

Diverses méthodes d'essais de dureté

Julien Berçot, Responsable commercial France Innovatest

Le contrôle et la mesure regroupent de très nombreuses méthodes, que ce soit en contrôle non destructif ou en contrôle destructif. Parmi cela, les essais mécaniques sont essentiels aussi bien en amont pour le développement de nouveaux produits, qu'en contrôle de production ou en expertise dans le cadre d'analyse de défaillance. Le premier des essais mécaniques, le plus important sans doute, est l'essai de dureté. En fonction de la nature des matériaux, de leur dureté attendue, des caractéristiques mécaniques recherchées. Il existe diverses méthodes d'essai de dureté. Chacune de ces méthodes est régie par des normes afin d'encadrer les essais et garantir des résultats à la fois précis, répétables et exploitables.

La notion de dureté remonte au Moyen-Âge. La guerre et la chasse ont largement contribué au développement d'armes en acier, qui devaient être plus dures que la pierre, l'armure ou l'animal chassé.

C'est la minéralogie qui fournit l'échelle de Kivist en 1768 : Diamant 20, Topaze 15, Zéolite 13, Quartz 11, Fluorite 7, Calcite 6, Gypse 5 et Craie 2. Ce n'est qu'en 1822, que F. MOHS fournit une échelle basée sur la résistance à la rayure (tableau 1)

- En 1900, le duromètre Brinell a été inventé par Dr. Johan August Brinell.
- En 1907, A.F. Shore crée une méthode de mesure de dureté par rebond.
- En 1920, S.R. Rockwell développe une méthode avec une force d'essai (Essai Rockwell)
- En 1924, Smith and Sandland chez Vickers Ltd développe la méthode Vickers.
- En 1926, la première norme ASTM sur la

dureté Brinell est publiée.

- En 1937, les premiers blocs de référence sont fabriqués en Allemagne et en Suède.
- En 1940, première norme DIN sur la dureté Vickers.
- En 1975, D. Leeb et M. Brandestini développe une machine de dureté par rebond.

Essais de dureté Vickers (HV)

La force d'essai (de 0,1gf à 150kgf) est appliquée sur le matériau avec un pénétrateur diamant à base pyramidale. L'empreinte obtenue est mesurée optiquement pour calculer la valeur de dureté. La méthode d'essai Vickers est la plus précise et est adaptée à tous les matériaux quelle que soit leur dureté (figure 1).

Distance minimale pour les empreintes : (figure 2)

Signification des caractères :

Le 1^{er} chiffre correspond à la valeur de

dureté mesurée, le second caractère à l'échelle, le dernier à la charge utilisée en kgf. Par exemple, pour 550HV10 nous avons : 550 Vickers sous 10 kgf :

