



### **Science Arts & Métiers (SAM)**

is an open access repository that collects the work of Arts et Métiers ParisTech researchers and makes it freely available over the web where possible.

This is an author-deposited version published in: <https://sam.ensam.eu>  
Handle ID: <http://hdl.handle.net/10985/9669>

#### **To cite this version :**

Gildas GUILLEMOT, Alain IOST, Adrien VAN GORP, Sébastien ALLAIN - Caractérisation des aciers innovants par essais mécaniques croisés - Matériaux & Techniques - Vol. 99, n°2, p.227-238 - 2011

Any correspondence concerning this service should be sent to the repository

Administrator : [archiveouverte@ensam.eu](mailto:archiveouverte@ensam.eu)



# Caractérisation des aciers innovants par essais mécaniques croisés

G. Guillemot<sup>1</sup>, A. Iost<sup>1</sup>, A. Van Gorp<sup>1</sup> et S. Allain<sup>2</sup>

<sup>1</sup> Laboratoire de Mécanique de Lille, UMR CNRS 8107, Arts et Métiers ParisTech – Centre de Lille, 8 boulevard Louis XIV, 59046 Lille Cedex, France  
e-mail : gildas.guillemot@ensam.eu ; alain.iost@ensam.eu ; adrien.vangorp@ensam.eu

<sup>2</sup> ArcelorMittal Maizières, Research and Development, 57283 Maizières-lès-Metz Cedex, France  
e-mail : sebastien.allain@arcelormittal.com

## Mots-clés :

Dureté Vickers ; Small-Punch-Test ; simulation numérique ; méthode inverse ; loi de comportement

**Résumé** – Dans le domaine du développement des aciers innovants, en recherche et développement, les volumes réduits de matière disponibles ne permettent pas une caractérisation fiable et rapide du comportement des matériaux élaborés. Un essai de caractérisation mécanique « Small Punch Test » est proposé comme essai de caractérisation adapté à l'étude de faibles volumes de matière. Cet essai se réalise par la déformation progressive d'une pastille d'épaisseur réduite, pour atteindre la rupture. Une méthode inverse, basée sur l'algorithme du simplexe, a été développée pour exploiter la courbe effort/enfoncement et déterminer les propriétés mécaniques. Cette approche a été appliquée à une nuance d'acier dual-phase développé pour cette étude. Nous montrons néanmoins que cet essai n'est pas satisfaisant pour estimer précisément les paramètres de la loi de comportement mécanique, et nous proposons de croiser les résultats obtenus avec un essai de macrodureté Vickers instrumentée pour obtenir un résultat pertinent. L'amélioration dans la prévision du comportement est montrée et permet de valider la démarche proposée.

## Key words:

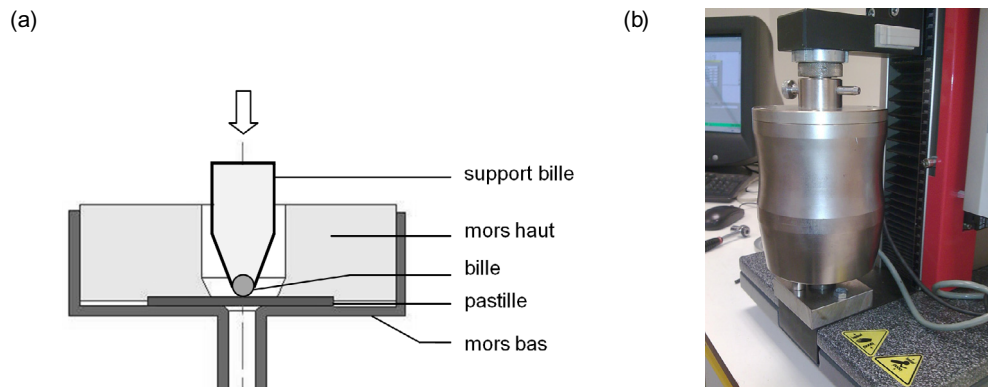
Vickers hardness; Small-Punch Test; numerical simulation; inverse method; constitutive law

**Abstract – Characterization of innovative steels by dual mechanical tests.** In the research and development field on innovative steels, the available amounts of materials do not allow a quick and reliable characterization of their mechanical properties. An easy test called "Small Punch Test" is proposed as a differential characterization test adapted to a small amount of material. This test consists in the slow deformation of a small and thin disc of the steel. The test is conducted till the breaking of the sample. An inverse method based on the simplex algorithm is proposed in order to estimate the mechanical properties from the load/displacement curve. This approach has been applied to a dual-phase steel grade elaborated for this study. We show that this single test is not sufficient in order to precisely estimate the parameters of the constitutive law for the mechanical behaviour of the steel. We propose to compare the previous results with the ones of a macro-hardness instrumented Vickers test. This enables to obtain a reliable couple of parameters. The improvement in the constitutive law parameter estimation is shown. These dual tests show the advantage of this approach in order to estimate the mechanical properties of innovative steels.

La détermination précise de la loi de comportement mécanique des matériaux reste une problématique actuelle, notamment dans le domaine du développement des aciers innovants. Dans cette activité de recherche, les faibles volumes d'aciers en « rupture » élaborés, ne permettent pas une caractérisation rapide, précise et fiable de la loi de comportement du métal par les méthodes classiques. Cette contrainte a montré la nécessité de développer des essais de caractérisation simples, adaptés à des volumes réduits de

matière et répondant aux exigences de ces activités de développement.

L'essai de *small Punch test (SPT)*, originellement développé pour l'étude du vieillissement des aciers des cuves des centrales nucléaires [1–4], représente une méthode de caractérisation adaptée à ces exigences. Il consiste en l'enfoncement, par une bille indéformable, d'une pastille d'une épaisseur de quelques centaines de micromètres et d'un diamètre voisin du centimètre. Le pourtour de cette pastille est maintenu fixe et le chargement exercé sur la bille est



**Fig. 1. a) Schéma du dispositif d'essai, avec les différents éléments. b) Photographie de la machine d'essai Zwick ZHU 2.5. Le dispositif d'essai est placé sous le capteur d'effort.**

*Fig. 1. a) Test device with the major components. b) Photograph of the testing apparatus Zwick ZHU 2.5. The device has been put under the load sensor.*

progressivement augmenté jusqu'à rupture. La courbe effort/enfoncement enregistrée est alors caractéristique du comportement à la déformation du matériau. En s'appuyant sur une loi de comportement simple, de type relation d'Hollomon, et l'utilisation du logiciel de simulation numérique « Forge », son exploitation permet, par méthode inverse, de déterminer la consistance,  $K$ , et le coefficient d'érouissage,  $n$ , de la loi de comportement. Il est montré, néanmoins, que cette méthode ne permet pas une détermination précise de ces paramètres. En effet, un ensemble de couples  $(K, n)$  permettent de retrouver des courbes similaires, correspondant à une fonction d'erreur réduite.

