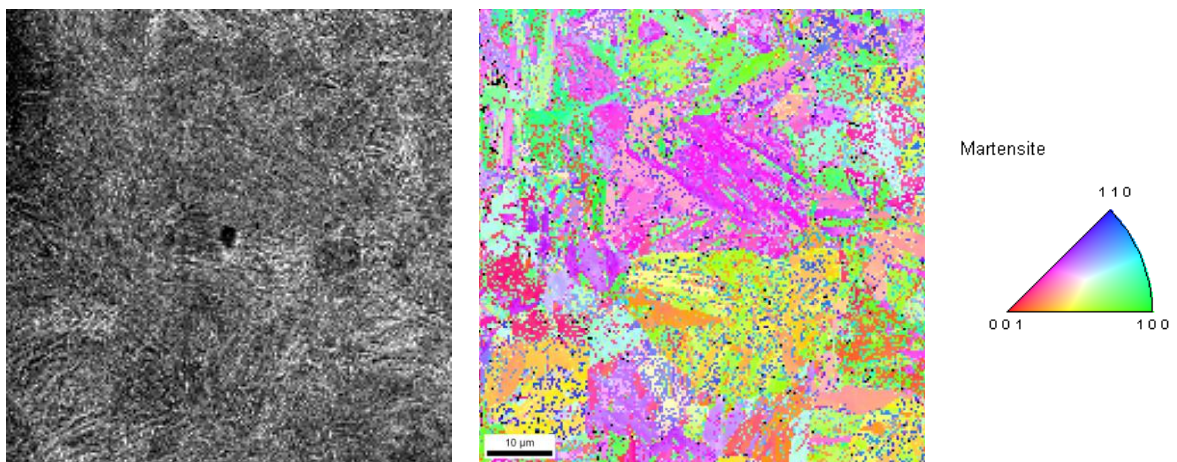


Figure 108 : EBSD de la microstructure d'une coupe transversale de l'acier 32CrMoV12-9 (centre de l'échantillon).

Cémentation de l'acier 32CrMoV12-9

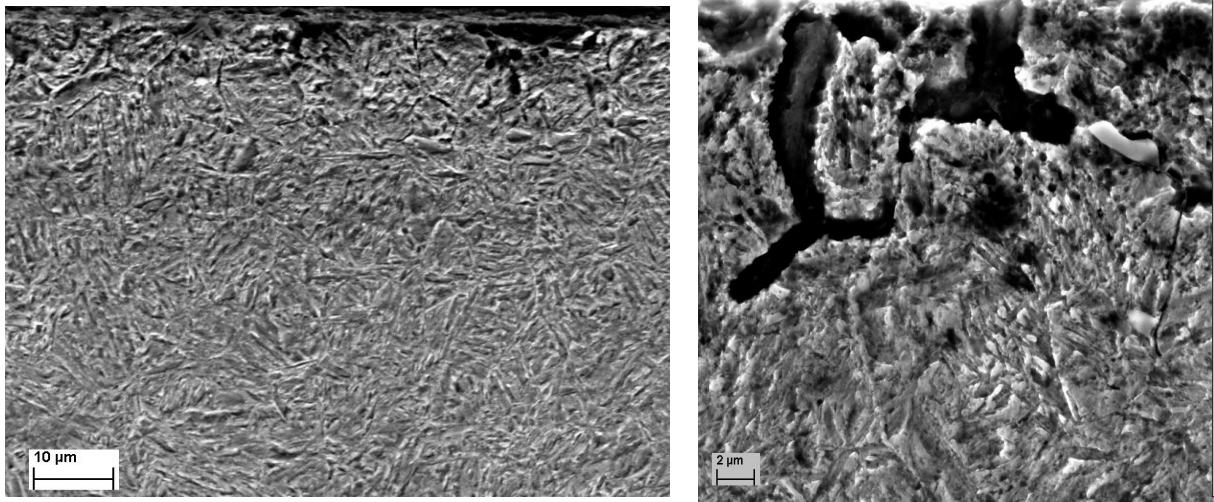


Figure 109 : Image MEB de la microstructure d'une coupe transversale de l'acier 32CrMoV12-9 cémenté (le bord de l'échantillon est en haut de l'image).