550HV10

- ↳ Charge utilisée en kgf
- ↳ Échelle de dureté
- ↳ Valeur de dureté mesurée

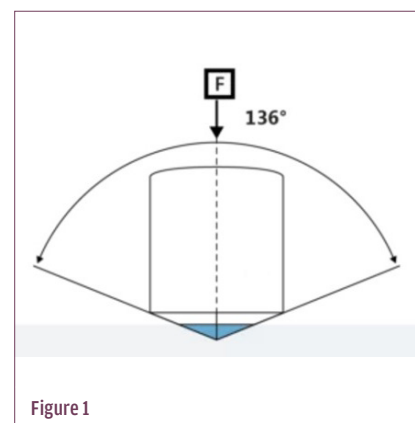


Figure 1

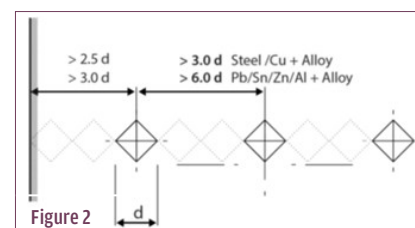


Figure 2

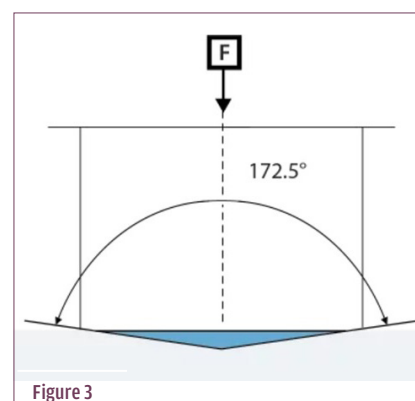


Figure 3

Minerals	Mohs hardness	Metals	Mohs hardness	Various materials	Mohs hardness
Talc	1	Lead	1.5	Mg(OH) ₂	1.5
Gypsum	2	Tin, cadmium	2	Fingernail	2-2.5
Calcite	3	Aluminium	2.3-2.9	Cu ₂ O	3.5-4
Fluorite	4	Au, Mg, Zn	2.5	ZnO	4-4.5
Apatite	5	Silver	2.7	Mn ₂ O ₄	5-5.5
Orthoclase	6	Antimony	3	Fe ₂ O ₃	5.5-6
Quartz	7	Copper	3	MgO	6
Topaz	8	Iron	3.5-4.5	Mn ₂ O ₃	6
Corundum	9	Nickel	3.5-5	SnO ₂	6.5-7
Diamond	10	Chromium (soft)	4.5	Martensite	7
		Cobalt	5	MoC	7-8
		Os, Ta, W, Si, Mn	7	V ₂ C ₃	8
		Chromium (hard, electrolytic)	8	TiC	8-9
		Case carburized steel	8	Sapphire (Al ₂ O ₃)	9
				Mo ₂ C, SiC, VC, W ₂ C, WC	9-10
				Cubic boron carbide	10

Tableau 1

Essais de dureté Knoop (HK) (figure 3)

Diamant à base pyramidale allongée, dont la grande diagonale est sept fois plus longue que la petite diagonale. Par rapport au Vickers, la grande diagonale est environ trois fois plus longue et l'empreinte obtenue est deux fois moins profonde.

L'essai de dureté Knoop (HK) est une alternative à l'essai Vickers (HV), destiné aux essais de micro-dureté et principalement utilisé pour éviter les fissures dans les matériaux fragiles ainsi que pour faciliter les essais sur les couches et revêtements minces.

Distance minimale pour les empreintes (figure 4) :

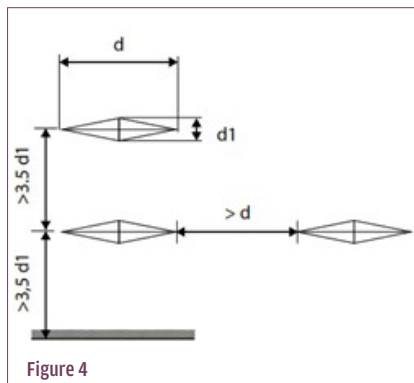


Figure 4

Signification des caractères :

Le 1^{er} chiffre correspond à la valeur de dureté mesurée, le second caractère à l'échelle, le dernier à la charge utilisée en kgf.

Par exemple, pour 400HK0,5 nous avons : 400 Knoop sous 500 gf :

400HK0,5
 ↳ Charge utilisée en kgf
 ↳ Échelle de dureté
 ↳ Valeur de dureté mesurée

Essais de dureté Brinell (HBW) (figure 5) :

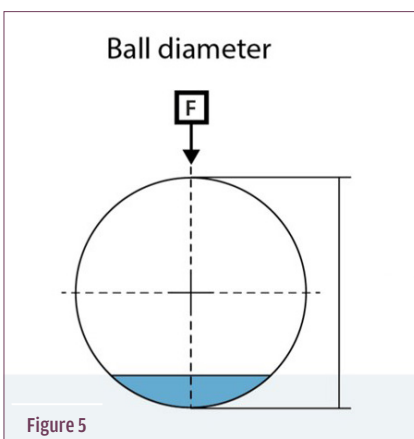


Figure 5

La méthode d'essai Brinell est la plus ancienne et communément utilisée en fonderie, majoritairement sur les matériaux ductiles et/ou dont la structure métallurgique est hétérogène. Le « billage » se fait aujourd'hui via des billes en carbure de tungstène (HBW) car plus dures qu'en acier (HBS), avec des charges d'essai de 1 à 3000 kgf (HBW1/1 à HBW10/3000). Les diagonales sont ensuite mesurées pour calculer la dureté.

Distance minimale pour les empreintes (figure 6) :

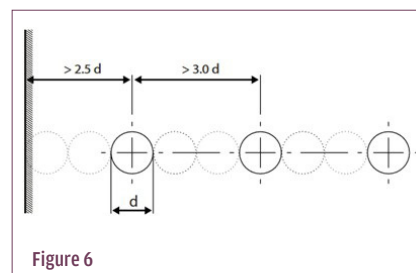


Figure 6

Signification des caractères :

Le premier chiffre correspond à la valeur de dureté, le second à l'échelle avec le type de bille utilisée, le troisième au diamètre de la bille et le dernier à la charge utilisée en kgf.