Nous proposons de développer cette démarche en croisant les résultats de cet essai SPT avec ceux provenant d'un essai de macroindentation conduit sur le même acier. La démarche de méthode inverse est renouvelée et montre l'existence d'un ensemble de paramètres minimisant la fonction d'erreur. L'intersection des deux ensembles de paramètres permet de proposer un unique couple  $(K, n)$  pertinent, conduisant à une amélioration de l'accord entre résultats expérimentaux et simulés. Nous présenterons préalablement les essais SPT réalisés afin de montrer l'influence du coefficient de frottement, à travers les résultats obtenus. Nous exploiterons ensuite ces essais par une démarche inverse pour retrouver la loi de déformation mécanique et ses paramètres. Nous montrerons enfin l'intérêt de la démarche proposée en effectuant des essais

croisés, pour améliorer la pertinence des résultats obtenus.

## 1 Principe des essais mécaniques

### 1.1 Essais de Small Punch Test

L'essai de Small Punch Test que nous avons développé consiste à déformer progressivement une pastille mince de la nuance d'acier étudiée. Les dimensions choisies pour la réalisation de cet essai sont de  $500 \mu\text{m}$ , pour l'épaisseur et de  $8,9 \text{ mm}$  pour le diamètre. La matière s'écoule à travers une ouverture de  $4 \text{ mm}$ . Le montage est schématisé à la figure 1a. Il a été adapté pour être installé sur une machine de macrodureté Zwick ZHU 2.5 (Fig. 1b). Selon le fabricant, cet appareil permet d'appliquer des efforts de  $5$  à  $2500 \text{ N}$  avec une erreur inférieure à  $1 \%$ . L'enfoncement du support est mesuré avec une résolution de  $20 \text{ nm}$ , sur une plage de  $4 \text{ mm}$  de déplacement. Des billes d'acier de nuance Z 100 Cr 17 ou de carbure de tungstène/cobalt (WC-Co), d'un diamètre de  $2 \text{ mm}$  (i.e. 5/64ème de pouce) sont utilisées pour la réalisation des différents essais. La dureté importante de ces matériaux permet de limiter les déformations de la bille et son endommagement lors des essais. Des essais préalables de macrodureté Brinell sont conduits avec le support bille afin de vérifier l'enfoncement correct de la bille dans son logement. Au cours de chaque essai SPT ultérieur, la bille est ensuite descendue progressivement près de la surface de la pastille, avant que

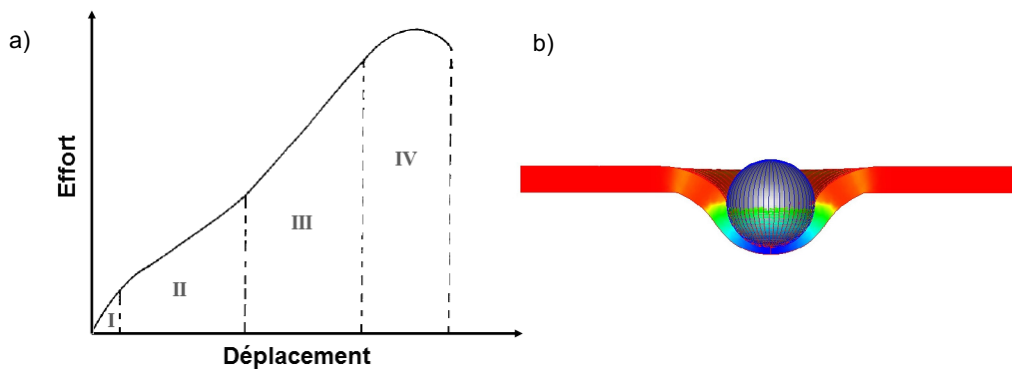


Fig. 2. a) Présentation de la courbe effort/enfoncement caractéristique pour les matériaux ductiles obtenue au cours d'un essai SPT. b) Simulation de la géométrie de la pastille au cours du chargement avec l'évolution de l'épaisseur.

Fig. 2. a) Load/displacement curve obtained on ductile materials during a SPT test. b) Simulated geometry of the sample during loading and the thickness evolution.

l'enfoncement de la bille ne soit régulé en vitesse. L'enfoncement de la bille est ainsi mesuré relativement à son point de contact initial avec l'échantillon, évitant de considérer les déformations de la machine.

Les pastilles sont découpées par électroérosion au diamètre souhaité, à partir d'une tôle de  $700\ \mu\text{m}$  d'épaisseur. Une des conditions nécessaires pour retrouver des résultats répétables concerne l'épaisseur des pastilles qui doit être supérieure à 10 fois la taille des grains [5]. Nous avons choisi de considérer ici une épaisseur de  $500\ \mu\text{m}$ . La taille des grains étant de l'ordre de 5 micromètres (Fig. 3), la condition précédente est ainsi largement vérifiée. L'épaisseur souhaitée est obtenue par polissages successifs. Lors de la préparation des pastilles, notamment pour les premiers polissages, il apparaît particulièrement nécessaire de veiller au bon parallélisme des faces. Le protocole suivant est donc proposé pour cette opération de préparation :

- pré-polissage au papier de grade 800 (grains de  $22\ \mu\text{m}$ ) pour enlever la surépaisseur ;
- polissage successifs avec les papiers de grade 1200 (grains de  $14\ \mu\text{m}$ ), 2400 (grains de  $8\ \mu\text{m}$ ) puis 4000 (grain de  $6\ \mu\text{m}$ ) pour obtenir un bon état de surface sans rayures ;
- polissages successifs sur disques recouvert de grains diamants de taille  $6\ \mu\text{m}$ ,  $3\ \mu\text{m}$  et  $1\ \mu\text{m}$ , afin de diminuer la rugosité et les contraintes résiduelles de surface.

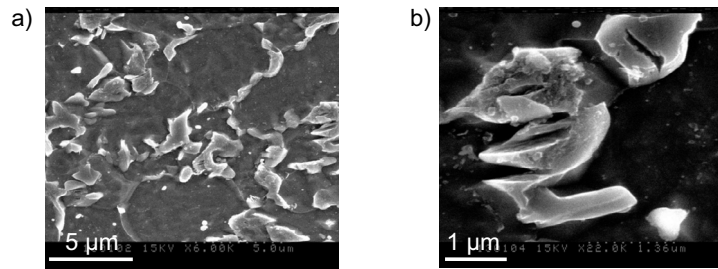
Les courbes efforts/enfoncement obtenues sur des matériaux ductiles sont caractérisées

par quatre domaines correspondant à des régimes de déformation successifs (Fig. 2) [6] :

- I. *Domaine de flexion élastique* : l'effort et l'enfoncement évoluent de manière linéaire et proportionnelle. La déformation est réduite au domaine de contact entre la pastille et la bille.
- II. *Domaine de flexion plastique* : la pastille se déforme en fléchissant. L'effort s'accroît plus lentement et le domaine plastique se développe dans les directions radiales et selon l'épaisseur.
- III. *Domaine d'étirement plastique* : la pièce s'amincit progressivement. Parallèlement, l'augmentation de l'aire de contact avec la bille conduit à une augmentation de l'effort. Des microfissures peuvent commencer à apparaître.
- IV. *Domaine d'instabilité plastique* : la pente de la courbe décroît rapidement avant que l'effort ne chute. Ce processus s'explique par la réduction importante de l'épaisseur et un phénomène de coalescence des microfissures. Des fissures plus importantes apparaissent, entraînant la rupture de la pièce.

