
**Analyse des propriétés mécaniques locales par
nanoindentation**

Sommaire

V. Analyse des propriétés mécaniques locales par nanoindentation	139
Introduction	141
V.1. Etude préliminaire sur l'acier 16MND5	142
V.2. Approche à très faible charge ($F_{\max}=300 \mu\text{N}$)	145
V.2.1 Résultats obtenus sur l'acier 2C40.....	146
V.2.2 Résultats obtenus sur l'acier 16MND5	156
V.3. Discussion.....	158

Introduction

Dans le chapitre précédent, l'utilisation du rayonnement synchrotron nous a permis de suivre « directement » le comportement de la cémentite sous chargement mécanique, malgré sa faible fraction volumique dans les aciers bainitiques.

Dans cette même approche, les travaux de nanoindentation présentés dans ce chapitre ont été entrepris pour déterminer la dureté et le module d'Young des particules de cémentite présentes dans les matériaux de l'étude. Pour cela, nous avons testé une large gamme de charge d'indentation allant de 100 mN à 300 μ N. Nous avons commencé nos essais par des applications sur l'acier 16MND5, mais l'évolution des travaux nous a amenés à travailler principalement sur l'acier 2C40.

V.1. Etude préliminaire sur l'acier 16MND5

L'application de la nanoindentation à l'acier de cuve a pour but de déterminer les propriétés mécaniques locales de chacune des deux phases, ferrite et cémentite. Afin de sonder la microstructure et compte-tenu de la taille des carbures présents dans cet acier, plusieurs forces appartenant au domaine [5 mN - 100 mN] ont ainsi été appliquées afin de déterminer notamment la charge adaptée pour caractériser le comportement des inclusions de cémentite. Quatre mesures ont été systématiquement effectuées pour une même charge.

Comme présenté au chapitre II, le déplacement h_c dans la matière varie en fonction de la charge appliquée. La dureté mesurée pour chaque charge est tracée en fonction du déplacement atteint lors de l'essai ; les résultats obtenus sont présentés dans la figure V-1.

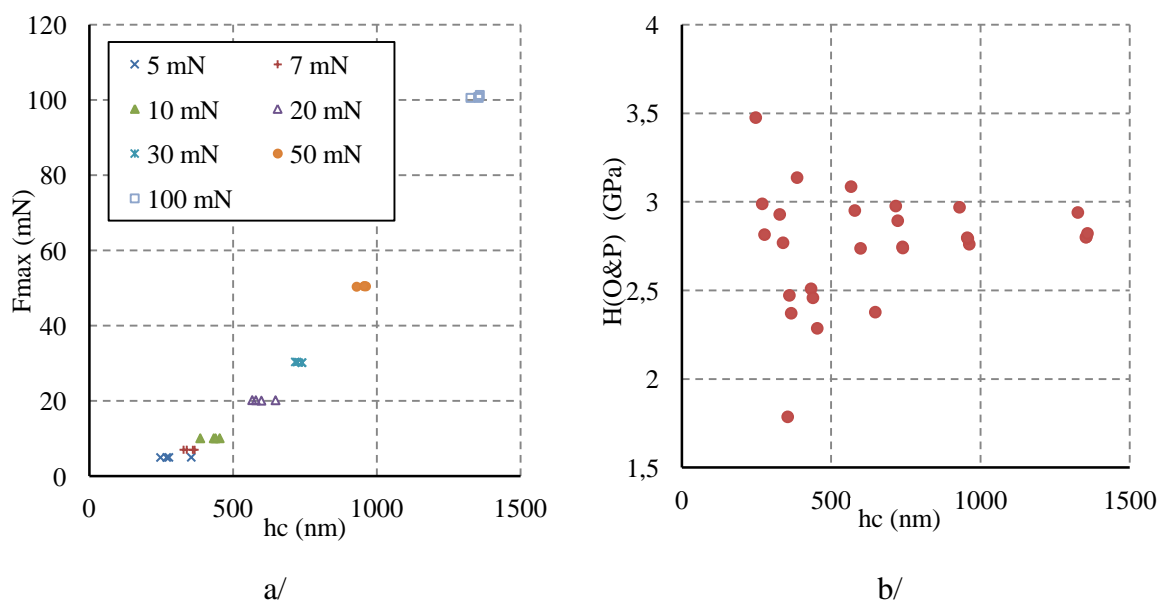


Figure V-1. Dureté de l'acier 16MND5 - a/ Variation du déplacement h_c en fonction de la charge maximale F_{max} appliquée - b/ Variation de la dureté en fonction du déplacement h_c

Le déplacement de l'indenteur dans la matière augmente avec la force appliquée (figure V-1-a) : la valeur la plus faible ($h_c=250$ nm) est enregistrée pour une charge de 5 mN et la valeur maximale ($h_c=1300$ nm) correspond à 100 mN.

A travers la gamme de charge testée, on observe que les duretés les plus grandes sont enregistrées pour les plus faibles charges (figure V-1-b) alors que les duretés les plus faibles correspondent aux charges les plus élevées. La nanodureté baisse avec l'augmentation du déplacement de l'indenteur dans la matière ou la charge appliquée, ce qui implique que la

surface de l'échantillon est plus dure que son cœur : ce comportement est habituel et est désigné dans la littérature par l'effet ISE (Indentation Size Effect) ou l'effet de la gamme de charge [(Voyiadjis, 2009)].

Les duretés mesurées pour des charges identiques présentent une hétérogénéité qui se traduit par une dispersion des résultats. Cette hétérogénéité est plus marquée pour les charges inférieures à 20 mN, mais semble s'atténuer avec l'augmentation de la charge appliquée et finit par converger vers une dureté macroscopique pour les plus hautes charges. Quand la charge F_{\max} est de 100 mN, nos résultats donnent une nanodureté de l'ordre de 2,6 GPa. Cette valeur est proche de la dureté Vickers de l'acier de cuve (HV=300) présenté dans les travaux de Sekfali [(Sekfali, 2004)] : quand le déplacement de l'indenteur converge vers une valeur h_c de l'ordre de la taille de plusieurs grains, la dureté mesurée est plus proche du comportement global de l'acier. C'est aussi pour cette raison que les mesures se stabilisent et semblent plus homogènes vers les hautes charges (50 mN et 100 mN), en comparaison avec celles effectuées aux faibles charges (5 mN et 7 mN).

Le tableau V-1 donne les 4 valeurs de la dureté et du déplacement h_c obtenus pour la plus faible charge appliquée ($F_{\max}=5$ mN). Les différentes mesures enregistrées donnent des valeurs qui passent du simple au double.

/	h_c [nm]	H(O&P) [GPa]	E [GPa]
Point 1	276	2,81	225
Point 2	246	3,47	245
Point 3	268	2,98	211
Point 4	353	1,78	164
Moyenne	286	2,76	211

Tableau V-1. Dureté et déplacement h_c obtenus avec une charge $F_{\max}=5$ mN -
acier 16MND5

La figure V-2 a été réalisée à l'aide du microscope appareillé à l'indenteur, les détails des empreintes laissées par l'indenteur se mêlent à ceux de la microstructure de l'acier de cuve, leur observation est délicate. Considérons l'examen optique d'une empreinte obtenue à cette même charge ($F_{\max}=5$ mN).