Par exemple, pour 600 HBW 2,5/31,25 nous avons : 600 Brinell avec bille carbure de tungstène de Ø2,5 mm sous 31,25 kgf : 600 HBW 2,5/31,25

↳ Charge utilisée en kgf
 ↳ Diamètre de la bille
 ↳ Échelle de dureté et type de bille
 ↳ Valeur de dureté mesurée

Essais de dureté Rockwell (HR) (figure 7)

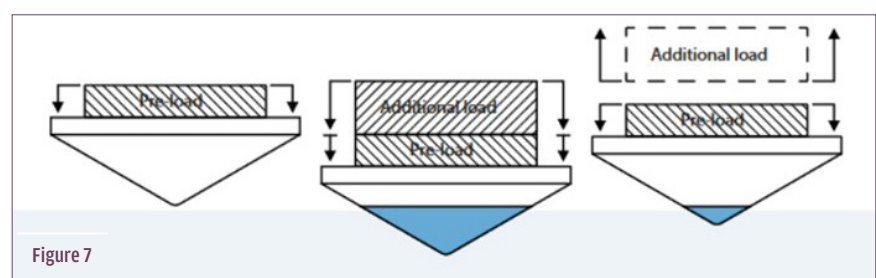


Figure 7

Diamant conique d'angle au sommet de 120° ou billes en carbure de tungstène de différents diamètres : 1/16", 1/8", 1/4", ou 1/2".

La méthode d'essai Rockwell est la plus utilisée car rapide à mettre en œuvre et

s'affranchit de la déformation élastique par la précharge afin de mesurer la déformation plastique du matériau.

La mesure comporte :

1. La mise en contact du pénétrateur à la surface grâce à la précharge avec mise à zéro de l'indicateur de mesure,
2. Application de la charge complémentaire de telle sorte que : précharge + surcharge = charge totale,
3. Retour à la précharge et lecture de l'enfoncement (« t ») sur l'indicateur (comparateur ou dispositif numérique).

Signification des caractères :

Le 1^{er} chiffre correspond à la valeur de dureté, le second à l'échelle utilisée.

Par exemple, pour 50 HRC nous avons : 50 Rockwell avec l'échelle C (précharge 10 kgf et charge totale 150 kgf) :

50 HRC
 ↳ Échelle de dureté
 ↳ Valeur de dureté mesurée

Essais Jominy

Méthode de détermination de la trempabilité de l'acier par trempe en bout (essai Jominy), à l'aide d'une éprouvette de 25 mm de diamètre et 100 mm de longueur.

Echelles et charges d'essais : HRC ou HV30

La trempabilité d'un alliage ferreux est la profondeur à laquelle un matériau est durci après traitement thermique et est mesurée par l'essai Jominy. Une barre de métal ronde de taille standard est transformée en 100 % d'austénite par traitement thermique.

Elle est ensuite refroidie à une extrémité avec de l'eau à température ambiante. La vitesse de refroidissement sera la plus élevée au niveau de l'eau et diminuera à mesure que la distance de ce point augmente. (Cf. figures 8 et 9, page suivante)

