

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCTATIQUE ET POPULAIRE
MINISTERE DE L'ENSINIEMENT SUPERIEURE DT DE LA RECHARCHE SCIENTIFIQUE
UNIVERSITE MUSTAPHA STAMBOULI MASCARA



FACULTE DES SCIENCES ET DE LA TECHNOLOGIE

DEPARTEMENT DE GENIE MECANIQUE

THESE DE DOCTORAT EN SCIENCES

Filière: **Génie Mécanique**

Spécialité: **Matériaux**

Présentée par

SEMSOUM Djamel Eddine

Sujet de thèse

Contribution à l'indentification du comportement des matériaux à partir des essais de nanoindentation instrumenté

Soutenu le 23-01-2025 devant le jury composé de :

Noms & Prénom(s)	Grade	Qualité	Etablissement de rattachement
Mr. Bouadi Abed	Pr	Président	UMS Mascara
Mr. Habibi Samir	Pr	Directeur de thèse	UDL Sidi Bel-Abbès
Mr. Meddah Hadj Miloud	Pr	Examineur	UMS Mascara
Mr. Issa Abderrahmane	Pr	Examineur	UMS Mascara
Mr. Boutabout Bénali	Pr	Examineur	UDL Sidi Bel-Abbès
Mr. Hadj Mostefa Adda	MCA	Examineur	UAZ Relizane

Année universitaire 2024-2025

Remerciements

Tout d'abord, j'exprime mes sincères remerciements et dévouements au Professeur **HABIBI Samir** en qualité de professeur à l'Université de Djillali Liabès de Sidi Bel-Abbès, qui m'a encadré pour la mise en œuvre de cette thèse de doctorat en sciences, pour son implication exceptionnelle dans ce travail de recherche, sa grande disponibilité, ses connaissances et ses discussions constructives dans le domaine de l'indentation, et qu'il soit aussi remercié pour ses nombreux encouragements.

Je remercie Monsieur le Président de jury Pr. **BOUADI Abed** ainsi que Messieurs les membres du jury d'avoir accepté l'appréciation et l'évaluation de la présente thèse de doctorat ainsi que pour leur disponibilité et leur bienveillance.

La réalisation de ce travail n'aurait pas été possible sans le soutien, sans faille, moral et affectif de nos très chers parents. Nous les remercions d'avoir donné un environnement familial idéal, sachez que nous vous suis et que nous vous serons toujours très reconnaissantes.

A toute la famille et tous nos collègues de génie mécanique de la promotion 2018. Nous dédions ce modeste travail en espérant avoir été, et continuer d'être, à la hauteur des espoirs que vous avez placés en nous.

Remerciements

Introduction générale

Chapitre I :

Evolution qualitative des techniques de mesures des duretés

I.1. INTRODUCTION	1
I.2. DEFINITION DE L'INDENTATION	1
I.3. PRINCIPE	2
I.4. TYPES D'INDENTATION	3
I.4.1. INDENTEUR BILLE (ESSAI BRINELL)	3
I.4.2. INDENTEUR CONE (ESSAI ROCKWELL)	4
I.4.3. INDENTEUR VICKERS (INDENTEURS PYRAMIDES)	5
I.4.4. INDENTEUR KNOOP	6
I.4.5. INDENTEUR BERKOVITCH	7
I.4.6. DURETE BARCOL	8
I.5. MESURE DE DURETE	9
I.5.1. MESURE DE DURETE PAR REBONDISSEMENT	10
I.5.2. MESURES DE DURETE PAR PENETRATION	12
I.5.3. MESURE DE DURETE PAR RAYAGE (DURETE DE MOHS)	13
I.6. MODALITE D'ESTIMATION DE LA DURETE	13
I.6.1. L'OBJECTIF ET PRINCIPE DE DURETE	13
I.6.2. EPROUVETTES	14
I.6.3. DUROMETRE	14
I.6.4. EXECUTION DE L'ESSAI	15
I.6.5. CALCUL DE DES DIFFERENTES DURETES	15
I.6.5.1. DURETE BRINELL	15
I.6.5.2. DURETE VICKERS	16
I.6.5.3. DURETE ROCKWELL	17
I.6.5.4. DURETE KNOOP	18
I.6.5.5. DURETE DE BERKOVICH	19
I.6.5.6. COMPARAISON	19
I.7. LE PASSAGE DE LA DURETE CONVENTIONNELLE A LA NANOINDENTATION INSTRUMENTEE	21
I.7.1. TYPES D'INDENTEURS	21
I.7.2. DESCRIPTION DU DISPOSITIF D'INDENTATION	22
I.7.3. NANOINDENTATION INSTRUMENTEE	24

Table des matière

I.7.4. CARACTERISATION MECANIQUE DES MATERIAUX MASSIFS PAR NANOINDENTATION	25
I.7.5. MESURES OBTENUES PAR NANOINDENTATION	26
I.7.6. MESURE EN CONTINUE DE LA RIGIDITE DE CONTACT (MCRC)	28
I.7.6.1. TECHNIQUE DE REFERENCEMENT DE LA SURFACE	30
I.8. CONCLUSION	30
RÉFÉRENCES DU CHAPITRE I	

Chapitre II :