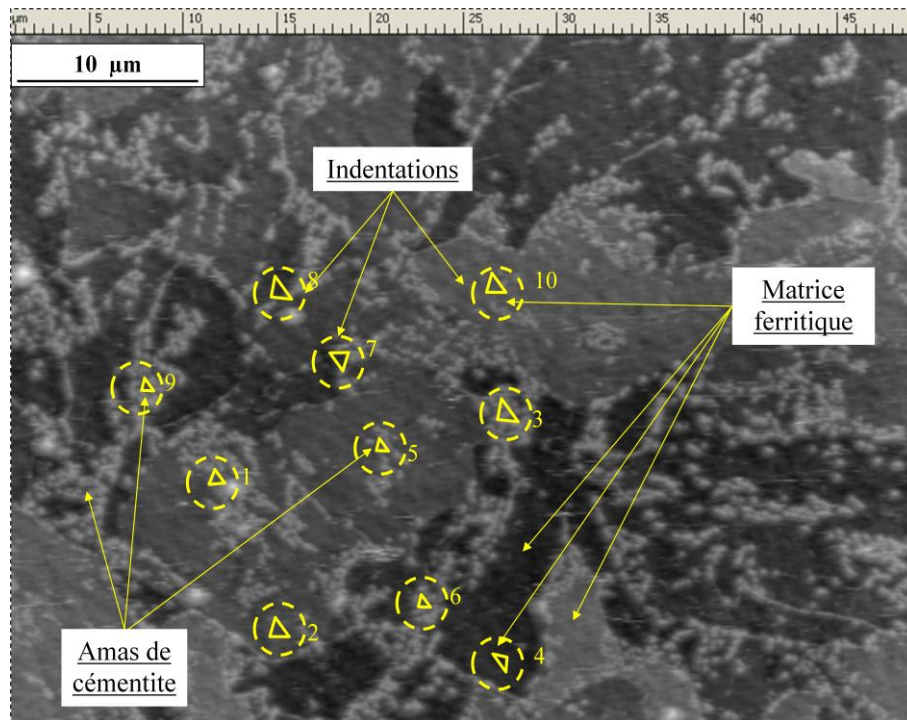


Figure V-2. Mise en évidence des amas de cémentite, de la matrice ferritique et des empreintes obtenues avec une charge $F_{\max}=5$ mN - acier 16MND5

Le volume sondé sous l'indenteur est équivalent à la surface que l'indenteur occupe lors de l'essai multiplié par la profondeur de pénétration dans l'acier [(csm-Instrument, 2009)] : sur la figure V-2, la taille de l'empreinte est de l'ordre de $1 \times 1 \mu\text{m}^2$ et le déplacement h_c moyen dans la matière est de 290 nm. Le volume sous l'indenteur est de l'ordre de $290 \cdot 10^{-3} \mu\text{m}^3$. Sachant qu'en nanoindentation, le volume total affecté lors d'un essai est équivalent à cinq fois le volume sous l'indenteur, ce volume affecté est donc voisin de $1,5 \mu\text{m}^3$, cette observation montre ainsi qu'une charge de 5 mN est inadaptée pour l'analyse des carbures présents dans l'acier de cuve, leur volume moyen est de l'ordre de $1,5 \cdot 10^{-3} \mu\text{m}^3$ ($D_{\text{moy}}=140$ nm). Par conséquent, il n'est pas possible de dissocier la contribution de chacune des phases dans les mesures effectuées : les valeurs obtenues suite aux essais correspondent à une réponse moyenne des deux phases.

A travers ces résultats, nous avons conclu qu'il est essentiel d'appliquer des charges beaucoup plus faibles que 5 mN afin de déterminer les propriétés de la cémentite. Une approche à 300 µN a été ainsi choisie : cette gamme se situe aux limites de la machine (nanoindenteur). Les essais exécutés avec une charge inférieure à 300 µN n'ont pu être

considérés car les courbes force-déplacement enregistrées présentent beaucoup d'irrégularités. Nous avons décidé de travailler dans un premier temps sur l'acier 2C40 car il contient des carbures de taille plus importante : de l'ordre de 700 nm contre 140 nm pour l'acier 16MND5.

V.2. Approche à très faible charge ($F_{\max}=300 \mu\text{N}$)

Compte tenu de la précision en translation de la platine du nanoindenteur, nous n'avons pas pu cibler directement des inclusions isolées de cémentite. Par conséquent, les indentations ont été effectuées en forme de matrice de 4x4 ou 5x5 indentations. La distance entre deux indentations successives doit être assez grande afin qu'aucune mesure n'ait une influence sur l'autre. L'espacement choisi dans nos essais est de 5 μm et la taille des empreintes est de l'ordre de 0,5 μm^2 . Avant de réaliser les mesures, on utilise des indentations réalisées à forte charge afin de repérer et limiter la zone à analyser (indentations repères).

Pour une meilleure estimation de l'aire de contact, la charge est appliquée en trois cycles de charge-décharge successifs : 75 μN suivie d'une décharge, 150 μN suivie d'une décharge et enfin 300 μN suivie d'une décharge.

Pour l'approche à faible charge, le microscope optique ne permettant pas une résolution de la microstructure, les indentations ont été associées à des cartographies AFM (microscope à force atomique) afin de déterminer la nature de chaque zone indentée. L'intégrité de la démarche expérimentale ainsi que les détails du calcul de la nanodureté par le modèle d'Oliver et Pharr ont été présentés dans le chapitre II.

Les mesures présentées dans le paragraphe ci-dessous sont données à titre indicatif. Une étude statistique plus large est nécessaire pour une confirmation des valeurs. Nous avons donc choisi de les normaliser avant de les présenter :

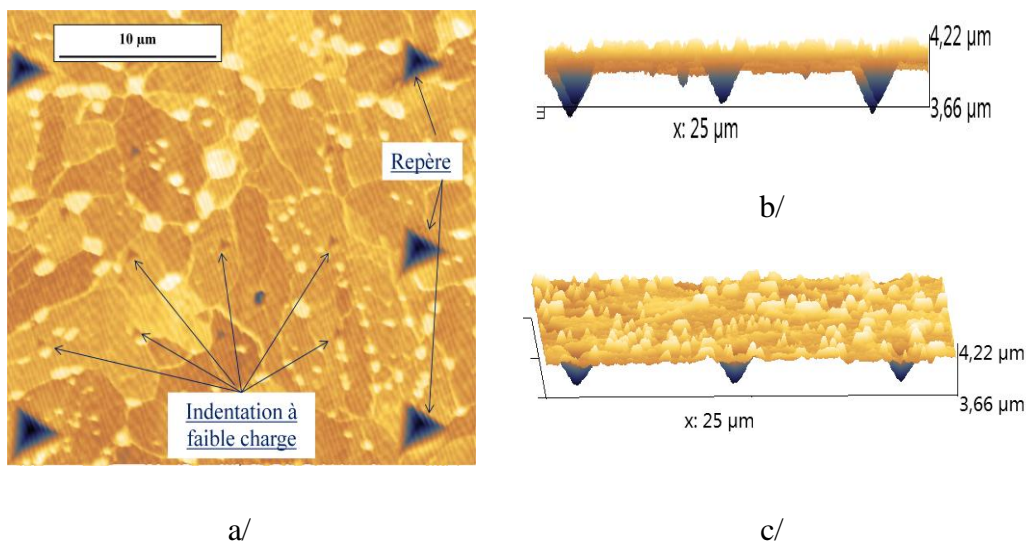
- le module d'Young obtenu par nanoindentation est normalisé selon le module d'Young des aciers bainitiques ($E=210 \text{ GPa}$) et est noté E_N dans nos résultats comme
- la nanodureté mesurée a été normalisée selon la dureté Vickers de l'acier convertie en dureté H(O&P), selon l'équation V.1 [(csm-Instrument, 2009)], soit 2,6 GPa , et est indiquée dans nos résultats par $H(\text{O\&P})_N$

$$HV = H(\text{O\&P})/10,80 \quad (\text{V.1})$$

Il est à noter que les cartographies AFM des zones indentées n'ont révélé aucun phénomène de bourrelet (pile-up) dans la phase ferritique, pouvant introduire des erreurs sur l'estimation de l'aire de contact et par conséquent dans la dureté mesurée [(Delqué, 2007)].

