

LA METROLOGIE AU SERVICE DES INDUSTRIELS : VERIFICATION DES MACHINES DE FLEXION PAR CHOC

S. Lefrançois, Luc Lam Tham, A. Ravet
Laboratoire National de Métrologie et d'Essais
29 avenue Roger Hennequin
78197 Trappes

Résumé

Communément appelées moutons-pendules, les machines de flexion par choc sont utilisées pour déterminer la tenue au choc des matériaux. Dans le domaine des matériaux métalliques, la vérification de ces machines est habituellement réalisée en cassant des éprouvettes de référence. Pour répondre aux besoins des industriels, le LNE développe une éprouvette dont le niveau d'énergie est supérieur à 200 joules. Dans le domaine des matériaux plastiques, de telles éprouvettes n'existent pas. Cherchant à offrir les mêmes facilités pour la vérification des machines, le LNE développe une éprouvette dont le niveau d'énergie est inférieur à 1 joule.

Abstract

Usually called pendulum-machines, the impact test machines are used to determine the toughness of materials. In the metallic material scope, the verification of these machines is usually carried out with reference specimens. To meet industry requirements, LNE studies a specimen, the energy of which is greater than 200 joules. In the plastic material scope, this type of specimen does not exist. To propose the same facilities for the verification of the machines, LNE studies a specimen, the energy of which is smaller than 1 joule.

Introduction

La résistance au choc des matériaux peut aisément être caractérisée par un essai de résilience. Les machines de flexion par choc appelées couramment mouton-pendule ou mouton Charpy, utilisées pour la réalisation de ce test, doivent être vérifiées afin de connaître leur qualité métrologique. Deux méthodes de vérification existent :

- La méthode directe qui consiste à vérifier les paramètres de la machine,
- La méthode indirecte par la rupture d'éprouvettes de référence.

Dans le domaine des matériaux métalliques, ces machines sont vérifiées depuis de nombreuses années à l'aide d'éprouvettes de référence Charpy V. Le LNE, laboratoire de référence en France, propose ce type d'éprouvettes certifiées sur quatre niveaux d'énergie : 25, 80, 120 et 160 joules [1]. Il est désormais courant d'obtenir des matériaux dont la résilience est supérieure à 200 joules. Afin de garantir la justesse de ces mesures, il est nécessaire que la machine d'essai soit vérifiée dans ces niveaux d'énergie. Le NIST (USA) propose déjà une telle éprouvette qui répond aux critères de la norme ASTM E23. Le LNE développe actuellement une éprouvette de ce type

capable de répondre aux critères de la norme EN 10045-2. Les principales étapes de cette étude, ainsi que les résultats obtenus, sont présentés dans la partie 1.

Dans le domaine des matériaux plastiques, la normalisation spécifique à la vérification des machines de flexion par choc est très récente. Il s'agit de la norme ISO 13802 édition 1999. Cette norme est inspirée de celle développée pour les matériaux métalliques. Cependant, cette norme préconise la vérification dite « directe » par la mesure de tous les paramètres (mécaniques et géométriques) de la machine. Cette méthode est difficile à mettre en œuvre et nécessite beaucoup de moyens de mesure. Fort de son expérience dans l'élaboration (fabrication, caractérisation, certification) des éprouvettes de référence Charpy V, le LNE développe une éprouvette adaptée en terme d'énergie. Cette éprouvette, d'une énergie inférieure à 1 joule, sera le premier pas vers la vérification des machines d'essais par la méthode indirecte. Les principales étapes de cette étude, ainsi que les résultats obtenus, sont présentés dans la partie 2.

Partie 1 : éprouvette 200 joules

Objectif

Ce type d'éprouvette est une demande forte des industriels. Elle doit répondre à trois critères :

- Une énergie certifiée supérieure à 200 joules,
- Un écart type calculé inférieur à 5% de l'énergie (EN 10045-2),
- La rupture de l'éprouvette en fin d'essai.

Ce dernier critère semble le plus difficile à appréhender. En effet, dans ces niveaux d'énergie, l'industriel cherche à obtenir une éprouvette non rompue. Toutefois, dans le cadre de la vérification de la machine, si nous voulons en apprécier la justesse, il est impératif que l'éprouvette de référence casse. Sinon, il reste de l'énergie dans l'éprouvette et donc l'indication machine ne peut être donnée que par défaut.