## 1.2 Essais de macrodureté

Parallèlement aux essais précédents, des essais de macrodureté Vickers ont été développés sur le même équipement Zwick ZHU 2.5. Ces essais consistent en l'enfoncement progressif, à une vitesse lente, d'un indenteur self similaire correspondant à une pyramide à base carrée avec angles entre faces de  $136^\circ$ . Cet essai est développé pour atteindre un



**Fig. 3. a) Microstructure de l'acier dual-phase étudié, avec la mise en évidence des domaines ferritique et martensitique. b) Grossissement réalisé sur une structure martensitique.**

*Fig. 3. a) Dual-phase steel microstructure corresponding to the grade of the study. Ferritic and martensitic domains are visible. b) Magnification on a martensitic structure.*

effort de consigne imposé, généralement de plusieurs centaines de Newtons. La mesure ultérieure de la taille d'empreinte, après enlèvement de la charge, permet de déduire la dureté Vickers du matériau. Nous avons utilisé l'information de l'évolution de l'effort selon l'enfoncement comme une courbe caractéristique des propriétés mécaniques du matériau et de sa loi de comportement. Les volumes indentés, supérieurs aux tailles des grains, permettent d'avoir une information moyennée des propriétés mécaniques, statistiquement significative. Pour cette raison, cet essai a été préféré à des essais de micro- ou nano-dureté. La courbe effort/enfoncement conserve un caractère essentiellement parabolique.

Les pièces indentées étaient des échantillons polis, découpés dans la tôle de la nuance d'acier étudié, d'épaisseur 700  $\mu\text{m}$ . Ainsi, en suivant la démarche de Bückle [7], nous avons considéré que l'influence du support sur la courbe pouvait se faire sentir à partir d'une profondeur d'indentation du 1/10 de l'épaisseur de la pièce. Pour cette raison, les essais ont été limités à un enfoncement de l'indentateur de 70  $\mu\text{m}$ . La vitesse de descente de l'indentateur a été réglée à 0,1  $\text{mm mn}^{-1}$ .

## 2 Résultats des essais

La démarche de recherche d'une loi de comportement mécanique par essais croisés a été développée sur une unique nuance d'acier dual-phase, élaboré par ArcelorMittal dans son centre de recherche de Maizières-lès-Metz. La résistance mécanique  $R_m$  de cet acier est de 642  $\text{MPa} \pm 8 \text{ MPa}$  et son module d'Young de 201  $\text{GPa}$ . Cet acier ne possède pas une structure homogène. Il est

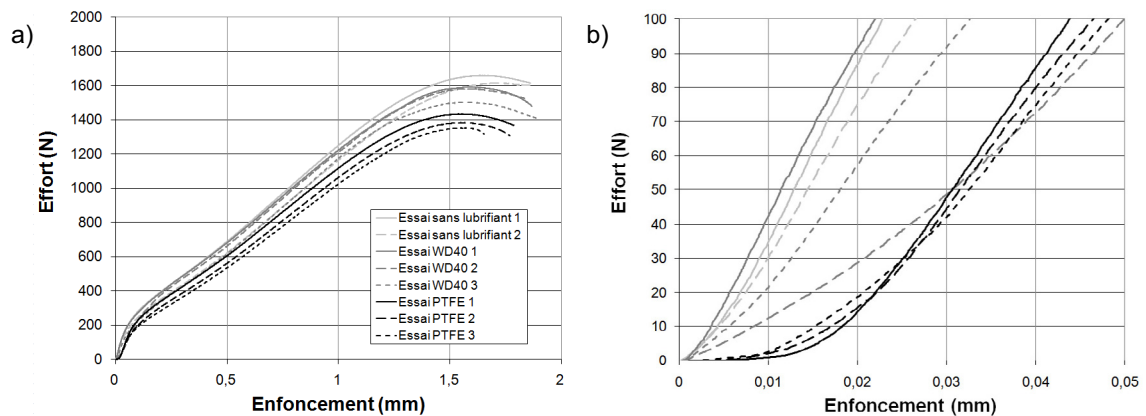
constitué de deux phases distinctes, ferritique (env. 85 %) et martensitique (env. 10 %). Des résidus de phases bainitiques (env. 5 %) sont également présents. La figure 3 présente la microstructure observée au Microscope Electronique à Balayage (MEB) d'un échantillon de cet acier, après polissage et attaque au réactif Nital. La taille des grains est voisine de 5  $\mu\text{m}$ .

Les phases ferritiques (sombres) et martensitiques (claires) sont distinguables. La taille des domaines martensitiques est de l'ordre de 1 à 2 micromètres. La gamme des aciers dual-phase est particulièrement intéressante dans les applications automobiles car ceux-ci présentent une bonne emboutissabilité et une dureté améliorée par la présence de la phase martensitique. Ces aciers correspondent à la gamme des aciers pour laquelle des innovations peuvent être envisagées pour en améliorer les propriétés mécaniques.

### 2.1 Essais de Small Punch Test

Des essais préalables ont été développés avec les billes d'acier Z 100 Cr 17 afin de mettre en évidence l'influence des conditions de contact entre la bille et la pastille sur la courbe effort/enfoncement. La figure 4a montre les résultats de ces essais. La figure 4b présente un agrandissement du domaine correspondant au début des essais.

La première série d'essais a été réalisée sans l'ajout d'un lubrifiant (« Essai sans lubrifiant »). La seconde série correspond à l'ajout de quelques gouttes d'huile lubrifiante de type WD40 (« Essai WD40 »), en surface de la pastille. La dernière série a été réalisée en vaporisant à la surface de la pièce



**Fig. 4. a) Évolution de la courbe effort/enfoncement selon trois conditions de contact : essai sans lubrifiant, avec une huile lubrifiante de type WD40, avec un lubrifiant à sec au PTFE. b) Agrandissement de la partie initiale des courbes.**

*Fig. 4. a) Load/displacement curves obtained with three friction conditions: test without lubricant, with a lubricating WD40 oil, with a dry PTFE lubricant. b) Magnification of the curves initial domain.*

un lubrifiant à sec à base de PTFE (polytétrafluoroéthylène ou Téflon®), afin d'obtenir une diminution plus importante du frottement pour la même déformation. Systématiquement, le surplus de lubrifiant a été retiré avant la réalisation de l'essai SPT.