Investigations sur les réponses mécaniques

II.1. INTRODUCTION	31
II.2. PERCEPTION DES REPOSES MECANIQUES	31
II.3. REPOSE DE DIVERS TYPES DE SOLIDES A L'INDENTATION	32
II.4. TENTATIVES D'EXPRIMER LA REPOSE MECANIQUE	33
II.4.1. LES TRAVAUX DE S.-V. HAINSWORTH, H.-W. CHANDLER, T.-F. PAGE [6] EN 1996	34
II.4.1.1. ANALYSE DES COURBES DE CHARGEMENT DE LA NANOINDENTATION	35
II.4.2. LES TRAVAUX DE K. ZENG ET D. ROWCLIFFE [8] EN 1996	40
II.4.3. LES TRAVAUX DE Y.-T. CHENG ET C.-M. CHENG [9] EN 1998	43
II.4.4. LES TRAVAUX DE Y. SUN, Y. ZHENG, T. BELL ET J. SMITH [5] EN 1999	46
II.4.5. LES TRAVAUX DE MALZBENDER, G. DE WITH, J. DEN TOONDER [11] EN 2000	50
II.4.5.1. HYPOTHESES IMPLICITES	51
II.4.5.2. FORMULATION D'EXPRESSION ANALYTIQUE	51
II.5. CONCLUSION	53
REFERENCE DU CHAPITRE II	

Chapitre III :

Méthodologie de caractérisation mécanique des matériaux par indentation

III.1. INTRODUCTION	54
III.2. DIFFERENTES ECHELLES D'INDENTATION	54
III.3. MISE EN ŒUVRE DE METHODOLOGIE D'INDENTATION	54
III.3.1. ANALYSE DE COURBE CARACTERISTIQUE PAR INDENTATION	55
III.3.1.1. DETERMINATION DE PROFONDEUR DE CONTACT ET DE RIGIDITE DE CONTACT	55
III.3.1.2. IMPACT DU MODE DE DEFORMATION SUR LA PROFONDEUR DE CONTACT ...	57
III.3.1.3. EXPRESSION DE L'AIRE DE CONTACT POUR DIFFERENTES ECHELLES	58
III.3.1.3.1. Pour la macroindentation	58
III.3.1.3.2. Pour la nanoindentation	58

Table des matières

III.3.1.3.3. Pour la microindentation	59
III.3.1.4. DETERMINATION DU MODULE D'ELASTICITE REDUIT ET CELUI DU MATERIAU	59
III.3.1.5. DETERMINATION DE LA DURETE D'INDENTATION ET CELLE DE MARTENS ...	60
III.3.1.6. IMPACT DE LA COMPLAISANCE DU BATI	61
III.3.1.7. INFLUENCE DE LA RIGIDITE DE L'INSTRUMENT	62
III.4. SPECIMENS ET METHODE EXPERIMENTALE	66
III.5. APPROCHE ANALYTIQUE DU PROBLEME	68
III.5.1. PROPOSITION D'UNE NOUVELLE EXPRESSION DE LA REPONSE MECANIQUE POUR LE PILE-UP EN INDENTATION	69
III.6. CONCLUSION	74
REFERENCE DU CHAPITRE III	

Chapitre IV:

Résultats expérimentaux et analyses

IV.1. INTRODUCTION	75
IV.2. COMPARER LES DEUX MODELES DE REPONSE MECANIQUE PROPOSES ...	75
IV.3. LES COURBES ISSUES DES TESTS EXPERIMENTAUX PAR NANOINDENTATION	75
IV.4. LES REPONSES MECANIQUES PAR NANOINDENTATION	76
IV.4.1. COMPARAISON LES DEUX REPONSES POUR LA MEME FONCTION	78
IV.5. ETUDE DE L'EFFET DU DEFAUT DE POINTE DE L'INDENTEUR SUR LA REPONSE MECANIQUE EN PILE-UP	81
IV.5.1. APPLICATION DE LA NOUVELLE EXPRESSION PROPOSEE SUR LA DURETE	82
IV.6. EXPRESSION DE DURETE ET DU CRITERE D'IDENTIFICATION DU MODE DE DEFORMATION PAR INDENTATION	84
IV.7. COMMENTAIRE ET DISCUSSION DES RESULTATS	88
IV.8. MISE EN ŒUVRE DE L'APPROCHE PROPOSEE APPLIQUEE A L'ACIER 15CH2MFA IRRADIE PAR NEUTRON.....	89
IV.8.1. EFFET DU PILE-UP SUR L'EVALUATION DE DURETE.....	90
IV.8.2. MATERIAU ETUDIE ET METHODE (RECHERCHES ANTERIEURES	90
IV.8.3. RESULTATS EXPERIMENTAUX ET NUMERIQUES OBTENUS PAR LA RECHERCHE PRECEDENTE	91
IV.8.4. VALIDATION DU MODELE PROPOSE	92
IV.8.4.1. COMPARER LES RESULTATS DES DEUX APPROCHES	92
IV.8.4.2. COMPARER LES DEUX DURETES MARTENS POUR LES DEUX MODES DE DEFORMATION	95

Table des matière

IV.8.4.3. DETERMINATION DU MODE DE DEFORMATION PAR LA METHODE D'ALCALA ET AL	96
IV.8.4.4. ANALYSE ET COMMENTAIRE DES RESULTATS	97
IV.9. MODELISATION MATHEMATIQUE DE LA DURETE VICKERS EN FONCTION DE LA DURETE DE CONTACT	98
IV.9.1. ÉCHANTILLONS ET PROTOCOL EXPERIMENTAL	99
IV.9.2. MICRODURETE VICKERS	100
IV.9.3. ESTIMATION DU MODULE D'ELASTICITE ET DES DEUX DURETES ETUDIEES DE S235	101
IV.9.4. RELATION ENTRE LA DURETE VICKERS ET LA DURETE D'INDENTATION	102
IV.9.5. ANALYSE ET COMMENTAIRE DES RESULTATS	107
REFERENCES DU CHAPITRE IV	
conclusion générale	109
Résume	

