

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية

**REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE**

وزارة التعليم العالي والبحث العلمي

**Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique**

جامعة أبي بكر بلقايد - تلمسان

Université Aboubakr Belkaïd - Tlemcen -

Faculté de TECHNOLOGIE



## **MEMOIRE**

Présenté pour l'obtention du **diplôme** de **MASTER**

**En** : Génie mécanique

**Spécialité** : construction mécanique

**Par** : OUADFEL OMAR FAROUK  
BENOMARI KAMEL

### **Thème**

**Méthodes de caractérisation expérimentale de matériaux  
métalliques**

Soutenu publiquement, le 26/06/2018, devant le jury composé de :

Mme Belhadj Kacem F.	MAA	Présidente	Univ. Tlemcen
Mr Ghernaout MEA.	PR	Encadreur	Univ. Tlemcen
Mr Kara Ali D.	MCB	Encadreur	Univ. Tlemcen
Mr Belkaid M.	MAA	Examineur	Univ. Tlemcen
Mr Achoui M.	MAA	Examineur	Univ. Tlemcen

**Année Universitaire : 2017/2018**



## REMERCIEMENTS

Tout d'abord, nous remercions **ALLAH** le tout puissant pour ces faveurs et ses bontés, et de nous avoir donné le courage, la volonté et la patience de terminer ce modeste travail.

Nous tenons à adresser nos vifs remerciements à notre encadreur

**Mr Ghernaout** Professeur au département de génie mécanique (faculté de technologie) d'avoir accepté de diriger ce travail ainsi que pour son entière disponibilité.

Nos remerciements vont aussi à notre encadreur monsieur **Mr Kara Ali**

Maitre de conférences au département de génie mécanique (faculté de technologie) pour ses précieux conseils durant toute la période de l'élaboration de ce travail et l'aide qui nous a apportée.

Nous remercions aussi **Mme Belhadj Kacem** qui a bien voulu présider le jury.

Nous remercions, **Mr Belkaid M** et **Mr Achoui** pour l'examen minutieux qu'ils auront porté à l'égard de ce travail.

Nos profondes reconnaissances s'adressent à l'ensemble des enseignants ainsi au personnel du laboratoire de l'usine ALFON d'Oran.

## DEDICACES

*Nous dédions ce modeste travail :*

- ❖ A nos chers parents*
- ❖ A nos frères et sœurs*
- ❖ A nos amis*

## ملخص

في عملنا ، نقدم منهجية لتوصيف مادة معدنية موجودة على مستوى الردهة التكنولوجية بالاعتماد على طرق التحليل الفيزيوكيميائية على أساس المعدات الموجودة في مختبر الهندسة الميكانيكية وبفضل مساهمة المختبر التابع لشركة ALFON

فيما يتعلق بالتحليل الكيميائي ، استخدمنا مطياف .، فقد تمكنا من توصيف المادة وهذا في عدة مراحل لتحديد الخصائص الميكانيكية لاختبارات الشد والصلابة .والمجهر الضوئي (MPL) الانبعاثات البصرية .والمرونة تم إجراء اختبارات الموصلية الكهربائية

وأظهرت النتائج التي تم الحصول عليها أن المعدن المدروس هو فولاذ سبانكي ينتمي إلى صنف من

الفولاذ له تسمية **S 235 (A3 ،AFNOR E24-2)**

## **RESUME**

Dans notre travail, nous présentons une méthodologie pour caractériser un matériau métallique existant au niveau de hall technologique en s'appuyant sur des méthodes d'analyses physico-chimiques.

Sur la base des équipements existant au laboratoire de génie mécanique et grâce à la contribution du laboratoire de l'entreprise ALFON, nous avons pu caractériser le matériau et ceci en plusieurs étapes. On ce qui concerne les analyses chimiques nous avons utilisé le spectromètre à émission optique (MPL) et un microscope optique. Pour la détermination des caractéristiques mécaniques des essais de traction, de dureté, de résilience ont été réalisés. Des tests de conductibilité électrique ont été fait.

Les résultats obtenus ont montré que le métal étudié est un acier non allié appartenant à la classe des aciers ayant la désignation

**S 235 (anciennement A37, AFNOR E24-2).**

## **ABSTRACT**

In our work, we present a methodology to characterize an existing metallic material at the technological hall level by relying on physicochemical analysis methods.

On the basis of existing equipment in the mechanical engineering laboratory and thanks to the contribution of the laboratory of the company ALFON, we have been able to characterize the material and this in several stages. As far as chemical analysis is concerned, we have used the optical emission spectrometer (MPL) and an optical microscope. For the determination of the mechanical characteristics of the tensile, hardness and resilience tests were carried out. of the Electrical conductivity tests were done.

The results obtained showed that the metal studied is a non-alloy steel belonging to the class of steels having the designation

**S 235 (formerly A37, AFNOR E24 2).**

# Table des matières

Table des matières.....	i
Liste des figures.....	iv
Liste des tableaux.....	vii
Liste des abréviations.....	viii
Introduction.....	1

## Chapitre I : Différents types des Matériaux

<b>I.1 - DEFINITION.....</b>	<b>2</b>
<b>I.2 - PROPRIETES.....</b>	<b>2</b>
I.2.1 - PROPRIETES MECANIQUES.....	2
I.2.2 - PROPRIETES PHYSIQUES.....	3
I.2.3 - PROPRIETES CHIMIQUES.....	4
<b>I.3 - CLASSIFICATION DES MATERIAUX.....</b>	<b>4</b>
I.3.1 - MATERIAUX METALLIQUES.....	4
I.3.2 - MATERIAUX ORGANIQUES.....	9
I.3.3 - MATERIAUX MINERAUX.....	11
I.3.4 - MATERIAUX COMPOSITES.....	13
I.3.5 - MATERIAUX INTELLIGENTS.....	14
<b>I.4 - CONCLUSIONS.....</b>	<b>14</b>

## Chapitre II :Caractérisation des structures des matériaux

<b>II.1 - INTRODUCTION.....</b>	<b>15</b>
<b>II.2 - TECHNIQUES D'ANALYSES CHIMIQUES.....</b>	<b>15</b>
II.2.1 - INTRODUCTION.....	15
II.2.2 - PREPARATION DES ECHANTILLONS.....	16
II.2.2.1 -Matériaux divisés.....	16
II.2.2.2 - Matériaux massifs.....	17
II.2.2.3 - Matériaux de référence (MR).....	17
II.2.3 - METHODES D'ANALYSE ABSOLUE.....	17



II.2.3.1 - Gravimétrie.....	17
II.2.3.2 - Volumétrie.....	18
II.2.3.3 - Potentiométrie.....	18
II.2.3.4 - Autres méthodes .....	18
II.2.4 - METHODES D'ANALYSE RELATIVE .....	18
II.2.4.1 - Spectrométrie d'Emission optique (SEO).....	18
II.2.4.2 - Spectrométrie d'émission à plasma (SEP).....	20
II.2.4.3 - Spectrométrie d'Absorption Atomique (SAA) .....	21
II.2.4.4 - Spectrométrie d'Absorption Atomique électrothermique (SAAE) .....	22
II.2.4.5 - Spectrométrie d'Absorption Moléculaire (SAM).....	22
II.2.5 - FLUORESCENCE X.....	24
II.2.6 - TECHNIQUES DE MICROANALYSE PAR FAISCEAUX D'ELECTRONS .....	25
<b>II.3 - CARACTERISATION PAR MICROSCOPIE OPTIQUE .....</b>	<b>26</b>
II.3.1 - INTRODUCTION.....	26
II.3.2 - PROPRIETES OPTIQUES DES MATERIAUX.....	27
II.3.3 - POLISSAGE .....	28
II.3.4 - MICROSCOPES OPTIQUES .....	29
II.3.4.1 - Microscope.....	29
II.3.5 - AUTRES MICROSCOPES PHOTONIQUES.....	31
II.3.5.1 - Microscope optique à balayage confocal .....	31
II.3.5.2 - Microscope à éclairage photonique proche du visible.....	32
II.3.5.3 - Microscope électronique à balayage (MEB).....	32
II.3.6 - MICROSTRUCTURE OBSERVEE .....	33
<b>II.4 - CARACTERISATION MECANIQUE DES MATERIAUX : TRACTION</b>	
<b>MONOTONE.....</b>	<b>35</b>
II.4.1 - ESSAI DE TRACTION MONOTONE .....	35
II.4.2 - DISPOSITIFS D'ESSAI.....	35
II.4.2.1 - Eprouvettes.....	35
II.4.2.2 - Machines d'essais.....	36
II.4.3 - CONDUITE DE L'ESSAI DE TRACTION MONOTONE .....	39
II.4.4 - PHENOMENOLOGIE DE L'ESSAI DE TRACTION MONOTONE.....	40
II.4.5 - EXPLOITATION DES RESULTATS .....	41
II.4.5.1 - Courbe conventionnelle de traction monotone.....	41
<b>II.5 - CARACTERISATION DE LA DURETE DES MATERIAUX .....</b>	<b>44</b>
II.5.1 - GENERALITES .....	44
II.5.2 - ESSAI DE DURETE BRINELL.....	45
II.5.3 - ESSAI DE DURETE VICKERS .....	47
II.5.4 - ESSAI DE DURETE ROCKWELL.....	49

II.5.5 - COMPARAISON ENTRE LES DURETES .....	50
II.5.6 - CONCLUSIONS .....	50
II.5.7 - ESSAI DE RESILIENCE .....	51
II.5.8 - CONDUCTIBILITE ELECTRIQUE.....	52
<b>II.6 - CONCLUSIONS .....</b>	<b>52</b>

## **Chapitre III :Etude expérimentale**

<b>III.1 - PRESENTATION DE L’USINE ALFON.....</b>	<b>53</b>
<b>III.2 - PLAN DE TRAVAIL .....</b>	<b>54</b>
<b>III.3 - PREPARATION DES ECHANTILLONS.....</b>	<b>55</b>
III.3.1 - LA DECOUPE .....	55
III.3.2 - USINAGE.....	56
<b>III.4 - ANALYSES CHIMIQUES .....</b>	<b>59</b>
III.4.1 - POLISSAGE .....	59
III.4.2 - METHODES D’ANALYSE RELATIVE.....	60
III.4.3 - METALLOGRAPHIE.....	62
<b>III.5 - ANALYSES PHYSIQUES .....</b>	<b>63</b>
III.5.1 - ESSAI DE TRACTION .....	63
III.5.2 - ANALYSE DE LA DURETE .....	65
III.5.3 - ANALYSE DE LA RESILIENCE .....	67
III.5.4 - ESSAI DE CONDUCTIBILITE ELECTRIQUE .....	69
III.5.5 - MASSE VOLUMIQUE .....	72
<b>III.6 - CONCLUSIONS.....</b>	<b>72</b>

## **Chapitre IV :Résultats et discussions**

<b>IV.1 - ANALYSES CHIMIQUES .....</b>	<b>73</b>
<b>IV.2 - METALLOGRAPHIE .....</b>	<b>74</b>
<b>IV.3 - ANALYSES MECANIQUES.....</b>	<b>75</b>
IV.3.1 - ESSAI DE TRACTION.....	75
IV.3.2 - ESSAI DE DURETE .....	76
IV.3.3 - ESSAI DE RESILIENCE .....	77
<b>IV.4 - ANALYSE ELECTRIQUE.....</b>	<b>78</b>
<b>IV.5 - DETERMINATION DE LA MASSE VOLUMIQUE .....</b>	<b>79</b>
<b>IV.6 - CONCLUSION .....</b>	<b>79</b>

# Liste des figures

## Chapitre I

<b>FIGURE I.1 - CLASSIFICATION DES MATERIAUX.....</b>	<b>4</b>
<b>FIGURE I.2 - PIECE DE FONDERIE EN ALUMINIUM.....</b>	<b>5</b>
<b>FIGURE I.3 - PIECE EN ACIER .....</b>	<b>5</b>
<b>FIGURE I.4 - CABLE DE TREUIL EN ACIER .....</b>	<b>5</b>
<b>FIGURE I.5 - CONSTRUCTION EN ACIER (BETON ARME).....</b>	<b>5</b>
<b>FIGURE I.6 - TARAUDS A MAIN .....</b>	<b>5</b>
<b>FIGURE I.7 - ARBRE A CAME ET BIELLE.....</b>	<b>6</b>
<b>FIGURE I.8 - EXEMPLES D'ACIER INOX .....</b>	<b>6</b>
<b>FIGURE I.9 - ELEMENTS DE ROULEMENT .....</b>	<b>6</b>
<b>FIGURE I.10 - DIAGRAMME FER/CARBONE.....</b>	<b>7</b>
<b>FIGURE I.11 - DIFFERENTS STRUCTURES DES FONTES .....</b>	<b>7</b>
<b>FIGURE I.12 - VANNE OPERCULE EN FONTE.....</b>	<b>8</b>
<b>FIGURE I.13 - PIECES MECANIQUES (EN FONTE) .....</b>	<b>8</b>
<b>FIGURE I.14 - RADIATEUR DE MOTEUR.....</b>	<b>8</b>
<b>FIGURE I.15 - PEDALE DE FREIN ET EMBRAYAGE .....</b>	<b>8</b>
<b>FIGURE I.16 - CADRE D'UN VELO.....</b>	<b>9</b>
<b>FIGURE I.17 - SOIE ET VER A SOIE .....</b>	<b>9</b>
<b>FIGURE I.18 - BOIS.....</b>	<b>9</b>
<b>FIGURE I.19 - PIECES EN PVC .....</b>	<b>10</b>
<b>FIGURE I.20 - TISSU EN POLYESTER .....</b>	<b>10</b>
<b>FIGURE I.21 - COMBINAISON ETANCHE EN NEOPRENE.....</b>	<b>10</b>
<b>FIGURE I.22 - VITRAGE .....</b>	<b>12</b>
<b>FIGURE I.23 - FIBRE OPTIQUE.....</b>	<b>12</b>
<b>FIGURE I.24 - CLASSIFICATION DES COMPOSITES .....</b>	<b>13</b>
<b>FIGURE I.25 - STRUCTURE D'UN MATERIAU COMPOSITE .....</b>	<b>13</b>
<b>FIGURE I.26 - MATERIAU INTELLIGENT .....</b>	<b>14</b>

## Chapitre II

<b>FIGURE II.1</b> - SPECTROMETRE A EMISSION OPTIQUE .....	<b>19</b>
<b>FIGURE II.2</b> - SPECTROMETRE D'EMISSION A PLASMA .....	<b>21</b>
<b>FIGURE II.3</b> - PHOTO D'UN SPECTROMETRE D'ABSORPTION ATOMIQUE.....	<b>22</b>
<b>FIGURE II.4</b> - PHOTO D'UN SPECTROMETRE UV-VISIBLE.....	<b>23</b>
<b>FIGURE II.5</b> - APPAREIL DE FLUORESCENCE (X).....	<b>25</b>
<b>FIGURE II.6</b> - EXEMPLE DE RUGOSITE.....	<b>28</b>
<b>FIGURE II.7</b> - PHOTOGRAPHIE D'UN STEREO MICROSCOPE.....	<b>30</b>
<b>FIGURE II.8</b> - PHOTO DE L'EPIMICROSCOPE OPTIQUE INVERSE .....	<b>30</b>
<b>FIGURE II.9</b> - PHOTO D'UN MICROSCOPE UNIVERSEL .....	<b>30</b>
<b>FIGURE II.10</b> - MICROSCOPE OPTIQUE.....	<b>31</b>
<b>FIGURE II.11</b> - MICROSCOPE CONFOCAL A BALAYAGE LASER.....	<b>32</b>
<b>FIGURE II.12</b> - MICROSCOPE ELECTRONIQUE A BALAYAGE/3D .....	<b>33</b>
<b>FIGURE II.13</b> - EXEMPLE DE STRUCTURE.....	<b>34</b>
<b>FIGURE II.14</b> - EXEMPLE DE MICROSTRUCTURE. ....	<b>34</b>
<b>FIGURE II.15</b> – GEOMETRIE D'EPROUVETTES DE TRACTION.. ..	<b>36</b>
<b>FIGURE II.16</b> - MACHINE D'ESSAI ELECTROHYDRAULIQUE.....	<b>37</b>
<b>FIGURE II.17</b> - MACHINE ELECTROMECHANIQUE.....	<b>38</b>
<b>FIGURE II.18</b> - EXTENSOMETRES LONGITUDINAUX.....	<b>39</b>
<b>FIGURE II.19</b> - ALLURE DES COURBES FORCE-ALLONGEMENT .....	<b>40</b>
<b>FIGURE II.20</b> - COURBES CONVENTIONNELLES DE TRACTION .....	<b>41</b>
<b>FIGURE II.21</b> - COURBES CONVENTIONNELLES DE TRACTION .....	<b>42</b>
<b>FIGURE II.22</b> - DIFFERENTS TYPES DE PENETRATEURS.....	<b>45</b>
<b>FIGURE II.23</b> - SCHEMA DE L'ESSAI DE DURETE BRINELL.. ..	<b>46</b>
<b>FIGURE II.24</b> - SCHEMA D'UN ESSAI DE DURETE VICKERS. ....	<b>48</b>
<b>FIGURE II.25</b> - EMPREINTES DE DURETE VICKERS .....	<b>48</b>
<b>FIGURE II.26</b> - PHOTO DU MOUTON DE CHARPY .....	<b>51</b>
<b>FIGURE II.27</b> - SCHEMA DE CIRCUIT ELECTRIQUE.....	<b>52</b>

## Chapitre III

<b>FIGURE III.1</b> - OPERATION DE MOULAGE DANS L'USINE.....	<b>53</b>
<b>FIGURE III.2</b> - PRODUITS REALISES DE L'USINE.....	<b>53</b>
<b>FIGURE III.3</b> - PHOTO DE LA MACHINE SCIE A BANDE .....	<b>56</b>
<b>FIGURE III.4</b> - TOUR UTILISE .....	<b>56</b>

<b>FIGURE III.5 - ÉPROUVETTE NORMALISEE.....</b>	<b>57</b>
<b>FIGURE III.6 - OPERATION D'USINAGE.....</b>	<b>57</b>
<b>FIGURE III.7 - ÉPROUVETTES USINEES.....</b>	<b>58</b>
<b>FIGURE III.8 - FRAISEUSE UNIVERSELLE WEYRAUCH.....</b>	<b>58</b>
<b>FIGURE III.9 - ÉPROUVETTE USINEE.....</b>	<b>59</b>
<b>FIGURE III.10 - POLISSEUSE (ROTO POL -22).....</b>	<b>59</b>
<b>FIGURE III.11 - ÉCHANTILLON AVANT LE POLISSAGE .....</b>	<b>60</b>
<b>FIGURE III.12 - ÉCHANTILLON APRES POLISSAGE.....</b>	<b>60</b>
<b>FIGURE III.13 - SPECTROMETRE A EMISSION OPTIQUE (MLP).....</b>	<b>60</b>
<b>FIGURE III.14 - MONTAGE DE L'ECHANTILLON .....</b>	<b>61</b>
<b>FIGURE III.15 - RESULTATS DE L'ANALYSE.....</b>	<b>61</b>
<b>FIGURE III.16 - TRACES DES ETINCELLES.....</b>	<b>62</b>
<b>FIGURE III.17 - MICROSCOPE OPTIQUE UTILISE.....</b>	<b>63</b>
<b>FIGURE III.18 - ÉPROUVETTES NORMALISEES.....</b>	<b>64</b>
<b>FIGURE III.19 - MACHINE D ESSAI DE TRACTION.....</b>	<b>64</b>
<b>FIGURE III.20 - ACCESSOIRES DE LA MACHINE DE TRACTION.....</b>	<b>65</b>
<b>FIGURE III.21 - ÉPROUVETTE POUR ESSAI DE DURETE.....</b>	<b>65</b>
<b>FIGURE III.22 - MACHINE DE DURETE .....</b>	<b>66</b>
<b>FIGURE III. 23-ÉPROUVETTE CHARPY NORMALISEE .....</b>	<b>67</b>
<b>FIGURE III.24 - MACHINE UNIVERSELLE D'ESSAI DE CHARPY .....</b>	<b>67</b>
<b>FIGURE III.25 - REGLAGE DE CADRAN .....</b>	<b>68</b>
<b>FIGURE III.26 - POSITION DE PENDULE EN HAUT.....</b>	<b>68</b>
<b>FIGURE III.27 - POSITION DE PENDULE .....</b>	<b>68</b>
<b>FIGURE III.28 - MONTAGE UTILISE.....</b>	<b>69</b>
<b>FIGURE III.29 - DIFFERENTS MONTAGES DE LA METHODE.....</b>	<b>71</b>
<b>FIGURE III.30 - MONTAGE AVAL .....</b>	<b>71</b>
<b>FIGURE III.31 - ÉPROUVETTE UTILISEE.....</b>	<b>72</b>

## **Chapitre IV**

<b>FIGURE IV.1 - MICROPHOTOGRAPHIE DE L'ACIER .....</b>	<b>74</b>
<b>FIGURE IV.2 -DESSIN DE L'EPROUVETTE.....</b>	<b>75</b>
<b>FIGURE IV.3 -COURBE DE TRACTION .....</b>	<b>76</b>
<b>FIGURE IV.4 - EMPREINTES DU PENETRATEUR.....</b>	<b>76</b>
<b>FIGURE IV.5 -SCHEMA D'ESSAI CHARPY .....</b>	<b>77</b>

<b>FIGURE IV.6 - ÉPROUVETTE TESTEE.....</b>	<b>78</b>
<b>FIGURE IV.7 -MONTAGE DE METHODE DIRECTE.....</b>	<b>78</b>
<b>FIGURE IV.8 -CATALOGUE 1.....</b>	<b>80</b>
<b>FIGURE IV.9-CATALOGUE 2.....</b>	<b>80</b>

## Liste de tableaux

### Chapitre I

<b>TABLEAU I.1 - CATEGORIES DES POLYMERES.....</b>	<b>10</b>
<b>TABLEAU I.2 - EXEMPLES DE CERAMIQUE.....</b>	<b>11</b>

### Chapitre II

<b>TABLEAU II.1 - QUELQUES VALEURS TYPQUES DE CARACTERISTIQUES OPTIQUES. ....</b>	<b>27</b>
---	-----------

### Chapitre III

<b>TABLEAU III.1 - ORGANIGRAMME DE L'ENTREPRISE ALFON.....</b>	<b>54</b>
<b>TABLEAU III.2 - PARAMETRES DE LA MACHINE.....</b>	<b>66</b>

### Chapitre IV

<b>TABLEAU IV.1 - RESULTATS DE L'ANALYSE CHIMIQUE.....</b>	<b>73</b>
<b>TABLEAU IV.2 - CLASSEMENT DES ACIERS.....</b>	<b>74</b>
<b>TABLEAU IV.3 - DIMENSIONS D'EPROUVETTE.....</b>	<b>75</b>
<b>TABLEAU IV.4 - RESULTATS D'ESSAI DE TRACTION.....</b>	<b>75</b>
<b>TABLEAU IV.5 - RESULTATS DE L'EXPERIENCE 2.....</b>	<b>78</b>
<b>TABLEAU IV.6 - TABLEAU RECAPITULATIF.....</b>	<b>79</b>

## Liste d'abréviations :

C :	carbone
Si :	silicium
Mn :	Manganèse
P :	Phosphore
S :	Soufre
Cr :	Chrome
Mo:	Molybdène
Ni:	Nickel
Nb :	Nobium
Al:	Aluminium
Cu:	Cuivre
Co:	Cobalt
B:	Bore
Ti:	Titane
V:	Vanadium
W:	Tungstène
Sn :	Etain
Pb :	Plomb
Mg:	Magnésium
Ce :	Cérium
La:	Lanthane
Ca:	Calcium
Sb :	Antimoine

As: Arsenic

Zn: Zinc

Te: Tellure

Zr : Zirconium

Fe: Fer

MRC : Matériaux de référence certifiés

KCU : Résilience (J/cm<sup>2</sup>)

R<sub>e</sub> : Résistance limite d'élasticité (N/mm<sup>2</sup>)

R<sub>m</sub> : Résistance à la rupture (N/mm<sup>2</sup>)

A : Allongement après la rupture (%)

E : module de Young (N/mm<sup>2</sup>)

HRC : Dureté Rockwell

ρ : Masse volumique (Kg/dm<sup>3</sup>)

R : Résistance (Ω)

I : Courant (A)

U : Tension électrique (V)

S : Section en cm<sup>2</sup>



L'homme préhistorique utilisait les cailloux pour satisfaire ses besoins matériels, c'était l'âge de pierre, en suite il découvrit l'argile, matériau mou et malléable qui était transformé après cuisson en matériau indéformable et imperméable. Vint en suite l'âge du fer et du bronze qui forme en fait l'âge des métaux. Déjà au 15<sup>ème</sup> siècle on préparait empiriquement des alliages binaires qui sont faciles à travailler et plus résistants que leurs constituants, même on savait déjà expérimentalement comment durcir un métal en le trempant ou en le forgeant, mais l'apport scientifique à cette époque était très limité.

Ce n'est qu'au 20<sup>ème</sup> siècle que les chercheurs ont pu établir les bases essentielles et les techniques fondamentales (analyses chimiques, métallographie, etc..) qui ont permis de progresser efficacement dans l'élaboration de nouveaux matériaux.

Le dernier siècle est caractérisé par l'apparition de beaucoup d'alliages, des matériaux réfractaires, des matériaux de construction et sur tout les composés organiques (plastique, caoutchouc, résines, colles, goudron etc..). On a vu évoluer en force dans le domaine de la haute technologie, les céramiques techniques et les matériaux composites qui ont pris l'essor que l'on connaît actuellement, outre cela il y a l'amélioration de la qualité des matériaux, réduction des poids des pièces mécaniques et de leur prix de revient.

Malgré toutes ces nouveautés dans le domaine des matériaux, l'acier et la fonte demeureront les métaux les plus utilisés dans l'industrie et leur caractérisation est toujours d'actualité.

Dans ce travail nous allons étudier et caractériser l'acier disponible au niveau de hall de technologie, on a regroupé notre en quatre chapitres.

Dans le premier chapitre nous présentons les différents types des matériaux

Le deuxième chapitre représente les différentes techniques d'analyses physico-chimiques pour la caractérisation des structures des matériaux.

En ce qui concerne le troisième chapitre c'est notre étude expérimentale (spectrométrie. métallographie. essai de traction..).

Et enfin dans le quatrième chapitre nous présentons les résultats obtenus.

Nous terminons notre travail par des conclusions et perspectives.

## I.1 - Définition

Le matériau est une matière d'origine naturelle ou artificielle, utilisé par l'humain pour la fabrication d'objets caractérisés par leur fonction et leurs propriétés physiques selon son besoin. On peut le définir aussi comme une forme marchande d'une matière première choisie en raison de propriétés d'usage spécifiques, et mise-en œuvre par des techniques appropriées pour l'obtenir sous une forme géométrique.

La science des matériaux étudie les relations à l'échelle atomique de la microstructure et les propriétés mécaniques et permet de concevoir de nouveaux matériaux adaptés à chaque nouvelle application. On distingue deux grandes catégories :

- **Les matériaux de structure:** utilisés essentiellement pour leurs capacités à soutenir des sollicitations mécaniques et/ou thermiques.
- **Les matériaux fonctionnels:** utilisés pour leurs propriétés physiques, telle que la conductivité électrique, magnétisme, propriétés optiques.

## I.2 - Propriétés

C'est une caractéristique correspondant au type et à l'ampleur des réactions d'un matériau exposé à un agent déterminé. Les différentes propriétés sont :

- Propriétés mécaniques.
- Propriétés physiques.
- Propriétés chimiques.