Nitruration de l'acier 32CrMoV12-9

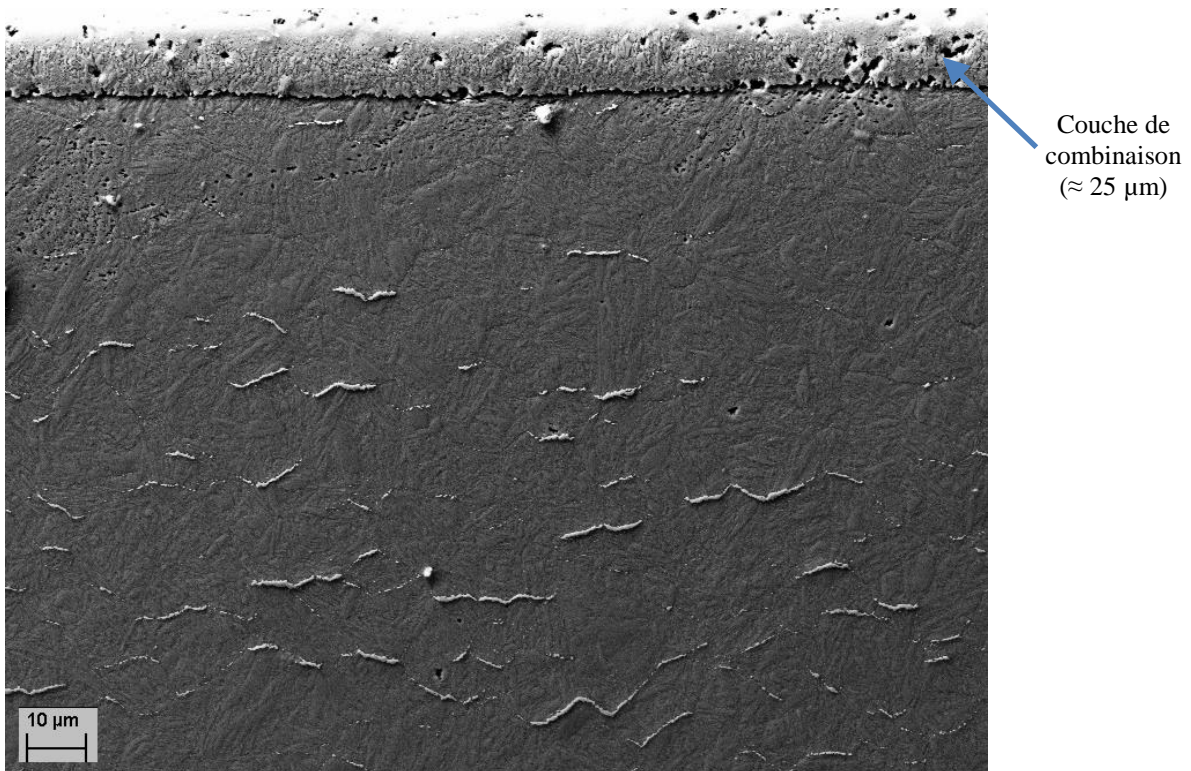


Figure 110 : Image MEB de la microstructure d'une coupe transversale de l'acier 32CrMoV12-9 nitruré (le bord de l'échantillon est en haut de l'image).