Chapitre I

Fig. I.1 : Contact entre un poinçon et un échantillon	2
Fig.I.2: Schéma de principe	3
Fig.I.3. Indentation Brinell. (a) Etape de chargement, (b) Empreinte résiduelle	4
Fig. I.4. Principe de la dureté Rockwell	5
Fig.I.6. Schéma de l'indenteur Knoop	7
Fig.I.7. Géométrie l'indenteur Berkovich	8
Fig.I.8. Essai de dureté par indenteur à pointe pyramidale	9
Fig.I.9. Les duromètres numériques et analogiques	15
Fig.I.10. Schéma de l'indenteur Vickers	17
Fig.I.11. Empreintes Berkovich pyramidales à base triangulaire	19
Fig.I.12. Appareil Nano test MML Ltd	22
Fig.I.13. Emplacement de l'ensemble,Indenteur/Echantillon	23
Fig.I.14. Schéma de principe d'un nano-indenteur et d'une courbe de nanoindentation	24
Fig.I.15. Représentation schématique du dispositif expérimental de nano-indentation	26
Fig.I.16. Courbe force-pénétration obtenue par un essai de nano-indentation. La partie (AB) correspond à la charge et la partie (BC) correspond à la courbe de décharge	27
Fig.I.17. Appareil d'indentation MCRC	28
Fig.I.18. Schéma descriptif du MCRC	29
Fig.I.19. Montage expérimental des essais effectués sur MCRC	29

Chapitre II

Fig.II.1. Une large gamme de valeurs hm résultant de la même charge maximale appliquée (100 mN) pour des courbes de chargement expérimentales de nanoindentation enregistrées pour six matériaux avec des combinaisons variables de valeurs E et h	36
Fig.II.2. Les données de la Fig.II.1 reformaté en log-log afin de tester la relation de loi de puissance entre la charge (P) et le déplacement (d) suggérée par Loubet et al	37
Fig.II.3. Courbes de pénétration de charge d'indentation Vickers typiques (Θ , Θ) et courbes de charge calculées (-) à partir du modèle FEM pour le verre sodocalcique et Al ₂ O ₃	41
Fig.II.4. Courbes typiques de pénétration de charge de nanoindentation (■, ▲) et courbes de chargement calculées (-) à partir du modèle FEM pour le verre sodocalcique et , Al ₂ O ₃ . ..	41
Fig.II.5. Relation entre H/E* et (W _t /W _u)/W _t incluant les données des calculs par éléments finis pour les pénétrateurs coniques et les résultats expérimentaux pour quelques matériaux utilisant des pénétrateurs pyramidaux.	45
Fig.II.6. Courbes de charge générées par le calcul de FE pour des matériaux élastiques parfaitement plastiques avec différentes limites d'élasticité σ_y ; (a) tracés de P contre hs; (b) tracés de P contre h _{2s}	47

Liste des Figures

Fig.II.6. Tracés de $P^{1/2}$ en fonction de h_s	47
Fig.II.7. Tracés de h en fonction de $P^{1/2}$	48
Fig.II.8. Tracés de h contre $P^{1/2}$	49
Fig.II.9. Diagramme schématique montrant la géométrie d'une pointe de pénétrateur arrondie	52
Fig.II.10. Comportement de déplacement de charge d'indentation calculé à partir de FEM et prédit par le modèle donné par Eq. (12) avec les valeurs appropriées substituées à toutes les quantités	52
Fig.II.11. Le comportement de déplacement de la charge d'indentation tel que calculé à partir de FEM et celui prédit par le modèle proposé par Hainsworth et al. [6]. Les valeurs appropriées ont été substituées à toutes les quantités.	53

Chapitre III

Fig.III.1. Représentation schématique d'une courbe charge-déplacement obtenue lors d'une expérience de nanoindentation et paramètres nécessaires à l'analyse	55
Fig.III.2. Représentation de la géométrie d'indentation à charge maximale pour un indenteur conique idéal	56
Fig.III.3. Les modes de déformations sous indenteurs	57
Fig.III.4. Complaisance total mesurée à partir de l'inverse de la pente à la décharge en fonction de l'inverse de la racine carré de l'aire de contact supposée connue.....	62
Fig.III.5. Représentation de l'inverse de la rigidité, dh/dP , en fonction de la profondeur de contact, h_c , obtenue dans une gamme de charges de 1 à 25 N avec un indenteur Vickers et en tenant compte de la correction h_0 de Krell and Schädlich par Chicot et al	64
Fig.III.6. Représentation schématique d'une déformation simultanée de type Pile-up et sink-in pour un indenteur parfaitement pointu. (b) Illustration schématique de la hauteur équivalente du défaut de pointe h_0	70

Chapitre IV

Fig.IV.1. Courbes caractéristiques du Cu99 à différentes charges ultimes d'indentation	76
Fig.IV.2. Représentation graphique de $P/(h+h_0)^2$ en fonction de la profondeur corrigée pour six charges ultimes par empreinte (avec $h_0=150\text{nm}$)	77
Fig.IV.3. Courbe caractéristique de chargement d'indentation du Bronze à plusieurs forces ultimes	78
Fig.IV.4. Représentation en radar du rapport h_{\min}/h_{\max} v.s. la force ultime d'indentation pour prédire le mode de déformation sous indenteur	79
Fig.IV.5. Régression linéaire des réponses en Pile-up et en Sink-in de la fonction P/h^2 du SAE660	80
Fig.IV.6. L'influence du défaut de pointe sur les valeurs des réponses mécaniques en GPa en fonction de la charge d'indentation pour le SAE660 présentant un empilement.....	81