### I.2.1 - Propriétés mécaniques

Parmi les propriétés mécaniques qui sont prises en compte dans la façon de choisir ou d'utiliser le matériau approprié:

- **Elasticité** : l'élasticité est la propriété que possèdent les corps de se déformer sous l'action d'un effort et de revenir exactement à leur forme initiale lorsque l'effort a cessé. On dit que la déformation est élastique. Cette propriété est recherchée pour le choix des métaux utilisés à la fabrication des objets et pièces mécaniques demandant une grande élasticité (exemple: ressorts). Le plomb, l'étain, l'aluminium recuit, l'acier doux recuit est peu élastiques. Le bois, l'acier dur trempé, les aciers mangano-siliceux le sont beaucoup plus.
- **Ténacité** : c'est la résistance qu'offrent les matériaux aux efforts dont l'application est progressive : traction, compression, cisaillement, flexion, torsion.
- **Dureté** : La dureté est la résistance à la pénétration d'un corps par un autre. Elle ne peut se mesurer que par comparaison des matériaux entre eux. Lorsqu'un corps est susceptible d'enrayer un autre, on dit qu'il est plus dur que celui qui a été rayé. . Le corps le plus dur est le diamant.
- **Résilience** : La résilience est la résistance opposée par les matériaux aux efforts brusques ou aux chocs. Elle se mesure par l'énergie nécessaire pour provoquer la rupture des pièces. Un métal fragile à une faible résilience.
- **Endurance** : Aptitude d'un corps de subir des efforts variables en grandeur et en direction avec répétition de ces efforts.

- **Plasticité** : Capacité d'un matériau à se déformer de manière permanente et irréversible avant rupture. À l'échelle microscopique, la déformation plastique s'apprécie au travers de la déformation des grains métallurgiques.

- **Ductilité** : Propriété purement géométrique qui traduit la capacité d'un matériau à se déformer avant rupture et ne préjuge pas de la contrainte nécessaire pour la provoquer. Les métaux plastiques, dont la résistance est insuffisante, ne peuvent être étirés, ils ne sont donc pas ductiles.

- **Fluidité** : Les métaux à l'état liquide occupent plus ou moins facilement la forme des moules dans lesquels ils sont coulés ; ils sont plus ou moins fluides. Avec un métal très fluide, on pourra donc couler des pièces présentant de nombreux et minutieux détails .En général, plus la température d'un métal augmente, plus sa fluidité devient grande.

- **Fatigue** : est un processus (succession de mécanismes) qui, sous l'action de contraintes ou déformations variables dans le temps, modifie les propriétés locales d'un matériau et peut entraîner la formation de fissures et éventuellement la rupture de la structure.

- Remarque : il existe des essais particuliers permettent de définir avec précision chacune des propriétés énoncées si dessus.

### I.2.2 - Propriétés physiques

En ce qui concerne ces propriétés physiques, un matériau dispose les aspects suivants :

- **Conductibilité électrique** : c'est la propriété que possèdent certains corps d'opposer une résistance plus ou moins grande au passage du courant électrique. Le cuivre et ses alliages, l'aluminium conduisent très bien l'électricité et sont employés pour la fabrication de lignes électrique et appareillages. D'autre comme les alliages chrome-nickel, la conduisent très mal.

- **Conductibilité thermique** : c'est la propriété que possèdent corps de transmettre plus ou moins bien la chaleur. Tous les métaux sont, en général, bon conducteurs de chaleur comme par exemple : l'acier, l'argent, le cuivre, l'aluminium, le laiton, le zinc, l'étain.

- **Ferromagnétisme** : Les matériaux ferromagnétiques possèdent la propriété de devenir magnétiques, c'est-à-dire de s'aimanter, lorsqu'ils sont placés dans un champ magnétique et de conserver une partie de ce magnétisme lorsque le champ est supprimé.

- **Comportement optique** : indice de réfraction, réflectivité, .....

- **Fusibilité** : c est la propriété que possèdent certains corps de passer de l'état solide a l'état liquide sous l'action de la chaleur. Elle est caractérisée par la température de fusion. Le corps sera d'autant plus fusible que sa température de fusion. Le corps sera d' autant plus que sa Température de fusion sera basse .par exemple : zinc 420°, aluminium 650° aciers 1300° à 1500°.

- **Soudabilité** : C'est la possibilité de lier deux morceaux d'un même métal sous l'action de la chaleur, combinée quel que fois avec un traitement mécanique choc ou pression.

- **Masse volumique** : La masse volumique est une grandeur physique qui caractérise la masse d'un matériau par unité de volume et est le synonyme moderne des expressions désuètes « densité absolue » et « densité propre », ou encore « masse spécifique ».

L'unité de mesure de la masse volumique dans le système international par mètre cube ( $m^3$  ou  $kg/m^3$ ). La masse volumique varie selon plusieurs paramètres. Elle dépend notamment de La température et, particulièrement pour les gaz, de la pression.

### I.2.3 - Propriétés chimiques

D'un point de vue chimique, le matériau possède plusieurs propriétés à savoir :

- **Composition** : métal pur ou alliage, nature et teneur des constituants, hétérogénéité.
- **Corrosion** : comportement du métal face aux acides ou aux agents corrosifs (humidité, vapeur, sels en dissolution, etc.).
- **Oxydation** : c'est la dégradation d'un matériau, et on peut définir que la perte d'un ou plusieurs électrons présents dans un atome, un ion ou molécule.
- **Inflammabilité** : est la capacité d'une matière à s'enflammer plus ou moins facilement au contact d'une flamme, d'une étincelle ou bien d'une température élevée. Par exemple, l'éther, le méthanol, et le soufre sont des produits chimiques très inflammables.

### I.3 - Classification des matériaux

On estime entre 100000 et 150000 matériaux disponibles pour l'ingénieur. On peut les regrouper en quatre grandes familles suivant la figure I.1.

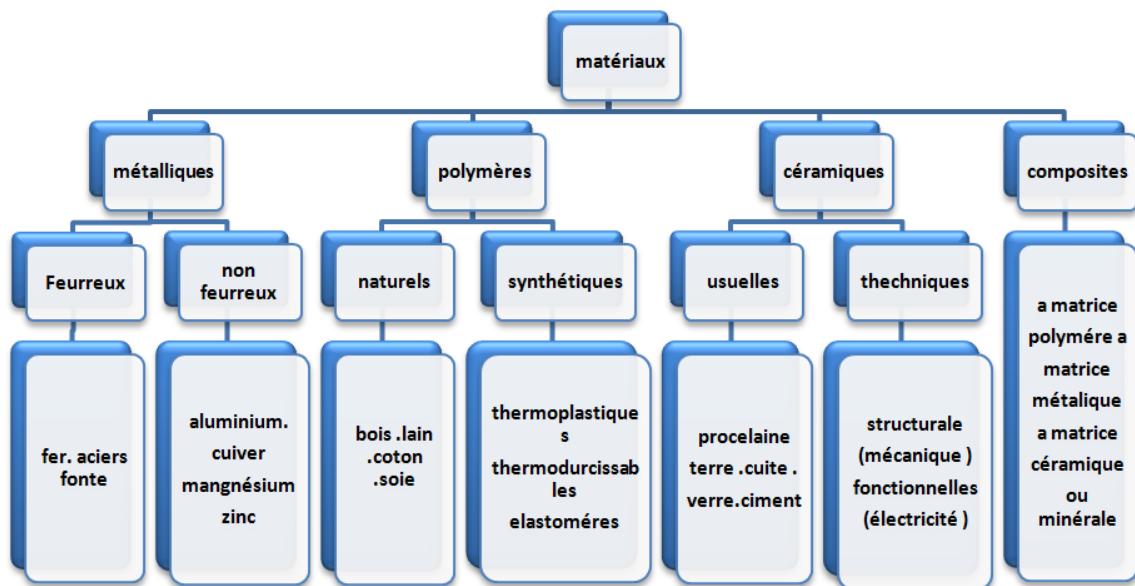


Figure I.1 - Classification des matériaux

#### I.3.1 - Matériaux métalliques

Le métal est un élément chimique caractérisé par une forte conductivité thermique, électrique et sa densité. Il a un éclat particulier dit « éclat métallique ». On l'obtient soit par réduction à haute température de leurs oxydes en présence de carbone (ex: fer) ou par électrolyse à haute température (ex: aluminium). Ce sont les matériaux les plus employés pour les applications structurales. Ils sont capables de se déformer de manière permanente (ductiles) ce qui permet de réaliser des opérations de mise en forme par déformations plastiques (emboutissage, forgeage, estampage..).



**Figure I.2** - Pièce de fonderie en aluminium



**Figure I.3** - Pièce en acier

- **Un alliage** est un mélange de deux éléments chimiques ou plus. Le constituant principal reste métal. Il est possible de moduler les propriétés des alliages en faisant varier les proportions relatives de leurs différents constituants. Chaque alliage a sa désignation normalisée (**voir annexes...**). Parmi les alliages connus nous avons :

✓ **Acier doux**: sont des alliages de fer avec du carbone et des impuretés. Ils sont ceux qui contiennent le moins de carbone- moins de 0.25%. Ils sont relativement ductiles ; faciles a transformé sous forme tôles profilés en U, I..., ou barres et ils sont les moins chers de tous les matériaux de structure. Utilisé pour le renforcement du béton armé.



**Figure I.4** - Câble de treuil en acier



**Figure I.5** - Construction en acier (béton armé)

✓ **Aciers faiblement alliés** : c'est un acier qu'on a ajouté du manganèse (Mn) du nickel (Ni) du molybdène (Mo) ou du chrome (Cr). En ajoutant aussi un peu de vanadium (V), on crée une dispersion de carbures qui confèrent une bonne résistance mécanique tout en conservant ténacité et ductilité.

Les aciers au chrome -molybdène sont utilisés dans certains éléments de structure en aviation ou d'autres pièces à haute résistance et les aciers au chrome –vanadium sont utilisés pour les arbres d'hélices et les outils de haute qualité (figure I.6 et figure I.7). Leur composition est :

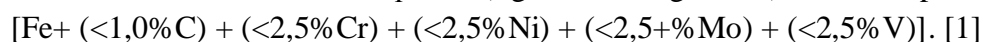


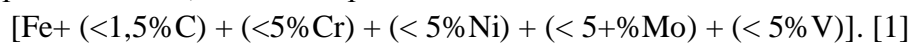


Figure I.6 - Tarauds à main



Figure I.7 - Arbre à came et bielle

✓ **Aciers fortement alliés** : sont des aciers au carbone avec une teneur totale en éléments d'alliage supérieure à 5 %, et leur composition écrite sous forme :



✓ **Aciers inoxydables** : Les aciers inoxydables sont des alliages de Fer avec du chrome, des nickel et plus quatre ou cinq autres éléments. Cette opération d'alliage transforme l'acier au carbone, qui rouille et être vulnérable à une fragilité aux températures inférieures à l'ambiante, en un matériau qui ne présente aucun de ces deux inconvénients. De fait. Et la plupart des aciers inoxydables résistent à la corrosion dans les environnements courants. On trouve dans plusieurs secteurs (ustensiles de cuisine, élément d'architecture métallique, équipement de industrie chimique...). Leur composition est la suivante:

$\text{Fe} + (<0,25\% \text{C}) + 16 \text{ à } 30\% \text{Cr} + 3,5 \text{ à } 37\% \text{Ni} + (<10\% \text{Mn}) + \text{si}, \text{P}, \text{S} (+\text{N pour certaines nuances}). [1]$



Figure I.8 - Exemples d'acier inox d'équipement industrie chimique et ustensiles de cuisine



Figure I.9 - Eléments de roulement

- Remarque : Ils existent d'autres aciers et chacun a son domaine d'utilisation et sa méthode d'obtention.

✓ **Fontes** : Les fontes contiennent plus de 2 %C et toutes terminent leur solidification Au palier eutectique à 1 148 ou 1 153°C (figure I.10). Leur aptitude au moulage et leur nom de « fontes » proviennent de cette basse température de solidus. Ce sont des matériaux bon marché mais dans l'ensemble plus fragiles que les aciers, elles peuvent subir des traitements thermiques et contenir des éléments d'alliages. Sont utilisées pour des pièces très sollicitées comme les engrenages ou les éléments d'automobile.

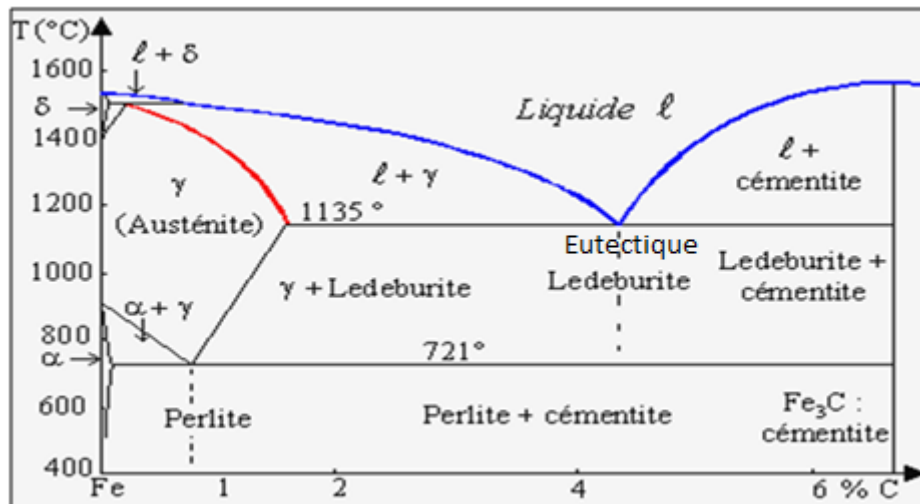


Figure I.10 - Diagramme fer/Carbone

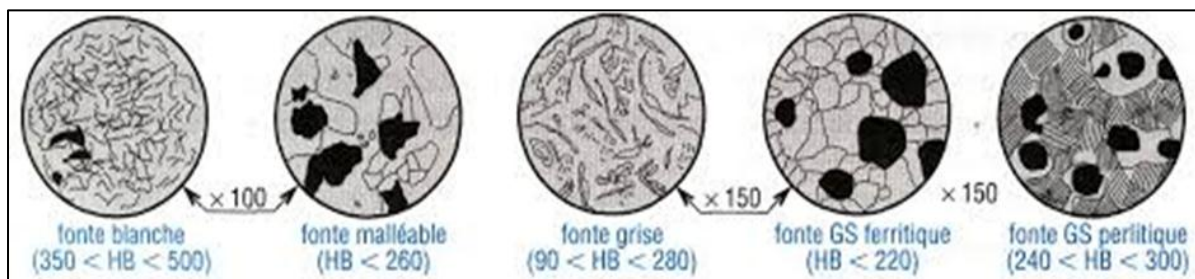


Figure I.11 - Différents structures des fontes [1].

- Parmi les fontes qui sont plus connues, on distingue :

- **Fonte grise** : contient une assez forte proportion de carbone (de 3 à 4%). Elle a une teneur en silicium assez élevée (1.5 à 2,5%). Grâce à la présence du silicium, le carbone se trouve, en majeure partie, à l'état de graphite. C'est la présence des cristaux de graphite qui donne la teinte grise à la cassure de la fonte. Elles sont assez peu résistantes aux efforts de traction (130 à 150N/mm<sup>2</sup>). Elles se moulent très bien et s'usinent facilement, peu malléables, elles ne peuvent être ni forger ni laminier.

- **Fontes blanches** : l'obtention des fontes blanches est favorisée par la présence de manganèse (Mn), qui provoque la formation de la cémentite et empêche le carbone de se précipiter sous forme de graphite libre ainsi qu'un refroidissement lent. Il existe les fontes malléables à cœur blanc à cœur noir.

- **Fontes malléables** : elles sont obtenues par deux traitements thermiques effectués sur les pièces coulées en fonte blanche aux formes définitives.



**Figure I.12** - Vanne opercule en fonte



**Figure I.13** - Pièces mécaniques (en fonte)

✓ **Aluminium et ses alliages** : Ce sont des métaux non ferreux, leur le métal de base est l'aluminium. Il est classé par mis les alliages légers. Son minerai est abondant dans l'écorce terrestre. On distingue deux familles d'alliages d'aluminium, les alliages de fonderie et ceux de corroyage .Il contient des additions comme Cu, Mg, Si, Mn, Zn, pour améliorer leur caractéristique mécanique, une bonne résistance à la corrosion et une forte conductivité thermique et électrique.



**Figure I.14** - Radiateur de moteur



**Figure I.15** - Pédale de frein et embrayage



✓ **Magnésium et ses alliages** : le magnésium est un métal pratiquement impossible à Distinguer de l'aluminium par sa couleur, mais de plus faible densité c'est plus léger du trio Des métaux légers (les deux autres partenaires étant l'aluminium et le titane). On trouve le dans le matériel de sport comme les bicyclettes, accessoires de marine, a composition : [Mg +élément d'alliage, par ex : Al, Mn, Si, Zn, Cu]. [1]



**Figure I.16** - cadre d'un vélo en Alliage de magnésium

- Remarque : il y a d autre alliage par exemple alliages de titane, alliage de cuivre, alliage de zinc, alliage magnésium. Est chaque des alliages a un domaine d'utilisation.

### I.3.2 - Matériaux organiques

Ce sont des matériaux d'origine animale, végétale ou synthétique. Ils tirent leurs propriétés de la coexistence de deux types de liaisons atomiques :

- Les liaisons covalentes fortes et rigides, qui constituent des macromolécules dont le squelette est en général une chaîne carbonée.
- les liaisons covalentes faibles qui sont flexibles et facilement rompues, elles assurent la cohésion entre les chaînes macromoléculaires. Par exemple Le bois, Le coton et la soie.



**Figure I.17** - Soie et ver à soie






**Figure I.18** - Bois

✓ **Polymères et élastomères**

Les polymères et élastomères sont obtenus par synthèse chimique à partir des hydrocarbures Ou de la biomasse. Ils possèdent de faibles propriétés (inférieures à ceux des métaux). Mais ils peuvent être résistants, et ils peuvent se déformer d'une façon Importante. Leurs propriétés dépendent fortement de la température, Ils résistent à la corrosion et ont des coefficients de frottements faibles. Supporte des très grandes déformations avant rupture. On peut les classer en 3 catégories suivant le tableau I.1 :

**Tableau I.1 - Catégories des Polymères [1]**




<b>Thermoplastiques</b>	<b>Thermodurcissables</b>	<b>Elastomères de synthèse</b>
<p>Ce sont les plus utilisés, ils ramollissent et se déforment à la chaleur. Ils peuvent être refondus et remis-en œuvre plusieurs fois.</p> <p>Exemples :</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>▪ PVC.</li> <li>▪ Polystyrène, Nylon.</li> <li>▪ Plexiglas.</li> </ul>	<p>Ils durcissent sous l'action de la chaleur. Une fois créé, on ne peut plus les remodeler par chauffage.</p> <p>Exemples :</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Epoxyde</li> <li>▪ Polyester</li> </ul>	<p>Ils reprennent leur forme après déformation, ils sont caractérisés par une très grande élasticité. On peut les obtenir à partir du latex, sève blanchâtre tirée de l'arbre (l'hévéa). On peut également les fabriquer à partir du pétrole, du caoutchouc synthétique.</p> <p>Exemples :</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>▪ néoprène</li> </ul>
 <p><b>Figure I.19 - Pièces en PVC</b></p>	 <p><b>Figure I.20 -</b> Tissu en polyester</p>	 <p><b>Figure I.21 -</b> Combinaison étanche en néoprène</p>


### I.3.3 - Matériaux minéraux

#### ➤ Les céramiques :

Ce sont des matériaux inorganiques et non métalliques (les plus anciens utilisés par l'homme (10000 ans environ), ils sont constitués par des ensembles de grains et de poudre soudés entre eux par traitement thermique sans fusion (frittage). Ils sont très dures, très rigides et résistent à la chaleur (réfractaire), leur conductibilité thermique et électrique est très faible, il résiste à la corrosion et à l'abrasion, mais sont très fragiles. Les caractéristiques et les exemples d'utilisation sont cités sur le tableau I.2. A côté des céramiques traditionnelles, on rencontre une grande variété de céramiques techniques indispensables à la réalisation d'un grand nombre d'activités technologiques dans les secteurs des plus divers : mécanique électrotechnique, chirurgie, optique, industrie nucléaire.

**Tableau I.2 - Exemples de céramique**

Types	Caractéristiques générales	Exemples d'utilisation
<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Terres cuites</li> </ul>	Porosité : 15a 30% Température de cuisson : 950a 1050°C	briques .tuiles. 
<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Faïences</li> </ul>	Porosité : 10a 15% Surface émaillée ; opaques Température de cuisson : 950a 12000°C	Equipement sanitaires. 
<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Grés</li> </ul>	Porosité : 0,5a 3% Surface vitrifiée Température de cuisson : 1100 à 1300°C	Carreaux de sol 

<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Porcelaines</li> </ul>	<p>Porosité : 0 à 2%          Surface vitrifiée ;          translucides          Température de cuisson :          1100 à 1400°C</p>	
---	--	--

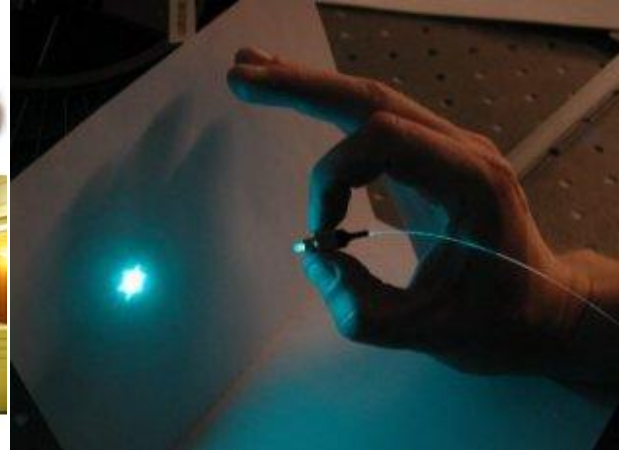
➤ **Verres :**

Utilisé depuis plus de 3000 ans, le verre est la plus ancienne matière artificielle. C'est un Mélange d'oxydes, principalement de silice  $\text{SiO}_2$ , qui ne cristallise pas facilement au refroidissement à partir de l'état liquide. Le verre pur est transparent et incolore comme du cristal. L'ajout d'oxydes métalliques permet d'obtenir une large gamme de couleurs (le nickel, donne une teinte violette, le cobalt donne du bleu, le chrome du vert .l'addition de Fer donne un matériau qui absorbe les longueurs d'ondes dans la gamme des infrarouges.

Ce mélange est broyé et chauffé à 1500°C. Ils sont fragiles et possèdent une faible tolérance aux concentrations des contraintes comme les fissures, On les trouve dans plusieurs secteurs industriels et chimiques. Quelques exemples d'utilisation sont donnés par les figures I.22 et I.23.



**Figure I.22 - Vitrage**



**Figure I.23 - Fibre optique**

### I.3.4 - Matériaux composites

On peut les classer suivant la figure suivante :

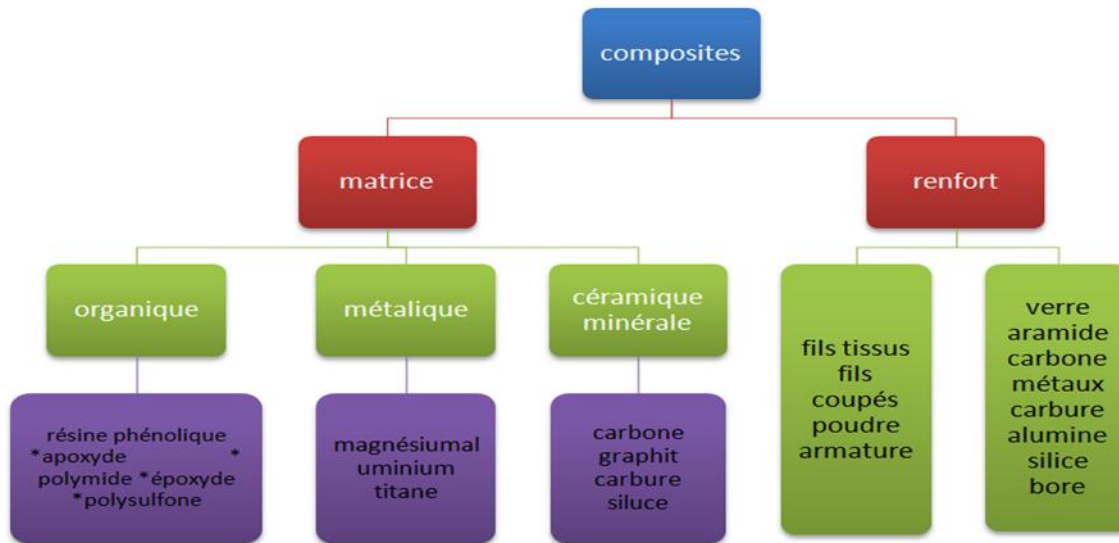


Figure I.24 - Classification des composites

Un matériau composite peut être défini d'une manière générale comme l'assemblage de deux ou plusieurs matériaux, l'assemblage final ayant des propriétés supérieures aux propriétés de chacun des matériaux constitutifs. Ils combinent un matériau de renfort, dispersé sous forme de particules, fibres courtes ou fibres longues, au sein d'une matrice qui les enrobe. Ils sont légers, rigides et résistants et peuvent être tenaces. La majorité des composites disponibles aujourd'hui sont à matrice polymère (en général époxyde ou polyester) renforcés par des fibres de verre, carbone, ou kevlar (est une fibre synthétique qui possède de très bonnes propriétés mécaniques en traction).

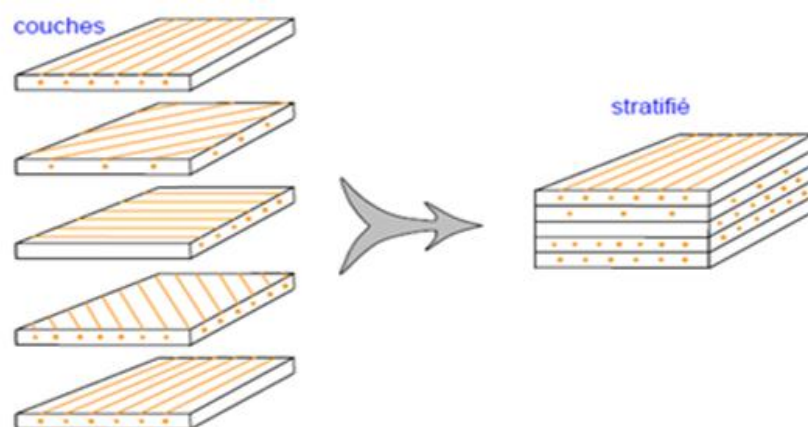


Figure I.25 - Structure d'un matériau composite

### I.3.5 - Matériaux intelligents

Un matériau intelligent est sensible, adaptatif et évolutif. Il possède des fonctions qui lui permettent de se comporter comme un capteur (détecter des signaux), un actionneur (effectuer une action sur son environnement) ou parfois comme un processeur (traiter, comparer, stocker des informations). Ce matériau est capable de modifier spontanément ses propriétés physiques par exemple sa forme, sa connectivité, sa viscoélasticité ou sa couleur, en réponse à des excitations naturelles ou provoquées venant de l'extérieur ou de l'intérieur du matériau. Par exemple des variations de température, des contraintes mécaniques, de champs électriques ou magnétiques. Le matériau va donc adapter sa réponse, signaler une modification apparue dans l'environnement et dans certains cas, provoquer une action de correction. Il devient ainsi possible de détecter des faiblesses de structures dans le revêtement d'un avion, des fissures apparaissant dans un bâtiment ou un barrage en béton, réduire les vibrations de pales d'hélicoptère, ou insérer dans les artères des filtres qui se déploieront pour réduire le risque de dispersion de caillots sanguins.