V.2.1 Résultats obtenus sur l'acier 2C40

La figure V-3 montre l'une des cartographies AFM réalisées sur une zone de l'acier 2C40 après indentation : les cartographies sont traitées à l'aide du logiciel ImagePlus. L'outil permet d'obtenir une topographie de la surface de l'échantillon (figure V-3-b) et de s'assurer de sa planéité pour une bonne estimation des duretés. Les cartographies donnent des informations microstructurales en surface de l'échantillon ; l'existence d'un carbure ou d'un joint de grains en dessous de l'empreinte ne peut malheureusement être vérifiée.



V-3. a/ Micrographie AFM réalisée sur l'acier 2C40 - b/ Planéité de la zone indentée - c/ Topographie et relief de l'acier 2C40

À fort grossissement, on aperçoit sur les cartographies les empreintes laissées par l'indenteur. Il s'avère difficile de retrouver les empreintes réalisées à faible charge au milieu des détails microstructuraux sans les indentations repères.

Après examen, parmi les 54 indentations effectuées à faible charge dans l'acier 2C40, seules 39 sont exploitables : d'une part, l'application des faibles charges est délicate et d'autre part il est connu que les hétérogénéités microstructurales des aciers polyphasés (interaction de deux phases) sont difficilement prises en compte par le modèle d'Oliver et Pharr.

Parmi les mesures exploitables, 28 indentations sont situées dans des zones purement ferritiques (la mesure est effectuée dans un grain ferritique), 5 indentations sont situées au niveau de zones mixtes composées de ferrite et de cémentite qui ne nous permettent pas de tirer des conclusions sur les propriétés de l'interaction ferrite/cémentite et 6 indentations sont situées dans des carbures isolés. Nous présenterons tout d'abord les résultats obtenus dans la ferrite puis les 6 indentations que nous avons pu effectuer dans des carbures isolés.

a) Dureté de la ferrite

La complexité de la microstructure engendre une dispersion importante des résultats, particulièrement quand il s'agit de mesures aussi locales ; les résultats sont à prendre avec précaution car la présence des inclusions, joints de grains, différentes orientations cristallographiques peut les influencer [(Maier, 2002)]. La figure V-4 présente l'une des courbes force-déplacement enregistrées dans une zone ferritique.

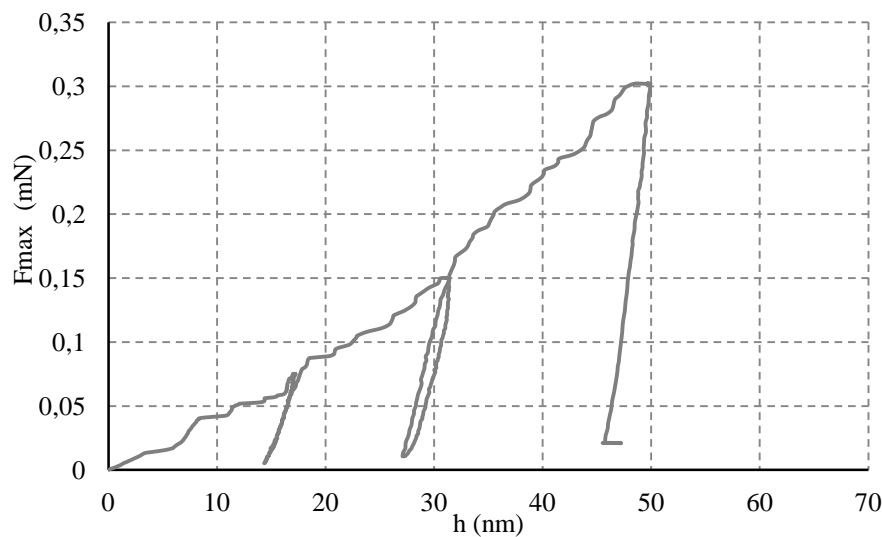


Figure V-4. Courbe force-déplacement enregistrée pour une indentation effectuée dans une zone ferritique - acier 2C40

Le tableau V-2 donne l'ensemble des mesures effectuées dans la ferrite ainsi que les valeurs moyennes de dureté et de module d'Young enregistrées pour l'acier 2C40. Le nanoindenteur ne fournissant aucune indication sur l'incertitude de mesure, nous avons par conséquent

considéré l'écart-type estimé pour plusieurs mesures effectuées dans une même entité microstructurale (ferrite).

Indentation n°	h_c [nm]	E_N	$H(O\&P)_N$	Indentation n°	h_c [nm]	E_N	$H(O\&P)_N$
4	79,7	0,5	0,7	30	49,3	2,2	1,7
5	62,1	2,2	1,1	31	39,3	1,4	2,8
9	49,9	1,8	1,7	33	59,4	1,0	1,2
10	45,6	0,9	2,2	37	49,3	1,4	1,7
11	43,9	2,4	2,1	38	46,4	1,9	1,9
12	44,8	2,4	2,0	39	56,8	1,1	1,3
13	64,8	2,0	1,0	40	47,7	0,8	1,4
19	51,7	0,8	1,7	41	47,7	1,2	1,9
20	68,8	2,3	0,9	43	59,6	1,1	1,2
21	54,7	1,8	1,4	44	48,7	1,5	1,8
22	58,1	1,8	1,2	45	54,8	1,4	1,4
24	43,6	1,0	2,4	46	45,0	1,5	1,9
27	47,2	2,1	1,9	48	44,8	1,4	1,9
28	56,2	1,1	1,4	50	53,6	1,1	1,4

Acier 2C40	h_c [nm]	E_N	$H(O\&P)_N$
Valeur moyenne	54 ± 9	$1,5 \pm 0,5$	$1,5 \pm 0,4$

Tableau V-2. Résultats des essais de nanoindentation dans la ferrite - acier 2C40

Pour une de force de 300 μ N, le déplacement h_c ne dépasse pas 80 nm : cela confirme que la profondeur sondée est inférieure à la taille moyenne des inclusions de cémentite présentes dans l'acier 2C40 ($D_{moy}=700$ nm) et que le choix de cette faible charge est justifié. On observe pour un même échantillon que le déplacement h_c varie entre les différentes zones purement ferritiques.

La dispersion des résultats est importante rendant ainsi leur analyse délicate. En plus de l'effet ISE et des hétérogénéités de la microstructure, les valeurs de nanodureté $H(O\&P)_N$ et du module d'Young E_N sont fortement influencées par d'autres facteurs dont la géométrie de

la pointe de l'indenteur et la déformation qu'elle peut subir suite aux concentrations de contrainte à son niveau.