Liste des Figures

Fig.IV.7. Représentation graphique de l'évolution de H_M en fonction de la charge d'indentation ultime	82
Fig.IV.8. Représentation de l'évolution de H_M selon le critère de Joslin et Oliver exprimée dans la réponse λ (voir Eq. (23))	83
Fig.IV.9. Profils de duretés en fonction du déplacement maximal de l'indenteur.....	84
Fig.IV.10. Relation entre les modules d'élasticité réduits en sink-in et en pile-up	84
Fig.IV.11. Régressions linéaires des duretés proposées en modes sink-in et pile-up en fonction de la dureté Martens classique	85
Fig.IV.12. Evolution des duretés $H_{M_{PU}}$ et $H_{M_{SI}}$ en fonction du critère de prédiction du mode de déformation sous indenteur, Δ	86
Fig.IV.13. Ecart des duretés $H_{M_{SI}}$ et $H_{M_{pu}}$ avec la dureté classique sous l'action de la force d'indentation	87
Fig.IV.14. Comparaison des écarts entre la dureté Martens, H_M classique indépendante des déformations sous indenteur et les deux autres duretés Martens exprimées en fonction du pile-up et du sink-in dans le présent travail	87
Fig.IV.15. Histogramme représentant la comparaison des amplitudes des trois duretés en fonction des 18 tests d'indentations élaborés mentionnés en abscisse.....	88
Fig.IV.16. Courbes charge-déplacement d'indentation pour le pénétrateur de Berkovich et non irradié et neutronique	91
Fig.IV.16. Histogramme du rapport d'Alcala et al pour prédire le mode de déformation sous indenteur	97
Fig. IV.17. Taille des échantillons de l'objectif expérimental $100\times-X = 125\mu\text{m}$ et $Y = 0 \mu\text{m}$	100
Fig.IV.18. Présentation de l'essai de dureté Vickers selon	101
Fig.IV.19. Courbe caractéristique force-déplacement d'un test de nanoindentation instrumenté	102
Fig.IV.20. Graphique radar avec marqueurs de dureté Vickers en fonction de la dureté d'indentation	103
Fig.IV.21. Diagramme de dispersion de la dureté Vickers et de la dureté d'indentation en fonction du module d'élasticité.....	104
Fig.IV.22. Courbe de tendance du module d'élasticité en fonction de la rigidité de l'Aluminium	105
Fig.IV.23. Courbe de dureté d'indentation en fonction de la fraction de dureté.....	106
Fig.IV.24. Diagramme de dispersion de l'énergie de déformation d'indentation et celle provenant du test Vickers	107

Liste des Tableaux

Chapitre I

Tableau. I.1. Comparaison entre les différents essais de dureté	20
--	----

Chapitre II

Tableau.II.1. Valeurs C et n obtenu à partir de la loi de puissance s'adapte aux courbes de chargement de nanoindentation de six matériaux différents avec R, leurs coefficients de corrélation	37
--	----

Chapitre III

Tableau.III.1. Désignation des échantillons	67
--	----

Chapitre IV

Tableau. IV.1. Comparaison des constantes empiriques λ et λ' entre les deux modèles.....	75
Tableau. IV.2. Résultats de modélisation des réponses de la fonction $P-h^2$ par indentation instrumentée	80
Tableau. IV.3. Composition chimique de l'acier 15Ch2MFA (%en poids).....	90
Tableau. IV.4. Profondeurs de pénétration maximales et surfaces de contact calculées numériquement pour trois types d'analyse différents et deux états de matériau	92
Tableau. IV.5. Exploitation de la méthode d'OP et la méthode directe par FEA [26] pour caractériser le matériau étudié.....	92
Tableau. IV.5. Les résultats du rapport (P_m/S) du 15Ch2MFA par l'utilisation des deux méthodes	93
Tableau. IV.6. Les résultats des aires de contacts du 15Ch2MFA correspondants aux rapports (P_m/S).....	94
Tableau. IV.7. Tableau récapitulatif des valeurs des duretés d'indentation H_{nop} , H_{iop} , H_{Dn} , H_{Di} pour l'indenteur conique à 2D par la méthode directe (la méthode numérique supposée neutre) et celle d'Oliver et Pharr	95
Tableau. IV.8. Résultats des duretés Martens estimées par les deux expressions analytiques (IV.4) et (IV.5) proposées dans le présent travail, pour les deux modes	96
Tableau.IV.8. Chemical composition of S235-JR	100
Tableau. IV.9. Résultats de régression pour les duretés respectives H_v , H_{IT} vs. E_{IT}	104

Liste des symboles

Symbole Désignation

H	La dureté
H _M	La dureté Martens
H _{IT}	La dureté d'indentation (ou de contact)
P	La charge appliquée
g	L'accélération de la gravité
h	La hauteur
Re	Limite d'élasticité
H _B	Dureté Brinell.
D	Diamètre de la bille. [mm]
d	Diamètre de l'empreinte laissée par la bille. [mm]
P	La charge d'indentation appliquée au pénétrateur
h	Le déplacement du pénétrateur (profondeur d'indentation)
h _m	Profondeur maximale
h _c	Profondeur de contact
S	Raideur
h _f	Profondeur final
h _r	Profondeur réduit
a	Un rayon de contact
hp	La profondeur plastique d'indentation
γ ₁	Constante (dépend de la section transversale et de l'angle du pénétrateur)
E	Le module de young
γ ₂	Constante empirique.
C	Constante (matériau donné)
n	Constante (matériau donné)
w _u	Travail irréversible
w _{tot}	Travail totale
ε	La valeur est fonction du type d'indenteur
A _c	La surface de contact projetée
C _n	Sont les paramètres d'ajustement aux moindres carrés de la courbe obtenue a partir d'essais d'indentation
E _R	Le module d'élasticité réduit du matériau
β	Facteur relatif a la géométrie de la pointe
E _i	Modules de Young de l'indenteur
ν _i	Coefficients de poisson de l'indenteur
C _T	La complaisance totale
C _s	La complaisance du contact lie au matériau
C _f	La complaisance du bâti ou de la machine
β	Un facteur de correction global
R	La valeur (dépend de la géométrie de la pointe et des propriétés du matériau indente)
α	Une constante qui prend une valeur de 1,2
hr'	La penetration plastique du materiau