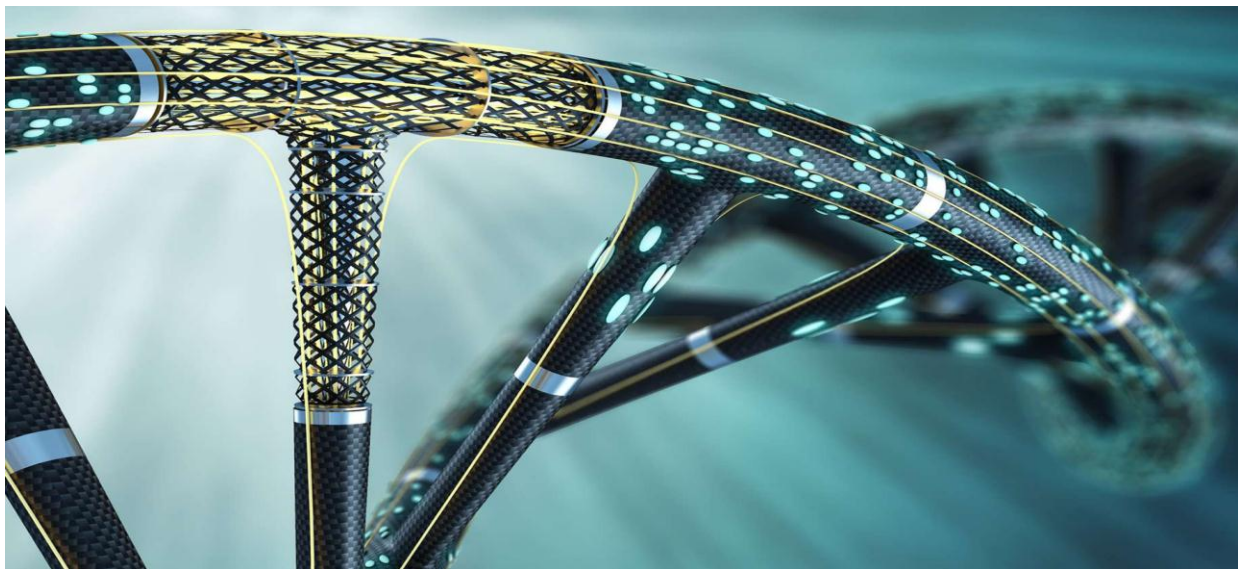


Figure I.26 - Matériau intelligent

### I.4 - Conclusions

Nous avons présenté dans ce chapitre les différents matériaux utilisés en construction mécanique d'une façon générale et succincte. Les recherches sont toujours d'actualité pour les nouveaux matériaux et axées sur l'impact environnemental.

## II.1 - Introduction

Ce chapitre présente les différentes techniques d'analyses physico-chimiques pour la caractérisation des structures des matériaux.

## II.2 - Techniques d'analyses chimiques

### II.2.1 - Introduction

La diversité et la très haute complexité et technicité des alliages métalliques ont accru la nécessité de contrôler la composition chimique de ces matériaux aux différents stades de leur élaboration. En effet, l'analyse doit pouvoir suivre au plus près la production, si certains paramètres peuvent être analysés a posteriori, d'autres doivent pouvoir être ajustés en cours d'élaboration (cas de la teneur en carbone et de celle en silicium dans une fonte par exemple).

Globalement deux grandes voies d'analyse s'offrent:

- les méthodes de référence ou absolues,
- les méthodes indirectes ou relatives.

Pour les premières, le résultat de la mesure permet d'accéder directement à la teneur recherchée moyennant parfois un calcul simple. Les appareillages sont en général relativement simples à mettre en œuvre (balances, PH-mètres, potentiomètres, ...).

Pour les secondes, il est indispensable d'avoir recours à un étalonnage. En effet, le signal détecté ne permet pas de remonter directement à la teneur en un élément, il faut donc corrélérer le signal à des concentrations connues en cet élément, afin de pouvoir tracer une courbe signal = f(concentrations). La construction d'un étalonnage est de toute évidence le pré requis pour la mise en œuvre de ce type d'analyse. Pour les déterminations sur massif, il faut pouvoir disposer d'échantillons de référence pour établir les étalonnages, alors que pour les déterminations par voie humide, l'étalonnage se fait, selon les besoins spécifiques, à partir de produits primaires. Il n'existe pas de techniques meilleures que d'autres, mais en fonction du besoin, l'une ou l'autre sera privilégiée. Aussi il apparaît difficile de classer les techniques par ordre d'importance. Néanmoins, les contraintes économiques qui touchent tous les laboratoires de façon différente (contraintes de délais, de savoir-faire ou de coûts notamment) incitent ces derniers à utiliser principalement les techniques dites relatives.

Parmi les éléments de la réflexion qui permettent d'orienter un échantillon vers telle ou telle technique, le premier est le plus souvent la forme de l'échantillon. Ainsi dans le cas de matériaux métalliques, il peut s'agir de résidus d'usinage ou d'un prélèvement sous forme de copeaux, de broyages, voir de poudre, d'un morceau de pièce, d'un barreau, d'une médaille ou d'un champignon directement destiné à l'analyse, ou encore d'une éprouvette destinée aux essais mécaniques.

On classera ces différents prélèvements possibles en deux catégories:

- les matériaux divisés,
- les matériaux massifs.

Face au vaste choix de techniques disponibles, l'analyste peut prétendre, dans des conditions tout à fait satisfaisantes, à l'analyse pour un échantillon métallique :

- De la matrice de base.
- Des éléments d'alliages (quelques %),
- Des traces, voire des ultratrace.

Cependant, en matière de caractérisation d'un alliage, selon la matrice de base, il existe des habitudes issues des normes des produits. Ainsi pour les alliages de cuivre, «tous» les éléments sont analysés: Cu, Sn, Pb, Zn, Fe, Ni, Al, Si, S, F et Sb. En revanche, dans le cas d'un alliage d'aluminium, seuls les éléments d'alliage et quelques traces sont pris en compte, la détermination de l'élément de base (aluminium) n'est jamais envisagée. Enfin parmi les techniques décrites, nombreuses sont celles qui peuvent être appliquées à d'autres matériaux, en particulier les verres et les céramiques.

## **II.2.2 - Préparation des échantillons**

### **II.2.2.1 - Matériaux divisés**

Les matériaux divisés seront traités par «voie humide» et la solution pour analyse peut s'obtenir selon deux voies: par dissolution acide ou basique, ou par fusion.

Cette étape de mise en solution est essentielle, car elle permet d'obtenir un milieu homogène compatible avec les méthodes analytiques.

#### **✓ Mise en solution par dissolution**

La mise en solution débute par l'attaque, qui consiste à détruire l'échantillon par un milieu généralement agressif, puis, s'il y a lieu, le «résidu» est repris par un réactif. Le choix des réactifs de mise en solution des alliages métalliques dépend de la matrice, de l'élément à doser et de son comportement en solution, ainsi que de la technique d'analyse retenue. Enfin, il doit permettre d'obtenir une solution stable, au moins pendant le temps de l'analyse. D'une façon générale, les mises en solution acide seront à privilégier par rapport aux mises en solution par addition de fondants, qui introduisent dans le milieu des quantités importantes de sels. Les ions sulfuriques et phosphoriques sont souvent peu recommandés, car fortement perturbateurs dans de nombreux cas. Les milieux les plus favorables sont en général les milieux nitriques et chlorhydriques. Les solvants peuvent accroître les sensibilités de dosage, mais également perturber le régime des flammes utilisées et provoquer des carbonisations au niveau du brûleur.

#### **✓ Mise en solution par fusion**

Certaines matrices métalliques ne peuvent être suffisamment détruites par une attaque acide. C'est le cas notamment des ferroalliages à forte teneur en carbone. Il faut alors avoir recours à une fusion qui consiste à porter à haute température l'échantillon mélange à un fondant.

Le culot de fusion est ensuite repris par un réactif approprié, en général un acide dilué. Le chauffage peut avoir lieu sur flamme, par arc électrique, des fours à induction, ou dans des fours à micro-ondes.



### II.2.2.2 - Matériaux massifs

Le surfaçage des échantillons métalliques massifs permet de mettre à niveau la surface de l'échantillon, d'enlever la couche d'oxydes superficiels ou éventuellement la couche de traitement de surface. Il peut se réaliser par simple abrasion sur bande ou rouleau, ou par usinage (fraisage). L'homogénéité du surfaçage est un facteur extrêmement important pour une bonne répétabilité des résultats. Pour l'analyse d'éléments non volatils, lorsque la forme et/ou la structure d'un échantillon de fonte, d'acier, d'alliage d'aluminium ou de zinc n'est pas adaptée pour l'analyse sur massif, une refusions est alors nécessaire. Elle consiste à placer l'échantillon dans un four de refonte, afin d'obtenir une pastille de dimension calibrée.

### II.2.2.3 - Matériaux de référence (MR)

La norme NF A 05-201 donne la définition des matériaux de référence. Les matériaux de référence certifiés (MRC) sont des matériaux homogènes de composition bien connue et invariable dans le temps, destinés à établir la valeur d'une méthode ou à contrôler la qualité de l'exécution d'une analyse [2].

Dans les laboratoires, les MRC sont essentiellement utilisés pour:

- établir la valeur d'une méthode, en particulier sa justesse (étalonnage),
- vérifier l'application correcte de la méthode,
- contrôler le bon état de marche d'un appareillage complexe.

## II.2.3 - Méthodes d'analyse absolue

### II.2.3.1 - Gravimétrie

La gravimétrie est une technique qui repose sur la pesée d'une espèce de composition obtenue après une ou plusieurs séparations. La séparation est obtenue soit par précipitation, soit par électrolyse. Cette méthode a néanmoins aujourd'hui perdu de son importance, en raison du nombre d'opérations minutieuses de séparation qu'elle exige.

#### ✓ Séparation par précipitation

L'élément à déterminer est précipité sous forme de sel insoluble, et séparé de la solution de départ par filtration et/ou évaporation. L'appareil de mesure est une balance, microbalance, (voire ultramicrobalance), dont la précision est définie par teneur relative tolérée sur le résultat (une niasse de 500 mg mesurée à 0,1 mg près est mesurée avec une précision de 0,02%).

#### ✓ Séparation par électrolyse

L'électrolyse consiste en une réaction forcée. On provoque cette réaction, inverse de la réaction spontanée, en apportant de l'énergie électrique au système chimique, c'est-à-dire en inversant le sens de passage du courant.

Dans la pratique, deux électrodes inattaquables par la solution d'échantillon sont reliées à un générateur de courant électrique et plongées dans une solution. Des électrons partent de l'anode pendant qu'une même quantité arrive à la cathode.

### II.2.3.2 - Volumétrie

La volumétrie est un procédé d'analyse quantitative qui consiste à verser un volume de réactif spécifique et de concentration connue dans un volume connu de solution à doser, et à mesurer le volume de la solution. La fin du dosage est déterminée à l'aide d'un indicateur physico-chimique (changement de couleur, précipitation...) ou par potentiomètre. Les réactions d'oxydo-réduction sont la base de très nombreux dosages volumétriques.

### II.2.3.3 - Potentiométrie

La potentiométrie est une technique d'analyse volumétrique qui met enjeu le suivi des potentiels au cours de la réaction. Pour mesurer le potentiel, on utilise une électrode indicatrice plongée dans la solution à mesurer, et une électrode de référence. Entre ces deux électrodes se crée une force électromotrice mesurée par un voltmètre.

### II.2.3.4 - Autres méthodes

Il existe d'autres méthodes d'analyse de type volumétrique:

- La **complexométrie** est une méthode dont la fin de la réaction est marquée par la formation d'un complexe, détecté en général par un indicateur coloré spécifique.
- L'**acidimétrie** est une étape de détection d'un titrage acido-basique suivi à l'aide d'un indicateur coloré.

## II.2.4 - Méthodes d'analyse relative

D'une façon générale, un atome se trouvant dans son état fondamental, il est parfaitement stable. Si on lui fournit une quantité d'énergie suffisante, un ou plusieurs électrons peuvent être rejetés sur des orbites plus éloignées et donc passer à des niveaux d'énergie supérieure. Cet état d'excitation de l'atome est instable et les électrons reviennent spontanément sur leur orbite stable d'énergie minimum en restituant l'énergie reçue sous forme d'un rayonnement. Lorsqu'un atome est excité, il émet des radiations qui le caractérisent. L'ensemble de ces radiations constitue le spectre d'émission de l'atome.

### II.2.4.1 - Spectrométrie d'Emission optique (SEO)

La spectrométrie d'émission optique est une méthode rapide et fiable d'analyse élémentaire des solides conducteurs, dont la découverte remonte au siècle dernier. Il s'agit d'une méthode comparative et multi-élémentaire, basée sur l'étude de l'émission optique d'un spectre issu de l'excitation des atomes d'un échantillon. De nos jours, cette technique est utilisée de façon systématique en sidérurgie, en métallurgie et en fonderie, pour la mise au point, la production et le contrôle de qualité des métaux et des alliages. Les principales caractéristiques physico-chimiques des échantillons métalliques auront une influence plus ou moins importante sur le signal détecté. Il apparaît donc comme indispensable de disposer, pour l'étalonnage du spectromètre, d'une gamme d'échantillons connus (nature, composition chimique et structure les plus proches possibles de l'échantillon à analyser) souvent appelés **pions de calibrage**. Ce

sont des échantillons dont la réponse est la plus constante possible. Ils peuvent être des MRC ou MR. Enfin, au cours de chaque série, l'analyse de témoins permettra de surveiller la dérive éventuelle du spectromètre et d'envisager, le cas échéant, un ajustage appelé **recalibration**.

### ✓ Appareillage

Un spectromètre d'émission (figure II.1) se compose de trois parties principales: une source d'excitation, un système optique et un dispositif de détection. Des moyens informatiques de traitement, de stockage et de transmission des données lui sont associés.



**Figure II.1** - Spectromètre à émission optique (SEO-ARL. Thermo Electron).

Il existe deux types de sources utilisées pour l'analyse des matériaux métalliques, qui ont donné leur nom à deux techniques dont les applications sont sensiblement différentes:

- la spectrométrie d'émission à étincelle,
- la spectrométrie d'émission à décharge luminescente.

### ✓ Excitation par étincelle

En spectrométrie d'étincelle, la source d'émission se compose d'un statif d'étincelage et d'un générateur approprié. L'échantillon à analyser est fixé sur un socle et fermé la chambre d'étincelage. Une électrode fait face à l'échantillon. L'étincelle monodirectionnelle se forme entre cette électrode qui sert de cathode et l'échantillon qui sert d'anode. Un courant de gaz neutre (argon par exemple) chasse hors de la chambre l'aérosol de particules métalliques créé par la décharge. Pour effectuer une analyse, on utilisera un grand nombre d'étincelles qui attaquent une zone de l'échantillon d'environ 1 cm<sup>2</sup>. Les paramètres de l'étincelle, tension de charge, valeur des composants du circuit principal, fréquence de répétition et durée total de l'analyse, forment un ensemble de conditions qui sont prédéfinies en fonction des applications

analytiques. Dès lors qu'un nombre suffisant de matériaux de référence sont disponibles pour établir une courbe d'étalonnage, la plupart des matrices sont analysables par cette technique.

#### ✓ **Excitation par décharge lumineuse**

La spectrométrie d'émission optique à décharge lumineuse (SDL), en anglais GDOS (Glow Discharge Optical Spectroscopy), est une technique utilisant une lampe à décharge lumineuse. Cette lampe fonctionne sur le principe d'un tube cathodique. Il n'y a donc pas de volatilisation de l'échantillon. L'énergie mise en jeu pour l'excitation des atomes est l'énergie cinétique des particules chargées. Comme en étincelle, la lumière émise est ensuite envoyée dans le spectromètre optique. A l'aide de cette technique, il est facile de déterminer la composition d'un acier «inox», avec de 0,10 à 35% de nickel et de 0,10 à 25% de chrome.

#### **II.2.4.2 - Spectrométrie d'émission à plasma (SEP)**

En spectrométrie d'émission à plasma, la démarche consiste également à mesurer l'émission atomique d'un échantillon par une technique de spectroscopie optique. Les échantillons, après mise en solution, sont nébulisés, et l'aérosol ainsi produit est transporté vers une torche à plasma où se déroule l'excitation. Les spectres d'émission atomique caractéristiques des éléments sont dispersés par un spectromètre à réseau, et l'intensité des raies est évaluée par des tubes photomultiplicateurs (SEP simultanée) ou un photomultiplicateur (SEP séquentielle). L'étalonnage étant constitué de solutions préparées à l'aide de produits primaires, la gamme des possibilités est «infinie». Le plasma est un gaz partiellement ionisé, électriquement neutre à l'échelle macroscopique. Les propriétés mécaniques des plasmas sont identiques à celles des gaz neutres. Au contraire, leurs propriétés électromagnétiques sont différentes du fait de la présence d'électrons en mouvement. Leurs températures sont beaucoup plus élevées que celles des flammes utilisées en SAA (4000 K à 15 000 K), et ils peuvent ainsi non seulement dissocier des molécules, mais également porter les espèces ainsi formées (atomes ou ions) à un niveau d'énergie supérieur.

#### ✓ **Appareillage**

Une installation d'analyse par spectroscopie à plasma (figure II.2) comprend les éléments suivants:

- le compartiment de torche à plasma + système d'alimentation en gaz pour le fonctionnement du plasma,
- le générateur haute fréquence, qui va apporter l'énergie externe au plasma,
- le système d'introduction de l'échantillon devant assurer une bonne pénétration de l'aérosol dans le plasma et un temps de séjour élevé,
- le système optique permettant d'analyser le spectre émis par le plasma,
- le système de traitement du signal.

La plupart des plasmas utilisés comme sources d'excitation en spectrométrie d'émission sont produits à la pression atmosphérique (facilité et rapidité d'introduction de l'échantillon).

Les plus couramment utilisés sont les plasmas inductifs en haute fréquence. Le couplage s'effectue à l'aide d'un inducteur entourant une torche par laquelle arrive le gaz plasmagène. D'où la désignation la plus courante de la technique: ICP (*Inductively Coupled Plasma*).



**Figure II.2** - Spectromètre d'émission à plasma (Shpo. Horiba/Jobin-Yvon),

La durée d'analyse d'un échantillon est de l'ordre de quelques minutes, qui s'ajoutent à la durée de la préparation de la solution d'échantillon et de l'étalonnage.

#### II.2.4.3 - Spectrométrie d'Absorption Atomique (SAA)

Très répandue dans les laboratoires il y a encore une vingtaine d'années, la Spectrométrie d'Absorption Atomique (SAA) est aujourd'hui très largement devancée par la Spectrométrie d'Emission à Plasma (SEP), en effet la SAA est une technique d'analyse mono-élémentaire, ce qui la rend beaucoup plus lente que la SEP pour l'analyse d'un alliage. L'énergie d'excitation d'un électron peut être d'origine thermique, cinétique ou lumineuse. Dans le cas de la SAA, cette énergie est lumineuse. En effet, les photons pourront être absorbés par les atomes du niveau fondamental et se trouveront ainsi « projetés » sur un niveau d'énergie supérieur. Puis, rapidement, l'électron reviendra dans sa position la plus stable : c'est le retour à l'état fondamental en émettant un photon de même énergie que celle du photon qui avait été absorbé lors de l'excitation.

#### ✓ Appareillage

Le spectromètre d'absorption atomique (figure II.3) contient les éléments de base ci-dessous :

- source lumière primaire (lampe à cathode creuse le plus souvent),
- système pour moduler le rayonnement de la source,
- atomiseur pour produire une population d'atomes à l'état fondamental. Il existe pour cela deux types d'atomiseurs: la flamme et le four en graphite.



**Figure II.3** - photo d'un spectromètre d'absorption atomique (SAA. Perkin Elmer).

La durée de l'analyse d'un échantillon est de quelques secondes, A cela, il faut ajouter les temps de mesure de l'étalonnage et de préparation des solutions.

#### **II.2.4.4 - Spectrométrie d'Absorption Atomique électrothermique (SAAE)**

La Spectrométrie d'Absorption Atomique Electrothermique (SAAE) a permis, dès les années 1970, d'améliorer considérablement les limites de détection de la SAA flamme. Néanmoins, cette technique engendre de très nombreuses interférences de diverses natures, et les développements actuels sont essentiellement dirigés vers la réduction de ces interférences.

Le principe général de cette technique est bien sûr identique à celui de la SAA flamme, et globalement seul diffère l'atomiseur.

##### **✓ Appareillage**

On retrouve dans un spectromètre de SAAE les mêmes éléments que pour la SAA flamme, avec comme principales différences le système d'introduction de l'échantillon et l'atomiseur:

- Système d'introduction de l'échantillon: il s'agit d'une micropipette automatique qui permet l'injection d'un volume d'échantillon de 5 à 50  $\mu\text{m}$  dans de bonnes conditions de reproductibilité,
- Atomiseur: le four en graphite remplace le brûleur utilisé en mode flamme. Celui-ci est constitué d'un tube en graphite en contact électrique avec deux électrodes également en graphite: le tube va alors être chauffé par effet Joule à des températures très élevées, de 2000 à 3000°C. Ses dimensions sont de 3 cm de long et de 0.5 cm de diamètre. Il est ouvert aux deux extrémités pour permettre la circulation de gaz, ainsi qu'en son centre pour l'introduction de l'échantillon.

#### **II.2.4.5 - Spectrométrie d'Absorption Moléculaire (SAM)**

La spectrophotométrie d'absorption moléculaire (SAM) est basée sur le principe suivant:

Un faisceau de lumière de longueur d'onde donnée, proche de l'UV ou le visible, traverse la solution à analyser. La détermination de la fraction de lumière absorbée permet de déduire la concentration en substance absorbante de la solution.

Le préambule à l'analyse est la mise en solution de l'échantillon et la séparation de l'élément à analyser. Le milieu de préparation peut être aqueux ou organique, Pour éliminer les ions gênants, tous les outils de la chimie analytique sont utilisables: choix des réactifs, oxydoréductions, valeur du pH, formation de complexes, recours aux extractions par des solvants organiques. Il faut également noter que pour de nombreux composés colorés, la densité optique évolue en fonction du temps. Souvent, la coloration se développe lentement à partir de l'instant où tous les réactifs sont en présence, pour se stabiliser au bout d'un temps allant de quelques minutes à une heure. Au-delà, la coloration peut se trouver dégradée, et la mesure optique n'est plus réalisable avec la fiabilité requise.

### ✓ Appareillage

En pratique, on détermine l'absorption relative de la lumière par la solution à analyser par rapport à celle d'une solution de référence, en général le solvant du milieu.

Figure.4 montre la photo d'un spectromètre UV-visible,

Un spectrophotomètre se compose de quatre parties essentielles:

- Source lumineuse :
  - lampe au deutérium, utilisée dans le domaine de 190 à 400 nm ;
  - lampe à filament de tungstène, utilisée dans le domaine de 350 à 800 nm.
- Monochromateur: composé principalement d'un système dispersif, d'une fente d'entrée et d'une fente de sortie, il a pour objet de sélectionner la longueur d'onde de travail.
- cuves contiennent la solution de référence et la solution à analyser. Ces cuves doivent être parallélépipédiques et parfaitement transparentes aux radiations. Pour travailler dans TUV et le visible, les cuves sont en quartz. Leur épaisseur caractérise la longueur du trajet optique ( $l$ ).
- Détecteur: se compose de deux éléments: les photodiodes (semi-conducteurs) et le photomultiplicateur qui amplifie l'intensité du faisceau émergent.

Le temps de lecture de l'absorbance d'un échantillon est immédiat, dès lors que celui-ci est prêt. La mise en solution et la mise en œuvre des réactions permettant le développement de la coloration peuvent en revanche être relativement longues, jusqu'à plusieurs heures.



**Figure II.4** - photo d'un spectromètre UV-visible (Jasco France Sarl).

### II.2.5 - Fluorescence X

#### ✓ Principe

L'absorption de l'énergie d'un photon X entraîne l'expulsion d'un électron de la couche K interne de l'atome. La vacance électronique de la couche K est alors comblée par un électron de la couche L, avec émission d'un photon X de fluorescence. Cet effet est à la base de la technique d'analyse par fluorescence X. Parfois, le photon X de fluorescence permet l'extraction d'un deuxième électron de la couche L, c'est **l'effet Auger**, qui peut être à l'origine d'extractions électroniques en cascade dans l'atome.

#### ✓ Appareillage

Il existe deux types de spectromètres : à dispersion d'énergie et à dispersion de longueur d'onde. Les premiers, de faible capacité résolutive par rapport aux seconds, sont utilisés comme «appareils de terrain». En métallurgie, les seconds sont majoritairement utilisés. C'est ce second type d'appareillage que nous détaillerons ici.

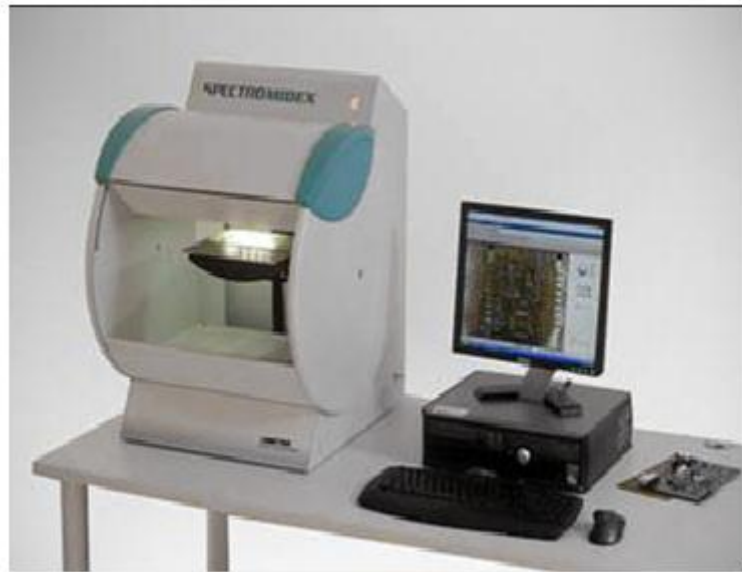
Les rayons X émis par un tube irradient l'échantillon. Les rayons de fluorescence réémis perpendiculairement au faisceau primaire sont collimatés pour donner un faisceau parallèle qui sera diffracté par un cristal analyseur.

Comme le montre la figure II.5 représentant le schéma de principe d'un spectromètre de fluorescence X, celui-ci est constitué des éléments suivants:

- Source de rayons X: tube à rayons X de grande puissance (4 kW), refroidi sous courant d'eau.
- Porte-échantillon: automatisé ou non, il offre une surface utile allant de quelques millimètres carrés à quelques centimètres carrés.
- Système dispersif à cristal: il est en général plan, voire légèrement courbe. Sa nature peut être ajustée en fonction du type de matrice à analyser. Un des plus couramment utilisés est le fluorure de lithium.
- Détecteur: le détecteur est, selon l'énergie du rayonnement, un compteur proportionnel ou un scintillateur, permettant de traduire l'intensité de la raie en nombre de coups par seconde.

Lors du traitement des données, il faut tenir compte des effets de matrice (l'effet de chaque élément y sur un élément r) des effets d'absorption du rayonnement de fluorescence par l'échantillon, et des effets de fluorescence secondaire. Pour cela, des «coefficients d'influence» sont indispensables. Ils sont déterminés à partir de résultats obtenus sur des étalons et calculés par itérations.





**Figure II.5** - Appareil de fluorescence X par dispersion de longueurs d'ondes (modèle Zsx Primus).

### **II.2.6 - Techniques de microanalyse par faisceaux d'électrons**

Il est parfois nécessaire d'analyser des zones très petites, telles que des inclusions, des précipités, des couches minces, des ségrégations aux joints de grains... Pour analyser des éléments présents à l'échelle micrométrique, on utilise des techniques de microanalyse par spectrométrie par faisceaux d'électrons, qui exploitent certains aspects de l'interaction électrons/matière. La microanalyse peut être qualitative, elle permet alors de définir la nature des éléments présents, ou quantitative, elle permet alors de déterminer les concentrations massiques de ces éléments. La microanalyse est pratiquée soit sur échantillon massif soit sur lame mince.