L'analyse de ces essais montre clairement la décroissance progressive de l'effort mécanique, avec la diminution du coefficient de frottement entre la pastille et la bille d'acier. L'effort maximal moyen décroît de  $1638 \text{ N} \pm 31 \text{ N}$  (essai sans lubrifiant), à  $1560 \text{ N} \pm 49 \text{ N}$  (huile lubrifiante de type WD40) et  $1391 \text{ N} \pm 41 \text{ N}$  (lubrifiant au téflon). La démarche de méthode inverse s'appuyant sur un outil de simulation numérique, dans lequel les conditions de frottement expérimentales doivent être introduites comme conditions aux limites, nous avons choisi de poursuivre les essais SPT avec le lubrifiant au PTFE. Ainsi, les conditions de contact bille/pastille ultérieures seront définies comme étant de type « glissant » (conditions de frottement nulles) dans cet outil de simulation, correspondant à une lubrification parfaite. De même la diminution des efforts lors des essais peut permettre, sur de nouvelles nuances d'aciers, d'atteindre plus aisément le point d'effort maximal de l'essai SPT, correspondant à la rupture de la pastille. Enfin, comme le montre la figure 4b, la réalisation d'essai avec des conditions faibles de frottement a permis d'améliorer leur répétabilité dans le domaine initial. Le léger décalage observé au début de l'essai

entre le point de contact et le début du domaine linéaire, pour certains de ces essais, peut être expliqué par le changement rapide de la vitesse de descente de la bille, immédiatement après ce contact. De même de faibles dispersions restent observables dans les courbes des essais. Nous pensons que ces dispersions sont essentiellement dues à la préparation des échantillons (défaut de parallélisme et de précision dans la mesure des épaisseurs). Dans le cadre de ces essais mécaniques, la qualité de ce parallélisme nous est, notamment, apparue particulièrement importante. Ainsi, un défaut dans celui-ci peut conduire à un contact non continu des mors sur les faces de la pastille. Cette dernière peut être amenée à se déplacer lors de l'essai, entraînant des erreurs dans les mesures. Nous avons donc soigneusement vérifié ce parallélisme entre les faces des pastilles étudiées.

Nous avons ainsi choisi de renouveler ces essais mécaniques avec une bille de carbure de tungstène/cobalt (WC-Co), du même diamètre de 2 mm, et l'ajout du lubrifiant au PTFE. Les deux essais réalisés sont représentés sur la figure 5. Ils se révèlent relativement similaires, la dispersion semblant légèrement plus réduite que celle observée sur les courbes de la figure 4a. Un effort maximal de  $1404 \text{ N} \pm 26 \text{ N}$  est mesuré. Cette valeur est comparable à celle retrouvée précédemment pour une bille d'acier de nuance Z 100 Cr 17 et un lubrifiant au PTFE. Ces deux essais seront également exploités dans

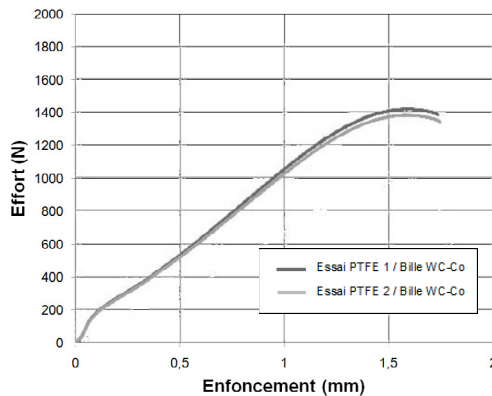


Fig. 5. Évolution de la courbe Effort/Enfoncement pour un essai réalisé avec une bille de carbure de tungstène/cobalt (WC-Co) et l’ajout d’un lubrifiant au PTFE sur la pastille.

Fig. 5. Load/displacement curves for a test conducted with a tungsten carbide ball (WC-Co) and a PTFE lubricant sprayed on the disc.

le cadre d’une démarche de méthode inverse pour retrouver les propriétés mécaniques de l’acier.

## 2.2 Essais de macrodureté

Les essais de macrodureté Vickers ont été réalisés en fixant les échantillons d’acier dual-phase de manière rigide à l’aide d’une résine durcissante, sur le support de l’appareil, de manière similaire à la démarche proposée pour la réalisation d’essais de nano-dureté [8]. Pour le domaine d’enfoncement considéré (i.e. 70  $\mu\text{m}$ ), les essais se sont révélés tout à fait répétables (Fig. 6). On note ainsi une grande similitude des courbes effort/enfoncement. Pour un déplacement de 70  $\mu\text{m}$  de l’indenteur, l’effort maximal est ainsi égal à 213 N  $\pm$  6 N. L’essai « Médian » indiqué correspond à un des essais réalisés. Il sera ultérieurement exploité dans le cadre de la méthode inverse.

## 3 Démarche par méthode inverse

La démarche par méthode inverse a été appliquée pour permettre d’estimer la loi de comportement de l’acier dual-phase étudié. Nous avons basé notre travail sur une loi de comportement simple de type Hollomon, pour laquelle deux paramètres  $K$  et  $n$  sont à trouver :

$$\sigma = K\varepsilon_p^n \quad (1)$$

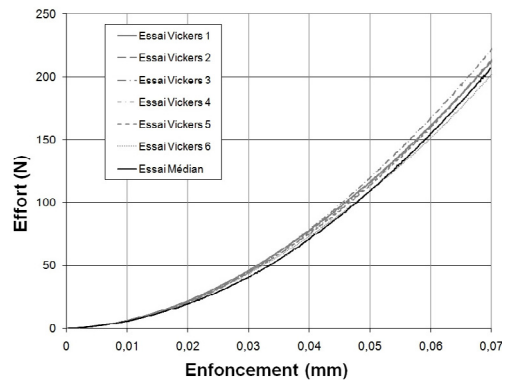


Fig. 6. Courbes effort/enfoncement obtenues lors de la réalisation des essais Vickers (Essai Vickers 1 à 6 et Médian).

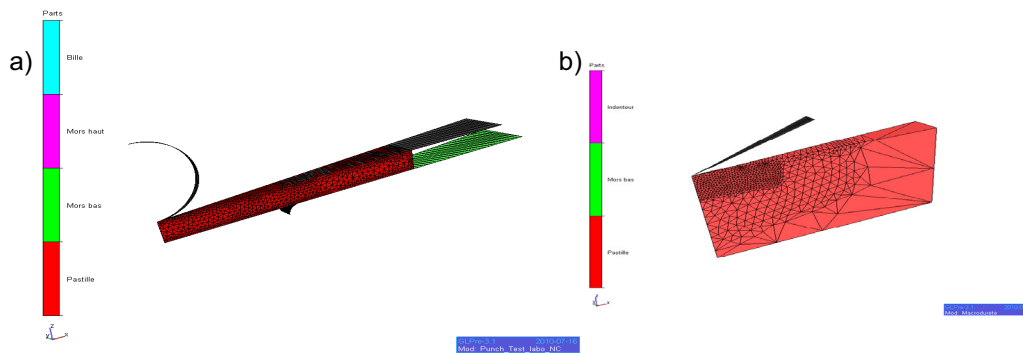
Fig. 6. Load/displacement curve corresponding to the Vickers hardness tests (Vickers tests 1 to 6 and median curve).

où  $K$  et  $n$  représentent respectivement la consistance et le coefficient d’écrouissage du matériau.  $\sigma$  et  $\varepsilon_p$  correspondent à la contrainte rationnelle et à la déformation rationnelle plastique du matériau. La déformation élastique obéit à l’équation de Lamé, le module de Young étant pris à 210 GPa et le coefficient de Poisson à 0,3. Ainsi, seule la loi de comportement de la déformation plastique de cet acier sera recherchée.

Les courbes de traction réalisées dans différentes directions de coupes (longitudinal, 45°, transverse) dans les tôles d’acier dual-phase étudié nous conduisent à approximer correctement la courbe de traction avec les paramètres  $K_{DP} = 1091 \text{ MPa} \pm 10 \text{ MPa}$  et  $n_{DP} = 0,195 \pm 0,003$ . Les propriétés mécaniques se révèlent, d’autre part, particulièrement isotropes.