Liste des symboles

B	Paramètres de lissage de la loi puissance
m	Paramètres de lissage de la loi puissance
H _v	La dureté Vickers

Introduction
Générale

Introduction générale

L'indentation puise ses sources de la définition du contact entre deux corps. Elle a suscité l'intérêt de plusieurs auteurs d'un point de vue mécanique. L'indentation instrumentée évite l'observation de l'empreinte résiduelle d'indentation, contrairement au procédé conventionnel pour la détermination de la dureté. L'essai d'indentation a été largement exploité en raison des atouts qu'il procure pour estimer les propriétés mécaniques des matériaux à partir de la courbe caractéristique d'indentation [1-5]. La technique d'indentation instrumentée vise à examiner les propriétés mécaniques du matériau à différentes échelles. Un matériau homogène peut être testé indifféremment en nano, micro ou macro indentation [6-8]. Les principales caractéristiques qu'il permet d'explorer sont le module d'élasticité et la dureté [9-12] qui sont calculées sur la base des aires de contact influencées par les types de déformation à l'échelle microstructurale. Le matériau est susceptible de se déformer sous indenteur de deux manières différentes. La première est le mode déformation de type affaissement à savoir le « mode en sink-in », il est régi par la méthodologie de « Oliver et Pharr » [13] et la seconde forme se manifeste sous forme de mode de bourrelet à savoir le « le mode en pile-up », il est régi par la méthodologie de « Loubet et al » [14]. La plasticité du matériau examiné est sensible aux modes de déformation.

Les données obtenues à partir des essais d'indentation peuvent fournir des informations importantes sur les propriétés mécaniques proches de la surface et le comportement à la déformation des solides [15-18]. Correctement exécutée et interprétée, la technique peut fournir des informations sur la dureté, le module d'élasticité, la limite d'élasticité en compression (métaux).

La dureté a parfois été appelée résistance à la pénétration, mais il est maintenant reconnu que cette résistance implique à la fois des paramètres plastiques et élastiques. Le nombre ou l'indice de dureté est très fonction de la manière dont l'essai est effectué et de la nature du matériau d'essai. Il devrait peut-être être considéré comme une "empreinte mécanique" [19-21] de la réponse du matériau à la déformation de contact.

La problématique

De nombreux célèbres auteurs ont mené des investigations sur les repenses mécanique par indentation en mode de déformation en affaissement soit le sink-in. Mais cette réponse n'a jamais été calculée en mode de déformation en bourrelet soit en pile-up. D'où notre souci consiste à se focaliser sur cette problématique et à proposer une expression semi-empirique pour y remédier à cette lacune.

L'objectif de ce travail est de mener une étude expérimentale en vue de proposer un modèle semi-empirique utilisable comme outil prédictif pour optimiser la réponse mécanique. Une série d'essais expérimentaux portant sur ce type d'essais non destructifs par nanoindentation, sont misent en œuvre en utilisant différents matériaux métalliques massifs et en variant plusieurs paramètres.

La structuration et l'organisation de la recherche:

Le présent manuscrit est scindé en deux parties succinctes dont la première est théorique et la seconde est pratique. Lesquelles sont subdivisées en deux chapitres chacune, comme suit:

- Dans le premier chapitre nous fournissons une vue d'ensemble sur l'Etat de l'art des travaux consacrés à l'indentation susceptible de mettre en relief le passage de la dureté conventionnelle à la nanoindentation instrumentée.
- Dans le second chapitre nous procédons au recensement et l'analyse des différentes investigations et travaux ayant traitées les repenses mécanique en indentation en mode de déformation en sink-in.
- Dans le troisième chapitre nous présenterons le protocole expérimental mis en œuvre. Ensuite, nous élaborons une Méthodologie rigoureuse de calcul des différentes grandeurs nécessaires à la caractérisation mécanique par indentation instrumentée à l'échelle du nanomètre, telles que la dureté d'indentation, le module d'élasticité, la rigidité de contact,...etc.
- Dans le quatrième et dernier chapitre nous analyserons systématiquement les résultats et nous proposerons de nouvelles expressions semi-empiriques pour

Introduction générale

estimer les réponses mécaniques ainsi que les duretés en mode de déformation en bourrelet soit en pile-up.

Chapitre I :
Evolution qualitative des
techniques de mesures des
duretés

I.1. INTRODUCTION

Ce chapitre a pour but de présenter les différents travaux élaborés en bibliographie propre à l'évolution de l'aspect conceptuel et terminologique ainsi que le progrès technologique relatifs à l'indentation. En passant par des rappels théoriques sur la notion de dureté, les modalités de mesure et les différents types de duretés. Pour enchaîner avec la nouvelle technique d'indentation instrumentée mise en œuvre dans la caractérisation des matériaux.

I.2. DEFINITION DE L'INDENTATION

La dureté est une qualité physique indiquant la résistance au toucher, à la pression, au choc et à l'usure ; elle caractérise le minéral, le métal, les matériaux, l'eau et les aliments.

L'acception courante de « dureté » recouvre une résistance aux chocs, comme lorsqu'on parle de « porcelaine extra-dure », pour laquelle l'emploi du terme de résilience serait alors plus approprié. Cependant, elles restent liées à la facilité (autrement dit : la variation d'énergie) avec laquelle le matériau, soumis à une contrainte (pression hydrostatique, cisaillement), réagit. La dureté (en général) peut se traduire par l'expression de constantes mécaniques, comme le module de compressibilité ou le module de cisaillement (exprimés en pascals) [28].

Généralement en thème mécanique nous pouvons définir la dureté comme suivant :

- La dureté du matériau représente l'écoulement de la matière autour du poinçon.
- La dureté d'un matériau définit la résistance qu'oppose une surface de l'échantillon à la pénétration d'un poinçon, par exemple une bille en acier trempé (dureté Brinell) ou une pyramide en diamant (dureté Vickers). S'il y résiste bien, il est dit dur, sinon il est dit mou. La dureté se mesure sur différentes échelles selon le type de matériau considéré.