- **Normes**

- NF T 01-041-octobre 1975-Absorption atomique.
- NF A 05-201-octobre 1975-Matériaux de référence.
- NF A 06-323-septembre 1987- La détermination de l'azote par SAM.
- NF ISO 10714-juin 1992- Dosage titrimétrique de l'azote.

## II.3 - Caractérisation par microscopie optique

### II.3.1 - Introduction

Le microscope optique permet de former par réflexion ou par transmission des images en champ clair et de les compléter en éclairage oblique, en champ noir, en contraste de phase et en lumière polarisée. Son pouvoir séparateur atteint  $0,2\mu\text{m}$  et son grossissement pratique 1000 à 1500. Sa profondeur de champ, d'environ 0,5 mm au grandissement 10, devient inférieure au micromètre au grossissement maximal et ne permet d'observer à fort grossissement que des surfaces planes. On observe les matériaux métalliques par réflexion, les matériaux transparents par transmission et les matériaux opaques et peu réflecteurs par réflexion ou par transmission en lames minces de quelques micromètres. La préparation d'une section plane significative est une technique courante qui demande une pratique méthodique et soignée adaptée à chaque matériau.

Par réflexion sur une coupe polie non attaquée, le contraste est dû aux différences de pouvoir réflecteur et/ou de couleur des diverses phases. Sur une coupe polie et attaquée, il est dû le plus souvent au microrelief créé par le réactif spécifique ou parfois au très fin dépôt créé, source de contraste interférentiel en lumière polarisée.

L'observation par transmission en éclairage normal révèle défauts de continuité et constituants structuraux; elle est souvent complétée par celle en contraste de phase qui renforce le contraste et pour les matériaux partiellement cristallins par celle en lumière polarisée.

L'observation en lumière polarisée par réflexion ou par transmission fait apparaître un contraste significatif entre phases d'anisotropie optique différente et entre parties d'une même phase cristalline d'orientation cristalline différente.

La microscopie optique permet ainsi d'observer dans la gamme  $0,2$  à  $1000\mu\text{m}$  les éléments significatifs de la microstructure des matériaux: nature, dimensions, formes, proportions et imbrications mutuelles des diverses phases ou plutôt des constituants micrographiques, et parfois degré qualitatif de perfection cristalline et orientation cristalline locale. L'observation des cassures, limitée au faible grandissement par la profondeur de champ, révèle certains aspects du mécanisme de rupture et/ou de la microstructure intrinsèque.

#### ❖ Observation de la surface brute:

Son examen optique ne caractérise souvent que la micro géométrie créée par l'usinage ou le traitement de surface, mais parfois il révèle aussi la microstructure superficielle : texture du dépôt de matériaux revêtus, architecture de constituants (fibres tissées de composites...). Sur une pièce usagée, il caractérise souvent le processus d'endommagement (usure érosive ou abrasive, fatigue thermique, corrosion localisée, fissuration...).

#### ❖ Observation de la cassure:

La fractoscopie caractérise l'aspect visuel des cassures dont une part résulte du mécanisme de rupture. Limitée aux faibles grossissements, la macrofractoscopie optique consiste à observer le relief de la cassure et les variations significatives de propriétés optiques. Elle met en évidence la localisation de la cassure, sa forme et sa rugosité, parfois le chemin de la rupture et le type de mécanisme associé à la brillance du faciès: ductile, fragile ou progressif (fatigue,

fluage...). L'observation conjointe de la cassure et de la microstructure adjacente permet souvent de mieux comprendre le cheminement et le mécanisme de la rupture.

La fractographie reproduit les images observées.

#### ❖ Observation de la microstructure : macroscopie

Observer la microstructure, c'est caractériser, souvent après une préparation appropriée par polissage et attaque, les éléments structuraux visibles par l'œil ou à faible grossissement (1 à 50 environ) :

- . Défauts de continuité (grosses porosités, fissures...),
- . Hétérogénéités chimiques (ségrégations) ou structurales (grosses inclusions),
- . Structure granulaire (matériaux cristallins) et/ou architecture des constituants (composites, assemblages),
- . Fibrage, trace des chemins de déformation des fibres du matériau, souvent révélée par des hétérogénéités physiques, chimiques ou structurales orientées issues de son histoire thermomécanique.

#### ❖ Observation de la microstructure

Observer la microstructure, c'est analyser sur une image vue au grossissement de 20 à 1500 les phases présentes, en précisant au mieux leur nature, forme, dimension, proportion et imbrication mutuelles et parfois degré de perfection cristalline.

### II.3.2 - Propriétés optiques des matériaux

Les matériaux solides présentent des propriétés optiques très diverses. Ils réfléchissent, transmettent et absorbent plus ou moins le flux lumineux incident ils réfractent la lumière transmise et quelques-uns sont fluorescents.

**Tableau II.1** - Quelques valeurs typiques de caractéristiques optiques.

Matériaux	pouvoir réflecteur R	indice de réfraction n
Métaux	0.5 à 0.95	1.5 à 2.5
Céramiques	0.001 à 0.6	1.2 à 2.7
-opaques (carbures...)	0.005 à 0.5	
-transparentes (verres...)	0.01	1.5 à 1.7
Polymères	0.01 à 0.5	1.3 à 1.6

Un matériau **opaque** réfléchit une part de la lumière reçue et absorbe l'autre sur une épaisseur très faible (inférieure à quelques dixièmes de mm). De nombreux matériaux sont opaques. Les plus réflecteurs, en particulier les métalliques, ne sont observés que par réflexion. Divers céramiques et polymères peu réflecteurs et moins absorbants deviennent observables par transmission en lame suffisamment mince (ex. 5 à 30  $\mu\text{m}$  d'épaisseur).

Un matériau **transparent** transmet presque toute la lumière incidente (R est très faible) et la réfracte à chaque interface. Il est observé par transmission. De nombreux matériaux amorphes sont transparents. Si la lumière incidente subit de nombreuses réflexions ou réflexions totales à l'intérieur du matériau, les formes ne sont plus visibles par transparence, il

devient translucide. Certains matériaux sont transparents ou translucides suivant leur microstructure (silice, polymères semi cristallins...).

Eclairés en lumière blanche, certains matériaux sont colorés, car ils absorbent le spectre complémentaire de leur couleur apparente. Une phase opaque ne réfléchit que le spectre propre à sa couleur; une phase transparente ne laisse émerger que le spectre de sa couleur et change parfois de couleur en fonction de l'épaisseur traversée.

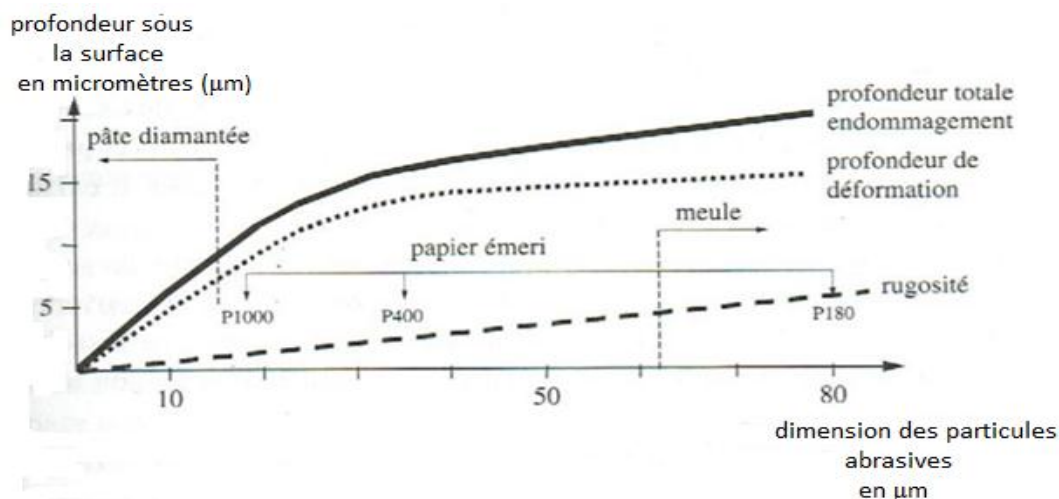
### II.3.3 - Polissage

Avant d'entamer les différents procédés et méthodes utilisées pour la caractérisation par microscopie, les surfaces doivent subir un polissage. Nous le présentons brièvement.

L'objectif est d'obtenir non seulement une surface plane de rugosité inférieure à  $0.1\mu\text{m}$  mais aussi une surface significative de la structure, c'est-à-dire la moins possible altérée par la préparation (écrouissage induit, dépôt de pollution...). Il comprend les plus souvent deux étapes: un polissage grossier et un polissage fin.

#### ✓ Polissage mécanique

La figure II.6 schématise la profondeur perturbée sur de nombreux matériaux en fonction des abrasifs utilisés. On utilise des particules abrasives liées (papiers abrasifs) ou libres dispersées sur un feutre approprié). Le support est dur et rigide et l'abrasif de dureté largement supérieure à celle du matériau à polir (par dureté croissante: magnésie, corindon, alumine, carbure de silicium et diamant). Le polissage mécanique grossier, appelé parfois pré polissage, dresse la surface et rend la rugosité inférieure à  $10\mu\text{m}$ . On opère souvent sous eau avec des tourets sur lesquels on place des papiers abrasifs de granulométrie décroissante ( $260$  à  $5\mu\text{m}$  suivant le papier). L'eau ou un liquide spécifique agit comme lubrifiant, fluide de refroidissement et fluide porteur pour évacuer les particules arrachées. L'opérateur choisit une vitesse de appropriée et maintient une pression appropriée à la dureté du matériau. Il procède entre chaque étape à un lavage de la surface et un nettoyage aux ultrasons enlever les grains d'abrasifs. A chaque étape, il croise de préférence les raies de polissage.



**Figure II.6** - Exemple de rugosité et de profondeur perturbée dans un matériau métallique après polissage [3 et 4].

### ✓ Polissage de finition

Le polissage de finition est effectué par voie mécanique, chimique ou électrochimique. On doit obtenir un poli spéculaire (rugosité inférieure à  $0,1\mu\text{m}$ ) sur lequel on ne distingue au microscope optique aucune rayure et réduire la zone perturbée à une épaisseur suffisamment faible.

- Par voie mécanique : on utilise par étapes des particules d'abrasifs libres de plus en plus fines déposées sur un drap de feutre lin et doux fixé sur un disque très dur: suspension aqueuse d'alumine, mélanges commerciaux d'oxydes ou pâte diamantée (10, 6, 3, I à  $0,2\mu\text{m}$ ) plus coûteuse. Le polissage à l'alumine pour les structures à microdureté homogène et le polissage au diamant pour les structures hétérogènes et les matériaux très durs sont recommandés.

- Par voie électrolytique :(matériaux conducteurs métalliques),elle consiste à pratiquer une dissolution anodique en appliquant tension et densité de courant appropriées pour que les aspérités disparaissent plus vite que les surfaces en creux et qu'ainsi la surface devienne de plus en plus plane.

- Par voie chimique : la dissolution différentielle se produit sous l'action chimique. Les bains employés et les conditions sont spécifiques et dérivent de ceux employés pour le brillantage ou le décapage. Cette méthode permet un polissage sur des surfaces de forme et de dimensions variées.

- Par voie ionique :cette méthode aplanit lentement la surface par abrasion en la bombardant sous incidence presque rasante d'ions d'argon produits par une décharge d'environ 6 kV entre une anode et une cathode percée, sous un vide d'environ  $10^{-2}$  Pa.(vol. 14 du TM). Le polissage exige souvent plusieurs heures. Cette méthode est particulièrement adaptée aux matériaux isolants céramiques et aux échantillons très hétérogènes (jonction métal-céramique; composites...).

Il existe d'autre type de polissage tel que le polissage électrolytique qui n'est pas abordé sur le mémoire.

### II.3.4 - Microscopes optiques

Nous présentons les différents appareillages utilisés pour la caractérisation par microscopie optique.

#### II.3.4.1 - Microscope

L'œil apprécie de grandes variations d'amplitude et de nombreuses nuances de couleur; son pouvoir séparateur est d'environ 0,1 à 0,2 mm et sa profondeur de champ de quelques centimètres à l'infini. Nos deux yeux, qui observent le même objet sous deux angles d'axes séparés d'environ 6 degrés, nous permettent d'apprécier le relief dans ses trois dimensions.

Le stéréomicroscope, (appelée loupe «binoculaire»), est un microscope droit de faible puissance qui comporte deux optiques objectif-oculaire indépendantes (figure. II.7). Il permet d'observer la surface de l'objet sous deux angles différents jusqu'à un grossissement d'environ 50. Tant que la profondeur de champ le permet, l'image virtuelle offre à observateur la vision

du relief en trois dimensions. Le stéréo microscope est ainsi très utile pour l'observation des cassures. Le contraste est alors très sensible à la qualité et à l'incidence de l'éclairage.



**Figure II.7** - Photographie d'un stéréo microscope (cliché Nikon).

✓ **Microscope optique**

Un microscope optique comprend un socle rigide sur lequel sont fixés d'autres éléments, un ou deux illuminateurs, une batterie d'objectifs, une ou deux oculaires, de projectifs, une platine porte-objet et des dispositifs de prise de vues. Les figures II.8 et II.9 représentent deux types de microscope optique pour l'observation des matériaux.



**Figure II.8** - Photo de l'épimicroscope optique inverse



**Figure II.9** - Photo d'un microscope universel

**L'objectif** est un ensemble de lentilles accolées (parfois de 18 à 20) qui forme une image virtuelle de l'objet agrandie de 4 à 100 fois suivant sa puissance, inversement proportionnelle à sa distance locale. Les objectifs sont interchangeables et souvent montés en barillet par puissance croissante. On emploie diverses familles d'objectifs de qualité et de coût croissants.

**L'oculaire** est constitué de lentilles transformant l'image fournie par l'objectif en image virtuelle agrandie de 1 à 30 fois visible à l'infini par l'œil de l'observateur. Un ensemble binoculaire rend l'observation plus confortable et permet d'adapter chaque oculaire à chaque œil.

**Le projectif** est constitué de lentilles transformant l'image virtuelle fournie par l'objectif en image réelle agrandie sur un verre dépoli ou un film photographique.

Pour la visualisation, on adjoint une caméra et un moniteur permettant de former l'image sur un écran (figure .II.10). Pour ne pas dégrader le pouvoir de résolution et rendre fidèlement couleurs et contrastes de l'image formée, il importe d'accorder les qualités optiques en résolution spatiale et en sensibilité spectrale de la caméra et du moniteur employés à celle du microscope.



**Figure II.10** - Microscope optique équipé de caméra et dispositif d'enregistrement numérique d'image (cliché Zeiss).

### II.3.5 - Autres microscopes photoniques

#### II.3.5.1 - Microscope optique à balayage confocal

Un faisceau monochromatique laser balaye l'échantillon suivant une translation automatisée. La détection par photodiode mesure la lumière réfléchiée et l'envoi moduler la brillance d'un oscilloscope de visualisation synchrone. On construit point par point une image de synthèse. Suivant le principe confocal, une image donnée est le plan conjugué du plan de focalisation

du pinceau incident réglé pour une très faible profondeur de champ. En réflexion, le contraste observé est dû essentiellement au microrelief. L'acquisition d'une succession d'images planes finement espacées (de 0,35  $\mu\text{m}$  par exemple) permet une vision par tranches planes ou la reconstruction d'une image en trois dimensions sur 20 à 50  $\mu\text{m}$ . Il permet en particulier l'observation fine des échantillons non conducteurs comme certains matériaux minéraux ou circuits intégrés.



**Figure II.11** - Microscope confocal à balayage laser

### **II.3.5.2 - Microscope à éclairage photonique proche du visible**

- Le microscope à ultraviolet, réalisé avec une source riche en UV et des lentilles en quartz, permet d'observer des échantillons à phases fluorescentes.
- Le microscope à infrarouge permet, pour l'observation des semi-conducteurs, de quelques céramiques et polymères, de former une image significative avec un rayonnement infrarouge, que l'on transpose dans le visible pour l'opérateur.

### **II.3.5.3 - Microscope électronique à balayage (MEB)**

La microscopie électronique à balayage permet d'observer le microrelief d'un échantillon à un grandissement variable de 20 à 40000. Le microscope électronique à balayage (MEB) permet ainsi d'observer plus finement états de surface (dépôts, surfaces corrodées...), sections polies et cassures sur les échantillons conducteurs ou rendus conducteurs par une fine couche de métallisation et même, avec les microscopes électroniques les plus récents, les échantillons isolants et organiques. L'observation au MEB permet de compléter utilement l'imagerie de la microstructure de certains échantillons par celle d'autres sources de contraste significatif (contraste chimique, contraste cristallin, microanalyse élémentaire).

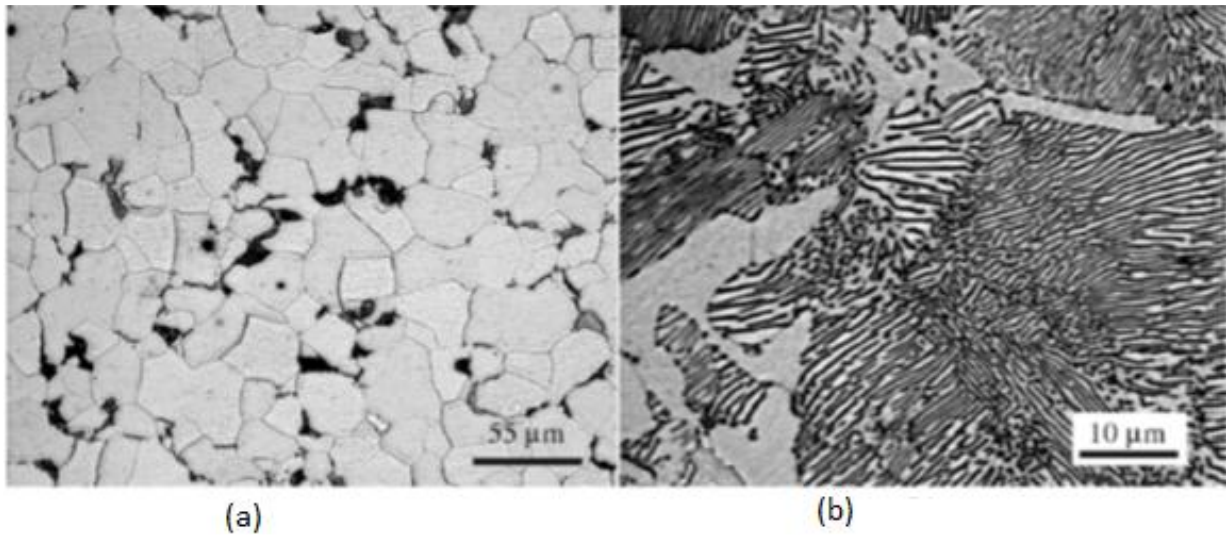




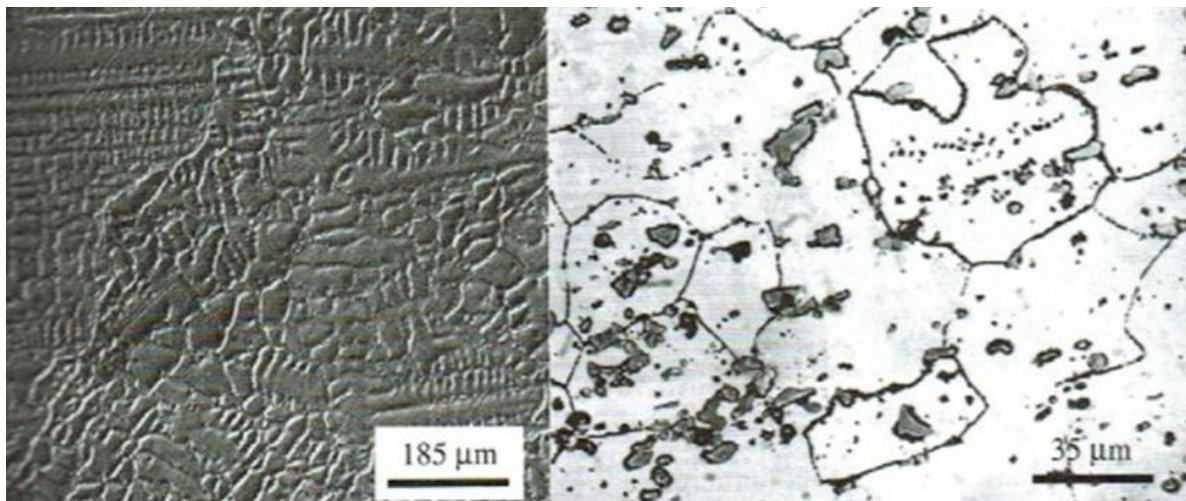
**Figure II.12** - Microscope Electronique à Balayage/3D

### **II.3.6 - Microstructure observée**

L'observation permet de caractériser la microstructure, c'est-à-dire d'analyser sur une image grossie de 20 à 1500 fois les phases présentes en précisant leurs nature forme et dimension, proportion et imbrication mutuelle ainsi que le degré de perfection des phases cristallisées. En réalité, on ne met en évidence que les parties qui paraissent homogènes à l'échelle de la microscopie optique: les constituants micrographiques. Le microscope optique ne permet de voir que des formes, des dimensions et une répartition spatiale quasi planes. Si les matériaux métalliques sont en général totalement cristallins, les céramiques sont cristallines, amorphes ou mixtes, et les polymères totalement amorphes ou semi cristallins. La lumière polarisée permet souvent de distinguer phases cristallines et phases amorphes. Il existe une infinité de microstructures très diverses.



**Figure II.13** - exemple de Structure ferrito-perlitique à perlite non résolue (a) et résolue (b).



**Figure II.14** - exemple de microstructure (C Duval, CNAM) de Polypropylène semi cristallin.

- Normes

- Européennes (NF EN ISO); NF EN ISO 2624; NF EN ISO 196; NF EN ISO 2626.
- Américaines (ASTM): - E3-95 ; Préparation of MétallographiqueSpécimens – E11 2-96 : Estimating the Average Grain Size of Métais - E340-95 Macroetching Metals and Alloys.

## II.4 - Caractérisation mécanique des matériaux : traction monotone

Ce chapitre se propose de définir les objectifs de l'essai de traction monotone sur éprouvettes cylindriques lisses, puis de décrire successivement:

- les dispositifs expérimentaux utilisés,
- les procédures expérimentales à mettre en œuvre,
- les différentes exploitations des résultats d'un essai de traction monotone, en termes de caractéristiques normalisées d'une part, de lois de comportement d'autre part.

### II.4.1 - Essai de traction monotone

Seul l'essai de traction monotone sur éprouvette cylindrique est traité ici. L'essai de traction monotone (dit encore essai de traction simple ou essai de traction uni axiale) est l'essai le plus pratiqué, pour déterminer les caractéristiques mécaniques élastiques, plastiques et de ductilité des matériaux. Les résultats des essais de traction monotone sont utilisés pour la sélection, la spécification, le contrôle-qualité des matériaux, aussi bien que pour la caractérisation de nouveaux matériaux ou de nouveaux processus d'élaboration et la comparaison entre différents matériaux. Les caractéristiques mécaniques tirées d'un essai de traction, telles qu'elles apparaissent en particulier dans les catalogues de fournisseurs, doivent être mesurées suivant des procédures normalisées. Les essais de traction sont donc définis par des normes (AFNOR, ASTM, DIN, EURO, ISO...). Par exemple, l'essai de traction sur produit sidérurgique est défini par la norme européenne EN 10002-1 «Essai de traction».

L'essai de traction consiste à soumettre une éprouvette cylindrique à une charge uni-axiale longitudinale jusqu'à la rupture, et à enregistrer simultanément durant l'essai la charge et rallongement de l'éprouvette. Un tel enregistrement permet d'obtenir des grandeurs caractéristiques de la résistance mécanique du matériau (propriétés élastiques, plastiques et de ductilité) ; mais il permet aussi d'accéder à sa loi de comportement contrainte-déformation, utilisable ultérieurement dans un calcul de structure.

### II.4.2 - Dispositifs d'essai

#### II.4.2.1 - Eprouvettes

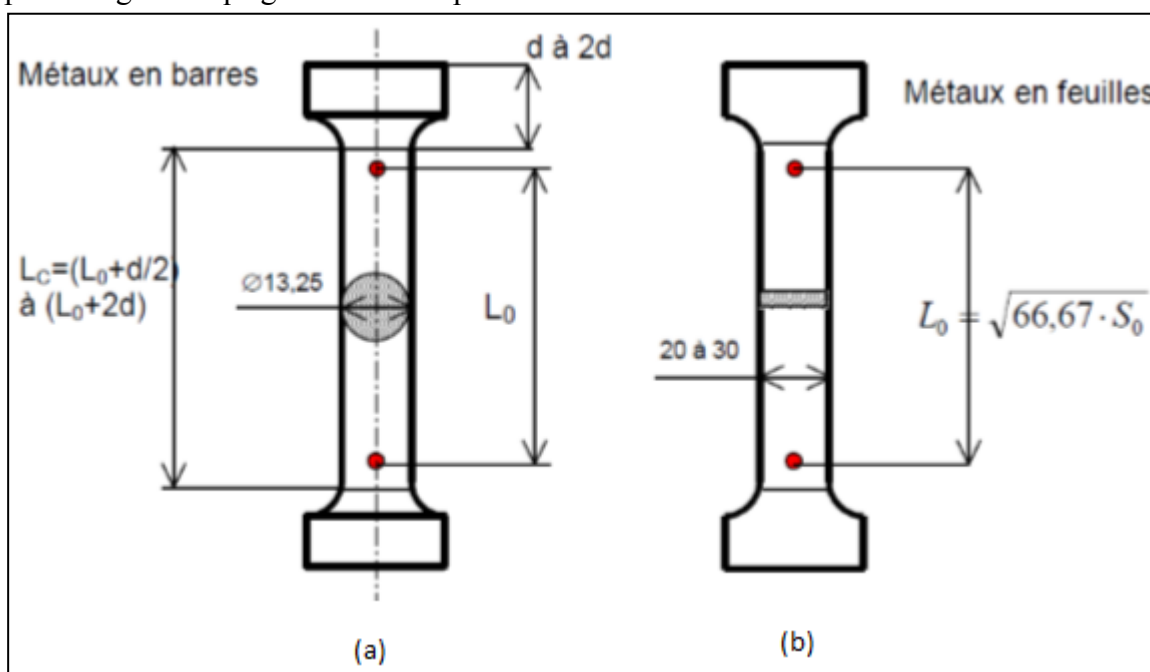
L'essai de traction est pratiqué sur des éprouvettes cylindriques dont la géométrie est fonction de la forme et des dimensions du produit d'origine, La géométrie et les dimensions de la partie utile sont définies par la norme. En revanche, la forme et les dimensions des têtes d'amarrage ne sont pas imposées; elles doivent s'adapter aux lignes d'amarrage des machines d'essais utilisées. Des congés de raccordement sont néanmoins nécessaires entre la partie utile et les têtes, de manière à éviter les trop fortes concentrations de contrainte susceptibles de provoquer la rupture dans ces zones. La (figure II.15) définit deux formes d'éprouvette de traction monotone.

La section de la partie utile doit être constante; elle peut être circulaire, rectangulaire, carrée. La forme circulaire est néanmoins la plus adéquate. Les dimensions de la section utile doivent être suffisamment grandes relativement aux dimensions de la microstructure (taille de grain en particulier) et aux tailles des défauts éventuels, volumiques (soufflures, retassures,

porosité...) ou surfaciques (raies d'usinage par exemple), afin de réduire au maximum la dispersion des résultats des essais. L'éprouvette doit être saine, c'est-à-dire de microstructure représentative de celle du matériau à caractériser, et avec un bon état de surface pour éviter les amorces de rupture; il est d'autant plus nécessaire de respecter ces recommandations que l'éprouvette est de plus faibles dimensions.