La simulation des essais mécaniques Small Punch Test et Vickers a été réalisée sous le logiciel *Forge* commercialisé par la société *Transvalor*. La figure 7 présente les éléments maillés considérés pour la simulation.

Pour l’essai SPT (Fig. 7a), la pastille est maintenue par deux éléments plans (mors haut et mors bas). Il a été montré, lors de précédents calculs, que les conditions de contact pastille/mors ont peu d’influence sur les résultats des simulations, la pastille restant essentiellement fixe dans les domaines de serrage, lors de ces simulations de l’essai SPT. Ainsi, un contact glissant, similaire à celui entre la bille et la pastille, est considéré. Pour l’essai de macrodureté Vickers (Fig. 7b), nous



**Fig. 7. Éléments considérés pour la simulation numérique des deux essais mécaniques. Le caractère axisymétrique de l'essai SPT (a) et l'assimilation, par équivalence, de l'essai de macrodureté Vickers à un essai d'indentation conique (b) conduisent à ne simuler l'essai que dans un seul plan radial.**

*Fig. 7. Components used for the numerical simulation of each mechanical test. The axisymmetric property of the SPT test (a) and the equivalence of the Vickers hardness test to a conical indentation test (b) lead to 2D radial simulations.*

avons choisi de le simuler de manière équivalente à un essai d'indentation réalisé avec un indenteur conique. L'angle entre faces de  $138^\circ$  est remplacé par un angle entre l'axe du cône et l'une des génératrices de  $70,3^\circ$ , permettant d'avoir une équivalence avec l'indenteur Vickers, à même profondeur d'enfoncement, des aires de contact projetées. Cette hypothèse pourrait être discutée. Cependant, elle a déjà été retenue et justifiée par de précédents auteurs [11,12] qui ont montré la similitude des résultats obtenus. De plus un raffinement de maillage a été utilisé pour la partie en contact avec la bille ou l'indenteur afin de mieux apprécier les déformations du matériau et leurs évolutions temporelles. 1450 nœuds ont été utilisés pour la simulation de l'essai SPT et 1040 nœuds pour celui de l'essai de macrodureté. De même, les domaines sont régulièrement remaillés en cours de calcul, de manière automatique. Aucun phénomène de fissuration n'a été considéré dans cette simulation, seule la loi de comportement plastique ayant été introduite dans le modèle.

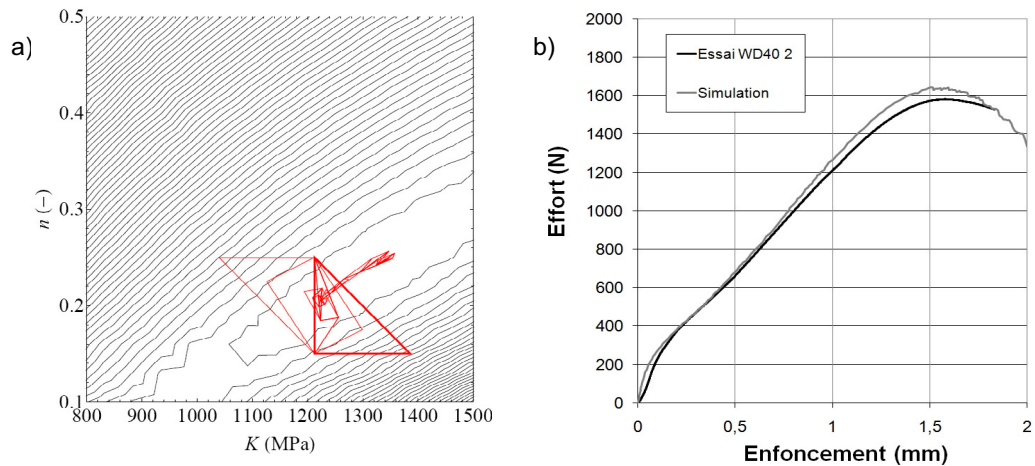
La méthode du simplexe de Nelder et Mead [9, 10] correspond à une recherche d'un minimum d'une fonction d'erreur. Elle présente l'intérêt de nécessiter seulement l'évaluation de cette fonction et non pas celle de ses dérivées. Cet algorithme peut être appliqué dans le cadre d'une démarche par méthode inverse, afin de retrouver le meilleur accord entre une courbe expérimentale et le résultat d'une simulation numérique, basée

sur une proposition de loi de déformation (i.e. loi de comportement mécanique).

Ainsi, partant du choix initial d'un triplet de couple  $\{(k_0^1, n_0^1), (k_0^2, n_0^2), (k_0^3, n_0^3)\}$ , correspondant à la géométrie du simplexe initial, à trois sommets, cette démarche consiste à simuler l'essai mécanique étudié afin de prévoir les courbes effort/enfoncement attendues. L'écart entre courbe expérimentale et simulée est traduit sous la forme d'une fonction d'erreur, d'autant plus importante que l'écart est grand. L'évolution de la fonction d'erreur entre les différents sommets du simplexe permet de calculer la position du sommet de celui-ci correspondant à la première itération. Le calcul de la nouvelle fonction d'erreur pour ce sommet est réalisé par symétrie du point de plus forte erreur par rapport aux deux autres points, ce qui permet de déduire une nouvelle géométrie du simplexe. Par itérations successives, et à travers des opérations de dilatations, de contraction ou d'homothétie, le simplexe évolue dans le plan  $(K, n)$  jusqu'à convergence. L'algorithme est arrêté lorsque la variation de la fonction d'erreur est réduite entre les différents points. Idéalement, une fonction d'erreur nulle correspondrait à une concordance parfaite entre courbe simulée et expérimentale. Les détails de l'implémentation de cet algorithme peuvent être trouvés dans [10].

Différentes fonctions d'erreur ont été étudiées. Nous avons choisi de considérer la fonction  $F(K, n)$  définie comme la somme des carrés des écarts entre courbe simulée





**Fig. 8. a) Chemin du simplexe obtenu pour l'essai « WD40 2 » de la figure 4a, par l'algorithme de Nelder et Mead et courbes d'isovaleurs de la fonction d'erreur  $F$ . Le triangle rouge gras correspond au simplexe initial. b) Comparaison de la courbe expérimentale avec la courbe simulée pour le couple  $(K_f, n_f)$  trouvé ( $K_f = 1340$  MPa et  $n_f = 0,247$ ).**

*Fig. 8. a) Path of the simplexes obtained for the "WD40 2" test of Figure 4a, corresponding to the Nelder and Mead algorithm. The iso-value lines for the error function  $F$  are shown. The red bold lines triangle corresponds to the first simplex. b) Comparison of experimental and simulated curves for the couple  $(K_f, n_f)$  ( $K_f = 1340$  MPa and  $n_f = 0.247$ ) obtained with the inverse method.*

et expérimentale. Cette sommation est réalisée entre le point de contact ( $x = 0$ ) et l'abscisse correspondant au premier maximum de l'effort rencontré, sur les deux courbes. Cette fonction permet de ne pas privilégier des domaines particuliers de la courbe et se révèle ultérieurement pertinente à retrouver la valeur de  $K$  ou de  $n$ . Des fonctions de type 'énergétique', consistant à comparer les aires sous les courbes effort/enfoncement ont également été étudiées mais ne se sont pas révélées aptes à retrouver la valeur du coefficient d'écroutissage.

