

A1

**DEMANDE
DE BREVET D'INVENTION**

(21)

N° 80 24186

(54) Technique et dispositif de mesure de la dureté des matériaux à haute température dans les conditions effectives d'équilibre thermodynamique.

(51) Classification internationale (Int. Cl.³). G 01 N 3/54, 33/24.

(22) Date de dépôt..... 14 novembre 1980.

(33) (32) (31) Priorité revendiquée :

(41) Date de la mise à la disposition du
public de la demande..... B.O.P.I. — « Listes » n° 20 du 21-5-1982.

(71) Déposant : COUZIN Jacki et DUQUESNOY Alain, résidant en France.

(72) Invention de : Jacki Couzin et Alain Duquesnoy.

(73) Titulaire : *Idem* (71)

(74) Mandataire :

- 1 -

Technique et dispositif de mesure de la dureté des matériaux à haute température dans les conditions effectives d'équilibre thermodynamique.

La présente invention concerne la connaissance "in situ" de la dureté des matériaux à haute température et d'un fluage éventuel. On précise d'autre
5 part la nature des matériaux utilisés pour ce type de mesure.

Les dispositifs de haute température existants présentent l'inconvénient majeur de dissocier dans le temps la réalisation de l'empreinte et sa lecture. En outre, la plupart des essais dits "à haute température" sont effectués sous vide ou atmosphère protégée (argon) mais non contrôlée au sens de la p_{O_2}
10 qui est responsable de la corrosion. La nature des matériaux employés dans la zone haute température interdit généralement des essais prolongés ou des atmosphères trop oxydantes, or, l'un des aspects importants du comportement des matériaux est ses propriétés dans les conditions effectives d'utilisation : pression, température, qualité des atmosphères, contraintes.

15 Dans la description suivante, objet du présent dépôt, une solution est apportée à ces problèmes. Nous distinguons deux étages :

- . l'ensemble tube laboratoire - échantillon - pénétrateur
- . la sortie, la transmission et la lecture de l'information.

Le tube laboratoire - le porte échantillon - le tube support des sondes
20 de mesure - le porte pénétrateur sont réalisés en matière réfractaire ayant une bonne tenue aux agressions chimiques, il s'agit de l'alumine frittée de faible granulométrie, (Al_{300}). A ce niveau, il faut proscrire en effet la plupart des alliages métalliques dits réfractaires et inox ; ces derniers produisent inévitablement aux hautes températures des vapeurs métalliques
25 polluant à la fois le pénétrateur et la surface du matériau étudié, où s'effectue la mesure. Le pénétrateur lui même est constitué d'un saphir taillé suivant la norme Vickers permettant de travailler dans les pressions partielles d'oxygène (p_{O_2}) élevées, rapporté sur un support en alumine par un liant également à base d'alumine. Ce dispositif homogène donne satisfaction au
30 point de vue dilatation et risque de fracture conséquente, en particulier lors du mouvement du pénétrateur à travers les gradients thermiques. D'autre part l'assujettissement de la pierre est telle que la dispersion de la poussée dans le liant est réduite au minimum. Nous avons ainsi un ensemble tube laboratoire, porte échantillon, pénétrateur très homogène dans la zone de
35 haute température.

La sortie ou transmission et la lecture de l'information : au niveau de l'exploitation des empreintes, des essais successifs portant sur plusieurs heures à quelques jours, en faisant varier un des paramètres de l'étude, ont montré l'erreur importante due au vieillissement de l'information qui n'é-

- 2 -

tait exploitable immédiatement (par mesure classique de diagonale d'empreinte). On peut constater une recristallisation importante, les premières empreintes allant jusqu'à être lissées quasi totalement suivant le type de matériau et de l'étude. Il est donc impératif de concevoir une prise directe
 5 de l'information. Ceci a été réalisé à l'aide d'une transmission rigide et d'un capteur de déplacements à transformateur différentiel. Le principe d'utilisation consiste à suivre avec un palpeur le déplacement vertical dû à la pénétration dans l'échantillon ; ensuite, un module électronique de démodulation donne un signal en courant ou tension. L'intérêt réside donc essentiel-
 10 lement dans l'enregistrement continu au moment de la mesure et la mise en évidence de la partie propre au fluage. Un dispositif de mise à zéro permet de s'affranchir de l'état de surface. Le dépouillement d'un essai se fait suivant un étalonnage préalable en fonction des normes habituelles relatives à la géométrie du pénétrateur. Un ensemble de sondes de mesure au niveau de
 15 l'échantillon (température, dosage de la composition chimique des gaz au sens oxydo-réducteur) achève de préciser la connaissance des variables thermodynamiques nécessaires à toute étude de comportement des matériaux.