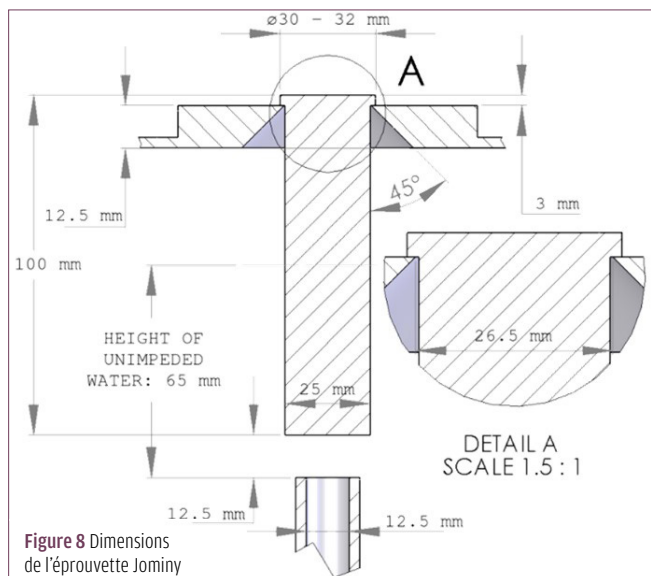


Figure 8 Dimensions de l'éprouvette Jominy

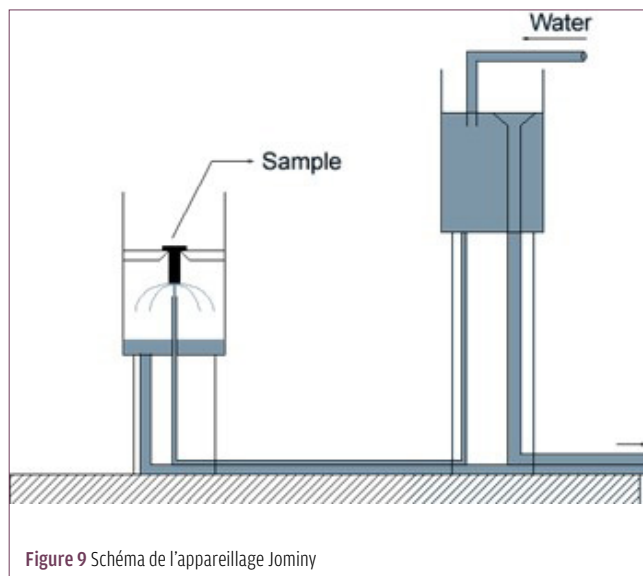


Figure 9 Schéma de l'appareillage Jominy

te élevée est étendue loin de l'extrémité trempée, plus la trempabilité du matériau est élevée. Cette information est tracée sur un graphique de trempabilité. (Cf. figures 10 et 11)



Figure 10 Éprouvette Jominy après rectification et mesure de la dureté

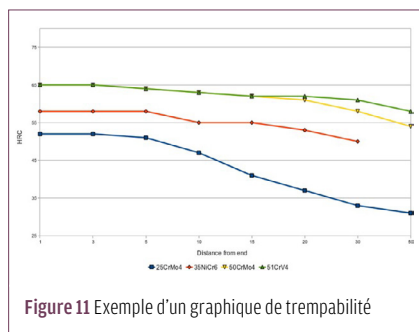


Figure 11 Exemple d'un graphique de trempabilité

Mesure de la ténacité K_{Ic}

Pour en savoir plus sur le comportement des matériaux, en particulier en matière de fissure et de fatigue, la croissance de la fissure peut être prédite et mesurée. Les deux méthodes sont la fissure de type Palmqvist ou Médian / Radial. Le procédé Palmqvist (ou test de ténacité Palmqvist) est une méthode courante pour déterminer la ténacité à la rupture des matériaux fragiles dont la rupture

brutale se produit sans déformation plastique préalable lors d'essais de traction ou de compression (carbures cémentés, céramiques, verre, et les matériaux amorphes tels que les verres métalliques). Dans ce cas, la ténacité à la rupture des matériaux est représentée par le facteur d'intensité de contrainte critique K_{Ic} . La méthode Palmqvist utilise les longueurs des fissures à partir d'une indentation Vickers pour déterminer la ténacité à la rupture. Le facteur d'intensité de contrainte critique est alors donné par la formule suivante :

$$K_{Ic} = 6.2 * \sqrt{\frac{HV50}{\sum Cracklengths}} \text{ avec l'unité : } Pa\sqrt{m}$$

Exemple d'empreinte Vickers avec mesure des longueurs de fissures (figure 12)

Évaluation de l'adhérence des revêtements céramiques

Méthode

La qualité de l'adhérence de revêtements céramiques jusqu'à 20 µm d'épaisseur est évaluée par indentation à l'aide d'un pénétrateur Rockwell cône diamant 120° (HRC, HRD ou HRA). La formation de fissures après l'indentation peut également révéler une rupture cohésive. Les indentations sont réalisées à l'aide d'un instrument d'essai de dureté Rockwell (conforme aux normes ISO 6508-1 & ISO 6508-2).

L'essai n'est pas adapté aux revêtements élastiques sur des substrats durs. Une indentation est réalisée sur la surface revêtue de l'éprouvette à soumettre à essai de façon à ce que le revêtement au voisinage