La longueur  $L_C$  de la partie calibrée cylindrique de l'éprouvette doit être supérieure à la longueur de référence  $L_0$  sur laquelle sont mesurés les allongements, de façon à ce que la répartition des contraintes soit uniforme dans la partie utile. C'est-à-dire non perturbée par les têtes d'amarrage. Si l'éprouvette a une section circulaire,  $L_0$  doit être égale à 5 fois le diamètre  $d$ ; si l'éprouvette a une section non circulaire d'aire  $S_0$ ,  $L_0$  doit être égale à  $5,65\sqrt{S_0}$ .

La longueur calibrée recommandée est  $L_C = L_0 + 2d$ , où  $d$  est défini comme  $\sqrt{S_0}$  pour une éprouvette de section non circulaire. Ces dimensions doivent respecter les tolérances imposées par la norme sur les dimensions et les formes. La longueur  $L_0$  de référence peut être repérée par un léger marquage initial de l'éprouvette.



**Figure II.15** - Géométries d'éprouvettes de traction monotone: (a) éprouvette cylindrique de révolution; (b) éprouvette plate à section rectangulaire.

#### II.4.2.2 - Machines d'essais

Les machines utilisées pour les essais de traction monotone doivent permettre l'application d'une charge uniaxiale dans l'axe de l'éprouvette (traction pure), et l'enregistrement en continu de la charge appliquée et de l'allongement de l'éprouvette. Elles sont soit des machines électrohydrauliques, soit des machines électromécaniques. La plupart des machines sont aujourd'hui asservies, suite à leur développement pour la pratique des essais de fatigue.

### ✓ Machines électrohydrauliques asservies

Ces machines (figure II.16) comportent en général une traverse fixe liée au bâti, un vérin hydraulique dont le corps est fixé à cette traverse, et une traverse mobile guidée en translation par deux colonnes cylindriques liées au bâti (quatre colonnes pour les machines de forte capacité). Sur ces machines, la mobilité de la traverse ne sert qu'à adapter l'espace utile à la géométrie du système ligne d'amarrage éprouvette; la traverse reste fixe durant l'essai. Le vérin est à double effet, permettant d'effectuer des essais de traction, de compression ou de fatigue (en traction-compression éventuellement). La servovalve doit être adaptée au type d'essai (simple, double-effet, de débit fonction des vitesses visées).



**Figure II.16** - Machine d'essai électrohydraulique asservie de traction-compression uniaxiale.

Une cellule à jauges de déformation étalonnée en charge est fixée à la traverse mobile ou au vérin, dans l'axe de chargement. Un capteur de déplacement, le plus souvent de type inductif (dit **LVDT** pour Linear Voltage Différentiel Transducer), permet de mesurer le déplacement du vérin. Notons que la précision de cette mesure est faible, le capteur **LVDT** étant adapté à la course totale du vérin, qui peut atteindre 100 à 200 mm. Pour plus de précision sur le déplacement du vérin pendant l'essai lui-même, on peut ajouter un autre capteur de plus faible course, disposé de manière adéquate.

Les extrémités de l'éprouvette sont fixées l'une au vérin, l'autre à la traverse mobile, via les lignes d'amarrage adaptées et la cellule de charge. C'est donc le vérin qui exerce l'effort de traction. Ces machines peuvent être asservies en charge, en déplacement du vérin, ou en déformation de l'éprouvette mesurée par un extensomètre. Le principe d'une boucle d'asservissement (dite encore boucle de rétroaction) en charge est donné sur la figure II.15.

#### ✓ Machines électromécaniques

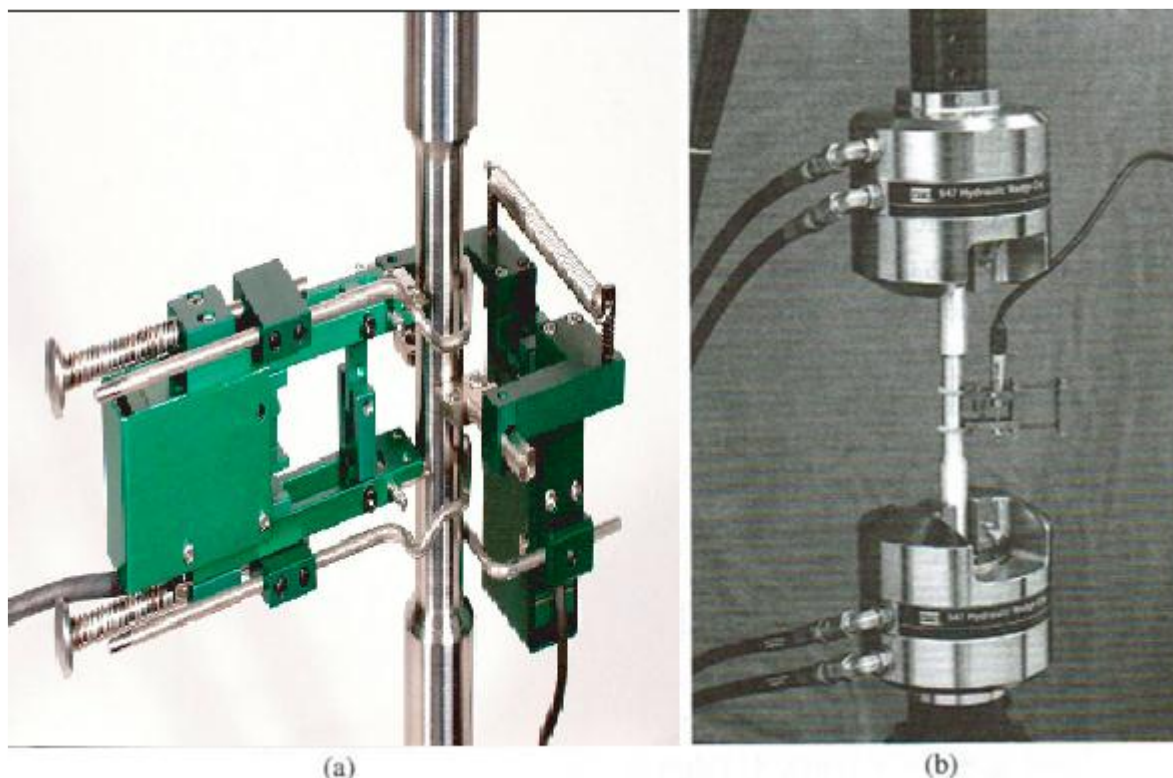
Ces machines (figure II.17) comportent en général une traverse fixe et une traverse mobile guidée en translation par rapport au bâti grâce à deux vis à billes (quatre pour les machines de forte capacité). Les vis à billes sont souvent précontraintes pour permettre d'effectuer des essais de traction-compression et de fatigue. Une cellule à jauges de déformation, étalonnée en charge, est fixée soit à la traverse mobile, soit à la traverse fixe. Les extrémités de l'éprouvette sont fixées, à l'aide de lignes d'amarrage adéquates, l'une à la traverse fixe, l'autre à la traverse mobile, via la cellule de charge pour Tune d'entre elles. Un moteur électrique rotatif commande le déplacement de la traverse mobile grâce à une transmission par système vis-écrou, et c'est le déplacement de la traverse mobile qui assure le chargement de l'éprouvette. Le déplacement de la traverse est mesuré, avec relativement peu de précision, par l'intermédiaire de la rotation du moteur. Pour plus de précision durant l'essai, rien n'empêche de mesurer plus directement le déplacement de la traverse mobile, à l'aide d'un capteur LVDT de plus faible course par exemple. Ces machines peuvent être asservies en déplacement de la traverse mobile, en charge, ou en déformation de l'éprouvette mesurée par un extensomètre.



**Figure II.17** - Machine électromécanique de traction-compression uniaxiale (INSTRON Ltd).

Le montage de l'éprouvette est généralement assuré par obstacle ou par serrage. Le serrage peut être mécanique ou hydraulique. Le serrage mécanique est initial ou réalisé en début de chargement par des mors auto serrant par friction. Le serrage hydraulique est quant à lui initial. Il conviendra bien sûr de s'assurer que l'éprouvette ne glisse pas dans les mors en cours d'essai.

Différents types de capteurs sont utilisés pour mesurer les déformations d'une éprouvette soumise à de la traction monotone (figure.II.18). Les allongements peuvent être mesurés par des jauges de déformation, des extensomètres à lames et jauges de déformation ou des extensomètres à capteur LVDT; les déformations transversales sont quant à elles mesurées par des jauges de déformation (contractions transverses) ou par des extensomètres diamétraux (striction).



**Figure II.18** - Extensomètres longitudinaux: (a) à lames et jauges de déformation (INSTRON Ltd), (b) à capteur LVDT, monté sur la partie utile d'une éprouvette (MTS Systems).

#### II.4.3 - Conduite de l'essai de traction monotone

Avant tout essai de traction, il est nécessaire de mesurer précisément les dimensions de la partie utile de l'éprouvette. On désigne par;

- $L_0$  (mm), La longueur initiale de référence (éventuellement entre repères),
- $S_0$  (mm<sup>2</sup>), L'aire de la section initiale de la partie calibrée.

L'essai de traction doit être pratiqué à vitesse constante. La norme ne définit que des intervalles de vitesses à respecter :

- vitesse de chargement pour déterminer la limite

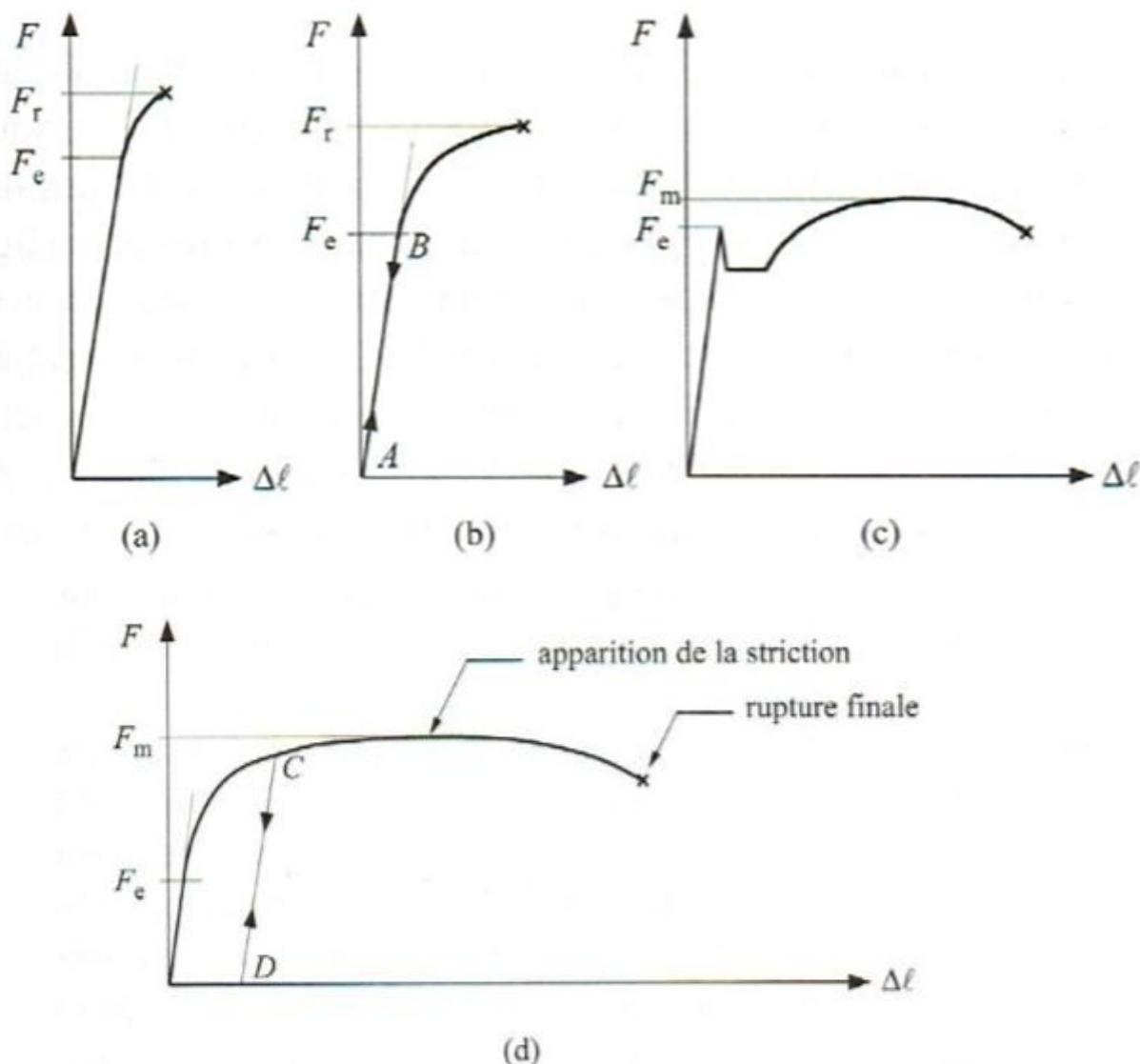
$2 \leq F/s_0 \leq 10$  [ $\text{N}/\text{mm}^2 \cdot \text{s}^{-1}$ ] pour  $E \leq 150\,000$   $\text{N}/\text{mm}^2$ .

$6 \leq F/s_0 \leq 30$  [ $\text{N}/\text{mm}^2 \cdot \text{s}^{-1}$ ] pour  $E \leq 150\,000$   $\text{N}/\text{mm}^2$ .

Où  $E$  est le module d'élasticité longitudinal (ou module de Young) du matériau testé.

#### II.4.4 - Phénoménologie de l'essai de traction monotone

Lors d'un essai de traction, un matériau élastoplastique manifeste l'un des comportements représentés à la figure.2.19 (enregistrements force-allongement de la partie utile de l'éprouvette). Le matériau peut être quasi fragile (cas par exemple d'un acier dur, figure II.19 (a)), peu ductile (acier mi-dur, figure II.19 (b)), ductile avec palier de limite d'élasticité (acier doux ferritique, figure II.19 (c)), ductile sans palier de limite d'élasticité (acier inoxydable austénitique, figure II.19 (d)).



**Figure II.19** - Allure des courbes force-allongement de la partie utile de l'éprouvette lors d'un essai de traction monotone, pour différents types de matériaux: (a) acier dur; (b) acier mi-dur; (c) acier doux ferritique; (d) acier inoxydable austénitique. [5]



### II.4.5 - Exploitation des résultats

Les essais de traction peuvent être exploités:

- de manière simple en termes de **courbe conventionnelle**, fournissant des grandeurs caractéristiques du matériau,
- de manière plus sophistiquée en termes de courbe vraie dite encore courbe **rationnelle**, permettant l'accès aux lois de comportement du matériau,
- en termes de ductilité du matériau, c'est-à-dire de déformations homogène et localisée.

#### II.4.5.1 - Courbe conventionnelle de traction monotone

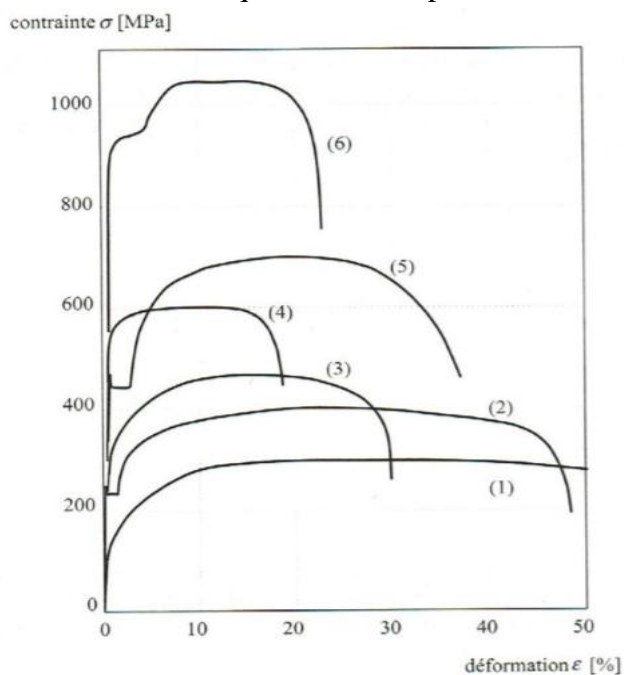
L'enregistrement de base, lors d'un essai de traction monotone, est celui de la charge  $F$  (ou force appliquée) et celui de rallongement  $\Delta L$  de la longueur utile  $L_0$  de l'éprouvette. Ces données sont la plupart du temps présentées en termes de courbe conventionnelle de traction monotone représentant la contrainte conventionnelle, dite encore **contrainte nominale** ou **charge unitaire** :

$$\sigma = F/S_0 \quad (4.1)$$

En fonction de la déformation conventionnelle, dite encore déformation nominale ou allongement pour cent :

$$\varepsilon = \Delta L/L_0 \quad (4.2)$$

La courbe obtenue à la même forme que la courbe force-allongement, seules les unités sur les axes changent (figure .II.20). La courbe conventionnelle de traction monotone d'un matériau métallique a donc la forme de d'une des quatre courbes présentées à la figure II.18.



**Figure II.20** - Courbes conventionnelles de traction monotone pour différents matériaux:  
 (1) laiton. (2) acier bas carbone, (3) bronze dur, (4) acier écroui» (5) acier moyen carbone recuit, (6) acier moyen carbone traité thermiquement. [6]

Sur chacune de ces courbes, on définit dans le domaine élastique le module d'élasticité longitudinal ou module de Young  $E$  ( $N/mm^2$  ou  $MPa$ ), pente de la partie linéaire élastique:

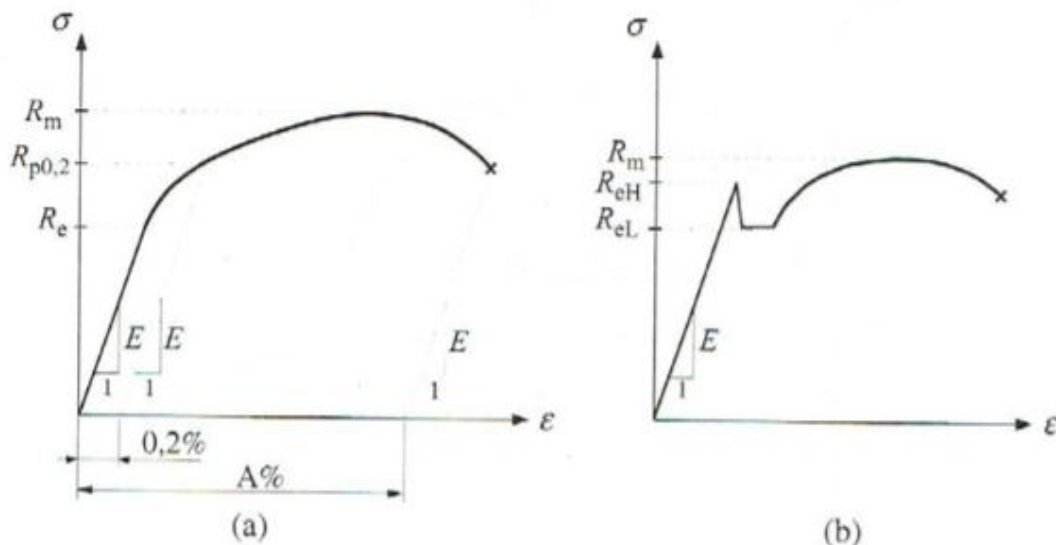
$$E = \frac{F/S_0}{\Delta L/L_0} \quad (4.3)$$

Et pour un matériau présentant une des courbes figure II.18 (a), (b) et (d), on définit:

- La limite d'élasticité vraie, qui est la contrainte limite de proportionnalité,  $R_e = F_e/S_0$ . Cette limite d'élasticité vraie est parfois difficile à mesurer, en raison du fort taux d'écrouissage de certains matériaux; c'est pourquoi on lui préfère, pour une utilisation pratique dans un calcul de résistance des matériaux par exemple, une des limites conventionnelles d'élasticité définies ci-dessous.

- La limite conventionnelle d'élasticité  $R_p$  ( $N/mm^2$  ou  $MPa$ ), définie à 0,2 (ou 0,02)% de déformation plastique rémanente (figure II.6. 7(a))» notée  $R_{p0,2}$  (ou  $R_{p0,02}$ ); et, pour toute autre déformation plastique rémanente de référence  $x\%$ , la limite conventionnelle d'élasticité correspondante  $R_{px}$ . Ces grandeurs sont parfois appelées limites conventionnelles d'écoulement.

Pour un matériau présentant une courbe du type de celle de la figure II. 18(c), on définit la limite inférieure d'élasticité (ou limite inférieure d'écoulement),  $R_{eL}$  ( $N/mm^2$  ou  $MPa$ ), et la limite supérieure d'élasticité (ou limite supérieure d'écoulement,  $R_{eH}$  ( $N/mm^2$  ou  $MPa$ )) (figure II.21(b)).



**Figure II.21** - Courbes conventionnelles de traction monotone: (a) limites d'élasticité vraie ( $R_e$ ) et Conventionnelle ( $R_{p0,2}$ ), pour un matériau ne présentant pas de palier d'écoulement; (b) limites supérieure ( $R_{eH}$ ) et inférieure ( $R_{eL}$ ) d'élasticité, pour un matériau présentant un palier d'écoulement. [7]

L'utilisation d'une jauge de déformation longitudinale et d'une jauge de déformation transversale (ou d'une rosette 2 jauges à  $90^\circ$ ) permet la mesure des déformations longitudinale

$\varepsilon$  et transversale  $\varepsilon_t$ , donnant ainsi accès simultanément au module d'élasticité  $E$  et au coefficient de Poisson  $\nu$  par les relations :

$$E = \frac{F/S_0}{\varepsilon} \quad (4.4)$$

$$\nu = -\frac{\varepsilon_t}{\varepsilon} \quad (4.5)$$

On en déduit la déformation plastique conventionnelle:

$$\varepsilon = \varepsilon - \frac{\sigma}{E} \quad (4.6)$$

On définit par ailleurs la résistance à la traction  $R_m$  (N/mm<sup>2</sup> ou MPa) correspondant au point maximum de la courbe conventionnelle de traction monotone (figure II.20):

$$R_m = \frac{F_m}{S_0} \quad (4.7)$$

Et en ce qui concerne les déformations, à partir des grandeurs  $L_u$ (mm), longueur ultime entre repères, et  $S_u$  (mm<sup>2</sup>), aire de la section minimale après rupture on définit:

- l'allongement rémanent après rupture (mm):

$$\Delta L = L_u - L_0 \quad (4.8)$$

- l'allongement pour cent après rupture (%):

$$A = \left(\frac{L_u - L_0}{L_0}\right) \cdot 100 \quad (4.9)$$

- le coefficient de striction (%):

$$Z = \left(\frac{S_0 - S_u}{S_0}\right) \cdot 100 \quad (4.10)$$

- **Normes**

- NF EN 10002- 1 (1990) : Matériaux métalliques - Essai de traction.
- EN ISO 6892 (1998) : Matériaux métalliques - Essai de traction.

## II.5 - Caractérisation de la dureté des matériaux

Cette partie du chapitre vise à faire comprendre les différentes techniques de pénétration d'un pénétrateur à la surface d'un échantillon et à définir la dureté d'un matériau solide à partir des dimensions de l'empreinte après décharge. On montre que le résultat dépend du soin mis à la préparation des échantillons. En conséquence, il convient de respecter rigoureusement les normes établies pour assurer un maximum de reproductibilité sur le plan international. La gamme des méthodes s'étend des très simples appareils de poche comme le scléromètre aux grands appareils coûteux et de haute technologie comme le *nanoindenteur*. La profondeur de l'empreinte plastique va d'environ 1 mm jusqu'à quelques nm. Bien que empiriques, les techniques de mesure de la dureté se révèlent être des outils indispensables pour la caractérisation rapide de l'état mécanique des matériaux. Ils présentent de plus l'avantage d'une grande flexibilité d'application.

La dureté d'un matériau est une caractéristique de sa résistance à la déformation plastique localisée. Les mesures de dureté sont fréquemment utilisées, car elles ne nécessitent pas la préparation d'une éprouvette spéciale et peuvent être effectuées directement sur pièce de structure. Ce sont des mesures non destructives, qui donnent essentiellement des valeurs comparatives. Ces essais sont très souvent utilisés en suivi de fabrication et contrôle de qualité. La dureté des métaux et alliages peut être profondément modifiée par l'écrouissage ou grâce à un traitement thermique. Inversement on peut, à l'aide de la valeur de dureté de tirer des conclusions relatives à l'état microstructural du matériau (état de précipitation par exemple).

### II.5.1 - Généralités

La première échelle de dureté est l'échelle de **Mohs**, échelle empirique pour classer les éléments non métalliques et minéraux en les comparant à divers minéraux rangés par ordre de dureté croissante. Chaque élément de l'échelle est susceptible de rayer tous les éléments qui le précèdent, et ne peut pas être rayé par eux. Les éléments de l'échelle de **Mohs** sont le talc, le gypse, la calcite, la fluorine, l'apatite, l'orthoclase, le quartz, la topaze, le corindon et le diamant.

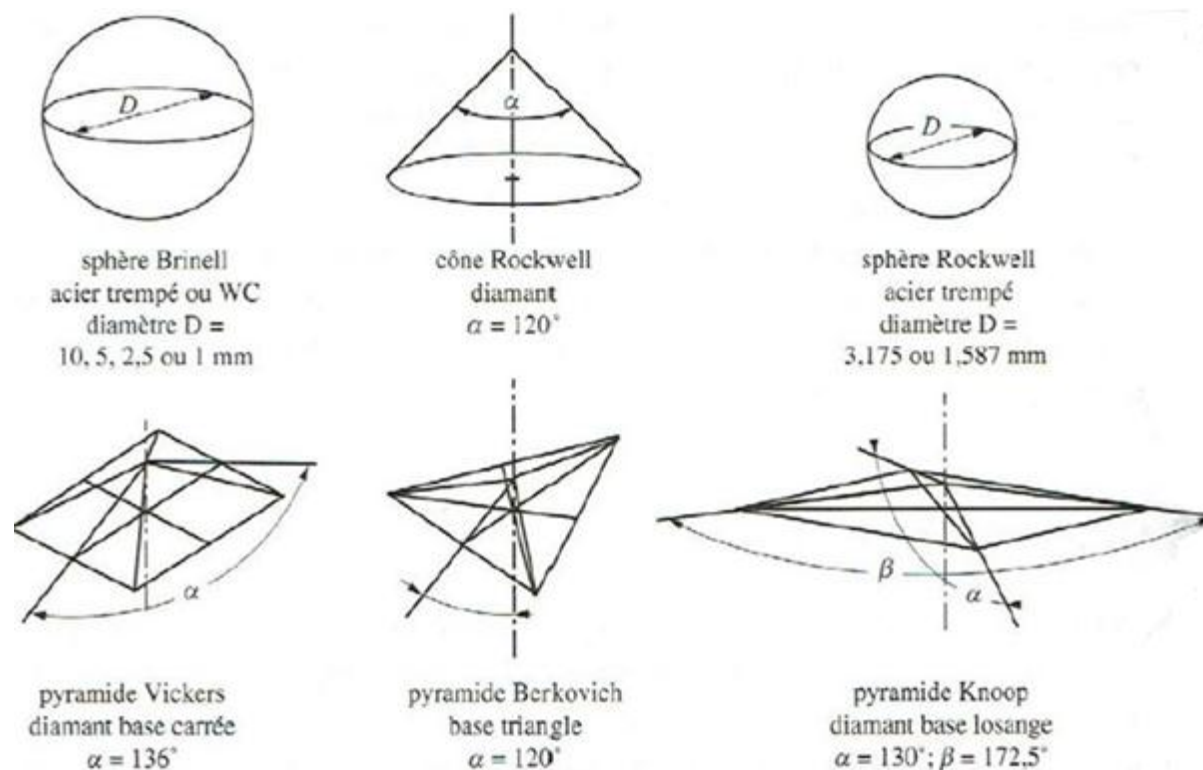
Dans les années 1920-1930, trois procédés de mesure statique de la dureté ont été développés successivement et normalisés: les essais de dureté selon Brinell, Vickers et Rockwell. La méthode de mesure est, pour ces trois types d'essais, basée sur la pénétration d'un *indenteur* ou *pénétrateur* très dur à la surface d'un matériau. Une valeur de dureté, sans dimension, est déterminée à partir de la mesure de la dimension ou de la profondeur de l'empreinte laissée par le pénétrateur soumis à une charge et une vitesse d'application contrôlées. Les trois procédés se différencient par le type de pénétrateur, la force exercée sur celui-ci, la grandeur mesurée, et le mode de détermination de la valeur de la dureté.