L'étude, pour l'élaboration d'une éprouvette de 200 joules, a été réalisée en plusieurs étapes :

- Une recherche bibliographique,
- Des essais en laboratoire,
- La faisabilité industrielle.

Recherche bibliographique

Cette étude nous a permis d'identifier les matériaux ayant des résiliences supérieures à 200 joules. Les diverses sources indiquent aussi que, dans le cas général, pour une résilience supérieure à 200 joules les éprouvettes ne cassent

pas. La sélection des matériaux a été réalisée en fonction de leur sensibilité à des traitements thermomécaniques faisant varier leur résilience. Nous avons envisagé trois types de traitements :

- Les traitements thermiques qui permettent de modifier profondément la microstructure d'un acier,
- La cémentation qui consiste à durcir la surface d'une pièce en acier en l'enrichissant en carbone,
- La pré-déformation, éventuellement suivie d'un vieillissement, pour modifier les propriétés de certains aciers.

Ayant étudié les avantages et les inconvénients de ces trois méthodes, nous avons choisi de privilégier dans un premier temps les traitements thermiques. Ceux-ci nous ont semblé présenter le meilleur compromis en termes de possibilité de faire varier la résilience, de faisabilité et de coût.

Essais en laboratoire

Nous avons retenu deux types d'acier : les aciers duplex et les aciers martensitiques. En effet ces deux types d'aciers, suivant leur composition, sont capables de présenter des énergies absorbées supérieures à 200 joules et leurs propriétés sont aisément modifiables par traitements thermiques.

Nous avons commencé par utiliser des matériaux « standards » proposés par différents aciéristes : AUBERT & DUVAL, UGINE, THYSSEN, tout en sachant que la composition et les propriétés de ceux-ci peuvent être sujets à variations en fonction des coulées et des modes de mise en forme. Nous avons choisi de réaliser des traitements thermiques sur des ébauches de dimension 12 x 12 x 60 mm³. Afin d'éviter les problèmes d'écaillage surfacique et autres inhomogénéités, les ébauches ont été prélevées au centre des demi-produits. Les traitements thermiques ont été réalisés dans un four électrique (à effet joule) à trois zones sous air. Les températures du four et de l'éprouvette en cours de traitement ont été mesurées à l'aide d'une chaîne de mesures étalonnée. En fonction des matériaux, des trempes à l'eau ou des trempes à l'huile ont été réalisées, avec agitation de manière à augmenter la vitesse de refroidissement. Après revenu ou vieillissement, les ébauches ont été refroidies à l'air sur des briques réfractaires.

Dans un premier temps, les essais ont été réalisés sur un mouton-pendule de capacité 450 joules, afin de s'affranchir d'éventuels problèmes de blocages d'un mouton-pendule de capacité moindre (exemple 300 joules). Ce mouton-pendule était instrumenté ce qui nous a permis de pouvoir étudier les courbes de comportement du matériau (courbes du type Force = fct (temps)).

Acier duplex

Un premier essai sur un type d'acier duplex, avec une hyper trempe, suivie d'un vieillissement, n'a pas apporté le résultat escompté. Nous avons obtenu de très fortes variations de résilience (de 370 joules à 70 joules) avec des éprouvettes non rompues.

L'importance de cet effet s'explique principalement par le choix de la température et de la durée hyper trempe. Après celle-ci, la microstructure est composée de particules d'austénite disjointe dans une matrice de ferrite. Ces particules ne sont plus connectées, la fissure fragile peut les contourner. La non-rupture des éprouvettes pour des résiliences faibles s'explique par la capacité du matériau à arrêter la fissure fragile ; ce qui permet aux ligaments non rompus de se déformer et l'éprouvette passe entre les appuis. Cette capacité du matériau à arrêter la propagation instable s'explique par la fragilité relativement faible de la ferrite. Il a été décidé de diminuer la température hyper trempe

Une deuxième série d'essais a été réalisée en appliquant au matériau des températures hyper trempe moins élevées. Ensuite, plusieurs traitements de vieillissement, à diverses températures, ont été réalisés.