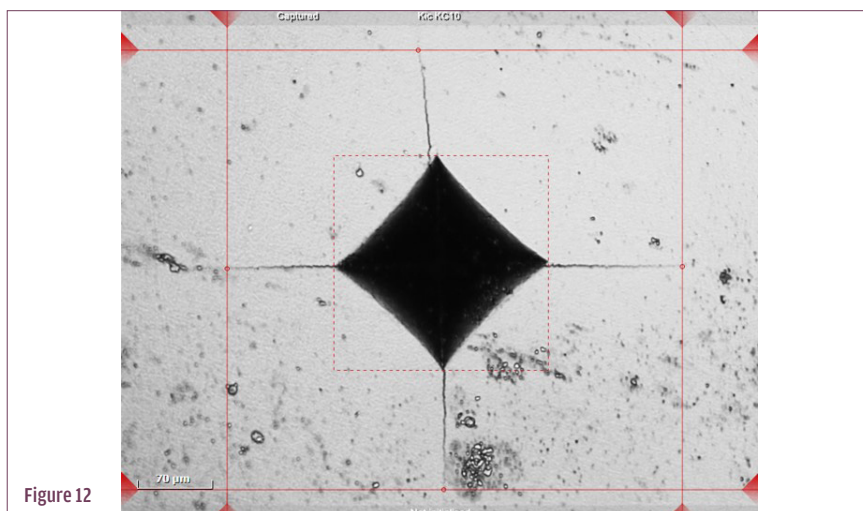


Figure 12

de l'indentation puisse être endommagé. L'empreinte laissée et la zone qui l'entoure sont examinées au microscope optique afin de détecter des fissures et/ou un écaillage.
(Cf. figures 13, 14, 15 et tableau 2)

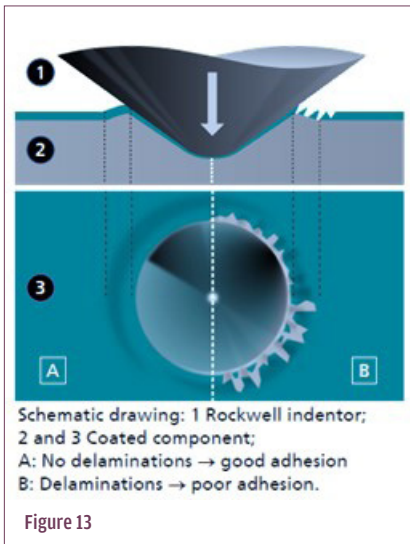


Figure 13

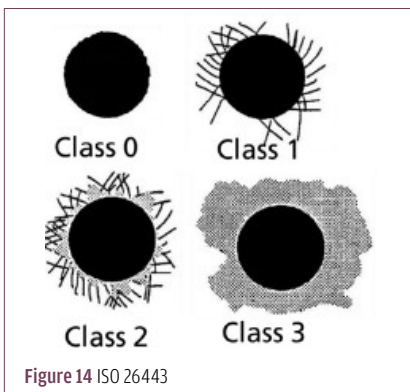


Figure 14 ISO 26443

Vérification directe et indirecte

L'étalonnage et la calibration sont essentiels quant au bon fonctionnement d'un duromètre. Pour être fait conformément aux normes ISO et ASTM, il est nécessaire de procéder à une vérification directe et indirecte de la machine pour sa certification.

Principaux contrôles réalisés

La vérification directe vise à contrôler les paramètres liés aux fonctions de la machine (force appliquée, pénétrateur certifié de moins de 2 ans ou mesurage) après une première mise en service ou à la suite d'une intervention dans le circuit optique et/ou d'application de charge.

La vérification directe contrôle principalement :

- La force appliquée
- Les temps d'application de charge
- L'étalonnage des objectifs (sauf Rockwell)

Classification des résultats selon l'ISO 26443	
Classe	Observation
Classe 0	Aucune fissuration ni décollement adhésif
Classe 1	Fissuration sans décollement adhésif du revêtement
Classe 2	Décollement adhésif partiel, avec ou sans fissuration
Classe 3	Décollement adhésif complet

Tableau 2

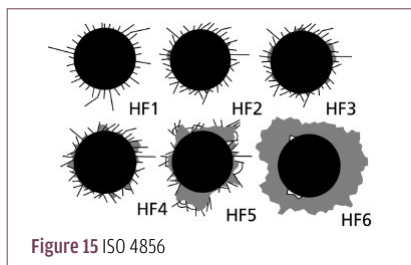


Figure 15 ISO 4856

- L'enfoncement du pénétrateur et de l'hystérésis (Rockwell)

La vérification indirecte utilise des blocs étalon pour contrôler chaque échelle d'essai et peut être utilisée seule pour une vérification périodique de routine de la machine en service.

La vérification indirecte se fait principalement par :

- Tests sur des cales de dureté différentes par échelles

- Contrôle du niveau de la machine
- Vérification des empreintes de référence
- Mesure des diagonales (l'écart doit être inférieur à 5%)
- Mesure des 1/2 diagonales (l'écart doit être inférieur à 5% en Vickers et 10% en Knoop)