Les essais de dureté donnent des empreintes dont la taille est de l'ordre du millimètre (mm). Une empreinte de dureté couvre donc généralement un nombre important de grains d'un métal et les duretés obtenues sont des valeurs moyennes sur plusieurs grains. Ceci peut être un avantage, l'anisotropie des grains étant responsable pour une large part de l'importante

dispersion sur les mesures de dureté obtenues avec des tailles d'empreinte inférieures au diamètre d'un grain.

En revanche, les essais de micro- et de *nanodureté* sont des essais de dureté à l'échelle des grains d'un *polycristal* ou des différents constituants microstructuraux d'un matériau polyphasé ou d'un matériau revêtu. Des précautions très particulières doivent être prises pour réaliser ces mesures.

La figure II.22 définit la géométrie des différents types d'*indenteurs* utilisés pour les mesures de dureté, microdureté et nanodureté.



**Figure II.22** - Géométrie des différents types de pénétrateurs utilisés pour les mesures de dureté, micro dureté et nano dureté.

### II.5.2 - Essai de dureté BRINELL

La dureté Brinell est notée HB. Les mesures de dureté Brinell, dont le principe est présenté en figure II.23, sont utilisables jusqu'à des duretés de 650 HB. Elles font l'objet de la norme européenne EN 10003 (1994). D'autres normes européennes existent pour des matériaux et/ou des produits spécifiques.

Pour l'essai Brinell le pénétrateur est une bille en acier trempé polie ou une bille en carbure. La bille en acier est utilisée pour des duretés Brinell allant jusqu'à 350 HB. Pour des duretés plus importantes, la déformation élastique de la bille en acier n'est plus négligeable, on utilise alors une bille en carbure. Le diamètre de la bille doit être adapté à l'épaisseur et à la dureté de la pièce, il peut être déterminé à

l'aide d'un abaque. Les diamètres de la bille sont normalisés (1 ; 2,5 ; 5 ou 10 mm). Le pénétrateur est appliqué sur la surface lisse de l'éprouvette avec une force donnée, à une

vitesse contrôlée. La norme préconise une durée d'application de la charge comprise entre 2 et 8 secondes, et un maintien à la charge maximale de durée comprise entre 10 et 15 secondes.

Le diamètre de l'empreinte laissée par le pénétrateur après retrait complet de la charge est mesuré sur l'éprouvette. Pour cette mesure, une précision de  $\pm 1\%$  est nécessaire, afin que l'incertitude sur la valeur de dureté ne dépasse pas  $\pm 2\%$ . L'empreinte est supposée circulaire et ayant la forme d'une calotte sphérique. Dans le cas d'une empreinte non circulaire, on prendra la valeur moyenne de deux diamètres perpendiculaires de l'empreinte.

Sous charge croissante, dès que la limite d'élasticité du matériau est atteinte, un durcissement par écrouissage a lieu dans le domaine déformé plastiquement autour de l'empreinte. Afin que les mesures soient reproductibles, il est donc nécessaire de respecter certaines conditions :

- La surface arrière de la pièce ne doit pas présenter de déformation visible après indentation; aussi le diamètre de la bille est fonction de l'épaisseur de l'échantillon. L'épaisseur minimale de l'échantillon est donnée par la norme:

$e_{min} \geq 8$  fois la profondeur de pénétration de la bille.

- La charge doit être choisie de telle sorte que l'empreinte ne soit ni trop plate (bords de l'empreinte peu lisibles) ni trop profonde (grandeurs mesurées à peine différenciées pour des profondeurs d'empreinte différentes): le diamètre de l'empreinte doit être compris entre 0,24 et 0,6 fois le diamètre de la bille. Cela suppose le retrait élastique à la décharge négligeable par rapport à la déformation plastique.

Les valeurs de dureté obtenues avec des billes différentes ne sont comparables que si le rapport entre la charge d'essai et le diamètre de la bille est constant. Cette constante est appelée **rapport de charge** :  $C = F/D$ .

La norme définit le rapport de charge à utiliser en fonction de la nature du métal et de sa dureté. Ce choix permet en particulier qu'indépendamment du matériau, le diamètre de l'empreinte reste dans le domaine défini ci-dessus.

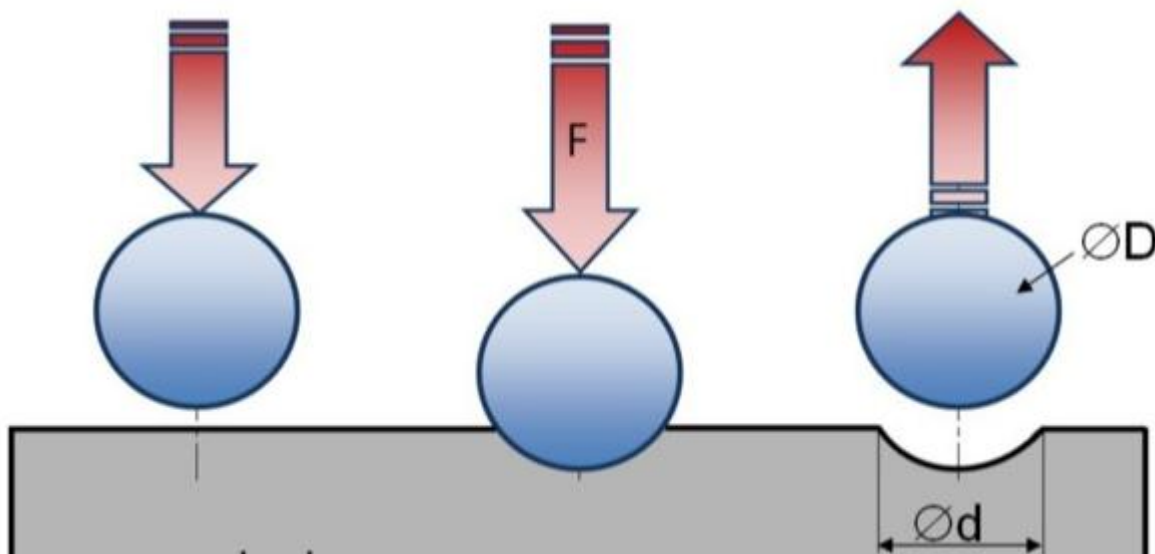


Figure II.23 - schéma de principe de l'essai de dureté Brinell.

La valeur de dureté Brinell est donnée par la formule:

$$HB = \frac{0,102 \cdot F}{A} \quad (F \text{ en [N] et } A \text{ en [mm}^2\text{)}) \quad (5.1)$$

Où F est la force appliquée et A est l'aire de l'empreinte supposée assimilable à une calotte sphérique :

$$A = \frac{\pi \cdot D(D - \sqrt{D^2 - d^2})}{2} \quad [\text{mm}^2] \quad (5.2)$$

Avec D le diamètre de la bille et d le diamètre de l'empreinte. Cette dernière hypothèse suppose le retrait élastique à la décharge faible comparativement à la déformation plastique sous charge, condition de validité de la mesure.

Dans la pratique, la dureté Brinell n'est pas calculée mais relevée dans des tables, en fonction du diamètre du bille, du diamètre de l'empreinte et du rapport de charge (ou de la charge d'essai). Les valeurs de dureté obtenues par différentes mesures ne sont comparables que si ces mesures ont été effectuées sous des conditions identiques. Une valeur de dureté selon la norme doit mentionner ces conditions de mesures. A cette fin, la désignation symbolique est normalisée; aucune information supplémentaire n'est mentionnée après la dureté suivie de la désignation HB si les conditions de mesures sont celles couramment utilisées (bille de 10 mm, force de 29420 N, durée de maintien de la charge d'essai 10 à 15 s).

La mesure de dureté Brinell est utilisée pour:

- La mesure de dureté sur des matériaux de dureté allant jusqu'à 650 HB.
- La mesure de dureté sur matériau présentant une microstructure comportant des domaines de duretés différentes ou présentant un gradient de dureté. Il est possible, avec une bille de diamètre 10 mm, de toucher plusieurs de ces domaines, de telle sorte qu'une valeur «moyenne de la microstructure» pourra être évaluée. Ceci est important par exemple pour un métal polyphasé, ou pour de la fonte grise.
- Le contrôle de résistance de pièces ayant subi un traitement thermique.

De nombreuses séries d'essais comparatifs sur aciers ont permis de mettre en évidence la relation entre la résistance à la rupture mesurée par l'essai de traction et la dureté Brinell.

$$R_m = 3,5 HB \quad (5.3)$$

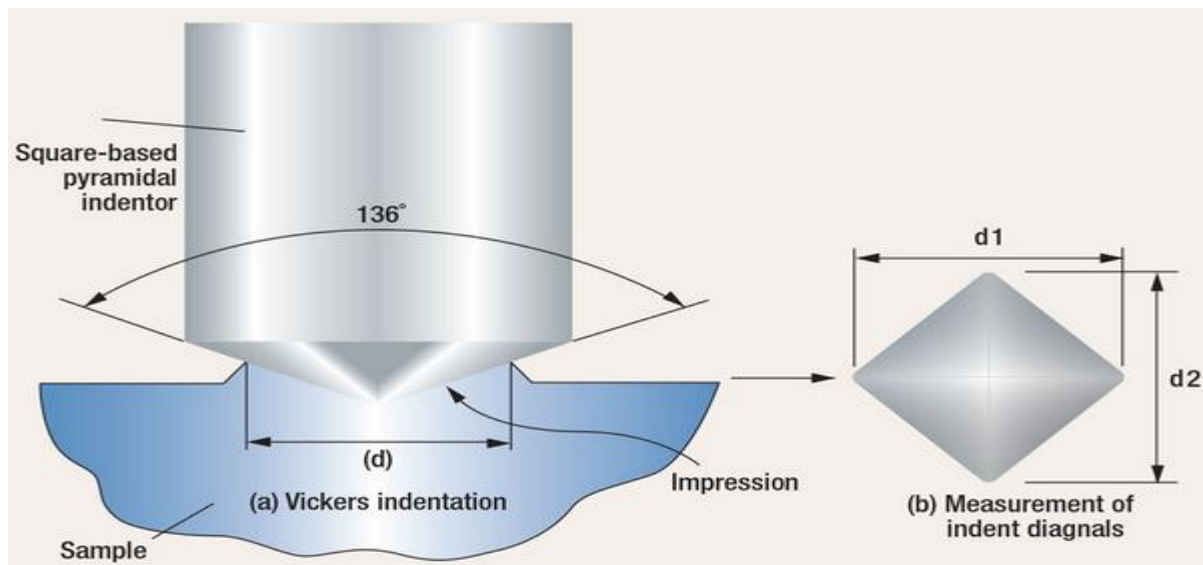
Cette relation approximative est valable pour des aciers jusqu'à une résistance  $R_m$  est d'environ 1500 N/mm<sup>2</sup>. Elle permet d'effectuer par exemple un contrôle non destructif de la résistance de pièces traitées thermiquement. La mesure de dureté Brinell n'est pas utilisable pour des matériaux très durs ou pour des couches superficielles fines.

### II.5.3 - Essai de dureté VICKERS

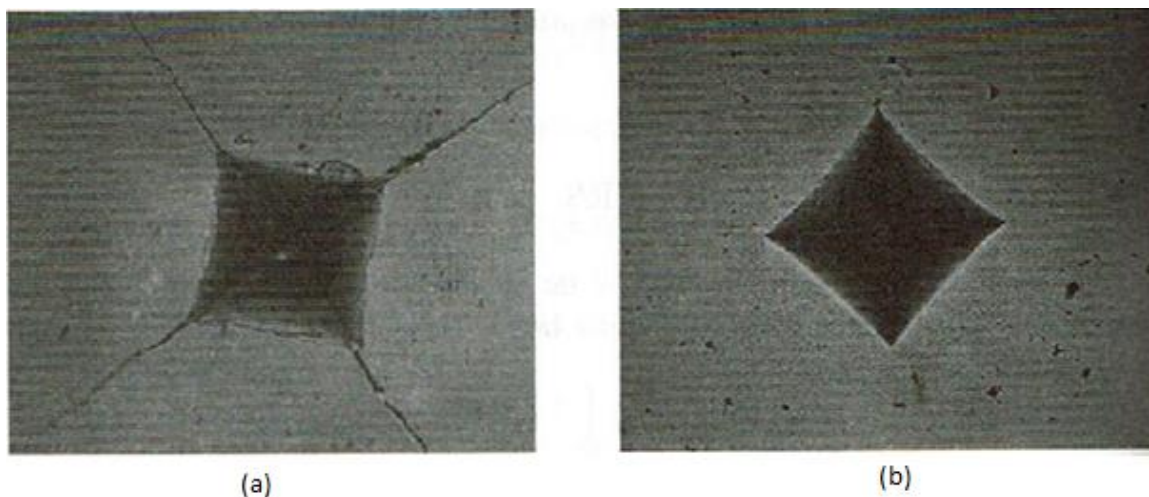
Le procédé Vickers est le procédé de mesure de dureté le plus précis, et concerne le domaine de mesure le plus large. Le principe de l'essai est le même que l'essai Brinell sauf ici on utilise comme pénétrateur un diamant épointé de forme pyramidale à base carrée et d'angle 136° entre deux faces opposées (figure II.24). Celui-ci est fragile aux chocs, et de ce fait moins apte à l'utilisation en conditions sévères. En revanche, il est possible d'examiner des

matériaux plus durs. Il n'y a pas de limite aux duretés mesurables par l'essai Vickers. La force est appliquée en 10 à 15 s, sans à-coup, jusqu'à sa valeur maximale. Elle est ensuite retirée. La pyramide laisse alors une empreinte de forme pyramidale (figure II.25). La diagonale de l'empreinte est mesurée. La valeur moyenne des deux diagonales est utilisée si le matériau est anisotrope. La précision du dispositif de mesure (loupe ou projection sur un verre opaque) doit être de l'ordre de  $\pm 1\%$ , correspondant à un écart sur la dureté de  $\pm 2\%$ . Les calculs des duretés Vickers (HV) et Brinell (HB) sont semblables. La mesure de dureté Vickers est définie par:

$$HV = \frac{1.854 \times F}{d^2} \quad (\text{Fen [N] et } d \text{ en [mm]}) \quad (5.4)$$



**Figure II.24** - Schéma de principe d'un essai de dureté Vickers.



**Figure II.25** - Empreintes de dureté Vickers  
(a) dans un matériau fragile ; (b) dans un matériau ductile.



Pour des charges comprises entre 100 et 1000 N, la charge est sans influence sur la mesure de dureté. Pour des échantillons dont la surface de mesure est petite, ou mince (couche dure superficielle par exemple), ou lorsque la surface ne peut être que légèrement endommagée, de plus faibles forces sont préconisées, entre 2 et 50 N. On parlera alors d'essai de dureté Vickers sous charge réduite. Pour des charges inférieures à 2 N, on parle d'essai de microdureté Vickers. Un tel essai est approprié pour la mesure de dureté des grains individuels d'un polycristal par exemple.

Comme pour les valeurs de dureté Brinell, les valeurs de dureté Vickers obtenues par différentes mesures ne sont comparables que si ces mesures ont été effectuées sous des conditions identiques. Une valeur de dureté Vickers selon la norme doit mentionner ces conditions de mesures par une désignation symbolique normalisée. Par exemple 640 HV 50 désigne une dureté Vickers de 640, obtenue en utilisant une charge  $F = 490$  N et une durée de mesure comprise entre 10 et 15 s.

Les domaines d'application de la mesure de dureté Vickers sont par exemple:

- La mesure de dureté pour des matériaux de tout niveau de dureté, y compris les matériaux durs frittés. Dans ce dernier cas, l'empreinte ne mesure que quelques  $\mu\text{m}$ . Plus l'empreinte est petite, plus la qualité de la surface indentée doit être propre (polie).
- La mesure de dureté d'une couche superficielle durcie. La force de mesure doit être choisie de telle sorte qu'aucune trace de déformation ne soit visible sur la face opposée après l'essai, et de telle sorte que l'épaisseur de la couche soit supérieure ou égale à 1,5 fois la diagonale de l'empreinte. La mesure de dureté Vickers peut être effectuée sur une surface cylindrique convexe ou sphérique. Il convient alors d'une part de respecter un bon centrage de l'échantillon par rapport à l'axe du pénétrateur, d'autre part d'effectuer une correction fournie par la norme en fonction de la géométrie de la surface indentée.

#### II.5.4 - Essai de dureté ROCKWELL

Dans l'essai de dureté Rockwell, la dureté n'est pas définie par le quotient d'une force par la surface de l'empreinte, mais est déterminée par la profondeur de l'empreinte. Celle-ci, ainsi que la dureté elle-même, sont lues sur un cadran ou enregistrées. Le procédé est entièrement automatisable. Le pénétrateur est soit un cône en diamant pointu d'angle au sommet  $120^\circ$  et à pointe arrondie sphérique (rayon 0,2 mm), soit une bille en acier de diamètre 1,587 mm ou 3,175 mm. L'indentation s'effectue en deux temps à la surface lisse de l'éprouvette. Une charge initiale  $F_0$  est d'abord appliquée; cette charge est de 30 N pour les duretés superficielles, et de 100 N pour des échantillons massifs. Cette phase préliminaire permet d'éliminer l'influence du support et du jeu, en fournissant une base de référence pour la mesure de la profondeur de pénétration. Puis, la charge est augmentée progressivement jusqu'à la charge d'essai, en 2 à 8 secondes. Elle est maintenue constante durant  $4 \pm 2$  s. Puis une décharge s'effectue jusqu'à la charge initiale  $F_0$ . Après enlèvement de la surcharge, le dispositif mesure automatiquement l'accroissement rémanent de la profondeur de l'empreinte,  $h$ , correspondant à la déformation plastique.  $h$  est encore appelé **profondeur de pénétration résiduelle** et peut être directement lue ou enregistrée.

La valeur de dureté Rockwell varie linéairement avec la profondeur de l'empreinte selon une relation dont les paramètres sont normalisés. Ces paramètres constants sont listés selon plusieurs échelles (A, B, N, T) correspondant à la nature des matériaux:

$$HR = \frac{N-h}{S} \quad (h \text{ en [mm]}) \quad (5.5)$$

Le facteur S vaut 0,002 pour les échantillons massifs, 0,001 pour les mesures de dureté superficielle, et N = 100 (échelle B) ou 130 (échelle C).

La valeur de dureté Rockwell ainsi obtenue est désignée par le symbole HR suivi par la lettre correspondant à l'échelle de mesure utilisée, 59 HRC par exemple. Le domaine d'application de la mesure de dureté Rockwell est essentiellement celui des mesures rapides de dureté pour les matériaux de dureté comprise entre 20 et 70 HRC. Pour les matériaux plus mous, l'échelle HRB doit être utilisée, où le cône est remplacé par une bille en acier de diamètre 1,587 mm. Pour les matériaux de dureté supérieure à 65 HRC (dureté d'un acier trempé ou de la martensite), le procédé devient imprécis.

Notons enfin qu'il faut bien sûr procéder de telle manière que la zone de déformation plastique autour du pénétrateur n'atteigne pas la face opposée de l'échantillon, ou l'interface entre le revêtement et l'alliage substrat. L'échantillon doit donc être suffisamment épais. Par exemple, la dureté d'une couche superficielle durcie par cémentation n'est mesurable par le procédé HRC que si son épaisseur est supérieure à 0,7 mm. Par ailleurs, moyennant quelques précautions, le procédé Rockwell peut être utilisé sur surface cylindrique convexe ou sphérique. Il convient là encore de respecter un bon centrage de l'échantillon par rapport à l'axe du pénétrateur.

### II.5.5 - Comparaison entre les duretés

A cause des différents processus micromécaniques mis en jeu dans les différentes méthodes de mesure de dureté, on comprend bien qu'il n'existe pas de formule de traduction entre les valeurs de dureté HB, HV et HR. Néanmoins, les résultats de nombreuses séries d'essais sur aciers ont permis d'établir des cartes de conversion qui font l'objet de la norme NF A 03-172 (1980). Une estimation peut tout de même être effectuée à l'aide de relations empiriques telles que  $HB = 0,95 HV$ , ou  $HRC = 1/10 HV$  (dans le domaine 200-400 HV).

### II.5.6 - Conclusions

L'essai de dureté est un essai quasiment non destructif comparativement à un essai de traction, il peut être pratiqué directement sur pièce de structure. Pour des pièces traitées thermiquement, il est tentant de pouvoir évaluer la résistance de la pièce traitée par un simple essai de dureté, sur des têtes d'amarrage d'éprouvettes par exemple. Malgré un grand nombre d'essais existant dans ce sens, il faut néanmoins rester très prudent quant à la validité d'une telle conversion, qui ne fournit qu'un ordre de grandeur de la résistance à la traction. Pour les matériaux à faible exposant d'écrouissage, on peut en première approximation considérer que HB est égal à trois fois la résistance à la traction  $R_m$ .

- **Normes**

- EN 10003- 1 (1994) : Matériaux métallique -Essai de dureté Brinell.
- EN ISO 6507-1 (1998) : Matériaux métalliques - Essai de dureté Vickers.
- EN ISO 6508 51999): Matériaux métalliques - Essai de dureté Rockwell.
- NF A 03-172 (1980): Produits sidérurgiques - Valeurs de conversion de dureté de l'acier.
- NF A 03-173 (1984) : Produits sidérurgiques - Valeurs de conversion dureté - résistance à la traction de l'acier.

### II.5.7 - Essai de résilience

L'essai de résilience a pour objet de déterminer la résistance des matériaux à la rupture sous l'effet d'un choc par l'intermédiaire de l'énergie de rupture. Bien que la résistance à la rupture se mesure traditionnellement, avec un essai de traction classique, la résistance que l'on vise à étudier ici a peu en commun avec la résistance observée dans un essai de traction statique. Dans l'essai de traction la déformation est graduellement imposée à l'éprouvette. La matière a ainsi assez de temps pour réagir et s'adapter au changement. Dans la pratique, une pièce est souvent soumise à des chocs brutaux. Pour cette situation, les valeurs observées dans un essai de traction ne donnent pas toujours satisfaction et peuvent même être trompeuses. Le problème se pose surtout avec les matériaux fragiles et les matériaux qui contiennent des retassures, des inclusions ou des fissures. Ces défauts provoquent un effet d'entaille, modifient localement les contraintes et entraînent surtout une triaxialité des contraintes. Des métaux initialement ductiles peuvent aussi se fragiliser en raison :

- D'une exposition prolongée à des températures élevées.
- De l'absorption de gaz (surtout H<sub>2</sub>, O<sub>2</sub>).
- D'une attaque corrosive le long des joints de grains.
- D'une accumulation des dégâts d'irradiation.

L'essai de résilience se fait sur une machine du nom « **Mouton pendulaire de Charpy** » comme le montre la figure II.26.



**Figure II.26** - Photo du mouton de Charpy

Le principe de l'essai CHARPY consiste à mesurer l'énergie résiduelle d'une masse en mouvement pendulaire à la suite d'un choc unique à une vitesse généralement comprise entre 1 et 4 m/s, sur une éprouvette entaillée de dimensions normalisées sollicitée en flexion trois-points. Une partie de l'énergie disponible est consommée par la rupture de l'éprouvette. Des jauges de déformation collées sur les différents marteaux permettent de mesurer l'effort au niveau des percuteurs. La flèche de l'échantillon est mesurée pendant l'essai à l'aide d'un capteur laser situé à 50 mm de l'éprouvette. Un dispositif d'arrêt du percuteur après la rupture de l'éprouvette permet de ne pas endommager le capteur lors de la remontée du marteau.

Le chargement effectivement responsable de la déformation de l'éprouvette et la ténacité dynamique du matériau testé sont déduits des mesures effectuées à l'aide d'une analyse dynamique simple basée sur la modélisation de l'essai par des systèmes masse-ressort et sur la mesure de la flèche de l'éprouvette pendant l'essai.

### II.5.8 - Conductibilité électrique

La conductivité électrique est la capacité d'un matériau à laisser passer le courant électrique, comme la plupart des métaux et les solutions chargées en ions.

Parmi les substances conductrices, on compte les métaux et l'eau salée. Parmi les substances isolantes, on trouve les céramiques et l'eau pure.

Pour tester la conduction des métaux, un courant traverse tous les dipôles. Le circuit est alors fermé. Un métal est conducteur, car il possède des électrons libres de se déplacer. Dans les métaux insérés dans un circuit électrique, les électrons libres se déplacent vers la borne positive du générateur (figure II.27).

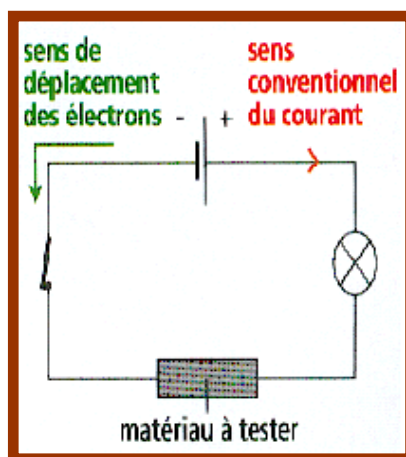


Figure II.27 - Schéma de circuit électrique

## II.6 - Conclusions

Nous avons présenté dans ce chapitre les différentes techniques d'analyses chimiques et physiques pour la caractérisation des matériaux.

Il existe d'autres essais particuliers permettant de définir avec précision chacune des propriétés mécaniques, physiques et chimiques.

Ce chapitre concerne l'étude expérimentale pour caractériser l'acier étudié disponible au niveau du hall technologique de la faculté de technologie. Nous le commencerons par un bref aperçu sur l'usine ALFON d'Oran, où nous avons préparé et effectué nos **analyses chimiques et microscopiques** au niveau du laboratoire de l'usine.

### III.1 - Présentation de l'usine ALFON

Elle fut créée en 1921 par Ducros et Brustlein sous la dénomination de Célestin Ducros. Elle a connu diverses mutations en termes d'infrastructure, d'organisation et d'appellation. Après sa nationalisation en 1974 au profit de la Sonacome, elle prit l'appellation d'unité de fonderie d'Oran (UFO). Elle subit en 1983 sa première restructuration et fut placée sous l'égide de l'entreprise nationale de fonderie ENF. L'année 2001 fut celle de sa filialisation par le groupe industriel FONDAL restructuré en 1995, des lors elle fut rebaptisée Algérienne des fonderies d'Oran (ALFON). Elle intervient principalement dans le domaine de la fonderie de l'acier et de la fonte, mais également dans la fonderie des matériaux non-ferreux comme les alliages d'aluminium et du cuivre. L'usine qui a débuté avec la fabrication des produits de voirie a ensuite, étendu son champ d'activités vers le secteur de la mécanique ou elle intervient principalement pour les chemins de fer, les carrières de concassage, le secteur agricole et hydraulique, et pour les services après-vente dans le cadre de la maintenance. ALFON s'est investie dans le secteur du marché de l'embellissement et mobilier urbain, pour mener, depuis 1994, une action d'envergure afin d'industrialiser le processus de la fabrication de ces produits. La fonderie constitue le centre névralgique des activités.



Figure III.1 - Opération de moulage dans l'usine.



Figure III.2 - Produits réalisés et commercialisés de l'usine.