La planche 1/3 représente en coupe le dispositif de transmission de l'information à l'aide du capteur à transformateur différentiel ainsi que la re-
 20 mise à zéro.

La planche 2/3 représente le pénétrateur et le porte pénétrateur.

La planche 3/3 figure le support d'éprouvette et les sondes de mesure (T, composition gazeuse).

Le dessin pour l'abrégé donne un schéma de l'ensemble du dispositif.
 25 Planche 1/3 le palpeur électronique (16) suit les mouvements de la tige porte pénétrateur (17) par l'intermédiaire de la bride (37) (planche 2/3). Il est solidaire de la tige porte-palpeur (3). Celle-ci coulisse à l'intérieur du piston (1). Le bouton de remise à zéro (5) permet le réglage initial, avant un nouvel essai ; par rotation, il entraîne une montée ou une descente
 30 de la tige (3) par l'intermédiaire du filetage fin (18). Des joints toriques (11, 12 et 19) assurent l'étanchéité entre l'atmosphère ambiante et le tube laboratoire. Le passage d'un essai à un autre se fait par remontée pneumatique du piston (1) dont la course est réglable par une butée. La remontée du piston entraîne le dégagement du palpeur et du porte pénétrateur.
 35 Planche 2/3 : le pénétrateur est constitué d'une pierre (saphir) (20) enchassé sur une carotte en alumine (21). Ceci pour la partie haute température. La liaison (17) jusqu'au palpeur dans la zone froide est en inox réfractaire dont le guidage est assurée par deux roulements linéaires (38). La fixation de la carotte en alumine (21) dans le support est réalisé par butée et

- 3 -

serrage type cône morse (5, 6 et 23). Un pion (27) permet d'extraire la partie en alumine de l'emmanchement conique lorsqu'une retaille du pénétrateur est nécessaire.

Planche 3/3 : le support de l'éprouvette (36) est réalisé en Al_{300} , il se compose d'un tube porte enclume (28) présentant un emmanchement conique côté platine support (29), il reçoit une enclume massive (30), un guide (31) et une plaquette amovible (32). Un trou central permet le passage d'un thermocouple (33) jusqu'au niveau de l'éprouvette. Toutes les portées sont parfaitement usinées et orthogonales à l'axe du pénétrateur. Au niveau de l'éprouvette se trouvent les sondes de contrôle et d'asservissement de la composition des gaz oxydo-réducteurs (34) ; les sorties sont réalisées en rhodium dans une canne en alumine de manière à minimiser les effets de pollution par diffusion du métal dans la sonde elle-même. Le tout se trouve dans un four (35) régulé et programmé en température.