Acier 100Cr6 (acier à roulement) après usinage de haute précision

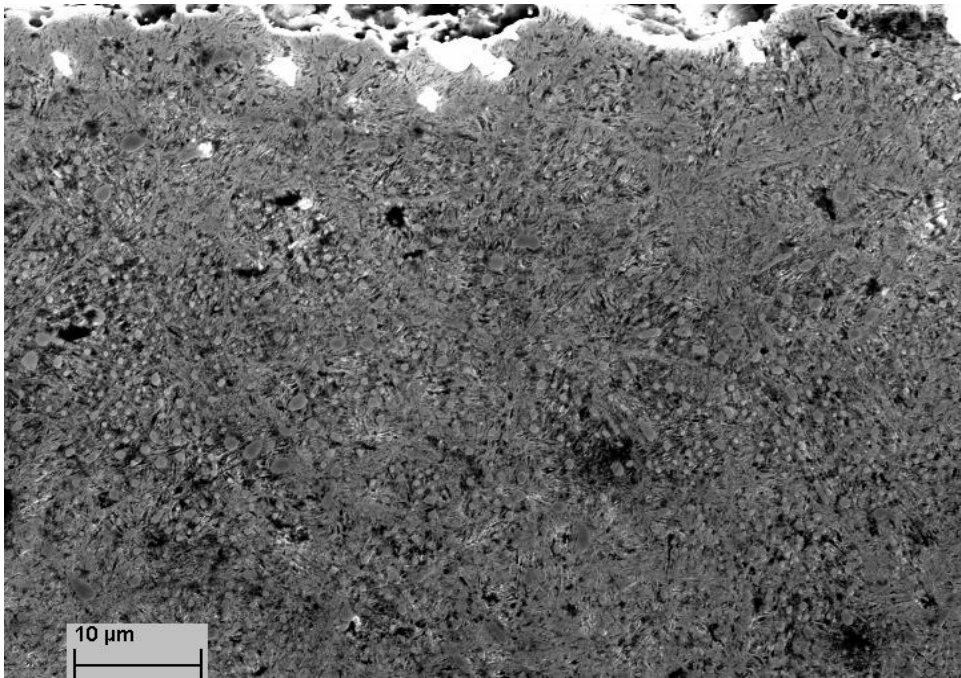


Figure 111 : Image MEB de la microstructure d'une coupe transversale de l'acier 100Cr6 après usinage de haute précision (le bord de l'échantillon est en haut de l'image).

Liste des Figures

Figure 1 : Photo de la coupe d'un MEB et schéma de fonctionnement associé, d'après [1].	9
Figure 2 : Poire d'interaction d'un faisceau d'électrons avec un matériau, d'après [2].	10
Figure 3 : Simulation Monte Carlo (logiciel Casino) permettant de visualiser les trajectoires de 200 électrons primaires dans un acier AISI 316L, avec une tension d'accélération des électrons égales à 20 kV. Les électrons secondaires sont représentés en rouge et les électrons rétrodiffusés en bleu.	11
Figure 4 : Exemple de diagramme de Kikuchi obtenu lors des mesures EBSD pratiquées sur un acier AISI 316L.	13
Figure 5 : Schéma explicatif de la désorientation moyenne à l'intérieur d'un grain (à gauche) et de la dispersion des orientations (à droite), d'après [4].	16
Figure 6 : Schéma résumant le fonctionnement de la SDL, adapté d'après [6]. I_{pd} est la lumière émise du plasma vers le détecteur ; I_{ps} est la lumière émise du plasma vers l'échantillon ; I_{sd} est une partie d' I_{ps} qui est réfléchi de la surface de l'échantillon jusqu'au détecteur et I est la lumière totale perçue par le spectromètre.	17
Figure 7 : Représentation schématique des principaux montages utilisés en microscopie interférométrique, d'après [7].	19
Figure 8 : Principe de la diffraction des rayons X et de la loi de Bragg, d'après [7].	21
Figure 9 : Morphologies caractéristiques obtenues pour un acier inoxydable austénitique (type 310) nitruré à l'aide d'ammoniac, à 650°C pendant 168 h à gauche et à 1090°C pendant 168h à droite [10].	23
Figure 10 : Profils de dureté caractéristiques de traitement de nitruration, d'après [11].	24
Figure 11 : Microstructures obtenues après Kolsterising et cémentation classique, d'après [13].	24
Figure 12 : Interactions entre ions et matière lors d'une implantation ionique et profil de concentration associé, d'après [7].	26
Figure 13 : Schéma de la mesure de la flèche Almen, d'après [7].	27
Figure 14 : Courbe de saturation et temps de saturation, d'après [7].	28
Figure 15 : Principe du grenailage de précontrainte par ultrasons et photos de l'enceinte contenant les billes (Propriété de Sonats®).	29
Figure 16 : Micrographie électronique montrant la porosité de la surface de l'acier AISI 316L après nitruration gazeuse et surcarburation.	39
Figure 17 : Micrographies électroniques de la coupe d'un acier AISI 316L après nitruration gazeuse et surcarburation. Les deux micrographies de droite présentent des agrandissements effectués à environ 300 μm (haut) et 30 μm (bas) du bord de l'échantillon.	39
Figure 18 : Figure de pôle inverse [RD] obtenue par EBSD (à gauche) et cartographie des désorientations locales (à droite) de l'échantillon d'acier AISI 316L nitruré et surcarburé.	41
Figure 19 : Cartographie X des éléments C, Cr, Fe, Ni, Mo sur la coupe de l'échantillon d'acier AISI 316L nitruré et surcarburé. La phase claire (respectivement foncée) sur l'image MEB correspond à la matrice	