L'organigramme de l'entreprise est comme suit :

**Tableau III.1** - Organigramme de l'entreprise ALFON

<b>Fusion</b>	Fours à induction, Fours à arc, Fours à creuset, Cubilots...
<b>Moulage</b>	Chaînes de moulage HP automatiques, Secousses-pressions et Chantiers manuels à sable à vert et sable furanique.
<b>Sablerie</b>	Installations de traitement et de régénération de sable, avec malaxeur intensif.
<b>Noyautage</b>	Procédés No-Back, Cold box, CO <sub>2</sub> , Croning...
<b>Laboratoire</b>	Spectrométrie, Métallographie, Chimie, Essais physiques, Sable.
<b>Parachèvement</b>	Ebarbage, Traitement Thermique, Soudage, Usinage, Chaudronnerie.
<b>Autres</b>	Equipements énergétique, Manutention, Transport, Machines-outils...

Nous avons travaillé au laboratoire de caractérisation des matériaux.

### III.2 - Plan de travail

Sur la base des équipements que nous avons au niveau du laboratoire science des matériaux et mécanique des sols de la faculté de technologie et grâce à la contribution de l'entreprise ALFON qui a mis à notre disposition ses moyens de caractérisation chimique nous avons adopté la démarche de caractérisation suivante :

Préparation des échantillons	<ul style="list-style-type: none"><li>• Découpe</li><li>• Usinage</li></ul>
Analyse chimiques	<ul style="list-style-type: none"><li>• Polissage</li><li>• Méthode d'analyse relative</li><li>• Métallographie</li></ul>
Analyse physiques	<ul style="list-style-type: none"><li>• Essai de traction</li><li>• Essai de dureté</li><li>• Essai de résilience</li><li>• Essai de conductibilité électrique</li><li>• Masse volumique</li></ul>

### III.3 - Préparation des échantillons

L'usinage des échantillons est fait au niveau du hall technologique de la faculté.

#### III.3.1 -La découpe

L'échantillon est une pièce cylindrique de diamètre 60 mm et de longueur de 130 mm. Pour le découpage de l'échantillon on a utilisé la machine Pehaka Roboter 250 qui est une scie à bande se trouvant au niveau du Hall technologique de la Faculté de technologie de Tlemcen, représentée par la figure III.9. Les caractéristiques de la machine sont les suivantes :

- Puissance du moteur : 2.2KW
- Dimensions du ruban : 4100 x 34 x 1.1mm
- Capacité de coupe à 90° : fer rond 330 mm carré 330x330mm,  
rectangle : 330 x480 / 225x530mm
- Capacité de coupe à 45° : rond : 275mm, carré 275x275mm,  
rectangle : 300x275mm
- Vitesse de la scie ruban : 20-80 m/min.
- Encombrement, 2300 x 940 x 1450mm.
- Poids 750 Kg.



**Figure III.3** - Photo de la machine scie à bande (Pehaka Roboter 250)

### III.3.2 -Usinage

#### ❖ Réalisation des éprouvettes de l'essai de traction :

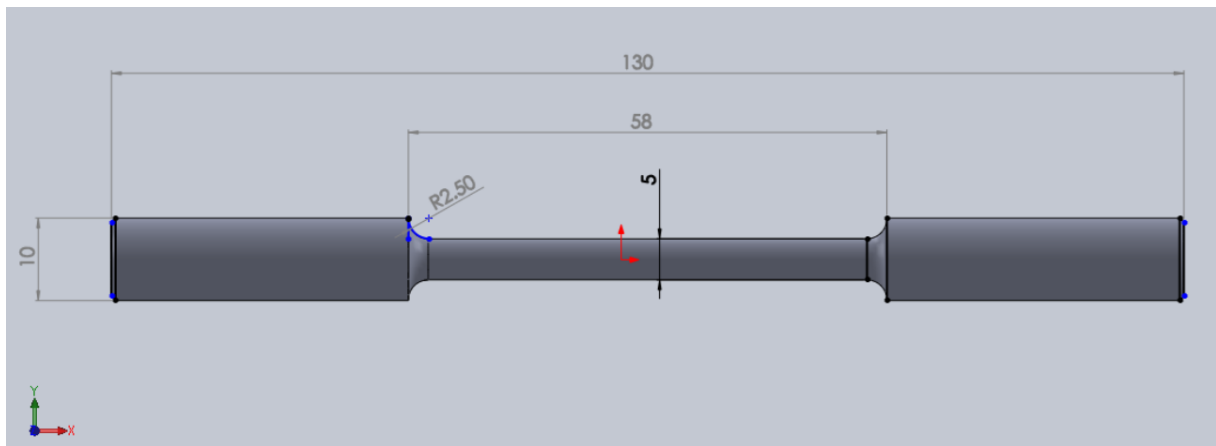
Pour l'essai de traction, on a découpé des lopins de l'acier étudié. Après nous sommes passés à l'usinage sur tour conventionnel (figure III.4) pour réaliser des éprouvettes cylindriques normalisées.



**Figure III.4** - Tour utilisé



Pour la réalisation des éprouvettes normalisées on a pris les dimensions suivantes comme indiqué sur la (figure III.5).



**Figure III.5** - Éprouvette normalisée

Des opérations de centrage, dressage et chariotage ont été faites pour l'usinage des éprouvettes.



**Figure III.6** - Opération d'usinage



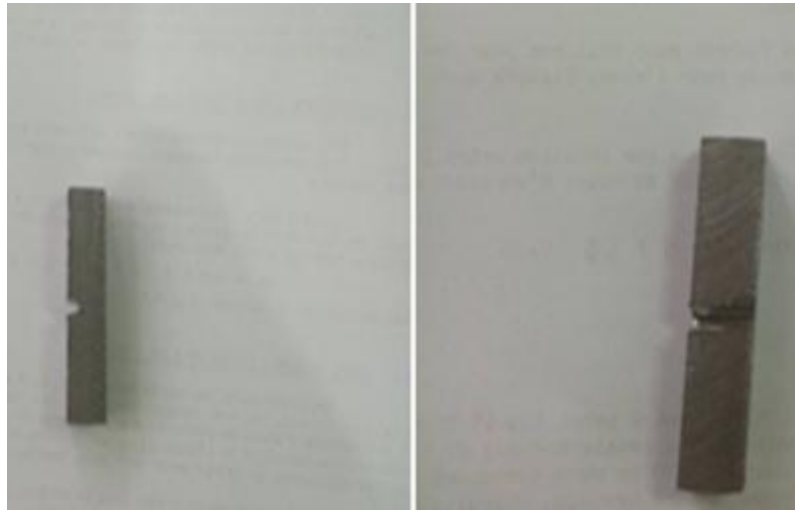
**Figure III.7** - Éprouvettes usinées

❖ **Réalisation des éprouvettes de l'essai de résilience :**

Pour réaliser l'éprouvette du même échantillon d'acier, on a utilisé la fraiseuse universelle de type WEYRAUCH (FR-U1100) (figure III.8) :



**Figure III.8** - Fraiseuse universelle WEYRAUCH



**Figure III.9** - Éprouvette usinée

## III.4 - Analyses chimiques

### III.4.1 - Polissage

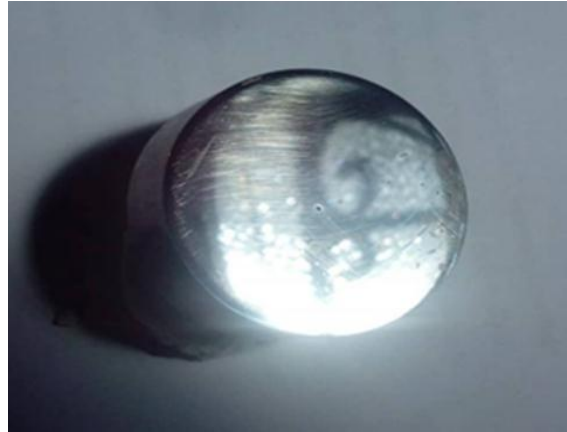
Il se fait par frottement sur des papiers abrasifs de granulométrie de plus en plus fine. Le polissage se fait sous eau (avec arrosage) pour éliminer tout risque d'échauffement de l'échantillon et ceci pour obtenir une surface plane, propre et polie (miroir). La machine utilisée est représentée sur la (figure III.10). L'échantillon avant polissage et après est représenté sur les (figures III.11 et III.12).



**Figure III.10** - Polisseuse (roto Pol -22)



**Figure III.11** - Échantillon avant le polissage



**Figure III.12** - Échantillon après polissage

#### III.4.2 -Méthodes d'analyse relative

Le laboratoire des matériaux de l'usine ALFON est doté d'un **spectromètre à émission optique (MetalLab Plus)** (MLP) représenté par la (figure III.13).



**Figure III.13** - Spectromètre à émission optique (MLP)

Cet analyseur de métal est capable d'analyser les différents types d'alliages ferreux et non ferreux. Une unité multi programmable de haute performance s'assure que la stabilité

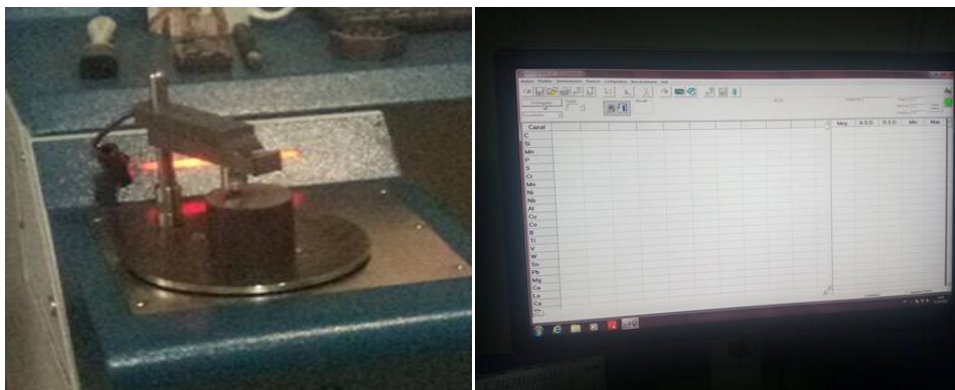
complète de puissance d'étincelle est réalisée en permettant une augmentation significative dans la précision et une réduction de durée de l'analyse. Il est appliqué pour l'analyse chimique de : Le fer et les aciers, le cuivre et ses alliages, le nickel et ses alliages, l'aluminium et ses alliages, le cobalt et ses alliages, le magnésium et ses alliages, le titane et ses alliages et le zinc et ses alliages.

❖ **Données techniques du spectromètre :**

Système optique multiple (CCD) de haute résolution avec jusqu'à 16 détecteurs à semi-conducteur de CCD selon l'application spécifique. Champ spectral large de 130 à 900 nanomètres. Grille olographe de luminosité élevée. Source multi fréquence d'étincelle de HEPS. Paramètres d'excitation entièrement commandés par ordinateur. Le logiciel de MLab, fonctionnant dans l'environnement Windows est très facile à employer. L'opérateur peut employer les fonctions de tout le spectromètre aux normes internationales.

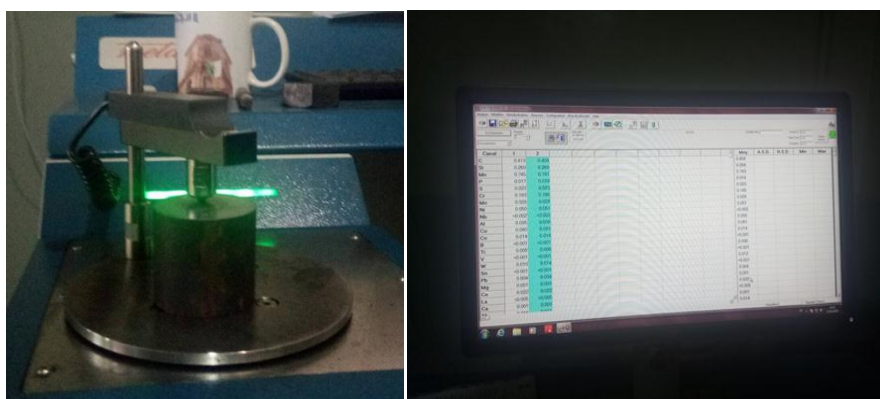
❖ **Déroulement des analyses :**

Après montage de l'échantillon, et la mise en contact avec le bec une lumière rouge apparait, et l'interface ne montre aucun résultat (figure III.8).



**Figure III.14 - Montage de l'échantillon**

Après quelques dizaines de secondes d'étincelage une lumière verte apparait et les résultats sont affichés automatiquement sur l'interface du micro de la machine comme le montre la (figure III.15).



**Figure III.15 - Résultats de l'analyse de l'échantillon**

L'éprouvette a été testée à quatre reprises. Après démontage on voit nettement les traces d'étincelles qui facilitent la détection de la composition chimique de l'échantillon, représenté par la (figure III.16).



**Figure III.16** - Traces des étincelles sur l'échantillon.

### III.4.3 -Métallographie

Les propriétés mécaniques des matériaux dépendent de la microstructure, et pour les contrôler, il faut décrire et quantifier leur microstructure (nature des phases en présence, densité, défauts...). C'est une technique utilisée pour déterminer la structure d'un métal en l'observant avec un microscope optique. On peut déterminer ainsi, selon les cas :

- les différents constituants.
- les grains et joints de grains, leur discontinuité .
- La taille et la forme des cristallites.

Le microscope utilisé est représenté sur la (figure III.17), et les résultats seront discutés dans le chapitre 4. Pour la bonne analyse la surface doit être polie finement (polimiroir) comme le montre sur la (figure III.12).



**Figure III.17** - Microscope optique utilisé (Euromex)

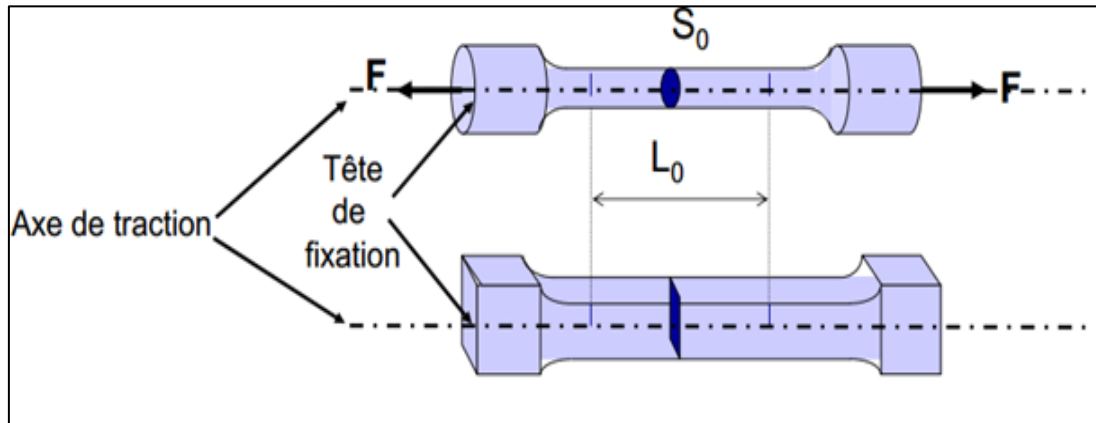
## **III.5 - Analyses physiques**

### **III.5.1 -Essai de traction**

L'essai de traction est le moyen le plus couramment employé pour caractériser le comportement mécanique d'un matériau sous une sollicitation progressive à vitesse de chargement faible ou modérée. L'essai permet l'étude et l'identification des mécanismes physiques de déformation plastique.

#### **❖ Principe de l'essai :**

L'essai consiste à placer une éprouvette normalisée (figure III.18) (cylindrique ou plate) du matériau à étudier entre les mâchoires d'une machine de traction qui tire sur le matériau jusqu'à sa rupture. L'essai est effectué à la température ambiante, on enregistre la force et l'allongement, que l'on peut convertir en contrainte déformation.



**Figure III.18** - Éprouvettes normalisées.

Ce type d'essai est normalisé par des réglementations nationales et internationales :

- Géométrie des éprouvettes
- Machine d'essai et leur étalonnage
- Techniques expérimentales mises en œuvre, le dépouillement des résultats et leur présentation.

❖ **Machine de traction utilisée :**



**Figure III.19** - Machine universelle d'essai de traction



- ✓ Les Paramètres de la machine (figure III.18) sont :
- Compateur de précision  $\frac{1}{100}$  .
  - La capacité 130 KN = 250 bar 1KN = 1000N .
  - Deux machoires pour la fixation de l'éprouvette.



**Figure III.20** - Photos des accessoires de la machine de traction.

### III.5.2 -Analyse de la dureté

La dureté est la mesure de la résistance d'un matériau à la pénétration. Cette dernière est fonction de plusieurs facteurs dont les principaux sont : la déformation élastique et plastique, le frottement pénétrateur surface indentée, la géométrie du pénétrateur, ses propriétés mécaniques et la charge qui y est impliquée. Le tableau III.1 Résume les caractéristiques des principales méthodes de mesure de la dureté utilisée : la dureté Brinell(HB), la dureté Vickers (HV), les duretés Rockwell (HRC et HRB). Bien que les valeurs de dureté soient données sans dimensions, les duretés Brinell et Vickers, de par leur définition, sont homogènes à des contraintes.

#### ❖ Epreuves :

La surface de l'éprouvette doit être propre, plane et lisse soigneusement préparée. Plus des dimensions du pénétrateur sont petites, plus l'état de la surface ne doit être lisse. On a choisi une éprouvette cylindrique pour notre projet figure en bas.



**Figure III.21** - Éprouvette pour essai de dureté

## ❖ La machine utilisée :



Figure III.22 - Machine de dureté

Tableau III.2 - Paramètres de la machine

TEST	INDENTER	LOAD N
HRC	120°	1471
HRA	120°	588
HRD	120°	981
HRB	Ø 1/16 "	981
HRE	Ø 1/8 "	981
HRF	Ø 1/16 "	588
HRG	Ø 1/16 "	1471
HRK	Ø 1/8 "	1471
HB2,5/187.5	Ø 2.5	1839
HB2,5/62.5	Ø 2.5	613
HB 5/125	Ø 5	1226
HV10	136°	981
HV60	136°	588

## ❖ Mode Opérateur (Cas de l'essai Rockwell) :

- Monter l'indenteur adéquat.
- Régler la charge et les paramètres d'essai.
- Monter l'éprouvette sur son support (de révolution ou plate).
- Appliquer la pré-charge de 10N (Indication lumineuse).
- Appliquer la charge de l'essai en appuyant sur la manette.
- Retirer la charge.
- Lire la valeur de dureté correspondante.
- Pour la précision de la mesure : effectuer au moins 3 reprises pour chaque essai.

### III.5.3 -Analyse de la résilience

Le principe de l'essai consiste à rompre par choc du mouton pendule une éprouvette en taillée reposant sur deux appuis. On détermine l'énergie absorbée caractérisant la Résistance aux chocs du matériau métallique essayé. La résistance aux chocs, donc l'énergie Nécessaire pour produire la rupture de l'éprouvette, exprimée en joule par centimètre carré.

#### ❖ Epreuve :

On utilise les éprouvettes dont les dimensions sont normalisées (figure III.21) avec l'entaille en U.

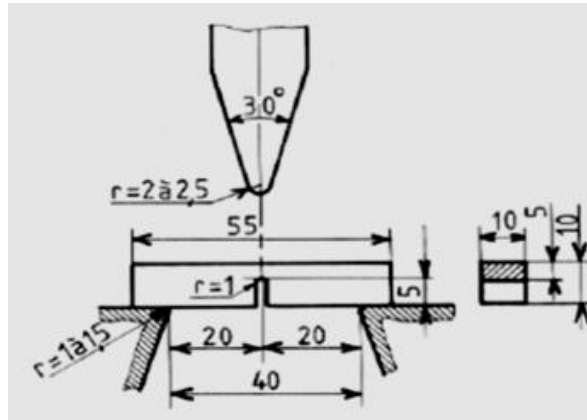


Figure III.23 - Éprouvette Charpy normalisée (Entaille en U)

#### ❖ Machine de l'essai :

Le mouton Pendule Charpy permettant de réaliser des essais de résilience avec une Capacité disponible qui peut atteindre **300J** selon les versions. L'essai permet de déterminer L'énergie absorbée lors de la rupture d'une éprouvette entaillée. Le pendule est constitué D'une base en fonte et de deux colonnes d'appui pour le support des éprouvettes **CHARPY**, Un mouton pendule avec son bras, un système de levage du mouton motorisé et un mécanisme de déclenchement.



Figure III.24 - Machine universelle d'essai de charpy

❖ **Mode opératoire et consignes de sécurité :**

- Centrer l'éprouvette entre les deux supports.
- Monter le pendule et le verrouiller.
- Régler le zéro (cadran).
- Lâcher le pendule.
- Et freinée puis lire l'angle de remontée.



**Figure III.25** - Réglage de cadran



**Figure III.26** - Position de pendule en haut



**Figure III.27** - Position de pendule avant et après la rupture de la pièce

- Energie initiale  
 $W_i = Mg \times H = 294 \text{ j}$   
 (Normalisée)
- Energie résiduelle  
 $W_r = Mg \times h$
- Energie absorbée  
 $W = W_i - W_r$   
 $= (Mg \times H) - (Mg \times h)$   
 $= Mg (H - h)$

- **W** en joules

- **M** en Kg

**g** =9.81 m/s<sup>2</sup>

H, h en (m)

**KCU** : la résilience =  $\frac{\text{energie absorbée par la rupture}}{\text{section au droite de l'entaille}}$  .

**KCU** (j/cm<sup>2</sup>) =  $\frac{W}{S}$ , =  $\frac{Mg(H-h)}{s}$

**W** : Energie absorbée en joule

**S** : section en cm<sup>2</sup>

### III.5.4 -Essai de conductibilité électrique

La conductivité électrique caractérise l'aptitude d'un matériau à laisser les charges électriques se déplacer librement et donc permettre le passage d'un courant électrique. On peut vérifier la conductivité électrique d'un métal on mesurant sa résistance par une méthode expérimentale dite voltampère métrique.

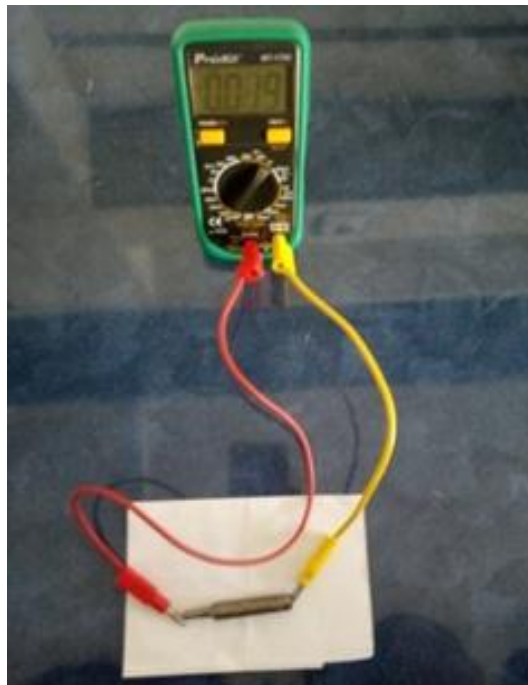
#### ❖ Expérience :

C'est mesurer la résistance d'un morceau d'acier de longueur L=80 mm, D1=10, D2=5mm  
Par un ohmmètre, Méthode dit direct .

#### ❖ Matériel utilisé :

- Ohmmètre type Pro'skit (MT-1705).

- Fil conducteur souple .



**Figure III.28** - Montage utilisée

- 1- on fait un tarage (court-circuit les deux bornes de l'ohmmètre. pour éliminer sa résistance interne  $r$  qui peut être additionnelle a la résistance mesurée  $R$  de l'acier
- 2- on branche les deux bornes de l'appareil aux bornes du morceau d'acier et on lit directement la valeur mesurée sur le cadran de l'appareil et on trouve :

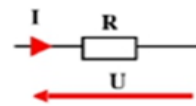
$$R \text{ mesurée} = 0.5 \Omega$$

#### ❖ Méthode voltampermetrique

Cette méthode consiste :

- Mesurer à l'aide d'un Ampèremètre le courant parcourant la résistance inconnue.
- Mesurer à l'aide d'un Voltmètre la tension appliquée à la résistance inconnue.
- La résistance mesurée est alors le rapport de la tension mesurée par l'intensité mesurée du courant, soit:

$$R = \frac{U}{I}$$



Avec :

$R$  : est la résistance électrique du circuit en Ohm ( $\Omega$ ).

$U$ : est la tension électrique appliquée aux bornes de  $R$  en Volts (V).

$I$ : est le courant parcourant la résistance  $R$  en Ampères (A).

#### ❖ Matériel :

- Générateur a courant continu (M10-DP-303E).
- Voltmètre, ampèremètre Proskit (MT-1705).
- La pièce en acier, fil.



#### ❖ Montage utilisée :

Selon l'emplacement du voltmètre par rapport à l'Ampèremètre, on distingue deux types de montages : montage Amont (ou Longue Dérivation) et le montage Aval (ou Courte Dérivation).

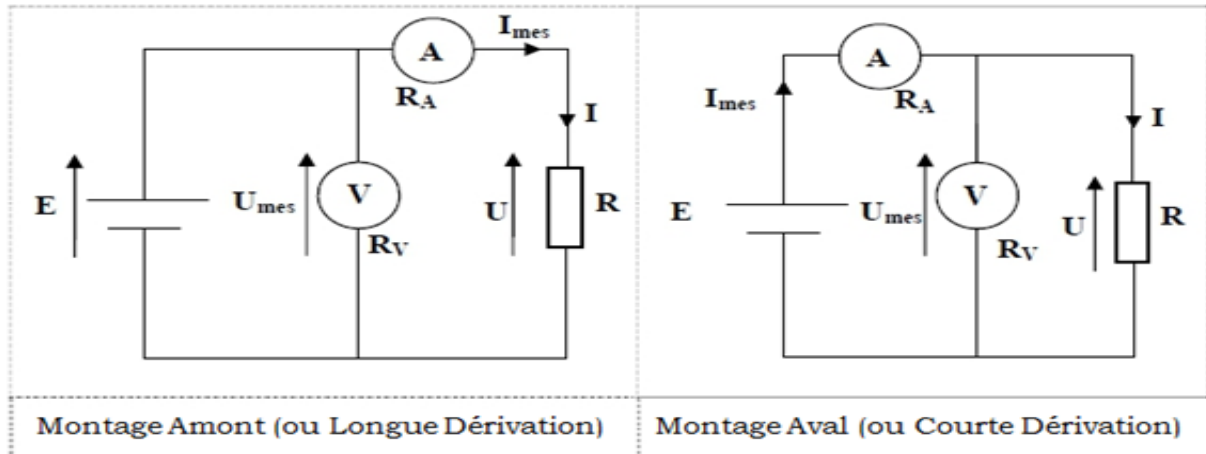


Figure III.29 - Les différents montages de la méthode voltampèremétrique



Figure III.30 - Montage aval

### III.5.5 - Masse volumique

Dans une éprouvette graduée de 1000 ml qu'on a rempli 400 ml d'eau, on a mis notre lopin d'acier. On lit directement la différence de niveau d'eau sur l'éprouvette.



Figure III.31 - Éprouvette utilisée.

### III.6 - Conclusions

Nous avons présenté dans ce chapitre les différentes méthodes et les machines utilisées pour la caractérisation de l'acier étudié.



Après avoir terminé toutes les expérimentations nous présentons dans ce chapitre les résultats obtenus.

### IV.1 -Analyses chimiques

En ce qui concerne les analyses chimiques le spectromètre utilisé nous a donné les résultats suivant le tableau IV.1.