En pratique l'indenteur parfait est impossible à usiner, dans ce cas la dérive dans la l'estimation de l'aire projetée peut être liée à la forme arrondie de la pointe de l'indenteur Berkovich qui engendre une erreur dans l'estimation du paramètre h_c . L'erreur peut s'étendre de 6 nm jusqu'à 28 nm selon les travaux de Gong et al. [(Gong, 2004)]. Pour nos essais et après calibration, le défaut de pointe a été estimé à 20 nm, soit une erreur de 30 % par rapport aux déplacements h_c relevés au niveau des volumes sondés dans nos travaux. Les auteurs Gong et al. [(Gong, 2004)] ont aussi montré que la géométrie de la pointe de l'indenteur n'est pas le seul paramètre dont dépend la nanodureté. Lors des indentations, il subsiste une déformation plastique de l'indenteur engendrée par une localisation des contraintes au niveau de la pointe. Ce phénomène accentue la difficulté de déterminer les propriétés des matériaux étudiés. L'état de la surface de l'échantillon après polissage et attaque chimique peut aussi influencer la mesure de la nanodureté [(Oliver, 1992)]. Comme le montre la figure V-5, le carbure présente un relief par rapport à la matrice ferritique formant ainsi une rugosité à la surface de l'échantillon ; cela influence forcément les mesures.

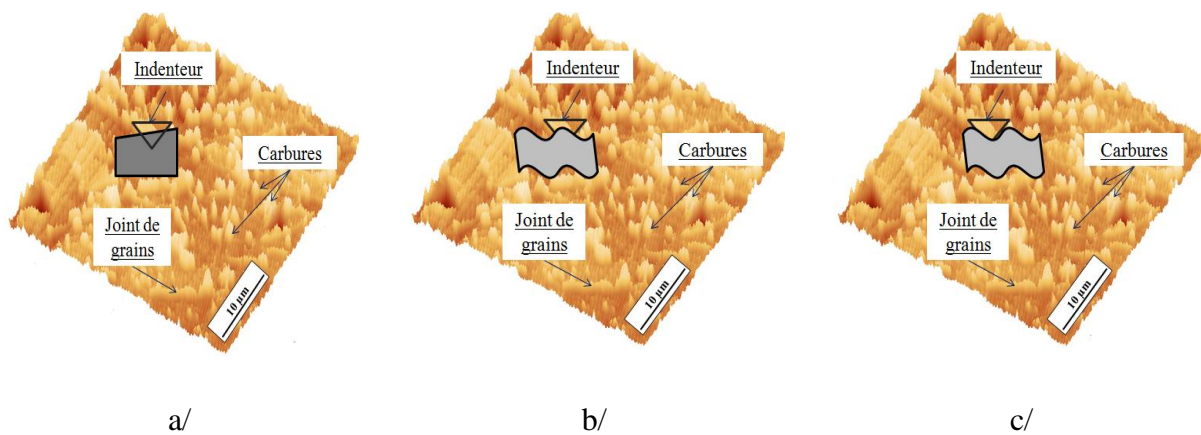


Figure V-5. Relief de la zone mixte - a/ Manque de planéité -
b/ indentation d'une zone en bosse - c/ Indentation d'une zone en creux

Considérons le cas d'un manque de planéité de la zone indentée (figure V-5-a) ou le cas d'une indentation effectuée au niveau d'une bosse (figure V-5-b) ou encore un creux (figure V-5-c) formé(e) par la présence des carbures. Même si les charges appliquées sont identiques, à chaque cas correspond une aire projetée différente et par conséquent un déplacement h_c

différent qui induit une dispersion des résultats de dureté et de module d'Young [(Bouzakis, 2003)].

D'autre part, le relief engendré par la microstructure (cémentite, joint de grains) altère le repère surfacique désigné par l'indenteur lors des calibrations nécessaires à l'essai, engendrant ainsi des difficultés supplémentaires pour l'estimation de h_c .

Nos investigations sur le comportement de l'acier 2C40 nous ont également permis d'observer la compétition de certains phénomènes caractéristiques dont la dureté des grains adjacents et l'effet du joint de grains sur la dureté. Toutefois, il ne s'agit que de mesures préliminaires qui ne nous permettent pas d'en tirer des conclusions définitives.

Dureté des grains adjacents

L'acier 2C40 présente une taille de grain réduite qui nous a facilité l'étude de la dureté de plusieurs grains adjacents. La figure V-6 montre les nanoduretés $H(O\&P)_N$ et les modules d'Young E_N déterminés pour différents grains ferritiques avoisinants. Afin de limiter l'influence du joint de grains, nous avons considéré uniquement les mesures relativement éloignées de ce dernier.

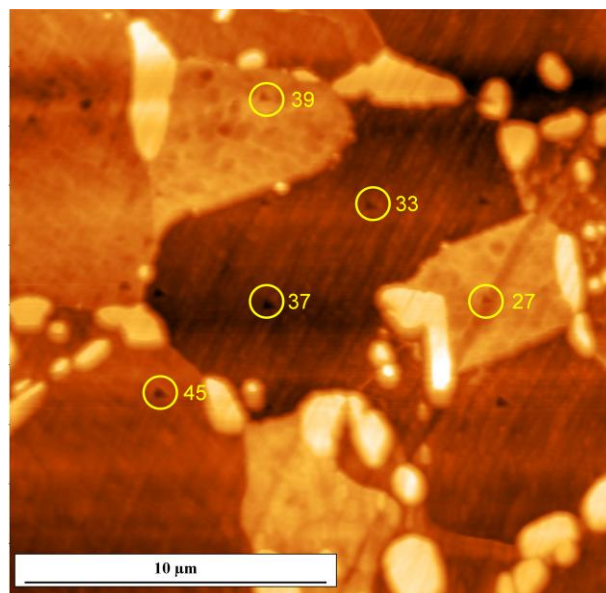


Figure V-6. Indentations réalisées dans plusieurs grains adjacents - acier 2C40

Indentation	n° 27	n° 33	n° 37	n° 39	n° 45
$H(O\&P)_N$	1,9	1,2	1,7	1,3	1,4
E_N	2,1	1,0	1,4	1,1	1,4

Tableau V-3. Caractéristiques de plusieurs grains adjacents - acier 2C40

Les valeurs de dureté varient d'un grain à l'autre de 1,2 à 1,9 ; l'écart-type est de $\pm 0,4$ (tableau V-3). La variation ne semble pas en rapport avec la taille du grain, puisque les duretés des points 45 et 39 sont proches alors que la taille du grain 45 est plus importante que celle du grain 39. Cette observation s'applique aussi aux indentations relatives aux points 27 et 37. Toutefois, afin de mieux cerner cet effet de taille de grains, il est préférable d'observer le profil des grains en profondeur : cela peut donner une explication à la variation des mesures 33 et 37 qui appartiennent au même grain.

Le module d'Young E_N correspondant à chaque mesure semble connaître la même variation, soulignant ainsi l'hétérogénéité des matériaux polycristallins qui a fait l'objet de nombreuses recherches auparavant : les grains ferritiques adjacents présentent des propriétés mécaniques différentes qui dépendent de l'orientation cristallographique de chaque grain même s'ils appartiennent à la même phase. C'est le cas de la majorité des aciers, dont les aciers bainitiques étudiés.