(respectivement aux précipités). La présence des éléments est indiquée par des points de couleur (bleu, violet, rouge, vert).	43
Figure 20 : Profils SDL de l'acier AISI 316L nitruré et surcarburé (la partie (b) représente un agrandissement de la figure (a)).	44
Figure 21 : Profil d'indentations réalisé sur la coupe de l'acier AISI 316L nitruré et surcarburé.	45
Figure 22 : Profils SDL de l'acier AISI 316L traité avec le procédé Kolsterising® (La partie (b) présente un agrandissement de la figure (a)).	47
Figure 23 : Figure de pôle inverse [RD] obtenue par EBSD (à gauche) et cartographie des désorientations locales (à droite) de l'échantillon d'acier AISI 316L traité avec le procédé Kolsterising®	48
Figure 24 : Distributions des tailles de grains D_s de l'échantillon d'acier AISI 316L traité avec le procédé Kolsterising®. Les macles sont incluses dans les grains.....	48
Figure 25 : Evolution du diamètre des grains par zone où Zint est la zone impactée par le traitement et Mm est la zone non affectée par le traitement. La mention « Macles incluses » signifie que les macles sont intégrées aux grains tandis que la mention « Macles exclues » signifie que les macles sont considérées comme des grains.	49
Figure 26 : Désorientation moyenne dans un grain. La zone intitulée « Zint » (respectivement « Mm ») est affectée (respectivement non affectée) par le traitement. Les macles sont considérées comme faisant partie du grain.	50
Figure 27 : Dispersion des orientations dans un grain. La zone intitulée « Zint » (respectivement « Mm ») est affectée (respectivement non affectée) par le traitement. Les macles sont considérées comme faisant partie du grain.	50
Figure 28 : Désorientations des joints de grains. La zone « Zint » (respectivement « Mm ») est affectée (respectivement non affectée) par le traitement.	51
Figure 29 : Profil d'indentations réalisé sur la coupe de l'acier AISI 316L traité avec le procédé Kolsterising®.	52
Figure 30 : Figure de pôle inverse [RD] obtenue par EBSD de l'échantillon d'acier AISI 316L implanté avec des ions d'azote.	53
Figure 31 : Profil SDL de l'acier AISI 316L implanté avec des ions N+.	53
Figure 32 : Indentations des surfaces des aciers AISI 316L de référence et ayant subi une implantation ionique d'azote.....	54
Figure 33 : Figure de pôle inverse [RD] obtenue par EBSD de l'échantillon de référence. La cartographie de gauche présente les résultats bruts tandis que celle de droite présente les résultats obtenus après la procédure de nettoyage.	55
Figure 34 : Distribution des tailles de grains D_s de l'échantillon de référence. Les macles sont incluses dans les grains.....	56
Figure 35 : Profils d'indentations réalisés sur des coupes d'AISI 316L grenailés selon 6 conditions de traitement différentes.	58
Figure 36 : Figure de pôle inverse [RD] obtenue par EBSD de l'échantillon SP_1.	58