L'indentation est une technique de mesure de la dureté d'un matériau, et en peu dire que l'essai d'indentation est un test mécanique permettant de sonder les propriétés mécaniques d'un large spectre de volumes allant communément du millimètre cube à quelques nanomètres cube. Sa mise en œuvre est généralement simple, rapide et souvent non destructive [15].

Cet essai trouve naturellement une place de choix dans l'étude multi échelles de la mécanique des matériaux. Les phénomènes mis en jeu lors d'un tel essai sont cependant complexes et nécessitent une certaine connaissance préalable des matériaux étudiés.

Les recherches liées à l'indentation relèvent ainsi beaucoup de la compréhension des mécanismes internes au matériau et de leur contribution lors d'un essai.

Le choix de l'indenteur est la première étape d'un tel essai. Celui-ci conditionne la mécanique de l'essai et par conséquent les grandeurs exploitables ainsi que les diverses méthodes et modèles adaptés pour les déterminer. Ce choix est double : celui du matériau constitutif de l'indenteur et celui de sa forme.

I.3. PRINCIPE

Cette technique de caractérisation est lors que la force appliquée au contact et la profondeur de pénétration qu'elle engendre sont mesurées continûment.

L'essai d'indentation consiste à faire pénétrer une pointe, encore appelée indenteur ou pénétrateur, de géométrie et propriétés mécaniques connues, dans un matériau (si possible plan) pour en déduire ses propriétés mécaniques. Avec cette technique, il est possible d'appliquer des forces de l'ordre du micro newton à quelques centaines de milli newtons pour des profondeurs variant de quelques nanomètres à quelques micromètres.

Elle consiste à appliquer une charge, dans des conditions déterminées, à la surface du matériau, à l'aide d'un indenteur ou pénétrateur. Après l'essai, le matériau s'étant déformé, on observe une empreinte que l'on peut mesurer. Les conditions d'essai sont la géométrie de l'indenteur, la force et la dureté [16].

Le nombre de dureté est calculé par le rapport entre la charge appliquée (p) et une surface représentative de l'empreinte (A), La relation générale s'écrit :

$$H = F / S \quad (I.1)$$

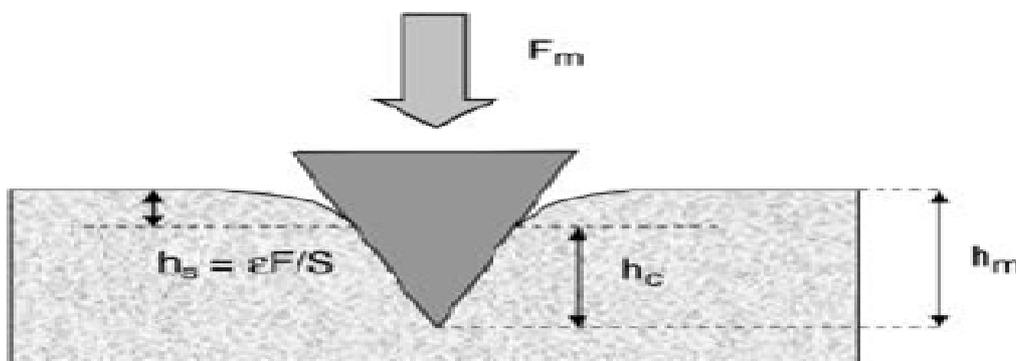


Fig. I.1 : Contact entre un poinçon et un échantillon [17].

I.4. TYPES D'INDENTATION

L'analyse des essais de dureté est l'un des sujets les plus étudiés depuis que l'on s'intéresse aux propriétés mécaniques de surfaces des matériaux. Le principe de cet essai de dureté est le suivant: un pénétrateur supposé indéformable laisse une empreinte dans le matériau à tester sous une charge donnée. Cette empreinte est ensuite mesurée pour calculer la dureté définie comme la charge appliquée divisée par l'aire de l'empreinte. Cette notion de dureté, dite par pénétration, a été introduite par Brinell. Ce dernier l'a développée pour vérifier la qualité de deux séries de lingots de fer. Pour cela, il prit des lingots de chaque type, les écrasa avec une sphère en imposant la même charge et mesura la taille de l'empreinte. Il s'avéra alors que les deux empreintes n'avaient pas la même taille ce qui signifie que la qualité des lingots n'était pas similaire pour les deux séries.

I.4.1. INDENTEUR BILLE (ESSAI BRINELL)

Elle a été proposée en 1900 par l'ingénieur suédois Johan August Brinell (1849-1925), travaillant sur la transformation de l'acier selon la température.

La norme Brinell a été éditée dès 1924. Le plus souvent elle est utilisée pour tester les matériaux qui ont une structure trop grossière ou une surface trop rugueuse pour être testée en utilisant une autre méthode d'essai, par exemple, les pièces moulées et forgées. Les essais Brinell utilisent souvent une charge d'essai très élevée (3000 kgf) et un pénétrateur large de 10 mm de sorte que les résultats d'empreintes font la moyenne de la plupart des surfaces et sous-surface incohérences.

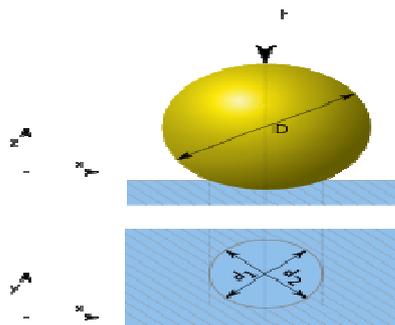


Fig. I.2. Schéma de principe [18]

L'échelle de Brinell mesure la dureté de matériaux, par la compression d'une bille, généralement en acier, sur le matériau que l'on désire tester.