Influence des joints de grains

La figure V-7 ainsi que le tableau V-4 présentent les résultats des indentations effectuées au voisinage d'un joint de grains. On peut y observer :

- des indentations appartenant à un même grain, situées à des distances différentes par rapport au joint de grains : indentation n° 10 et 9, 12 et 16, 19 et 22, 20 et 21.
- des indentations appartenant à deux grains différents, séparées par le joint de grains : indentation n° 30, 31 et 40.

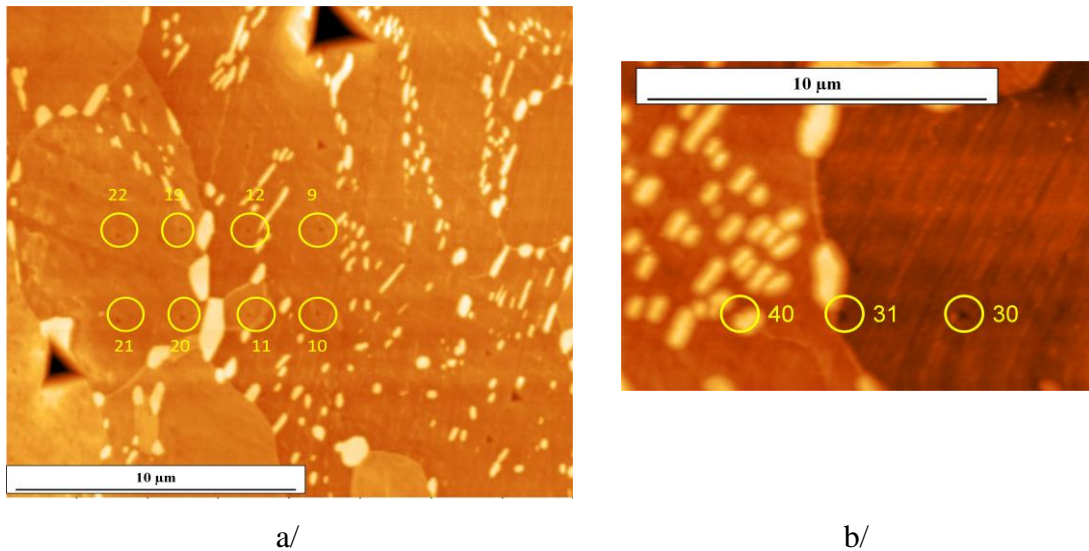


Figure V-7. Indentations réalisées dans une zone qui croise un joint de grains, acier 2C40 -
a/ Zone I - b/ Zone II

Zone I	Indentation	n° 9	n° 10	n° 11	n° 12	n° 19	n° 20	n° 21	n° 22
	$H(O\&P)_N$	1,7	2,2	2,4	2,4	1,7	0,9	1,4	1,2
	E_N	1,8	0,9	2,1	2,0	0,8	2,3	1,8	1,8

Zone II	Indentation	n° 30	n° 31	n° 40
	$H(O\&P)_N$	1,7	2,8	1,4
	E_N	2,2	1,4	0,8

Tableau V-4. Analyses effectuées dans d'une zone qui croise un joint de grains - acier 2C40

La dureté diminue lorsqu'on s'éloigne du joint de grains. Cette observation est valable pour le point 12 situé au plus près du joint de grains en comparaison avec le point 9, qui appartient au même grain (figure V-7-a). C'est aussi le cas pour les points 19 et 22, 11 et 10. Ce comportement n'est pas « systématique » comme le montrent les points 20 et 21, car il subsiste dans l'acier une superposition des phénomènes microstructuraux dont l'orientation cristallographique, l'effet du joint de grains, la présence de carbures proches de la zone indentée...etc.

La figure V-7-b illustre un autre cas d'effet du joint de grains : les points 40 et 30 appartiennent à deux grains différents et présentent des nanoduretés différentes. Il faut cependant faire remarquer que la mesure 40 est très proche d'un carbure et a pu être influencée par les propriétés de ce dernier. Le point 31 est proche au joint de grains et il présente une nanodureté supérieure à celles des deux points 40 et 30.

Nous n'arrivons pas à expliquer l'évolution des valeurs du module d'Young E_N qui ne suivent pas la tendance des duretés $H(O\&P)_N$. En général, une grande dispersion des valeurs est observée, mais les valeurs de E_N les plus élevées semblent correspondre à des mesures effectuées dans des zones 100 % ferritiques et relativement éloignées des joints de grains : indentations 9, 11, 20 et 30. De la même façon, les valeurs de E_N les plus faibles peuvent être attribuées à des zones ferritiques proches du joint de grains (indentation 19 et 40). La valeur de E_N pour l'indentation 31 est intermédiaire et se situe entre les deux catégories.

b) Dureté des inclusions de cémentite

Comme mentionné précédemment, nous avons choisi d'examiner les carbures présents dans l'acier 2C40, car ils présentent une taille plus avantageuse offrant plus de chance de cibler uniquement une inclusion de cémentite isolée. Cependant, ces essais s'avèrent assez difficiles à mener. Parmi les 54 indentations effectuées, seules 6 correspondent à des carbures isolés et les résultats obtenus soulignent deux observations importantes :

Observation n° 1

Nous avons examiné les zones indentées une à une. La figure V-8-a montre une cartographie AFM d'un carbure isolé sur lequel on a pu effectuer une indentation. On y trouve également la courbe force-déplacement relative à ce point (indentation n° 34).

La taille du carbure est de 2 à 3 μm : il s'agit ici de l'un des plus gros carbures présents dans la microstructure de l'acier 2C40. L'indentation est faite près de son bord et donne une valeur de dureté $H(O\&P)_N=2,1$. L'allure de la courbes force-déplacement enregistrée pour cette indentation est perturbée et irrégulière en comparaison avec les autres courbes ; par conséquent, nous n'avons pas pu valider la mesure.