Figure 37 : Cartographies des désorientations locales de l'échantillon de référence (à gauche) et de l'échantillon SP_1 (à droite).....	59
Figure 38 : Cartographies des désorientations locales de l'échantillon SP_3 (à gauche) et de l'échantillon SP_6 (à droite).....	59
Figure 39 : Histogramme des diamètres des grains où Ds est le diamètre des grains en incluant les macles à l'intérieur des grains. Le nom Zint (respectivement Mm) correspond à la zone affectée (respectivement non affectée) par le traitement de grenailage de précontrainte.	60
Figure 40 : Désorientation moyenne dans un grain d'un acier AISI 316L grenailé selon 6 conditions.	61
Figure 41 : Dispersion des orientations dans un grain d'un acier AISI 316L grenailé selon 6 conditions.	62
Figure 42 : Désorientations des joints de grains de l'acier AISI 316L grenailé selon 6 conditions.	62
Figure 43 : Figures de pôle inverse [RD] obtenue par EBSD de l'échantillon d'acier AISI 316L d'origine 3.	64
Figure 44 : Cartographie des désorientations locales l'échantillon d'acier AISI 316L d'origine 3.	64
Figure 45 : Distributions des tailles de grains des cartographies présentées dans les Figure 43 et Figure 44. Les macles sont incluses dans les grains.....	65
Figure 46 : Profils d'indentations réalisés sur des coupes d'AISI 316L grenailés par ultrasons selon 8 conditions.	66
Figure 47 : Figure de pôle inverse [RD] obtenue par EBSD de l'échantillon d'acier AISI 316L grenailé par ultrasons avec, à gauche (respectivement à droite) la condition 4 (respectivement 7).	68
Figure 48 : Cartographies des désorientations locales pour les échantillons USP_4 (à gauche) et USP_7 (à droite).....	69
Figure 49 : Histogramme des diamètres des grains où Ds est le diamètre des grains en incluant les macles à l'intérieur des grains. Le nom Zint (respectivement Mm) correspond à la zone affectée (respectivement non affectée) par le traitement.....	70
Figure 50 : Désorientation moyenne dans un grain d'un acier AISI 316L grenailé par ultrasons selon 7 conditions.	70
Figure 51 : Dispersion des orientations dans un grain d'un acier AISI 316L grenailé par ultrasons selon 7 conditions.	71
Figure 52 : Désorientations des joints de grains de l'acier AISI 316L grenailé par ultrasons selon 7 conditions.	71
Figure 53 : Exemple de pic de diffraction pour l'échantillon USP_1 (à gauche) et la régression linéaire 2θ versus sin ² (ψ) effectué pour l'échantillon USP_1 (à droite).....	72
Figure 54 : Contraintes résiduelles en surface de l'acier AISI 316L grenailé par ultrasons selon 8 conditions.	73
Figure 55 : Mesures 3D des surfaces des échantillons USP_1, USP_6 et USP_7 et la détermination des motifs correspondante (sans filtrage).	86
Figure 56 : Surfaces observées à l'aide d'un filtre passe-haut.....	87
Figure 57 : Surfaces observées à l'aide d'un filtre passe-bas.....	88