Le principe de la méthode consiste à appliquer sur la surface du matériau dont on veut mesurer la dureté une bille en matériau dur d'un certain diamètre D avec une force m donnée

mesurée en kilogramme-force pendant une durée t . Après retrait, on mesure la taille de l'empreinte laissée, une calotte sphérique de diamètre d .

Le pénétrateur est une bille, en acier trempé en carbure de tungstène ou en diamant, de diamètre D . L'essai consiste à imprimer la bille sous l'action d'une charge P à la surface d'un matériau (Figure I.3). La charge est appliquée pendant une durée normalisée de quelques secondes. Après le retrait de l'indenteur, on mesure le diamètre d de l'empreinte à l'aide d'un microscope.

La dureté Brinell ou nombre de Brinell est notée HB ou BH, le sigle complet est BHN pour Brinell (Hardness Number).

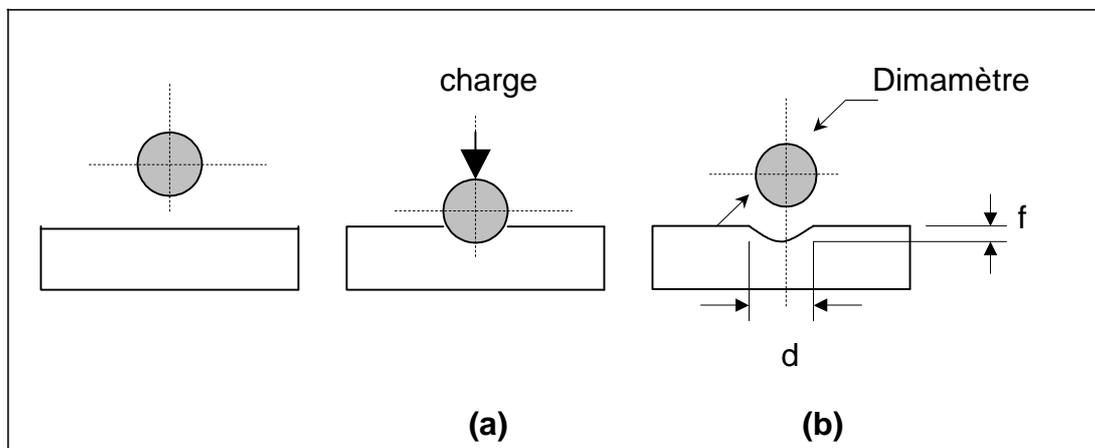


Fig. I.3. Indentation Brinell. (a) Etape de chargement, (b) Empreinte résiduelle [19]

I.4.2. INDENTEUR CONE (ESSAI ROCKWELL)

C'est la méthode d'essai de dureté la plus couramment utilisée. L'essai Rockwell est généralement plus facile à réaliser, et plus précis que d'autres types de méthodes d'essai de dureté. La méthode d'essai Rockwell est utilisée sur tous les métaux, sauf dans un état où la structure métallique d'essai ou les conditions de surface introduirait trop de variations ; où les empreintes seraient trop grandes pour l'application ; ou lorsque la taille ou la forme de l'échantillon interdit son utilisation.

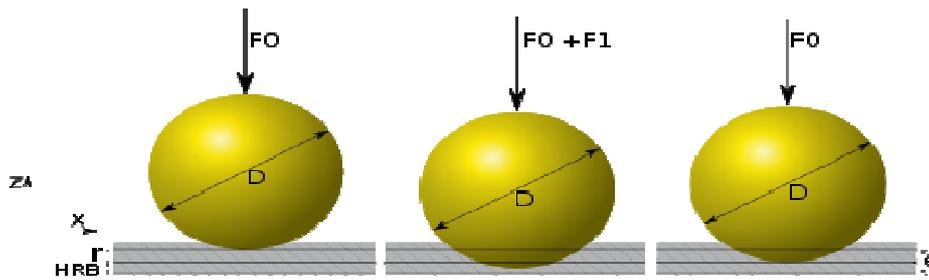


Fig. I.4. Principe de la dureté Rockwell [20]

Les essais de dureté Rockwell sont des essais de pénétration en mécanique. Il existe en fait plusieurs types de pénétrateurs qui sont constitués d'un cône en diamant ou d'une bille en acier trempé polie. Pour obtenir une valeur de dureté Rockwell, on mesure une pénétration rémanente du pénétrateur sur lequel on applique une faible charge.

Le principe L'essai se déroule en trois phases :

- application sur le pénétrateur d'une charge initiale $F_0 = 98 \text{ N}$ (soit 10 kgf). Le pénétrateur s'enfonce d'une profondeur initiale I . Cette profondeur étant l'origine qui sera utilisée pour mesurer la dureté Rockwell ;
- application d'une force supplémentaire F_1 . Le pénétrateur s'enfonce d'une profondeur de P ;
- relâchement de la force F_1 et lecture de l'indicateur d'enfoncement.

La valeur de r étant l'enfoncement rémanent obtenu en appliquant puis en relâchant la force F_1 .

La valeur de dureté est alors donnée par les échelles suivantes :

- Échelle B
- Échelle C

(Une unité de dureté Rockwell correspondant à une pénétration de 0,002 mm).

I.4.3. INDENTEUR VICKERS (INDENTEURS PYRAMIDES)

Appelée méthode d'essai de micro dureté, est surtout utilisée pour les petites pièces, des sections minces, ou dans des cas de travail en profondeur. La méthode Vickers est basée sur un système de mesure optique. La procédure d'essai de micro dureté.