Intérêt

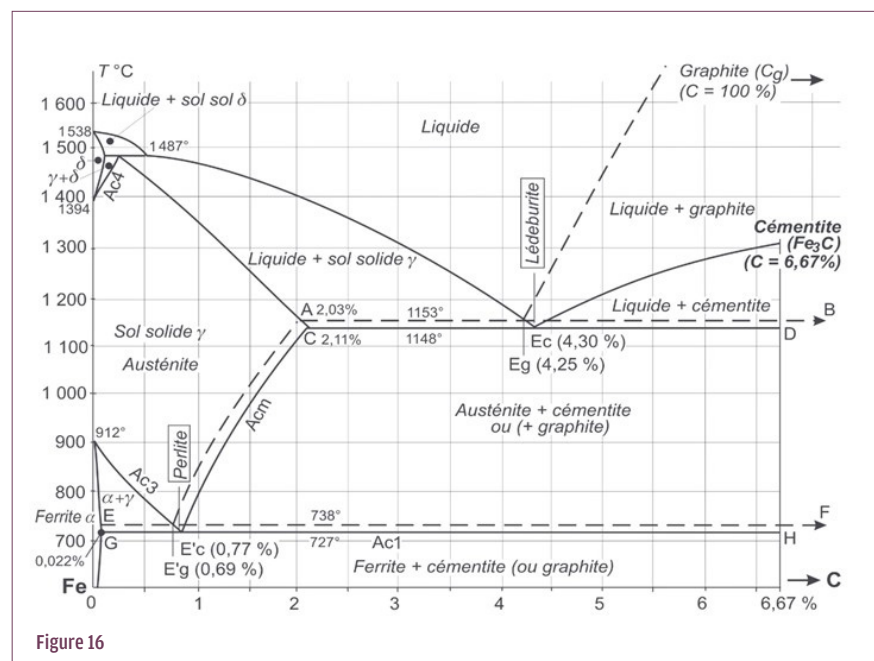
Une machine certifiée permet de s'assurer que les essais réalisés sont conformes aux normes en vigueur avec des résultats fiables et répétables. Seuls les organismes accrédités (Cofrac, Ukas, DaKks ou RvA) selon la norme ISO/IEC 17025 peuvent garantir que l'appareil d'essai de dureté est conforme aux standards.

Traitements thermiques

Le traitement thermique est un procédé permettant de modifier les propriétés physiques et chimiques des aciers. La première étape est une montée en température, puis un maintien avant un refroidissement lent ou rapide. La transformation de la structure de l'acier dans la masse ou en surface augmente la résistance à la rupture, la limite élastique, la ductilité et diminuent la fragilité d'un acier en supprimant les contraintes internes.

Trempe et revenu

La trempe est un traitement thermique qui transforme l'austénite de l'acier en martensite. Le but est d'utiliser le diagramme Fer-Carbone pour se placer dans le domaine austénitique. Ce diagramme permet de déterminer la tem-



pérature d'un traitement pour faire des transformations de phase. (Cf. figure 16) L'opération de chauffe est suivie d'un refroidissement rapide (eau, huile ou gaz). Le diagramme TRC (transformation à refroidissement continu), permet de définir les conditions de refroidissements qui vont transformer l'austénite en martensite. Ce type de diagramme est propre à chaque nuance d'acier.

Le revenu est un traitement thermique après trempe pour libérer les contraintes présentes dans le matériau. Ce revenu va permettre d'ajuster la ductilité et la limite d'élasticité.

Trempe par induction

Le principe de la trempe par induction consiste à chauffer très rapidement et localement la pièce de façon superficielle pour que le métal soit dans un état austénitique et lors du refroidissement rapide, se transforme en martensite.