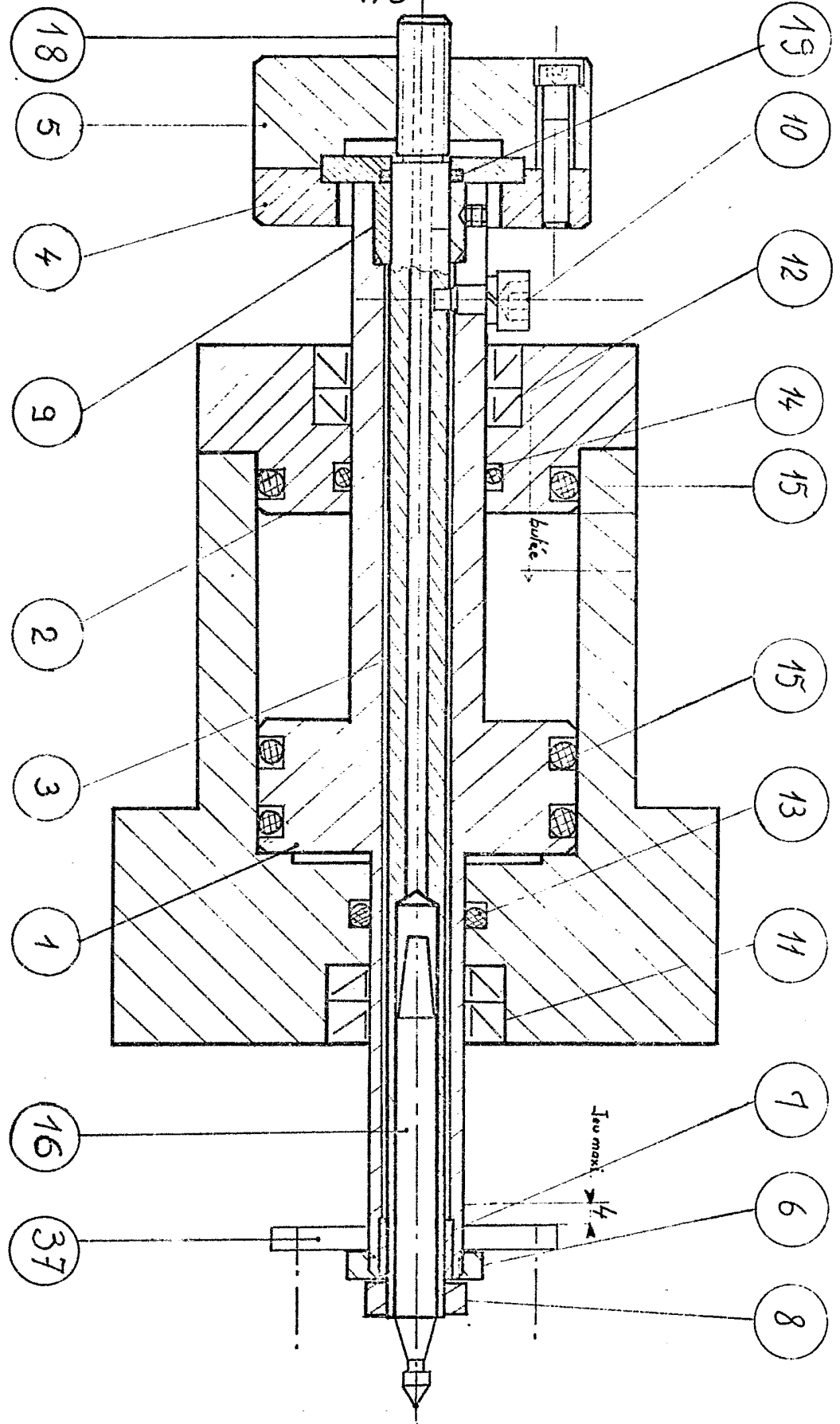
15 Ce type de dispositif permettant de recréer les conditions thermodynamiques effectives des matériaux soumis à des températures assez élevées (jusqu'à $1100^{\circ}C$) est susceptible d'applications intéressantes tant du point de vue fondamental que pratique. Un des aspects les plus importants est certainement la visualisation immédiate du fluage dans cette gamme de température. Par 20 ailleurs, les essais dépassent largement le cadre de l'étude des alliages métalliques. En effet, la méthode permet l'étude des oxydes et d'aborder en particulier les relations entre les propriétés mécaniques de ces derniers et la composition chimique du gaz dans lequel ils travaillent, suivant le type de matériaux étudiés, on peut mettre en évidence la différence de performances 25 importantes entre une atmosphère réductrice ou oxydante.