Figure 58 : Classement de la pertinence des paramètres de rugosité associés à différentes longueurs d'évaluation et types de filtre, grâce à la moyenne de la statistique F, pour la description de l'effet du matériau des billes sur la rugosité.	89
Figure 59 : Distribution des valeurs de densité de sommets S_{ds} pour l'échantillon traité avec les billes en 100C6 (USP_4) et pour celui traité avec les billes en 304L (USP_3) pour une longueur d'évaluation de 19 μm à l'aide d'un filtre passe haut.....	90
Figure 60 : Profils des échantillons USP_3 (haut) et USP_4 (bas) obtenus avec une longueur d'évaluation égale à 19 μm et un filtre passe-haut.....	91
Figure 61 : Distribution des valeurs de l'écart moyen arithmétique S_a pour l'échantillon traité avec des billes en 100C6 (USP_4) et pour celui traité avec les billes en 304L (USP_3), pour une longueur d'évaluation de 19 μm et un filtre passe-haut.....	92
Figure 62 : Topographie 3D de la surface de l'échantillon USP_2 et la détermination des plis associée.....	93
Figure 63 : Profils des échantillons USP_1 ($\varnothing = 1 \text{ mm}$, en haut) et USP_2 ($\varnothing = 2 \text{ mm}$, en bas) obtenus avec une longueur d'évaluation de 7 μm et un filtre passe-bas.	94
Figure 64 : Profils des échantillons USP_8 ($\varnothing = 1 \text{ mm}$, en haut) et USP_4 ($\varnothing = 2 \text{ mm}$, en bas) obtenus avec une longueur d'évaluation de 122 μm et un filtre passe-haut.....	95
Figure 65 : Profils des échantillons USP_2 (30 μm d'amplitude, en haut) et USP_3 (60 μm d'amplitude, en bas) obtenus avec une longueur d'évaluation de 7 μm et un filtre passe-bas.....	96
Figure 66 : Distributions des valeurs de la densité moyenne de plis obtenues pour les échantillons possédant un taux de recouvrement de 100% (USP_4), 1000% (USP_6) et 10 000% (USP_7), pour une longueur d'évaluation de 29 μm et un filtre passe-bas.	97
Figure 67 : Observation MEB de la délamination de la couche écrouie de l'échantillon USP_7.	98
Figure 68 : Distribution des valeurs des coefficients du modèle prédictif.	99
Figure 69 : Prédiction des valeurs de la profondeur moyenne des plis en fonction de celles mesurées.	100
Figure 70 : Représentation des champs de contraintes de von Mises à la surface d'un matériau avec $R_a = 5,4 \text{ nm}$ pour un modèle (a) 2D (rotation des champs obtenus dans le modèle axisymétrique) (b) 3D, d'après [9]. Les nuances les plus foncés indiquent les plus grands niveaux de contraintes.	111
Figure 71 : Modélisation du défaut de pointe d'un indenteur Vickers (Antunes <i>et al.</i> [66], à droite) et modélisation du défaut dans un modèle axisymétrique (Bouzakis <i>et al.</i> [71], à gauche).....	123
Figure 72 : Schéma de la détermination de la pénétration initiale h_i , d'après [93].	129
Figure 73 : Schéma illustrant l'ISE, d'après [65].	130
Figure 74 : Courbes de charge P en fonction de la profondeur d'indentation h, pour différents nombres d'éléments sous un indenteur sphérique.....	133
Figure 75 : Champs de contraintes équivalentes de von Mises obtenus pour un nombre d'éléments sous l'indenteur respectivement égal à 6 x 6 et 40 x 40.	133
Figure 76 : Dureté composite H_c en fonction de la profondeur d'indentation h. Confrontation des résultats issus du modèle éléments finis adopté dans ce travail de thèse (Données EF) et du modèle analytique de Jönsson et Hogmark (Prédiction J&H).	135