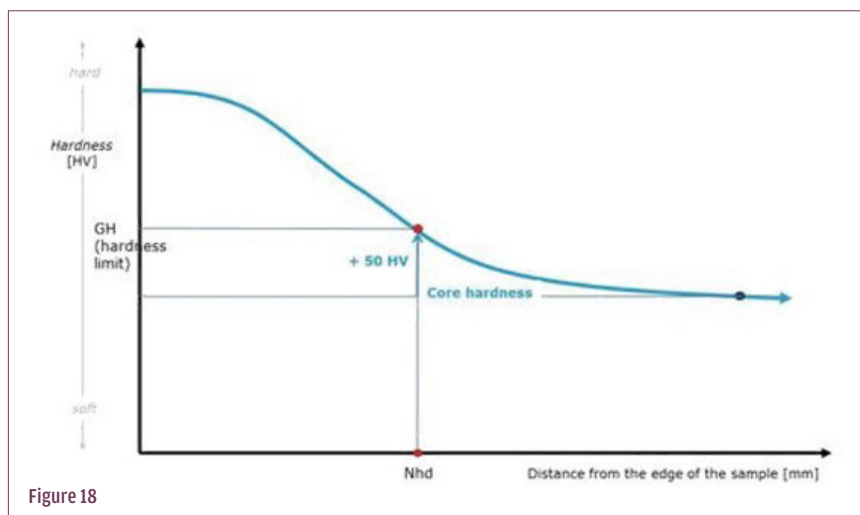
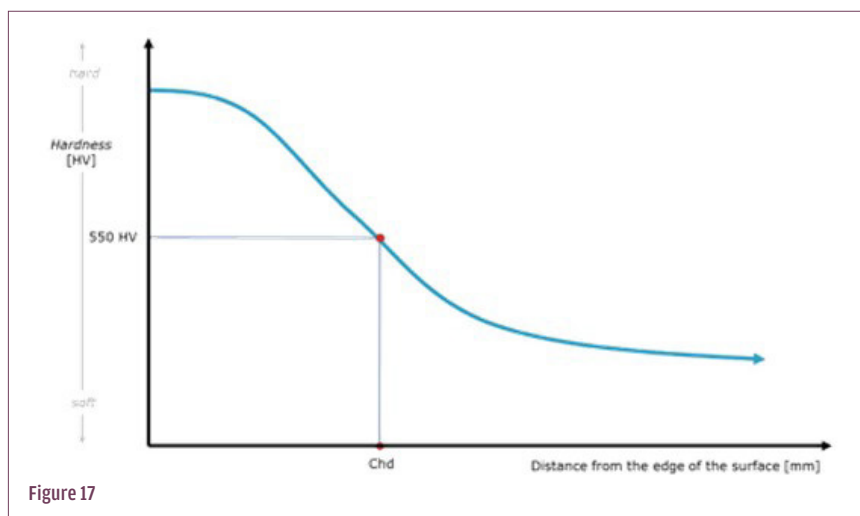
Un courant de moyenne ou haute fréquence parcourt la bobine de cuivre et induit un champ magnétique alternatif sur la pièce et va donc dissiper sa chaleur dans la pièce. Cette étape est suivie d'un refroidissement avec un fluide de trempe. L'opération de refroidissement peut être effectuée après le chauffage (trempe statique) ou bien à la suite du chauffage (on parle alors de trempe au défilé).

Avec cette technique, il est possible d'obtenir des zones superficielles traitées d'une profondeur de 0,5 mm à 5 mm. Ce traitement est adapté pour les pièces qui sont sollicitées en torsion et pour résister aux chocs. C'est un traitement qui se fait unitairement, contrairement à la cémentation qui peut se faire sur plusieurs pièces à la fois.

Cémentation (Cf. figure 17)

La cémentation est un traitement thermo-chimique. C'est-à-dire que le traitement va avoir lieu dans un milieu qui va créer une modification de la composition du métal de base après échange avec le milieu. Dans le cas présent, la cémentation est la diffusion du carbone dans la couche superficielle de l'acier.

Plusieurs procédés existent (cémentation en caisse, liquide ou gazeuse). C'est la cémentation en phase gazeuse qui est la plus utilisée aujourd'hui. C'est une atmosphère riche en carbone (à partir de gaz type CH₄, propane ou butane) qui va enrichir la couche superficielle.



Elle s'effectue sur des aciers à bas carbone et permet d'enrichir superficiellement l'acier jusqu'à 0,6 à 0,9 % de carbone. Ce traitement thermo-chimique est suivi d'un refroidissement rapide qui donne le durcissement à la couche enrichie.

La profondeur de cémentation (CHD - Case Hardness Depth) est déterminée par la distance à la verticale de la surface vers la couche à une limite de dureté (usuellement à 550 HV). Elle varie généralement entre 0,5 mm à 3 mm.

Nitruration (Cf. figure 18)

La nitruration est un traitement thermo-chimique également. C'est donc la diffusion de l'azote en surface d'un acier allié (qui contient du chrome, de l'aluminium, tungstène...). Elle s'effectue généralement à une température entre 500 et 550 °C.

La nitruration se compose de deux couches :

- La couche de combinaison (« couche

blanche») : couche de nitrure en surface qui est constituée des composés chimiques présents dans l'atmosphère de traitement et du métal de base. L'épaisseur peut varier de 5 à 30 µm. Cette couche a une résistance à l'usure très élevée. Sa dureté va généralement de 950 à 1100 HV.

- La couche de diffusion : Des nitrures des éléments alliés précipitent sous forme de particule fine et résistante. Cette couche peut varier de 0,05 à 0,8 mm d'épaisseur. Sa dureté peut varier de 400 à 1200 HV selon l'acier utilisé.

Plusieurs procédés de nitruration existent, la nitruration en bain de sels, gazeuse ou encore plasma.