REVENDEICATIONS

1. Dispositif de mesure de la dureté des matériaux à haute température comportant un palpeur électronique (16) solidaire de l'ensemble de pénétration (planche 2/3) caractérisé par le fait qu'il permet, par un pénétrateur en saphir (20) enchassé sur un support en alumine (21), (22) d'enregistrer le comportement mécanique de l'échantillon (36) porté par une enclume en alumine (30), (31), (32), par l'intermédiaire de la chaîne de mesure (16), (39).
2. Dispositif selon la revendication 1 caractérisé en ce qu'il permet la connaissance immédiate de la dureté de l'échantillon à haute température, adaptable à des installations classiques.
- 10 3. Les matériaux employés dans la zone de haute température caractérisés par un ensemble saphir-liant-supports inerte et homogène, selon la revendication 1, permet l'étude de la dureté à l'équilibre thermodynamique en fonction de la composition chimique des gaz, de l'air à l'hydrogène, sous la pression totale de l'atmosphère ambiante.
- 15 4. Aux plus hautes températures ($\leq 1100^{\circ}\text{C}$), l'enregistrement de l'essai caractérisé par le palpeur électronique et la chaîne de mesure selon la revendication 1 permet de mettre en évidence la contribution du fluage dans les conditions d'équilibre thermodynamique.

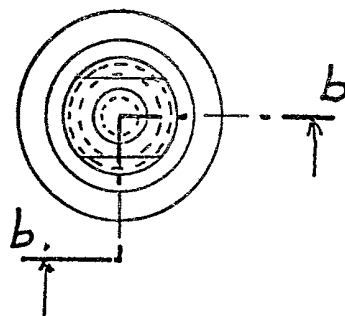
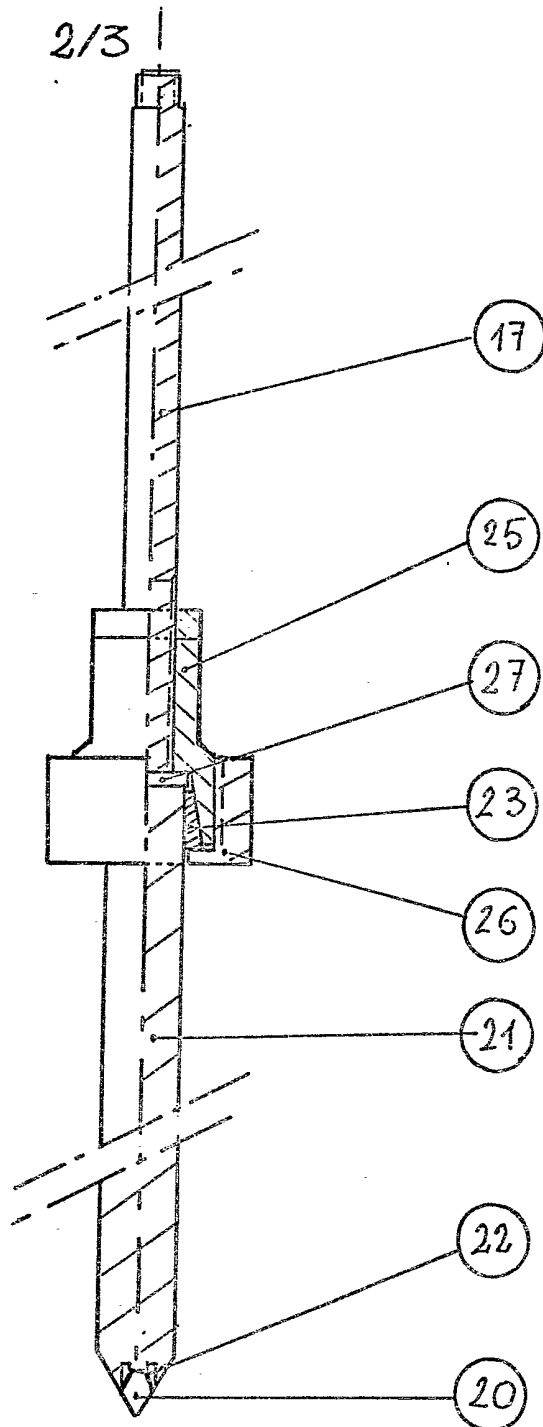
2494442

1/3



$\frac{1}{2}$ coupe b-b

B⁵³² température
x H₁₀ température



3/3

Coupe A-A