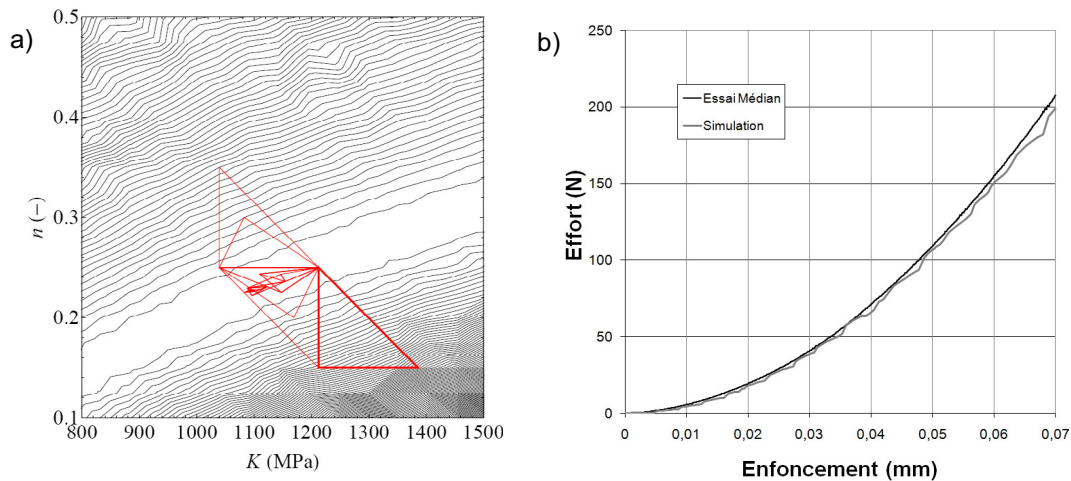
La figure 8a présente les différents simplexes calculés sur l'essai *SPT* précédent (Fig. 4a), réalisé avec une bille en acier Z 100 Cr 17 (« Essai WD40 2 »). Partant du plus grand simplexe, les coordonnées des sommets des simplexes successifs sont retrouvés à chaque nouvelle itération pour aboutir à un simplexe réduit à un point. Ses coordonnées ( $K_f = 1340$  MPa et  $n_f = 0,247$ ) correspondent aux paramètres de la relation d'Hollomon permettant de retrouver au mieux la courbe expérimentale.

De plus, une cartographie complète de l'évolution de  $F(K, n)$  a préalablement été réalisée sur le domaine  $\{K \in [800 : 1500], n \in [0,1 : 0,5]\}$ . Les courbes d'isovaleurs sont montrées sur la figure 8a. Elles entourent le

point  $(K_f, n_f)$  de plus faible valeur de  $F$ , qui a été recherché. Comme attendu, le simplexe a convergé vers ce point. La figure 8b montre la courbe simulée correspondante et l'accord correct obtenu pour le couple  $(K_f, n_f)$  avec le résultat expérimental. Les résultats obtenus par l'approche précédente en méthode inverse, pour les différents essais réalisés (Figs. 4 et 5) avec lubrifiant sont présentés dans le tableau 1.

La démarche précédente a été également développée sur les essais de macrodureté Vickers présentés. Ces essais se montrant très répétables, il n'apparaît pas nécessaire de renouveler les calculs pour les différentes courbes présentées à la figure 6. Ainsi, seul l'essai « Médian » présenté sera étudié. La figure 9a montre les résultats de cet essai. De même, la cartographie réalisée de la fonction d'erreur propre à la macrodureté montre la bonne convergence du simplexe vers un point de plus faible erreur ( $K_f = 1100$  MPa et  $n_f = 0,227$ ). La figure 9b indique la qualité du résultat obtenu.

L'analyse des résultats précédents montre clairement la difficulté, dans le cadre d'une méthode inverse isolée, à estimer correctement les lois de comportements attendus. Ainsi, le couple de valeurs correspondant à l'acier dual-phase



**Fig. 9. a) Chemin du simplexe obtenu pour l'essai de macrodureté Vickers « Médian » de la figure 6 et courbes d'isovaleurs de la fonction d'erreur, F. b) Comparaison de la courbe expérimentale de dureté avec la courbe simulée pour le couple  $(K_f, n_f)$  trouvé ( $K_f = 1100$  MPa et  $n_f = 0,227$ ).**

Fig. 9. a) Path of simplexes for the median Vickers hardness test (Fig. 6) and isovalue lines of the error function, F. b) Comparison of experimental and simulated curves for the couple  $(K_f, n_f)$  ( $K_f = 1100$  MPa and  $n_f = 0.227$ ) obtained with the inverse method.

**Tableau 1. Résultat de l'approche par méthode inverse développé sur les séries d'essais avec bille en acier Z 100 Cr 17 (Fig. 4) et bille de carbure de tungstène – cobalt (WC-Co) (Fig. 5).**

Table 1. Inverse method approach results for the various tests conducted with the Z 100 Cr 17 grade steel (Fig. 4) and the tungsten carbide (WC-Co) (Fig. 5) balls.

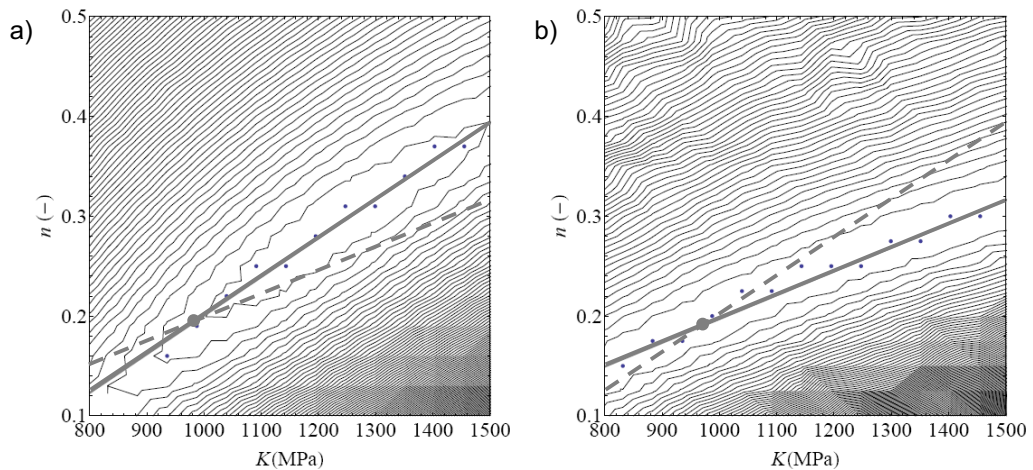
Bille Essai	Acier Z 100 Cr17						Carbure de tungstène	
	WD40 1	WD40 2	WD40 3	PTFE 1	PTFE 2	PTFE 3	PTFE1	PTFE2
K (MPa)	1336	1340	1191	1256	1242	1221	1267	1244
n (-)	0,28	0,25	0,19	0,26	0,28	0,29	0,28	0,29

étudié ( $K_{DP} = 1091$  MPa  $\pm$  10 Mpa,  $n_{DP} = 0,195 \pm 0,003$  MPa) n'est pas retrouvé dans le cadre des essais de small punch test (Fig. 8) ou de macrodureté (Fig. 9), avec la méthode inverse. Les écarts observés sur les premiers essais SPT (sans lubrifiant et lubrifiant WD 40) peuvent s'expliquer par une prise en compte incorrecte du contact bille pastille. En effet, il a été montré que le coefficient de frottement pouvait être important dans ces deux séries d'essais. Il est alors mal estimé par la définition d'un contact glissant dans la simulation, ce qui conduit à sous estimer les efforts réels à ce niveau. Les essais utilisant le lubrifiant au PTFE montrent des résultats relativement similaires au niveau de l'estimation des deux termes mais écartés des valeurs attendues, notamment pour la valeur du coefficient d'écroutissage, de l'ordre de 50 %.