Les résultats obtenus sont les suivants :

- La précipitation de la phase χ permet d'obtenir des résiliences bien supérieures à 200 joules et la rupture de l'éprouvette en fin d'essai ;
- Une température hyper trempe élevée diminue la résilience de l'éprouvette subissant un vieillissement de précipitation de phase χ ;
- Plus la température de vieillissement est élevée, plus la résilience est faible.

Acier martensitique

Pour la nuance retenue, nous avons réalisé un traitement d'austénitisation à 850°C suivi d'une trempe à l'huile. La variation de la résilience, avec la température de revenu, n'étant pas linéaire, nous avons donc choisi de tracer l'évolution de la résilience en fonction de la température de revenu sur toute la plage de températures possibles.

Dans une certaine gamme de températures, nous avons obtenu des éprouvettes rompues pour une énergie aux alentours de 200 joules.

Dans ce domaine, la dureté de l'éprouvette est maximale. Les résiliences élevées s'expliquent par l'augmentation de la force nécessaire pour déformer l'éprouvette jusqu'à l'amorçage d'une fissure. Du fait de cette dureté très élevée, la résistance à la propagation de la fissure est faible. Ceci permet de propager la fissure et d'obtenir la rupture de l'éprouvette en fin d'essai.

Les différents essais réalisés sur les différentes nuances sélectionnées nous indiquent que la qualité de base de la nuance utilisée est très importante. Le fait d'utiliser une nuance refondue, ou non, donne des résultats très différents (50 joules d'écart) et les résultats en terme de reproductibilité sont très différents.

Faisabilité industrielle

La combinaison de très haute énergie et de rupture de l'éprouvette a été obtenue sur deux matériaux. Cette combinaison est le résultat de deux procédés différents et propres à chacun de ces deux matériaux :

- Fragilisation d'un matériau d'énergie largement supérieure à celle voulue, acier duplex,
- Maximisation de l'énergie dépensée pour l'amorçage de la rupture et diminution de l'énergie nécessaire à la propagation de la rupture en augmentant la dureté, acier martensitique.

L'acier duplex semble offrir une plus large perspective en terme d'énergie (éprouvette rompue de 200 à 300 joules). Cependant, le parc machines étant essentiellement composé de moutons-pendules de capacité 300 joules, il nous a semblé préférable, dans un premier temps, d'axer la faisabilité industrielle sur l'acier martensitique qui nous a donné des résultats aux alentours de 200 joules.

La phase industrielle a consisté à reproduire les mêmes traitements qu'en laboratoire. Deux mini coulées ont été faites. Chacune a été laminée en barres de section carrée 14 x 14 mm (forme habituelle du demi-produit des autres niveaux d'énergie déjà commercialisés par le LNE). Pour chaque coulée, un nombre de barres suffisant pour obtenir un petit lot d'éprouvettes a été traité thermiquement.

Plusieurs laboratoires ont participé aux essais de qualification en cassant 20 éprouvettes (10 par coulée). Le descriptif des machines est le suivant :

- LNE - mouton-pendule de référence français, 350 joules, type U, couteau 2 mm et couteau 8 mm,
- LNE - mouton-pendule de référence français, 300 joules, type C, couteau 2 mm,
- Aubert & Duval - mouton-pendule 300 joules, type C, couteau 2 mm,
- I.R.M.M. - mouton-pendule 300 joules, type C, couteau 2 mm,
- C.E.A. - mouton-pendule, 450 joules, type U, couteau 2 mm.

Les résultats obtenus sont les suivants :

- les résultats confirment les résultats obtenus en laboratoire,
- pour tous les laboratoires participants, une énergie moyenne supérieure à 200 joules,
- dans tous les cas, un écart type (calculé sur dix éprouvettes) légèrement inférieur à 5 %,
- quelques éprouvettes non rompues (7 sur un total de 120),
- une énergie moyenne légèrement inférieure avec le couteau de 8 mm qu'avec celui de 2 mm (ce résultat est en phase avec l'inter comparaison réalisée en 1999) [2],
- il n'a pas été démontré d'effet de coulée.

Des éprouvettes ont été détournées et seront cassées au bout d'un an (soit en juin 2005) pour étudier l'éventuel vieillissement de la matière.

Après ces ultimes essais, le processus d'élaboration d'un premier lot certifié sera enclenché.