Figure 77 : Estimation du paramètre Var pour différents niveaux de variations de la limite d'élasticité σ_y et du module tangent E_t dans le cas d'une loi de comportement bilinéaire, pour un indenteur similaire à un indenteur Berkovich avec une profondeur maximale d'indentation de 3 μm (noté Berk_3 μm) et pour un indenteur sphérique avec des profondeurs maximales d'indentation égales à 3 μm et 8 μm . Les niveaux d'erreurs expérimentales (Err_) sont également indiqués.	136
Figure 78 : Estimation du paramètre Var pour des films de 1,5 fois à 10 fois la dureté du substrat H_{sub} , pour des profondeurs d'indentation égales à 50% ou 100% de l'épaisseur du film, pour un indenteur conique similaire à un indenteur Berkovich et pour un indenteur sphérique.	139
Figure 79 : Représentation de la variation de la limite d'élasticité en fonction de la profondeur avec un gradient de type exponentiel (à gauche) et linéaire (à droite).	140
Figure 80 : Estimation du paramètre Var pour un gradient de type linéaire et un gradient de type exponentiel avec une dureté en surface de 1,5 fois à 10 fois la dureté du substrat H_{sub} , pour un indenteur conique similaire à un Berkovich, pour des profondeurs d'indentation correspondant à 20%, 50% et 100% de l'épaisseur du gradient.	141
Figure 81 : Estimation du paramètre Var pour un gradient de type linéaire et un gradient de type exponentiel avec une dureté en surface de 1,5 fois à 10 fois la dureté du substrat H_{sub} pour un indenteur sphérique, pour des profondeurs d'indentation correspondant à 20%, 50% et 100% de l'épaisseur du gradient. .	142
Figure 82 : Exemples de courbes d'indentation identiques pour des matériaux aux propriétés hautement élastiques (<i>i.e.</i> large σ_y/E à gauche) et hautement plastiques (<i>i.e.</i> petit σ_y/E , à droite), d'après [106]. Le comportement est décrit par la loi de Hollomon.	143
Figure 83 : Profils de rugosité des échantillons 120, 500, 1000 et 4000.	162
Figure 84 : Courbes de chargement obtenues pour les échantillons polis avec le grade 80 (à gauche) et 4000 (à droite).....	163
Figure 85 : Minimisation de la dispersion des courbes de chargement de l'échantillon 4000 en utilisant la Méthode A (à gauche) et la Méthode B (à droite).	165
Figure 86 : Observation du bourrelet prenant place dans l'échantillon 4000, à l'aide d'un microscope interférométrique.....	166
Figure 87 : Minimisation de la dispersion des courbes de chargement obtenue avec la Méthode C, pour les points de départ 1, 2 et 3.	167
Figure 88 : Distribution des facteurs d'ISE obtenus avec la Méthode C et le point de départ 2.....	169
Figure 89 : Valeurs des écarts Δh_c en fonction des valeurs des facteurs d'ISE obtenus avec la Méthode C et le point de départ 1 (à gauche) et avec la Méthode A (à droite).	169
Figure 90 : Valeurs de la macrodureté H_0 calculés pour tous les échantillons abrasés en utilisant les méthodes A, D, E et F. La ligne en pointillés représente la macrodureté macroscopique mesurée sur l'échantillon 4000.....	170
Figure 91 : Observation des empreintes d'indentation réalisées dans l'échantillon 80 à l'aide d'un microscope électronique à balayage.....	172