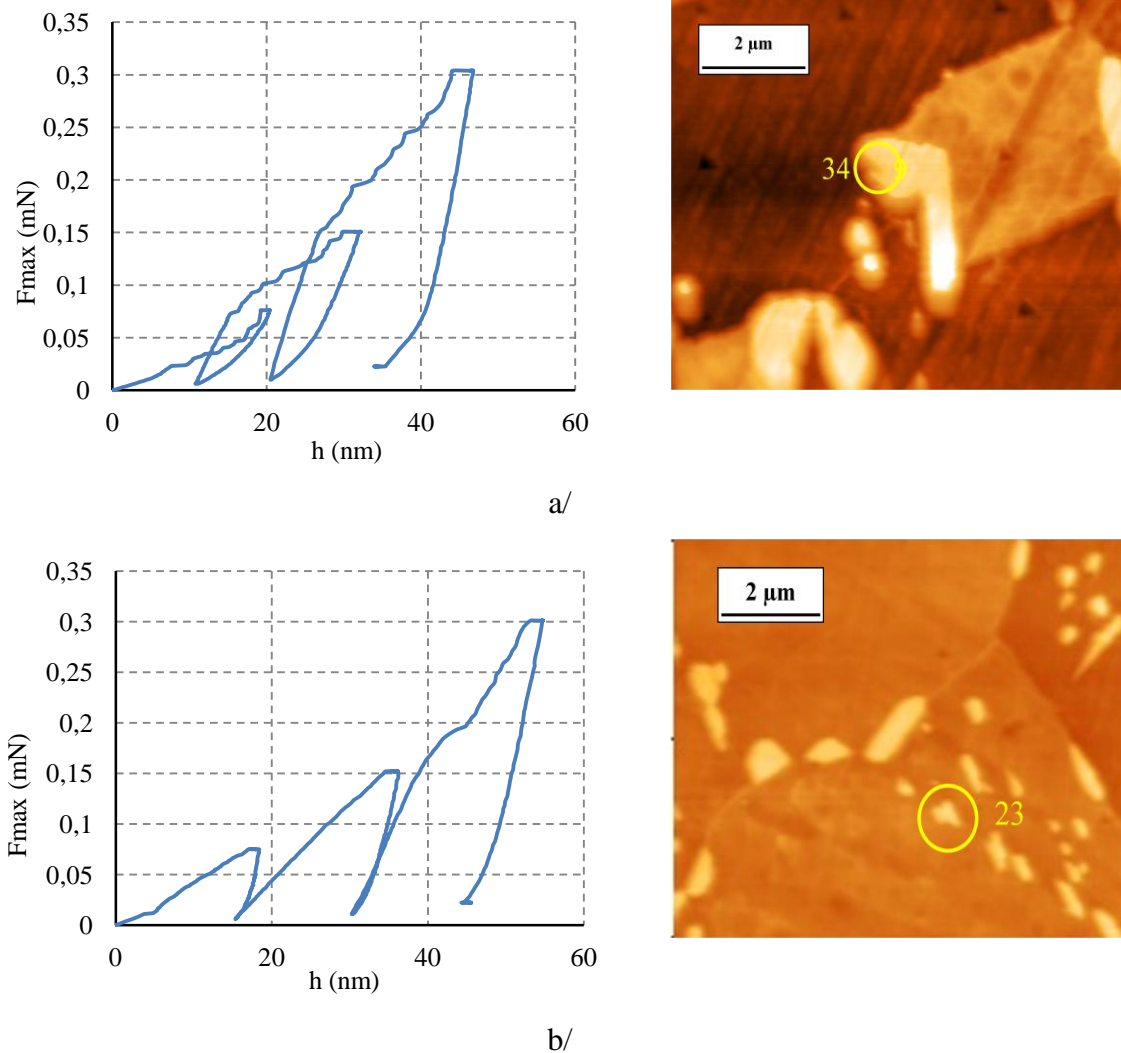


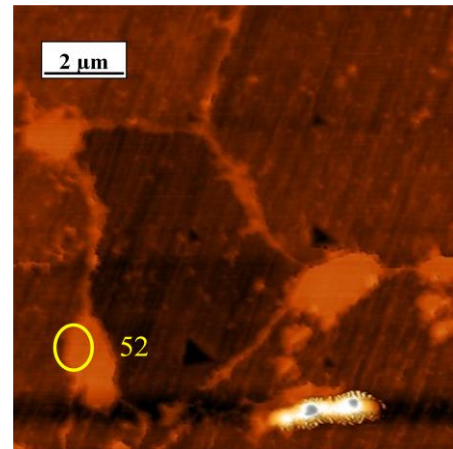
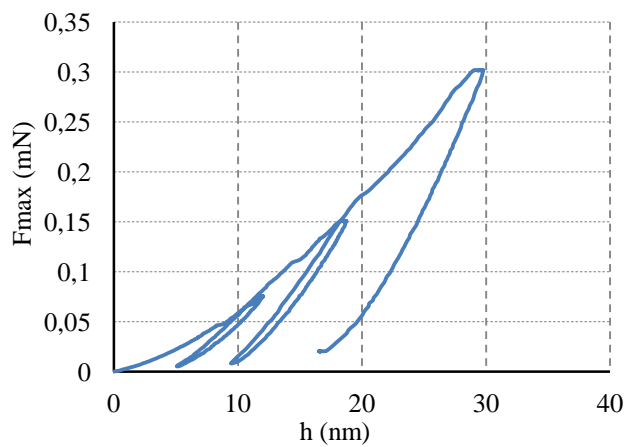
Figure V-8. Indentation effectuée sur des carbures isolés présents dans l'acier 2C40 -
 a/ Mesure réalisée au bord du carbure - b/ Mesure réalisée dans un carbure de petite taille

De la même façon, nous n'avons pas pris en considération les mesures (3 indentations) effectuées dans des carbures isolés, présentant une taille inférieure à la taille moyenne des carbures présents dans l'acier 2C40 (figure V-8-b) et donnant lieu à des duretés inférieures ou égales à la dureté de la matrice ferritique.

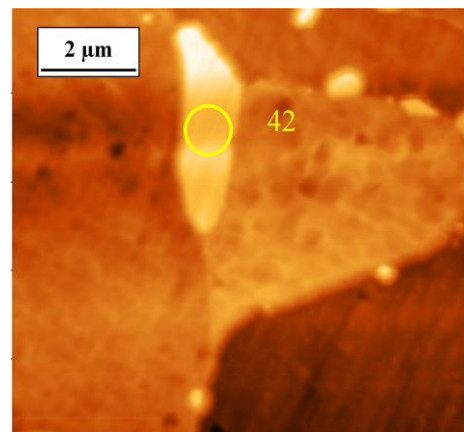
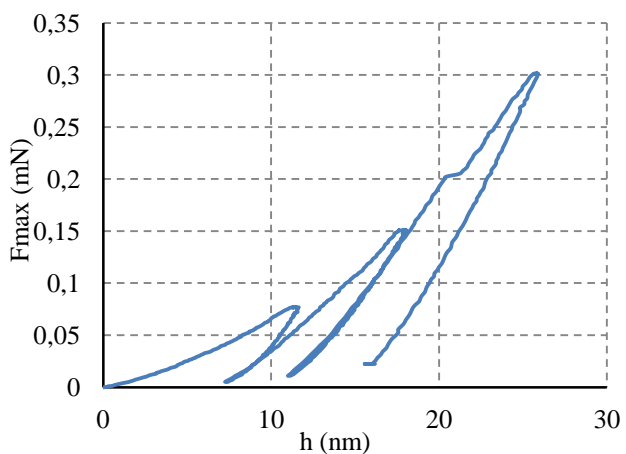
Observation n° 2

Les mesures effectuées sur des carbures isolés font ressortir, en particulier, deux indentations : n° 52 et 42 (figure V-9). Sur les courbes force-déplacement, on peut constater

que la pente en décharge est très raide, traduisant l'élasticité du carbure [(csm-Instrument, 2011)]. On observe aussi que les déplacements h_c sont moins importants que pour la ferrite.



a/



b/

Figure V-9. Indentations réalisées dans deux carbures isolés, acier 2C40 -

a/ Indentation n° 52 - b/ Indentation n° 42

Le tableau V-5 donne les résultats des mesures effectuées dans ces carbures. Comme attendu, la cémentite présente une dureté plus importante que la ferrite ; elle se situe entre 5,3 et 7,7. Cependant, le nombre d'essais reste statistiquement insuffisant pour confirmer la mesure, d'autant plus que les indentations montrent une dispersion non négligeable. Cependant, les courbes force-déplacement enregistrées sont assez régulières pour une si faible charge (300 μ N) et donnent ainsi une validité aux mesures.

Indentation	n° 52	n° 42
$H(O\&P)_N$	5,3	7,7
E_N	1,0	1,4

V-5. Propriétés mesurées pour des carbures isolées - acier 2C40

Considérons à présent le module d'Young E_N déterminé pour les deux indentations. La dispersion est plus faible que les valeurs de nanodureté et la valeur moyenne est $E_N=1,2$: elle reste proche du module d'Young de l'acier et conforme aux valeurs annoncées dans la littérature pour des échantillons métalliques contenant 95,5 % de cémentite [(Umemoto, 2001)].