Partie 2 : éprouvette inférieure à 1 joule

Objectif

Le LNE, en tant que Laboratoire de référence et accrédité, fabrique, caractérise et commercialise depuis de nombreuses années des éprouvettes de référence métalliques servant à la vérification indirecte des moutons-pendules dans une gamme d'énergie allant de 20 joules à 160 joules. Cette méthode est très appréciée par les industriels pour sa rapidité et son coût limité.

L'objectif de cette étude est de pouvoir offrir aux industriels du monde des matériaux plastiques les mêmes facilités en transposant ce qui existe et en l'adaptant en terme de niveau d'énergie.

Cet objectif se décompose en deux parties :

- Fabriquer des éprouvettes permettant de réaliser une vérification indirecte des moutons-pendules,
- Etudier les moyens à mettre en œuvre pour la certification de ces éprouvettes.

Fabrication des éprouvettes

Critères de choix du matériau et de l'éprouvette

Le matériau candidat doit répondre à un certain nombre de critères :

- une stabilité dans le temps avant et après transformation,
- une bonne homogénéité,
- une dispersion faible pour la résilience.

L'éprouvette, quant à elle, doit répondre à :

- une bonne géométrie (tolérances faibles sur les dimensions de l'éprouvette),
- un comportement stable dans le temps,
- des dimensions de préférence identiques à l'éprouvette d'essai normalisée retenue dans la norme NF EN ISO 179-1,
- une bonne répétabilité et reproductibilité de fabrication.

Plusieurs types de matériaux sont envisageables :

- Métallique,
- Verre,
- Polymère.

Nous avons aussi entrepris une réflexion sur le niveau d'énergie à développer. Compte tenu du parc machines existant, des gammes d'énergie utilisées le plus couramment par les industriels, nous nous sommes orientés vers un niveau d'énergie nominale de 0,4 joule.

L'étude s'est tout naturellement tournée vers la faisabilité d'éprouvettes en matière plastique étant notamment le plus représentatif de l'essai. Ce choix est corroboré par d'autres études antérieures et qui amènent aux mêmes conclusions [3]. A ce stade, plusieurs polymères ont été testés afin de déterminer celui ou ceux qui présentent la meilleure répétabilité en termes de résultats de résilience.

Techniques et moyens mis en œuvre

La fabrication des éprouvettes a été réalisée à l'aide d'une presse à injecter sur laquelle a été monté un moule équipé d'un insert permettant d'obtenir une grappe de 4 éprouvettes à chaque moulée. Le choix de la presse s'est porté sur une presse à injection électrique et non hydraulique. Des études ont montré que ces presses donnent de meilleurs résultats en terme de répétabilité et de reproductibilité ; ce qui est un critère très important dans notre étude. Le choix du moule est lui aussi très important. Des essais inter-laboratoires menés par l'ISO ont démontré que la conception du moule est un facteur très important dans une fabrication reproductible d'éprouvettes. Le LNE a fait l'acquisition d'un moule répondant aux critères de la norme NF EN ISO 294.

Certification des éprouvettes

Pour la certification des éprouvettes, nous avons opté pour le même schéma métrologique que celui de notre laboratoire pour les matériaux métalliques, celui-ci ayant fait ses preuves. Les éprouvettes d'un lot seront certifiées sur un mouton-pendule dit de référence qui sera constitué de deux machines. Ces deux machines seront dédiées à la certification des éprouvettes de référence. La durée de vie d'un lot sera étudiée afin de garantir, dans le temps, le niveau d'énergie certifié. Lorsque le lot sera épuisé, ou arrivé à la date limite d'utilisation, un nouveau lot sera fabriqué et certifié. Deux fois 25 éprouvettes seront prélevées de manière aléatoire dans le lot puis cassées pour définir l'énergie de référence du lot et son incertitude.

Le LNE s'est équipé de deux machines de marques différentes munies chacune d'un bras de capacité 1 joule. A l'instar de la norme NF EN 10045-2, nous avons retenu comme critère d'acceptation pour un lot un écart-type inférieur à 5 % de l'énergie moyenne calculé à partir des valeurs individuelles de 25 éprouvettes. Ce critère doit être vérifié pour chacune des deux machines. Un test sur l'équivalence des variances sera aussi réalisé afin d'apprécier l'homogénéité du lot et l'écart entre les deux machines sera suivi par carte de contrôle.

Les deux machines ont été vérifiées par la méthode directe (vérification des paramètres géométriques de la machine) suivant les spécifications de la norme ISO 13 802.