L'exploitation des résultats de macrodureté permet de retrouver une valeur de K plus correcte (écart de 0,8 %). Néanmoins, la

valeur du coefficient n apparaît également incorrecte et surestimée de 20 %.

Ces différences s'expliquent essentiellement par la difficulté de prévoir, en s'appuyant sur une seule géométrie d'essai, les paramètres permettant de minimiser la fonction d'erreur. Comme l'indiquent les courbes d'isovaleurs présentées sur les figures 8a et 9a, la fonction F évolue faiblement selon certaines directions, pour les deux cartographies. Ainsi, il existe systématiquement des ensembles de couples  $(K, n)$ , pour chacun des essais, tels que la fonction d'erreur est réduite, et peut conduire à une appréciation correcte de la courbe effort/enfoncement, sans correspondre à un minimum. De même, l'écart du comportement de l'acier avec la relation d'Hollomon et les dispersions expérimentales constatées conduisent à l'existence de minima locaux. Ainsi, la méthode du simplexe aboutit sur l'un de ces minima mais non nécessairement au minima global, correspondant à



**Fig. 10. Tracé des droites (trait gris continu) de plus faible erreur pour l'essai de small punch test « Essai PTFE 3 » (a) et pour l'essai de macrodureté Vickers (b). Les points correspondent aux plus faibles valeurs de  $F$ , à travers lesquels la régression se réalise. Sur chaque graphe a été présentée la droite de plus faible erreur (trait gris pointillé) correspondant à l'autre graphe.**

*Fig. 10. Minimum error function lines (grey lines) for the "PTFE 3" small punch test experiment (a) and the Vickers hardness test (b). Dots correspond to the minimum values of error function  $F$  where the regression is done.*

la meilleure appréciation de la courbe expérimentale. Pour ces raisons, une courbe très voisine de la courbe effort/enfoncement pourra conduire à un couple  $(K, n)$  très différent de celui initialement proposé. Ceci nous conduit à une dispersion importante des différents couples proposés pour des essais successifs sur un même matériau. En conséquence, la méthode du simplexe, réalisée sur une seule géométrie d'essai, s'avère peu adaptée pour déterminer un couple  $(K, n)$  pertinent pour représenter le comportement du matériau lors d'un essai de traction. Pour ces raisons, il apparaît nécessaire de croiser les résultats apportés par chacun des deux essais.

#### 4 Essais croisés

La démarche que nous proposons de développer consiste à réaliser d'abord les cartographies présentées sur les figures 8a et 9a. Ces cartographies permettent d'établir les directions de plus faibles évolutions de  $F$ , correspondant à une appréciation correcte de la courbe d'essai expérimentale. Les deux droites trouvées sont ensuite représentées sur un même graphe, pour permettre de proposer, par croisement, un couple  $(K, n)$  le plus pertinent pour représenter la loi de comportement de l'acier. La figure 10 pré-

sente la démarche suivie. Pour un des essais *SPT* précédents, PTFE 3 (Fig. 4a), réalisé avec une bille d'acier Z 100 Cr 17, la droite de plus faible erreur, obtenue par régression (Fig. 10a) est présentée. Une démarche similaire a été suivie avec l'essai de macrodureté « Médian » (Fig. 10b). Initialement, l'application de la seule démarche par méthode inverse sur l'essai *SPT* avait conduit à proposer le couple  $(K_f = 1221 \text{ MPa}, n_f = 0,29)$  comme meilleure solution (Tab. 1). L'intersection des deux droites se réalise au point de coordonnées  $(K_i = 977 \text{ Mpa}, n_i = 0,19)$ , ce point se révélant plus proche du résultat attendu que celui donné par le seul essai *SPT*.

L'exploitation des différents essais par cette démarche croisée, pour les essais réalisés avec le lubrifiant, est présentée sur le tableau 2.

Les résultats obtenus (Tab. 2) par le croisement des droites montrent, pour les essais réalisés avec un revêtement au PTFE, une meilleure appréciation de la loi de comportement par rapport aux paramètres obtenus à partir de l'essai de traction ( $K_{DP} = 1091 \text{ MPa} \pm 10 \text{ Mpa}, n_{DP} = 0,195 \pm 0,003 \text{ MPa}$ ). Les valeurs des paramètres  $K$  et  $n$  sont diminuées et plus proches de celles obtenues par essai de traction. Notamment, le coefficient d'écroutissement est retrouvé sur les essais « Acier Z 100 Cr17 – PTFE 3 » et « Carbure de

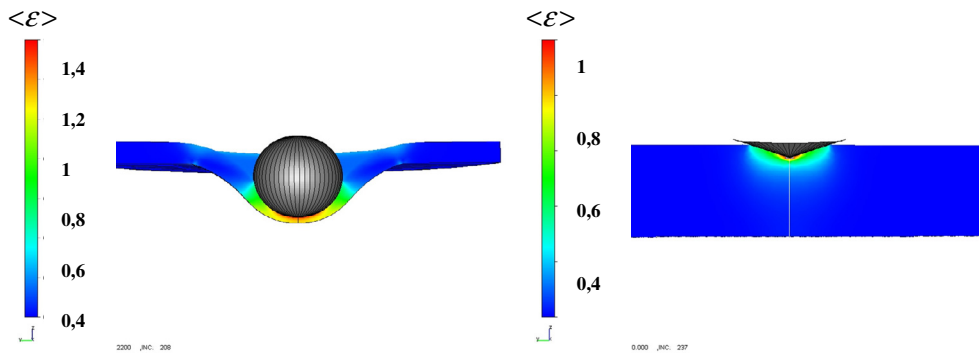


Fig. 11. Valeur de la déformation équivalente  $\langle \epsilon \rangle$  obtenue après simulation de l'essai SPT (a) et de dureté (b). Les déformations sont représentées lors des états d'efforts maximaux sur les échantillons.

Fig. 11. Equivalent deformation value  $\langle \epsilon \rangle$ , obtained after SPT (a) and hardness (b) test simulation. The deformations are represented during maximum effort state of the samples.

Tableau 2. Résultat du croisement des essais SPT avec bille en acier Z 100 Cr 17 et bille de carbure de tungstène – cobalt (WC-Co), et des essais de macrodureté Vickers pour l'appréciation des paramètres de la relation d'Hollomon pour le comportement de l'acier dual-phase.

Table 2. Results of the dual tests between the SPT and Vickers hardness tests with the Z 100 Cr 17 grade steel and tungsten carbide balls for the estimation of Hollomon constitutive law parameters.