V.2.2 Résultats obtenus sur l'acier 16MND5

La même campagne d'essais a été effectuée sur l'acier 16MND5. La figure V-10 montre l'une des cartographies AFM réalisées sur l'acier 16MND5 après indentation, on y aperçoit les empreintes laissées par l'indenteur. On observe que les tailles des empreintes sont très variables même si les charges appliquées sont identiques.

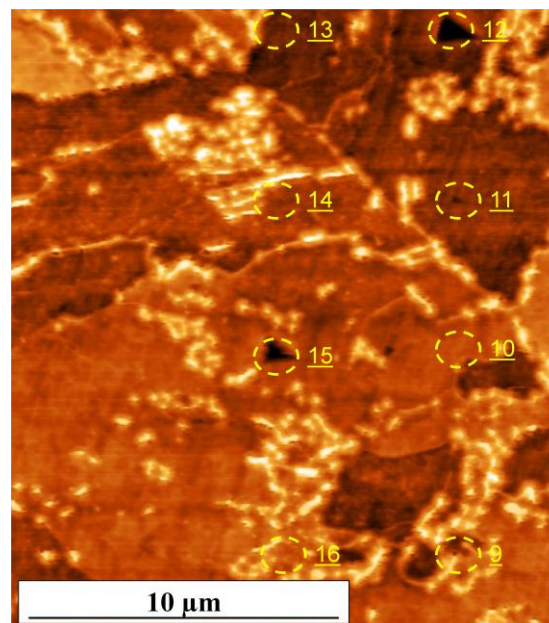


Figure V-10. Cartographie AFM réalisée sur une zone indentée - acier 16MND5

Les résultats soulignent une fois de plus la difficulté de sonder les inclusions de cémentite présentes dans l'acier 16MND5. Sur les 30 mesures effectuées seules 13 sont exploitables ; elles sont réalisées dans la ferrite. Aucune indentation n'a pu être effectuée dans un carbure isolé. La figure V-11 montre l'une des courbes force-déplacement enregistrées pour l'acier et le tableau V-6 donne les grandeurs moyennes issues des essais.

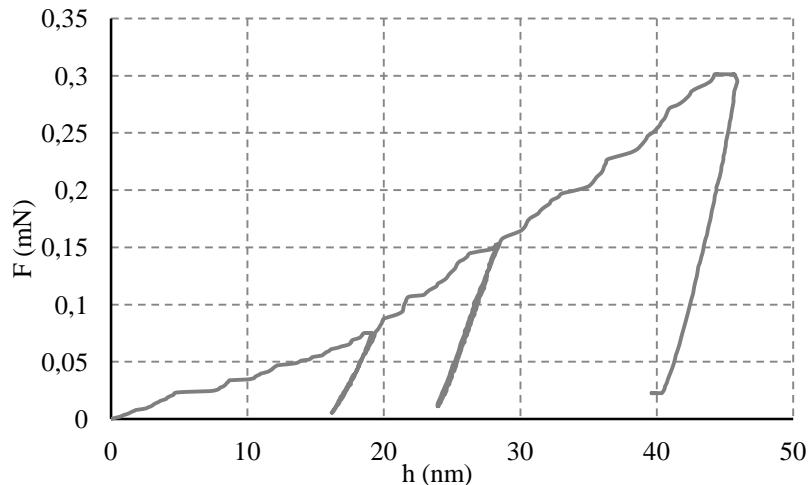


Figure V-11. Courbe force-déplacement enregistrée pour une zone ferritique -
acier 16MND5

Acier 16MND5	h_c [nm]	E_N	$H(O\&P)_N$
Valeur moyenne	54 ± 10	$1,3 \pm 0,6$	$1,6 \pm 0,7$

Tableau V-6. Résultats des essais de nanoindentation - acier 16MND5

Une comparaison des résultats de dureté moyennée obtenus pour les deux aciers est présentée à la figure V-12 : les valeurs se rapprochent pour les deux aciers. Une bonne reproductibilité des mesures effectuées pour une même entité microstructurale (ferrite) est constatée : ce résultat confirme la pertinence des essais, encore une fois, malgré la dispersion des mesures prélevées. Par conséquent, les résultats des essais nous permettent d'attribuer une valeur de dureté $H(O\&P)_N$ à la ferrite proche de 1,5 avec une incertitude de mesure de $\pm 0,6$.

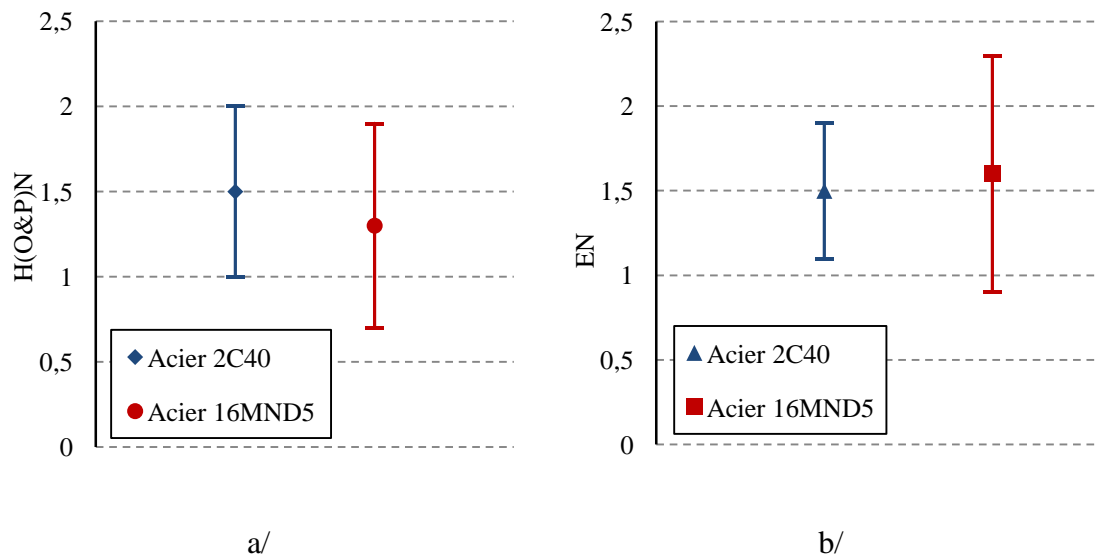


Figure V-12. Propriétés moyennes obtenues dans la ferrite des aciers 16MND5 et 2C40 -
 a/ Nanodureté - b/ Module d'Young

Les modules d'Young E_N mesurés pour la ferrite sont de 1,3 pour l'acier 16MND5 et 1,5 pour l'acier 2C40. Sachant qu'il s'agit de deux aciers ferritiques de composition chimique proche, ces valeurs restent comparables, aux incertitudes près. Elles sont toutefois supérieures à la dureté de la ferrite, $E_N=1$.

V.3. Discussion

La nanoindentation instrumentée permet d'obtenir la dureté et le module d'Young d'un matériau en utilisant la courbe charge-déplacement. Le modèle d'Oliver et Pharr a apporté à la technique principalement une solution pour l'estimation de l'aire de contact dans le cas d'un indenteur Berkovich et une application à des métaux purs caractérisés par une forte rigidité [(Oliver, 1992)]. Il faut aussi rappeler qu'actuellement tous les nanoindenteurs sont équipés d'un module de calcul qui considère le modèle d'Oliver et Pharr. Parmi les phénomènes que ce modèle ne prend pas en considération, il y a l'interaction entre deux phases dans un même matériau, quand la mesure est effectuée dans une zone hétérogène composée de deux phases, l'une dure et l'autre molle (cas d'une zone ferritique contenant des précipités de cémentite).