Résultats de l'étude

Les premiers résultats nous ont permis d'écarter certains polymères ne remplissant pas les critères définis. Nous avons sélectionné deux nuances et lancé la fabrication d'un premier lot pour chacune d'elles. Deux séries d'éprouvettes ont ensuite été cassées au LNE. Les résultats montrent une très bonne répétabilité.

Ensuite, nous avons étudié les différents paramètres pouvant influencer la répétabilité des mesures et notamment :

- l'influence du numéro d'empreinte dans le moule,
- l'influence de la profondeur d'empreinte réalisée sur chaque éprouvette moulée,

- l'influence de la variation de l'énergie nominale du pendule utilisé pour casser les éprouvettes,
- l'influence du temps sur la stabilité de la matière constituant l'éprouvette.

Les résultats sont les suivants :

- l'écoulement de la matière, lors de l'injection au travers des quatre empreintes du moule, est parfaitement homogène et équilibré,
- il faut une variation de plus de 0,2 mm de la profondeur d'entaille pour obtenir des énergies significativement différentes,
- l'utilisation d'un marteau d'énergie nominale variant de 0,5 joule à 4 joules n'influence que très peu les résultats,
- le comportement dans le temps des éprouvettes a été étudié jusqu'à 123 jours, puis des éprouvettes ont été testées 500 jours après. Nous n'avons pas constaté de variation significative.

Des conditions de stockage strictes ont été appliquées aux éprouvettes :

- température $23^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$
- humidité relative $50 \% \pm 5 \%$
- à l'abri de la lumière.

Essais inter-laboratoires

Suite à ces résultats très encourageants, une campagne d'essais inter-laboratoires a été menée. Dix laboratoires, répartis sur huit sites, ont participé :

- LNE avec trois machines (les 2 constituant l'étalon et la machine servant habituellement aux essais)
- ATOFINA
- CEAST
- CRITT Polymères de Picardie,
- LVM
- PEP
- SOLVAY
- ZWICK

Les résultats ont été traités de manière statistique suivant la norme ISO 5725. L'étude montre une bonne répétabilité et une reproductibilité très correcte pour les deux types de matériaux. Toutefois, une nuance semble donner des résultats légèrement meilleurs.

Estimation de l'énergie de référence et de son incertitude

Pour cette ultime étape, nous avons réalisé un test grandeur réelle de certification d'un lot. Nous avons retenu pour ce test la matière ayant donné les meilleurs résultats à la campagne inter-laboratoires. 2 fois 25 éprouvettes ont été prélevées et cassées sur les machines de référence (25 éprouvettes par machine).

Pour ce lot, l'énergie de référence et son incertitude associée est : **$0,413 \text{ J} \pm 0,007 \text{ J}$**

Conclusion

Cette étude sur la recherche d'une éprouvette de très haute énergie (200 J) d'une part, et une éprouvette de très basse énergie (0,4 J) d'autre part, donne des résultats très encourageants. Ceux-ci vont permettre de proposer, dans un avenir très proche, deux nouveaux niveaux d'énergie qui vont venir compléter la gamme existante.

Ainsi, le LNE répond à l'attente des industriels des matériaux métalliques pour lesquels un niveau d'énergie supérieur à 200 joules devenait indispensable.

Concernant les industriels des matériaux plastiques, ceux-ci, vont enfin avoir la possibilité de vérifier leur mouton-pendule par la méthode indirecte en cassant des éprouvettes de référence. Pour le moment, un seul niveau d'énergie est disponible. Cette étude sera poursuivie afin de proposer un niveau plus élevé, soit en privilégiant un matériau plus résilient, soit en faisant varier la profondeur d'entaille.

Références

[1] G. Galban, G. Revise, D. Mougin, S. Laporte et S. Lefrançois, Indirect verification of pendulum impact test machines : the French subsidiary from its origins to the present, ASTM may 2000 STP1380 pp 109-133.

[2] C. Mc Cowan, J. Pauwels, G. Revise et H. Nakano, International comparison of impact verification programs, ASTM may 2000 STP1380 pp 73-89.

[3] C. Mc Cowan, D. P. Vigliotti et T. A. Siewert, Evaluation of ABS plastic impact verification specimens, ASTM may 2000 STP1380 pp 210-219.