La profondeur de nitruration (NHD) est déterminée par la courbe de dureté selon la norme DIN 50190-3 ou ISO 18203. Après réalisation de trois empreintes de dureté à cœur, la profondeur de nitruration correspond à cette valeur HV cœur + 50 HV.



Pour les métaux qui durcissent en zone affectée thermiquement (ZAT) par suite du soudage, deux empreintes supplémentaires en zone affectée thermiquement doivent être réalisées à une distance $\leq 0,5$ mm entre le centre des empreintes et la zone de liaison.



Liste des principales normes de méthode d'essai pour les essais de dureté et le contrôle des échantillons

ISO 6507-1 à 4	Matériaux métalliques - Essai de dureté Vickers
ISO 4545-1 à 4	Matériaux métalliques - Essai de dureté Knoop
ASTM E384	Méthode d'essai standard pour Knoop et Vickers dureté des matériaux
ASTM E92	Méthodes d'essai normalisées pour dureté Vickers et Knoop dureté des matériaux métalliques
ASTM C1327 - 15	Méthode d'essai standard pour Vickers - Dureté des céramiques
ISO 6508-1	Matériaux métalliques - Essai de dureté Rockwell (échelles A, B, C, D, E, F, G, H, K, N, T)
ASTM E18	Méthodes d'essai normalisées pour dureté Rockwell des matériaux métalliques
ISO 6506-1 à 4	Matériaux métalliques - Essai de dureté Brinell
ASTM E10	Standard Test Method for Brinell Hardness of Metallic Materials
NF A02-052	Outils et pièces mécaniques - Traitements de nitruration de pièces mécaniques et outillages en acier et en fonte
NF A04-204	Produits en acier - Détermination de l'épaisseur totale ou conventionnelle des couches minces durcies superficielles <0,3mm
NF EN ISO 3887	Aciers - Détermination de la profondeur de décarburation
NF ISO 15787	Documentation technique de produits - Produits ferreux traités thermiquement - Présentation et indications
ISO 28079	Méthode d'essai de dureté de Palmqvist
ISO 9015	Essais destructifs des soudures sur matériaux métalliques - Essai de dureté
ISO 642	Acier – Essai de trempabilité par trempe en bout (essai Jominy)
ISO 898-1	Dureté du filetage
ISO 2702	Vis à tôle en acier traité thermiquement
ASTM A956/A956M	Standard Test Method for Leeb Hardness Testing of Steel Products

Normes

Les essais de dureté sur soudures sont régis par notamment par la norme ISO 9015 « essais destructifs des soudures sur matériaux métalliques - essai de dureté ».

La partie 1 : « essai de dureté des assemblages soudés à l'arc » spécifie les essais de dureté sur les assemblages soudés à l'arc de matériaux métalliques (hors aciers inoxydables), normalement sous des charges d'essai Vickers HV5 ou HV10 (49,03 N ou 98,07 N) ou Brinell HBW2,5/15,625 ou HBW1/2,5.

La partie 2 : « essai de microdureté des assemblages soudés » spécifie les essais de microdureté sur les assemblages soudés de matériaux métalliques à forts gradients de dureté, normalement sous des charges d'essai comprises entre HV0,1 et HV5 (0,98 N à moins de 49 N).

Duromètres à cellule de force (Cf. figure 20)

Les appareils de dureté équipés de cellules de force sont de plus en plus répandus, l'expérience liée aux essais mécaniques a

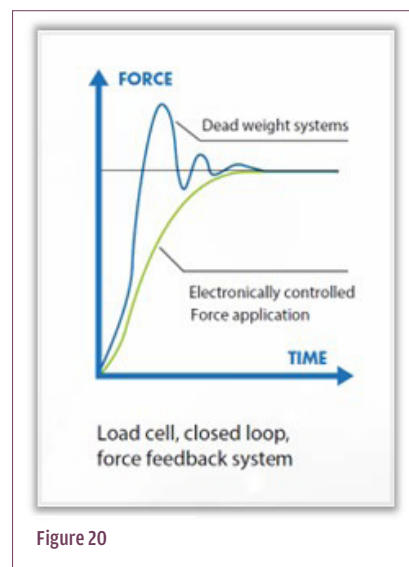


Figure 20



Figure 21

démonstré que la fiabilité des résultats obtenus était meilleure qu'avec les masses mortes. Outre le fait d'avoir des plages de charges beaucoup plus étendues et donc de rendre ces appareils plus polyvalents, le principal intérêt est la maîtrise de l'application de la charge pour éviter les phénomènes de dépassement de charge, appelés « over-shoot ».

Exemple d'un duromètre (Cf. figure 21)