Bille Essai	Acier Z 100 Cr 17						Carbure de tungstène	
	WD40 1	WD40 2	WD40 3	PTFE 1	PTFE 2	PTFE 3	PTFE 1	PTFE 2
$K$ (MPa)	1348	1611	1573	1252	1103	977	1174	1001
erreur	23 %	48 %	44 %	15 %	1 %	-10 %	8 %	-8 %
$n$ (-)	0,28	0,34	0,33	0,26	0,22	0,19	0,24	0,19
erreur	44 %	74 %	69 %	33 %	13 %	-3 %	23 %	-3 %

tungstène – PTFE2 », alors qu'il était de 0,29 par la démarche de méthode inverse appliquée au seul essai SPT. Il faut cependant noter que certains essais présentent des valeurs de coefficient d'érouissage encore élevées, notamment ceux réalisés avec le lubrifiant de type WD40 et les billes en acier Z 100 Cr 17. Cet écart doit provenir des conditions de contact de type glissant utilisées dans la simulation et ne correspondant pas à celles réalisées avec ce lubrifiant comme cela a été montré sur la figure 4. De même, le défaut de parallélisme des faces de la pastille et la précision sur la mesure de son épaisseur conduisent également à des dispersions dans ces estimations. Une déformation de la bille en cours d'essai peut également expliquer des écarts entre simulation et expérimentation. Enfin, le comportement à la déformation de l'acier dual-phase étudié devrait pouvoir être défini par une loi plus complexe que celle présentée ici, qui amènerait à rechercher plusieurs paramètres.

Il est à noter également que les déformations plastiques subies par ces échantillons,

tant pour l'essai SPT que l'essai de macrodureté Vickers, peuvent, localement, être particulièrement importantes, et supérieures à la gamme de déformation dans laquelle les valeurs  $K_{DP}$  et  $n_{DP}$  ont été estimées ( $0 \leq \epsilon_p \leq 0,14$ ). La figure 11 présente ainsi les états de déformation des échantillons après simulation des essais de Small Punch Test et de dureté. Les hautes valeurs de déformation rencontrées localement, de l'ordre de 140 % et 100 % respectivement, montrent bien l'hypothèse faite du suivi de la loi d'Hollomon sur l'ensemble d'une large plage de déformation. Cette hypothèse pourrait être rediscutée. Ainsi, il est à noter que les paramètres de la loi de comportement retrouvée sont comparés à ceux déduits expérimentalement de déformations plus faibles lors des essais de traction.

## 5 Conclusion

Une approche par méthode inverse a été développée pour estimer les lois de comportement mécanique d'aciers innovants

développés pour l'automobile, et appliquée à un essai de small punch-test (SPT) et un essai de macrodureté. Des échantillons de la nuance d'acier étudié sont élaborés et déformés mécaniquement pour obtenir la courbe effort/enfoncement. Pour l'essai SPT, l'application de la méthode inverse doit prendre en considération les conditions de contact réalisées entre la bille et la pastille déformée. Les différents essais développés ont montré que l'utilisation d'un lubrifiant au PTFE s'avère une solution intéressante, permettant de réduire ce frottement et de diminuer la valeur des efforts rencontrés. La mise en place d'une méthode inverse isolément ne permet pas de retrouver correctement la loi de comportement attendue. Nous proposons ainsi de croiser les résultats obtenus, en recherchant les ensembles de couples  $(K, n)$  correspondant à une minimisation de la fonction d'erreur pour chacun des essais. Cette démarche d'essais croisés conduit à une amélioration des résultats. Notamment l'exploitation d'un essai SPT réalisé avec un lubrifiant au PTFE croisé avec un essai de dureté permet d'obtenir les paramètres de la relation d'Hollomon avec une erreur inférieure à 10 % (essai PTFE2 – bille WC-Co). Plus généralement, l'ensemble des essais réalisés avec un lubrifiant au PTFE conduit à des estimations des couples de paramètres  $(K, n)$  nettement améliorées par rapport aux autres essais.

Cette démarche doit encore être améliorée. Notamment, il serait nécessaire de définir plus précisément la loi de comportement de l'acier utilisé en s'appuyant sur une loi à trois paramètres. Dans cette situation, la démarche de croisement devrait s'appuyer sur de nouveaux essais ou de nouvelles mesures en cours de déformation. On peut envisager de réaliser une mesure de l'évolution de l'épaisseur de la pastille en cours de déformation, ou à l'état final. De même, on peut envisager la réalisation d'essais d'indentation s'appuyant sur des indenteurs de géométries différentes de l'indenteur Vickers, notamment des indenteurs de type Cube-Corner. Parallèlement, la réalisation du travail de cartographie doit pouvoir être optimisé afin de réduire le temps de calcul. Il serait ainsi envisageable de

développer des approches de types réseaux de neurones pour obtenir le calcul de la fonction d'erreur de chaque essai sur l'ensemble du domaine d'étude et réaliser le croisement des résultats de manière optimisée.

## Remerciements

Les auteurs remercient MM. Gaëtan Starzyk, Florian Baratto et Nicolas Charoy pour le travail effectué lors de leur projet de fin d'étude ingénieur Arts et Métiers au centre de Lille, travail qui a permis la mise en place du dispositif d'essai et la réalisation des essais mécaniques de caractérisation des échantillons. De même, nous remercions ArcelorMittal Maizières (Maizières-lès-Metz) pour les échantillons d'acier dual-phase transmis pour la réalisation de ce travail de recherche.

## Références

- [1] M.P. Manahan, A.S. Argon, O.K. Harling, *J. Nucl. Mater.* **103-104** (1981) 1545-1550
- [2] F.H. Huang, M.L. Hamilton, G.L. Wire, *Nucl. Technol.* **57** (1982) 234-242
- [3] J. Foulds, R. Viswanathan, *J. Engineer. Mater. Technol.* **116** (1994) 457-464
- [4] J. Isselin, A. Iost, J. Golek, D. Najjar, M. Bigerelle, *J. Nucl. Mater.* **352** (2006) 97-106
- [5] J. Isselin, Études des Propriétés Mécaniques des Composants de Centrales Thermiques : L'Essai Punch Test, Thèse de Doctorat, Université des Sciences et Technologies de Lille, 2003
- [6] J. Golek, Caractérisation mécanique d'un matériau métallique par punch test, Mémoire de diplôme d'ingénieur en métallurgie, Conservatoire National des Arts et Métiers, 2004
- [7] H. Bückle, *La Machine Outil Française* **206** (1965) 125-147
- [8] G.A. Crawford, N. Chawla, M. Koopman, K. Carlisle, K.K. Chawla, *Adv. Engin. Mater.* **11** (2009) 45-51
- [9] J.A. Nelder, R. Mead, *Comp. J.* **7** (1965) 308-313
- [10] W.H. Press, B.P. Flannery, S.A. Teukolsky, W.T. Vetterling, *Numerical Recipes in C++*, Cambridge University Press, Cambridge, 2002
- [11] M. Dao, N. Chollacoop, K.J. Van Vliet, T.A. Venkatesh, S. Suresh, *Acta Mater.* **49** (2001) 3899-3918
- [12] J. Luo, J. Lin, *Int. J. Solids Struct.* **44** (2007) 5803-5817