Figure 92 : Valeurs des facteurs d'ISE calculées pour l'ensemble des échantillons abrasés, à l'aide des méthodes F et A.....	172
Figure 93 : Illustration des origines des écarts entre la forme des courbes de chargement et celle prédite par la loi de Bernhardt (Δh_c) à l'aide des résultats de l'échantillon 2400.....	172
Figure 94 : Ecarts-types des déviations Δh_c en fonction de l'écart moyen quadratique de la rugosité R_q	173
Figure 95 : Courbes d'indentation des échantillons grenailés par ultrasons USP1 et USP_6.....	174
Figure 96 : Histogrammes des déviations Δh_c calculées pour l'échantillon de référence et les 8 échantillons grenailés par ultrasons.....	175
Figure 97 : Représentation de la pertinence de relation linéaire entre l'écart-type des déviations Δh_c et le paramètre de rugosité S_q en fonction de la longueur d'évaluation L.....	176
Figure 98 : Evolution de l'écart-type des déviations Δh_c en fonction du paramètre de rugosité S_q	176
Figure 99 : Distributions des valeurs de macrodureté H_0 pour l'échantillon de référence et les huit échantillons grenailés par ultrasons.....	177
Figure 100 : Médianes et intervalles de confiance du facteur d'ISE β , calculés pour l'échantillon de référence et les échantillons grenailés par ultrasons.....	177
Figure 101 : Image MEB d'une empreinte d'indentation réalisée sur l'échantillon 7. L'image a été prise en tiltant l'échantillon à 65°	178
Figure 102 : Evolution du coefficient de corrélation R^2 en fonction de la longueur d'évaluation L.....	179
Figure 103 : Evolution de la macrodureté H_0 en fonction du paramètre de rugosité S_{SV}	179
Figure 104 : Histogramme de la macrodureté H_0 de l'échantillon de référence USP_0, prédite par le modèle donné par l'Equation (40).....	180
Figure 105 : Diamètre des motifs en fonction de la hauteur moyenne des motifs, calculés avec un filtre passe-haut et une longueur d'évaluation égale à $100 \mu m$, pour les échantillons USP_3 (billes en 304L) et USP_4 (billes en 100C6).....	181
Figure 106 : Médianes et intervalles de confiance de la longueur d'autocorrélation calculés pour huit échantillons grenailés par ultrasons.....	181
Figure 107 : Image MEB de la microstructure d'une coupe transversale de l'acier 32CrMoV12-9 (centre de l'échantillon).....	191
Figure 108 : EBSD de la microstructure d'une coupe transversale de l'acier 32CrMoV12-9 (centre de l'échantillon).....	191
Figure 109 : Image MEB de la microstructure d'une coupe transversale de l'acier 32CrMoV12-9 cémenté (le bord de l'échantillon est en haut de l'image).....	192
Figure 110 : Image MEB de la microstructure d'une coupe transversale de l'acier 32CrMoV12-9 nitruré (le bord de l'échantillon est en haut de l'image).....	192
Figure 111 : Image MEB de la microstructure d'une coupe transversale de l'acier 100Cr6 après usinage de haute précision (le bord de l'échantillon est en haut de l'image).....	193

Liste des Tableaux

Tableau 1 : Composition chimique utilisée pour le calcul de la teneur relative lors de l'exploitation des mesures SDL réalisées sur des échantillons d'acier AISI 316L traités.	18
Tableau 2 : Profondeurs impactées pour différents traitements de surface	37
Tableau 3 : Composition chimique moyennée de l'acier 316L	38
Tableau 4 : Quantification par EDS-X des éléments présents dans les précipités et la matrice de l'échantillon d'acier AISI 316L nitruré et surcarburé. Les distances indiquées correspondent à l'espace entre le bord et la mesure EDS-X.....	42
Tableau 5 : Conditions utilisées pour le grenailage de précontrainte de l'acier AISI 316L.	56
Tableau 6 : Conditions utilisées pour le grenailage à ultrasons de l'acier AISI 316L.	65
Tableau 7 : Paramètres de rugosité utilisés pour caractériser l'influence des traitements de surface sur la rugosité.	84
Tableau 8 : Classement par pertinence des paramètres de rugosité associés à une longueur d'évaluation et un type de filtre.	92
Tableau 9 : Estimation du paramètre Var pour différents niveaux de variations des paramètres de la loi d'Hollomon.	137
Tableau 10 : Estimation du paramètre Var pour différents niveaux de variations des paramètres de la loi de Ludwig.	137
Tableau 11 : Estimation du paramètre Var pour différents niveaux de variations des paramètres de la loi de Voce.....	137
Tableau 12 : Résumé des hypothèses des méthodes A à F.	165
Tableau 13 : Valeurs moyennes et écarts-types de la macrodureté H_0 et facteur d'ISE β , obtenus avec les méthodes A et B.	166
Tableau 14 : Valeurs moyennes et écarts-types de la macrodureté H_0 et du facteur d'ISE obtenus avec la Méthode A et la Méthode C avec trois points de départs différents pour l'optimisation.	168