Les analyses menées sur l'acier 16MND5 pour des charges choisies entre 5 mN et 100 mN ne nous ont pas permis d'attribuer des propriétés locales à chaque phase. Elles ont donné lieu

à des propriétés cohérentes avec les propriétés macroscopiques de l'acier de cuve. Il est habituel, à faible charge, d'observer une dispersion des mesures de dureté, comme présenté dans les résultats. La dispersion peut être liée aux hétérogénéités microstructurales engendrées par le comportement de chaque phase. A cet effet, les auteurs Délinché et al. [(Délinché, 2006)] et Saha et al. [(Saha, 2002)] conseillent de moyenner plusieurs mesures pour une même charge et une même phase.

Considérons à présent les résultats des essais effectués à plus faible charge (300 μN). Les duretés obtenues pour la phase ferritique semblent comparables dans les deux aciers : la dureté $H(O\&P)_N$ de l'acier 16MND5 est $1,6 \pm 0,7$ et celle de l'acier 2C40 est $1,5 \pm 0,4$. De plus, même si la dispersion semble élevée avec un écart-type de 30 %, la reproductibilité des valeurs garantit la validité des mesures.

Les travaux de nanoindentation dédiés aux aciers biphasés ne sont pas nombreux dans la littérature, d'autant plus quand il s'agit de si faibles charges. Nos nanoduretés mesurées dans la ferrite restent plus élevées que les valeurs obtenues par d'autres auteurs : pour une charge de 2 mN, Choi et al. [(Choi, 2001)] ont annoncé une nanodureté $H(O\&P)=2$ alors que Maier et al. [(Maier, 2002)] ont annoncé $H(O\&P)=1,8$. La différence dans l'élaboration des aciers ainsi que la différence des charges appliquées, dont dépend la dureté, peut expliquer la réponse dans chaque essai. Les inclusions ont pu également avoir une influence sur la dureté de la matrice ferritique : Ohmura et al. [(Ohmura, 2007)] ont observé, pour des aciers martensitiques, que l'augmentation de la densité des carbures augmente la dureté de la matrice car ces derniers réduisent la mobilité des dislocations.

Nous avons observé que les grains ferritiques mitoyens ne présentent pas la même nanodureté, phénomène qui peut être expliqué par l'orientation cristallographique propre à chaque grain. Viswanathan et al. [(Viswanathan, 2005)] ont montré que la dureté des grains adjacents peut passer du simple au double selon la désorientation de chaque grain par rapport à l'axe de l'indenteur. Ils ont vérifié que la dureté est plus élevée quand la désorientation entre l'orientation cristalline du grain et l'axe de l'indenteur est faible. Ils expliquent ainsi que dans cette configuration, la déformation plastique de la zone sous l'indenteur nécessite le glissement de nombreux plans pour avoir lieu [(Wo, 2006)]. De même, quand la désorientation (entre le grain et l'indenteur) augmente, elle entraîne une instabilité et par conséquent la déformation de la zone sous l'indenteur nécessite moins d'effort : la dureté du grain est donc plus faible dans ce cas. Toutefois les auteurs n'ont pas précisé des plans privilégiés pour des fortes ou faibles duretés.

La ségrégation des différents éléments au niveau du joint de grains lors du procédé d'élaboration de l'acier engendre des duretés plus importantes à son niveau [(Maier, 2002)] Toutefois, quand la microstructure est complexe (forte hétérogénéité), il est possible de relever une faible dureté au niveau du joint de grains qui s'explique par quelques défauts issus de la ségrégation.

En ce qui concerne les inclusions de cémentite, la nanodureté mesurée dépend du comportement élastique et plastique des deux phases de l'acier 2C40. Lors des analyses effectuées sur les inclusions de cémentite, afin de limiter l'influence de la matrice environnante (ferrite) sur le carbure, il vaut mieux minimiser le déplacement de l'indenteur dans la matière. On peut ainsi espérer que le carbure indenté présente une taille (en profondeur) assez importante pour que la dureté mesurée lui corresponde et qu'elle n'ait pas été influencée par la matrice. A ce sujet, les auteurs Saha et al. [(Saha, 2002)], apportent beaucoup de précisions dans leurs travaux concernant les films minces déposés sur un substrat rigide. La matrice ferritique affecte la dureté du carbure car l'élasticité de ce dernier est beaucoup plus importante devant l'élasticité de la matrice. Dans ce cas, la dureté du carbure est correctement estimée si et seulement si le déplacement h_c est inférieur ou égal à 10 % de la taille du carbure. Or, l'information concernant la taille du carbure en profondeur ne peut être vérifiée par les moyens disponibles au laboratoire.

La nanodureté mesurée pour la cémentite, sur les deux carbures isolés sont 5,3 et 7,7, soit une dureté trois à cinq fois plus importante que la dureté de la ferrite, $H(O\&P)_N=1,6$. Ces résultats confirment que le carbure est plus dur que la ferrite. Dans la littérature, les seuls travaux relativement comparables aux nôtres sont ceux de Fernandez-Vicente et al. [(Fernandez-Vicente, 2008)]. Les auteurs ont déterminé une nanodureté de l'ordre de 12 à 13 GPa dans des inclusions de cémentite de grande taille (250 μm de diamètre). Soit une valeur équivalant à $H(O\&P)_N$ de 4,6 à 5. Toutefois, Umemoto et al. [(Umemoto, 2001)] ont estimé la dureté Vickers d'un polycristal de cémentite à 10 GPa. Si l'on convertit et normalise cette valeur, on aboutit à un $H(O\&P)_N=40$, soit une valeur plus importante que la dureté mesurée lors de nos essais.

Le module d'Young de la cémentite déterminé lors de cette campagne d'essais, et qui varie entre 1 et 1,4 reste comparable à ceux annoncées dans la littérature : les auteurs Fernandez-Vicente et al. [(Fernandez-Vicente, 2008)] ont estimé que le module d'Young de la cémentite varie entre 250 et 270 GPa, soit une valeur E_N qui varie entre 1,2 et 1,3. Sachant que le module d'Young déterminé par nanoindentation est toujours influencé par le substrat (la

matrice), car le comportement élastique de la zone indentée n'est jamais confiné à la première couche [(Saha, 2002)], les différents modules d'Young déterminés restent très proches dans les différentes zones (carbure et/ou ferrite). A cet effet, il est nécessaire d'effectuer plus d'essais pour confirmer les analyses.

La détermination des propriétés mécaniques de chacune des phases (ferrite, cémentite) dans le cas des aciers bainitiques est délicate, principalement pour la complexité de leur microstructure. Les duretés présentées dans ce travail peuvent paraître très variables, car elles traduisent la compétition de plusieurs phénomènes dont l'influence de la matrice sur le carbure et inversement, l'orientation cristalline de la zone indentée, la probabilité de présence d'une seconde phase (carbure, joint de grains). Il est nécessaire d'avoir plus de résultats afin d'aboutir à une tendance prépondérante qui traduit le comportement de chacune des phases individuellement.