**Tableau IV.1** - Résultats de l'analyse chimique

Composition	%
C (carbone)	0.139
Si (silicium)	0.204
Mn (Manganèse)	1.062
P (Phosphore)	0.013
S (Soufre)	0.011
Cr (Chrome)	0.190
Mo (Molybdène)	0.030
Ni (Nickel)	0.036
Nb (Nobium)	<0.002
Al (Aluminium)	0.032
Cu (Cuivre)	0.049
Co (Cobalt)	0.006
B (Bore)	<0.001
Ti (Titane)	0.035
V (Vanadium)	<0.001
W (Tungstène)	0.014
Sn (Etain)	<0.001
Pb (Plomb)	0.010
Mg (Magnésium)	0.001
Ce (Cérium)	0.031
La (Lanthane)	<0.005
Ca (Calcium)	0.001
Sb (Antimoine)	0.004
As (Arsenic)	0.014
Zn (Zinc)	<0.005
Te (Tellure)	0.003
Zr (Zirconium)	0.001
Fe (Fer)	98.112

#### ❖ Conclusion :

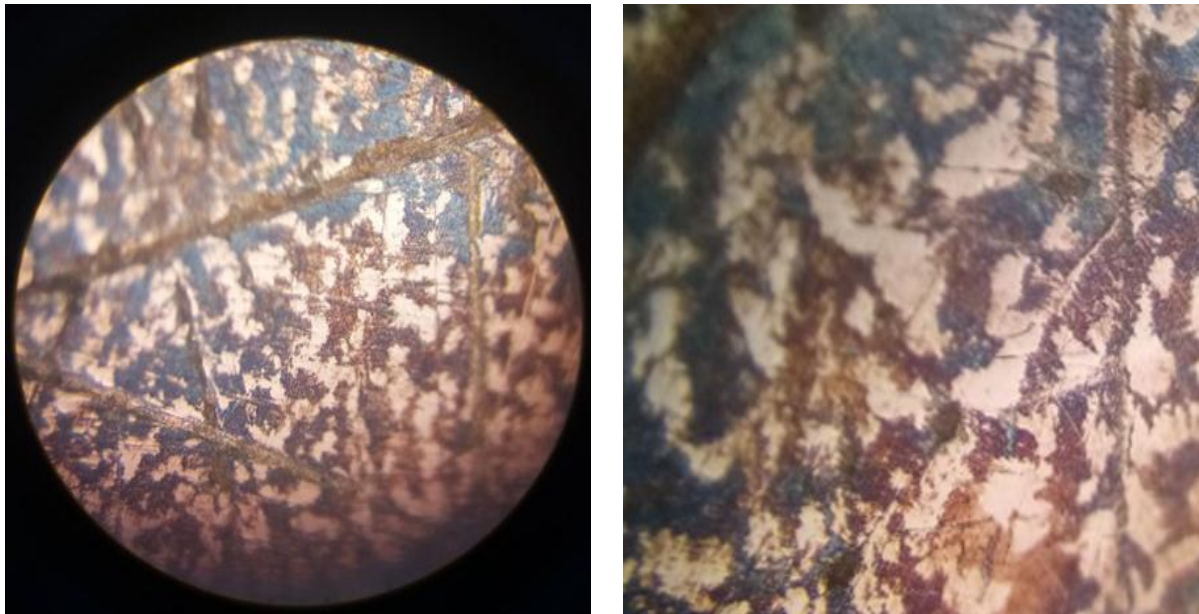
Après la lecture des résultats donnés par le spectromètre, on remarque que le pourcentage de fer est de 98,112% et du carbone est de 0.14 %. Ces valeurs projetées sur le diagramme « fer carbone » et d'après le classement [tableau 4.2], tiré de la littérature, on peut dire que notre acier c'est un acier doux.

**Tableau IV.2** - Classement des aciers en fonction du % de Carbone

Type d'acier	Teneur en carbone
Acier extra-doux	<0.10%
Acier doux	Entre 0.10% et 0.20%
Acier demi-doux	Entre 0.20% et 0.30%
Acier demi-dur	Entre 0.30% et 0.40%
Acier dur	Entre 0.40% et 0.50%
Acier extra-dur	>0.50%

## IV.2 -Métallographie

Après l'opération de polissage, on procède à une attaque chimique sur la surface polie par un acide (Nital 3%). En utilisant le microscope du laboratoire, la structure de notre acier est montrée par la (figure IV.1).

**Figure IV.1** - Microphotographie de l'acier (tache claire : ferrite ; tache sombre : perlite).

### ❖ Conclusion :

Cette métallographie révèle que le matériau étudié a une plage de structure ferrito-perlitique. Les aciers ferrito-perlitiques peuvent être vus comme des matériaux multi-phasés, constitués d'îlots d'une phase dure (perlite) englobés dans une matrice ferritique.

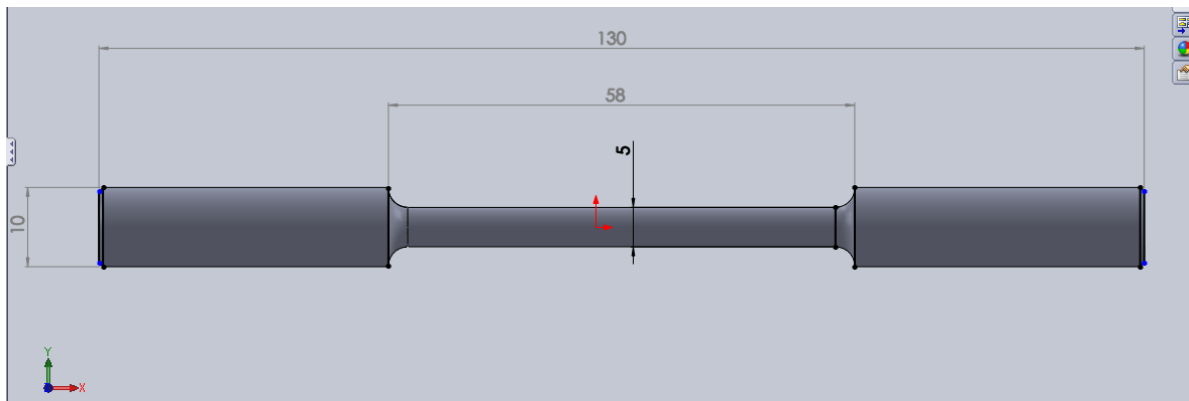
### IV.3 -Analyses mécaniques

#### IV.3.1 - Essai de traction

Nous rappelons les dimensions des éprouvettes usinées et leur forme sont suivant le tableau ci-dessous :

**Tableau IV.3 - Dimensions d'éprouvette**

Type	L3	L0	L2	b 1	b 2
<b>cylindrique</b>	130	30 ±0.5	58 ±2	5± 0.5	10±0.5



**Figure IV.2 - Dessin de l'éprouvette**

Nous avons usiné trois éprouvettes et trois essais ont été réalisés. Les résultats sont regroupés sur le tableau suivant qui représente la moyenne des valeurs des essais.

**Tableau IV.4 - Résultats d'essai de traction**

<b>F (N)</b>	1000	2000	3000	4000	5000	6000	7000	8000	9000	10000	11000
<b>ΔL</b>	0,000165	0.0003	0,0013	0,00186	0,00792	0,0258	0,0634	0,1114	0,1986	0,345	0,749
<b>σ (N\mm<sup>2</sup>)</b>	44,27	88,54	132.8	177.06	221.33	265.63	309.86	354.17	397.46	442.73	486.9
<b>ΔL/L</b>	0.00005	0.0001	0.0004	0.00062	0.0026	0.0086	0.0211	0.0371	0.0662	0.115	0.249

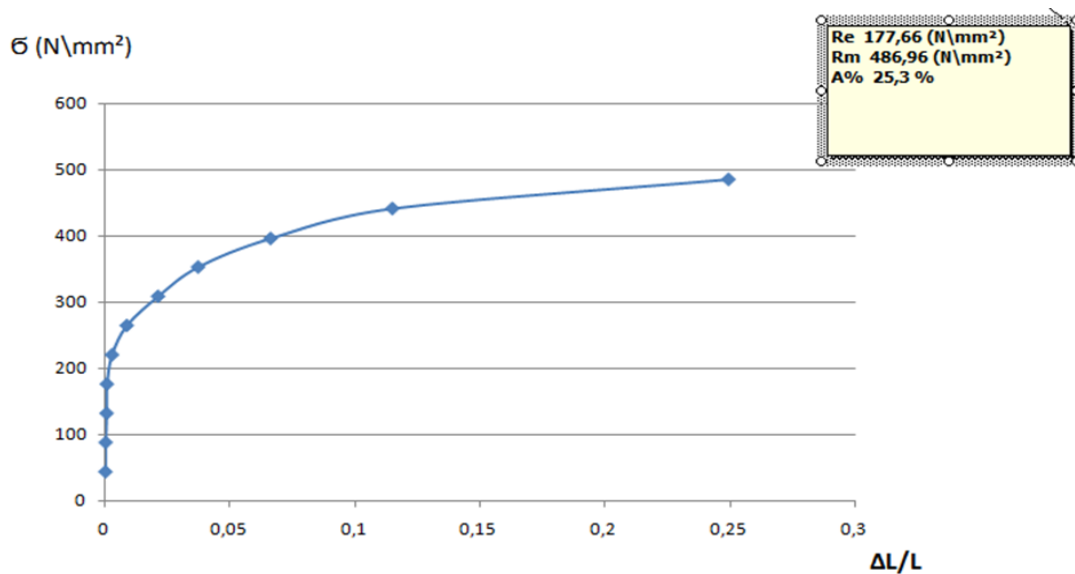


Figure IV.3 - Courbe de traction  $\sigma$  ( $\text{N/mm}^2$ ) en fonction de  $\Delta L/L$

#### ❖ Conclusion :

Après traitements des résultats sur Excel, L'essai de traction nous a donné les résultats suivants :

- **Résistance limite d'élasticité  $R_e$  est de : 177,66  $\text{N/mm}^2$**
- **Résistance à la rupture  $R_m$  est de : 486,96  $\text{N/mm}^2$**
- **Allongement en % est de : 25,3%.**

#### IV.3.2 - Essai de dureté :

La forme du pénétrateur est un cône d'angle de  $120^\circ$ . Donc on a un essai de dureté de type HRC.

La force appliquée  $F$  est de : 1471N.

Après la lecture sur le comparateur on détermine la valeur de la dureté.

Dureté Rockwell : HRC =75.

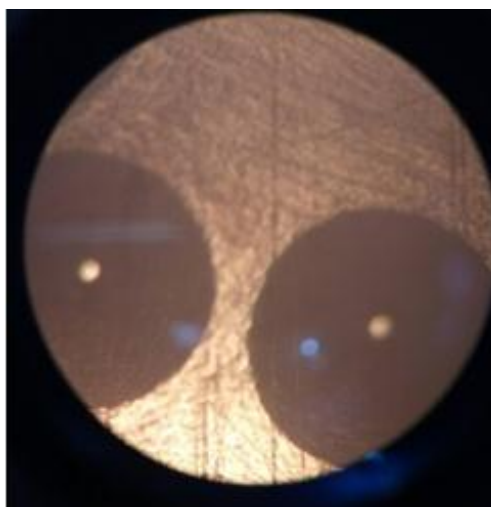


Figure IV.4 - Empreintes du pénétrateur

### IV.3.3 - Essai de résilience

Pour cet essai on a utilisé l'appareil « mouton pendulaire de Charpy » du laboratoire de la faculté.

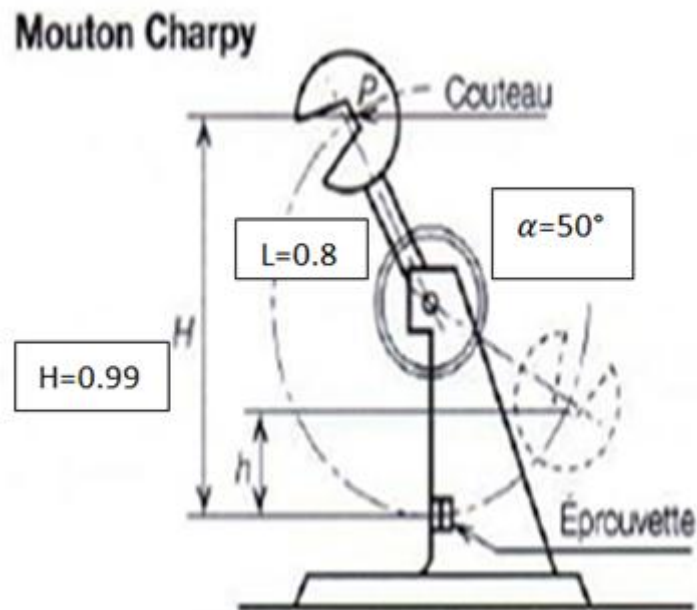


Figure IV.5 - Schéma d'essai Charpy

#### ❖ Données :

- La masse de pendule est de 20Kg
- La longueur de pendule  $L = 0.8\text{m}$ .
- La hauteur de levée est de  $H = 0.99\text{m}$
- L'angle  $\alpha$  au après rupture est de  $\alpha = 50^\circ$

- Energie initiale

$$W_i = Mg \times H = 294 \text{ j} \quad (\text{Normalisée})$$

- Energie résiduelle

$$W_r = Mg \times h$$

- Energie absorbée

$$W = W_i - W_r = (Mg \times H) - (Mg \times h) = Mg (H - h)$$

W en joules Men Kg  $g = 9.81 \text{ m/s}^2$  H, h en (m)

KCU : la résilience =  $\frac{\text{energie absorbée par la rupture}}{\text{section au droite de l'entaille}}$

$$\text{KCU (j/cm}^2\text{)} = \frac{W}{S}, = \frac{Mg(H-h)}{s}$$

W : Energie absorbée en joule S : section en  $\text{cm}^2$

#### ❖ Résultats :

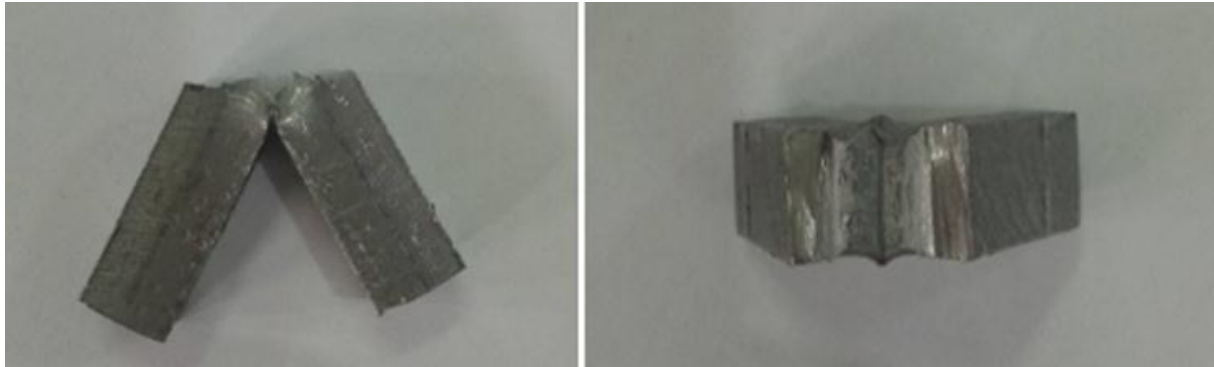
$$P = M \times g = 20 \times 9,81 = 196,2 \text{ N}$$

$$\text{Hauteur de remontée } h = 0,99 - 0,8 \cdot \cos 50^\circ = 0,47 \text{ m}$$

$$\text{Energie de rupture (absorbée) : } W = P (H - h) = 196,2 (0,99 - 0,47) = 102,02 \text{ J}$$

$$\text{Section nette de l'éprouvette en U : } S_0 = 1 \text{ cm} \times 0,5 = 0,5 \text{ cm}^2$$

$$KCU = 102,02/0,5 = 204.04 \text{ J/cm}^2.$$



**Figure IV.6 - Éprouvette testée**

❖ **Conclusions :**

Les essais mécaniques nous ont permis de déterminer les caractéristiques mécaniques du matériau étudié et de faire une comparaison avec les catalogues sur les aciers.

#### **IV.4 -Analyse électrique**

On peut vérifier la conductivité électrique de l'acier étudié en mesurant sa résistance par les méthodes expérimentales citées en chapitre trois.

❖ **Expérience1 : Méthode directe**



**Figure IV.7 - Montage de méthode directe**

La résistance mesurée :  **$R = 0.5 \Omega$ .**

❖ **Expérience 2 : Méthode voltampérométrique**

Les résultats obtenus sont donné dans le tableau IV.5 :

**Tableau IV.5 - Résultats de l'expérience 2**

	Tension (V)	Courant (A)	Calcul R( $\Omega$ )
<b>1 cas</b>	<b>1.2</b>	<b>2.5</b>	<b>0.48</b>
<b>2 cas</b>	<b>1.2</b>	<b>2.67</b>	<b>0.45</b>
<b>3 cas</b>	<b>1.2</b>	<b>2.73</b>	<b>0.44</b>

La résistance moyenne mesurée de notre acier est : **R= 0.46 ( $\Omega$ )**

❖ **Conclusion :**

Les mesures faites par les deux méthodes ont des valeurs approchées. Vu que la résistance est faible on peut dire que l'acier étudié est un bon conducteur électrique.

#### IV.5 -Détermination de la masse volumique

Connaissant la formule de la masse volumique  $\rho = \frac{m}{v}$  et la masse du lopin  $m = 572$  (g).

La différence de volume étant  $\Delta v = 470 - 400 = 70$  (ml), on a déterminé la masse volumique.

$$\rho = \frac{0.572}{0.07} = 8.17 \text{ Kg/dm}^3$$

#### IV.6 -Conclusion

Les résultats des expériences sont regroupés sur le tableau suivant :

**Tableau IV.6** - Tableau récapitulatif des caractéristiques expérimentales physico-chimiques


Caractéristiques											
Chimiques					Mécaniques					Physiques	
C %	Fe %	Mn %	P %	S %	R <sub>e</sub> N/mm <sup>2</sup>	R <sub>m</sub> N/mm <sup>2</sup>	A %	KCU J/cm <sup>2</sup>	HRC	R $\Omega$	$\rho$ Kg/dm <sup>3</sup>
0.139	98.11	1.062	0.013	0.011	177,66	486,96	25,3	204.04	75	0.5	8.17

A partir de ces résultats, on conclue que le matériau étudié est un **acier doux non allié**. Sa désignation normalisée est **S 235** par la norme AFNOR (ancienne désignation **A 37**).

C'est un acier de construction d'usage général, non destiné aux traitements thermiques. Il présente une bonne soudabilité. On peut l'utiliser par exemple comme axe, arbre de transmission, bâti de machine, éléments de fixation.

❖ **Validation :**

Nous avons validé nos résultats avec les catalogues des fournisseurs d'acier suivant :



**PRODUITS  
METALLURGIQUES**


**EMILE MAURIN®**

**ACIER DE CONSTRUCTION NON ALLIE A37**

- DESIGNATIONS NORMALISEES  
AFNOR : [E 24-2] DIN : ST 37-2 EN 10027-1: S235JR EN 10027-2 : 1.0037 EU 25-72 : Fe 360 B
- ANALYSE CHIMIQUE MOYENNE  
C : 0,17% maxi Mn : 1,40% maxi P : 0,045% maxi S : 0,045% maxi N : 0,009% maxi
- CARACTERISTIQUES MECANIQUES MOYENNES
 

Etat normalisé	Etat transformé à froid
Rm : 340/510 N/mm <sup>2</sup>	Rm : 340/840 N/mm <sup>2</sup>
Re : 175/235 N/mm <sup>2</sup>	Re : 215/410 N/mm <sup>2</sup>
A% : 17/26	A% : 7/24

Figure IV.8 - Catalogue 1



**A37**

AFNOR	DIN	AISI	NF EN 10 027-1
E 24-2	ST 37-2		S 235 JR

**Composition chimique en %**

C	S	Mn	P	N
0,17 Maxi	0,045 Maxi	1,40 Maxi	0,045 % Maxi	0,009 Maxi

**Propriétés**  
Acier de construction non - allié d'usage général, non destiné aux traitements thermiques.  
Pièces mécaniques peu sollicitées et ne nécessitant pas de ténacité spéciale.  
Pas de caractéristiques mécaniques garanties.

**Domaines d'application**  
Eléments de fixation, axes, arbres de transmission, construction métallique...  
Eléments mécano - soudés, bâtis de machine, pièces diverses ne nécessitant pas de caractéristiques particulières  
Soudabilité bonne (pour acier non - effervescent)

**Caractéristiques mécaniques moyennes**

R Mpa N/mm <sup>2</sup>	Re Mpa N/mm <sup>2</sup>	A %	Dureté HB
340 / 510	≥ 175 / 235	17 / 26	

**Soudage**  
Soudabilité bonne (pour acier non effervescent)

Figure IV.9 - Catalogue 2



### Conclusion générale et perspectives

Le projet de fin d'étude propose une méthodologie de caractérisation des matériaux. Il consiste à caractériser un acier qui se trouve au niveau du Hall technologique de la faculté de technologie.

Après une recherche bibliographique approfondie sur les différents types des matériaux et leurs utilisations ainsi que sur les méthodes de leur caractérisation, une étude expérimentale faite dans plusieurs laboratoires (Science des matériaux, Mécanique des sols, Hall technologique et ALFON-LCM) qui nous a permis de déterminer les caractéristiques du matériau étudié (chimiques, mécaniques et physiques).

Ce qui nous a permis de conclure et valider avec quelques catalogues professionnels que notre acier est un **acier doux non allié d'usage général**.

Sa désignation normalisée est **S 235**.

Comme perspective, nous proposons d'établir par les méthodes discutées dans notre mémoire, une fiche technique aux aciers le brut qui existe au niveau du Hall Technologique.

## **Bibliographie :**

- [1] M. Colombie et Coll. Matériau métallique 2 éditions Dumod Paris 2008.
- [2] S. Degallaix et B. Ilschne. Caractérisation expérimentale des matériaux tome 2 (propriétés physiques, thermique et mécaniques) 2007.
- [3] H. E. Exner, W. Cahn and all. Metallography and Physical Metallurgy, 1996.
- [4] G. Petzow, Metallographisches, Keramographisches, Gebrüder Brntraeger, 1994.
- [5] D. François, A. Pineau, A. Zaoui. Comportement mécanique des matériaux, Hermès.1991.
- [6] D. François, «Essais de traction et de compression». Essais mécaniques et lois de comportement. Hermès. 2001.
- [7] D. François. «Essais mécaniques des métaux. Détermination des lois de comportement», Techniques de l'ingénieur. M120-121.

## **Site internet :**

- <https://www.technologuepro.com/...matériaux/chapitre-1-caractérisation-mécanique>
- <https://www.technologuepro.com/...matériaux/chapitre-4-caractérisation-des-matériau>
- [http://www.atomer.fr/1/1\\_dimensions-eprouvettes-essais-de-traction.html](http://www.atomer.fr/1/1_dimensions-eprouvettes-essais-de-traction.html)
- <http://www.euralliage.com/alliage.html>
- <https://www.futura-sciences.com/sciences/dossiers/physique-materiaux-intelligents>
- [http://www.metaux-detail.com/Pdf/acier/a\\_37.PDF](http://www.metaux-detail.com/Pdf/acier/a_37.PDF).

## Annexe :

### Exemples de désignation des fontes

Fontes malléables à cœur blanc		
EN-GJMW 350-4	EN-JM 1010	MB 350-4
Fontes blanches		
EN GJN X Ni-Cr-4-2	–	FBC Ni4Cr2 HC

### Exemples de désignation des aciers

Désignation symbolique	Désignation numérique	Ancienne norme NF	Nuance USA approchante
Aciers faiblement alliés			
16 Mn Cr 5	1.7131	16 MC 5	–
34 Cr 4	1.7033	34 C 4	5132
34 Cr Mo 4	1.7220	34 CD 4	4135
42 Cr Mo 4	1.0083-1	42 CD 4	4142
51 Cr V 4	1.8159	50 CV 4	6150
100 Cr 6	1.3505	100 C 6	6440, E52100
Aciers fortement alliés			
X2NiCoMo18-9-5	1.6358	Z2NKD 18-9-5	Acier Maraging
X7Ni9	1.5663	Z8N 09	–
X10CrAlSi7	1.4713	Z8CA7	–
X30WCrV9-3	1.2581	Z30WCV 09	H21
X120Mn12	1.3401	Z120M12	Acier Hadfield

Désignation symbolique	Désignation numérique	Ancienne norme NF	Nuance USA approchante
<b>Aciers inoxydables austénitiques</b>			
X2CrNi18-09	1.4307	Z2CN18-10	304L
X5CrNi18-10	1.4301	Z6CN18-09	304
X2CrNiMo17-12-2	1.4404	Z2CND17-12	316L
X5CrNiMo17-12-2	1.4401	Z6CND17-11	316
X6CrNiTi18-10	1.4541	Z6CNT18-10	321
X6CrNiNb18-10	1.4550	Z6CNNb18-10	347
<b>Aciers inoxydables à durcissement par précipitation</b>			
X7CrNiAl17-7	1.4568	Z8CNA17-7	631 (17-7PH)
X8CrNiMoAl15-7-2	1.4532	Z8CNDA15-7	632 (15-7PH)
X5CrNiCuNb16-4	1.4542	Z6CNU17-4	630 (17-4PH)
<b>Aciers inoxydables austéno-ferritiques</b>			
X2CrNiN23-4	1.4362	Z2CN23-4	–
X3CrNiMoN22-5-3	1.4462	Z3CND27-5-3	S 31803
X2CrNiMoCuN25-6-3	1.4507	Z2CNDUW25-7-4	–
X3CrNiMoN27-5-2	1.4460	Z5CND 27-05	–

M. Dupeur .Aide -mémoire science des matériaux 2e édition, Dunod, Paris,2008

## ملخص

في عملنا ، نقدم منهجية لتوصيف مادة معدنية موجودة على مستوى الردهة التكنولوجية بالاعتماد على طرق التحليل الفيزيوكيميائية على أساس المعدات الموجودة في مختبر الهندسة الميكانيكية وبفضل مساهمة المختبر التابع لشركة ALFON لتحديد والمجهر الضوئي (MPL) فيما يتعلق بالتحليل الكيميائي ، استخدمنا مطياف الانبعاثات البصرية ، فقد تمكنا من توصيف المادة وهذا في عدة مراحل. الخصائص الميكانيكية لاختبارات الشد والصلابة والمرونة تم إجراء اختبارات الموصلية الكهربائية وأظهرت النتائج التي تم الحصول عليها أن المعدن المدروس هو فولاذ سبائك ينتمي إلى صنف من الفولاذ له تسمية

**.S 235 (A3 ،AFNOR E24-2)**

## ABSTRACT

In our work, we present a methodology to characterize an existing metallic material at the technological hall level by relying on physicochemical analysis methods.

On the basis of existing equipment in the mechanical engineering laboratory and thanks to the contribution of the laboratory of the company ALFON, we have been able to characterize the material and this in several stages. As far as chemical analysis is concerned, we have used the optical emission spectrometer (MPL) and an optical microscope. For the determination of the mechanical characteristics of the tensile, hardness and resilience tests were carried out. of the Electrical conductivity tests were done.

The results obtained showed that the metal studied is a non-alloy steel belonging to the class of steels having the designation

**S 235 (formerly A37, AFNOR E24 2).**

## RESUME

Dans notre travail, nous présentons une méthodologie pour caractériser un matériau métallique existant au niveau de hall technologique en s'appuyant sur des méthodes d'analyses physico-chimiques.

Sur la base des équipements existant au laboratoire de génie mécanique et grâce à la contribution du laboratoire de l'entreprise ALFON, nous avons pu caractériser le matériau et ceci en plusieurs étapes. On ce qui concerne les analyses chimiques nous avons utilisé le spectromètre à émission optique (MPL) et un microscope optique. Pour la détermination des caractéristiques mécaniques des essais de traction, de dureté, de résilience ont été réalisés. Des tests de conductibilité électrique ont été fait.

Les résultats obtenus ont montré que le métal étudié est un acier non allié appartenant à la classe des aciers ayant la désignation

**S 235 (anciennement A37, AFNOR E24-2).**