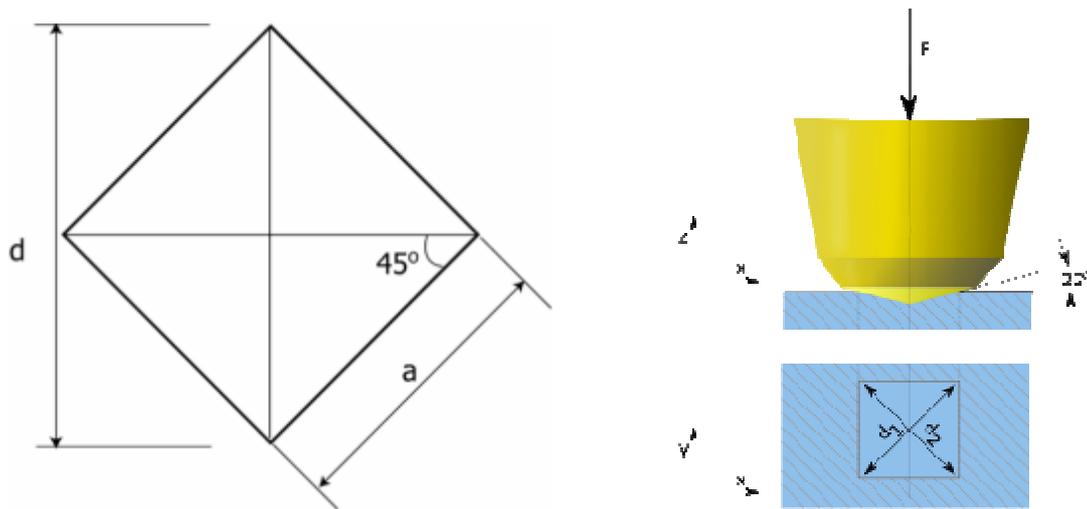


Fig. I.5. Indenteur Vickers [21]

La mesure de dureté Vickers se fait avec un indenteur en forme de pyramide normalisée en diamant de base carrée et d'angle au sommet entre faces égal à 136° sur lequel on applique une force. L'empreinte que laisse le pénétrateur peut être utilisée pour calculer la dureté du matériau. La force et la durée de l'appui sont normalisées. Cette mesure est très utilisée en laboratoire pour sa précision ; un peu moins dans les milieux de production où l'on préférera des méthodes plus rapides comme la Dureté Rockwell qui ne demande pas autant de soin dans la préparation de l'échantillon comme la dureté Brinell.

L'empreinte a la forme d'un carré. On mesure donc les deux diagonales d_1 et d_2 de ce carré à l'aide d'un appareil optique. On obtient la valeur d en effectuant la moyenne de d_1 et d_2 . C'est d qui sera utilisé pour le calcul de la dureté.

Le degré de dureté est souvent lu sur un abaque (une table) pour éviter de faire le calcul ; il y a un abaque par force d'appui. Dans l'essai Vickers, le pénétrateur est une pyramide en diamant à base carrée. L'angle entre les deux faces triangulaires opposées est de 136° et entre les deux arêtes opposées de 148° .

I.4.4.INDENTEUR KNOOP

Aussi appelée une méthode d'essai de micro dureté, est surtout utilisée pour des petites pièces, des sections minces, ou des cas de travail en profondeur.

L'indenteur Knoop est une pyramide en diamant à base losange. Le plus petit angle entre les deux arêtes opposées est égal à 130° et le plus grand angle entre les deux arêtes opposées est de $172^\circ 30'$ (Fig.I.6).

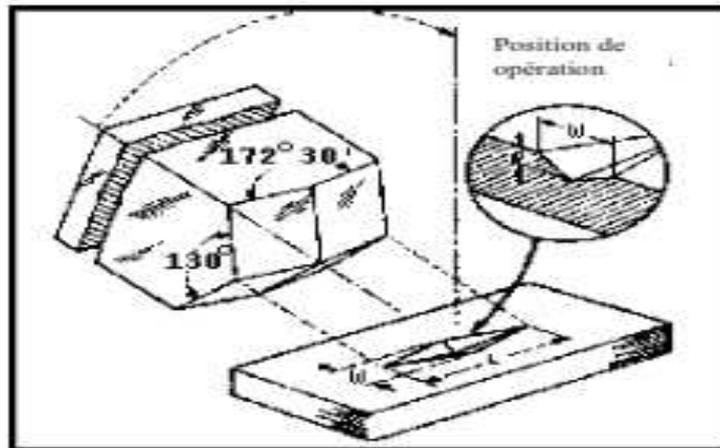


Fig. I.6. Schéma de l'indenteur Knoop [22]

Elle est très utile pour des essais sur un large type de matériau aussi longtemps que les échantillons d'essai sont préparés avec soin.

La méthode Knoop est couramment utilisée lorsque des empreintes sont étroitement espacées ou très près du bord de l'échantillon. La largeur de l'empreinte Knoop peut fournir plus de résolution pour la mesure et l'empreinte est également moins profonde. Par conséquent, elle peut être utilisée sur des matériaux très minces.

L'échelle de dureté de Knoop est après celle de Brinell la plus fréquemment appliquée.

Selon cette échelle, comme selon toutes celles qui l'ont précédée, le diamant est le matériau naturel le plus dur que l'on connaisse. Celui qui vient en deuxième rang est un alliage de carbone et de bore (matériau céramique extrêmement dur). Viennent ensuite, dans un ordre décroissant, la topaze (pierre précieuse plus dure que l'acier au tungstène), le quartz, le verre, et bon dernier, le gypse dont on fait le plâtre.

L'empreinte laissée après la pénétration est de forme losange allongée (Fig. I.6).

I.4.5. INDENTEUR BERKOVITCH

L'indenteur Berkovich est une pyramide en diamant à base triangulaire. A titre d'exemple, la (Fig. I.7) Montre une empreinte Berkovich et des déformations rémanentes après l'essai.

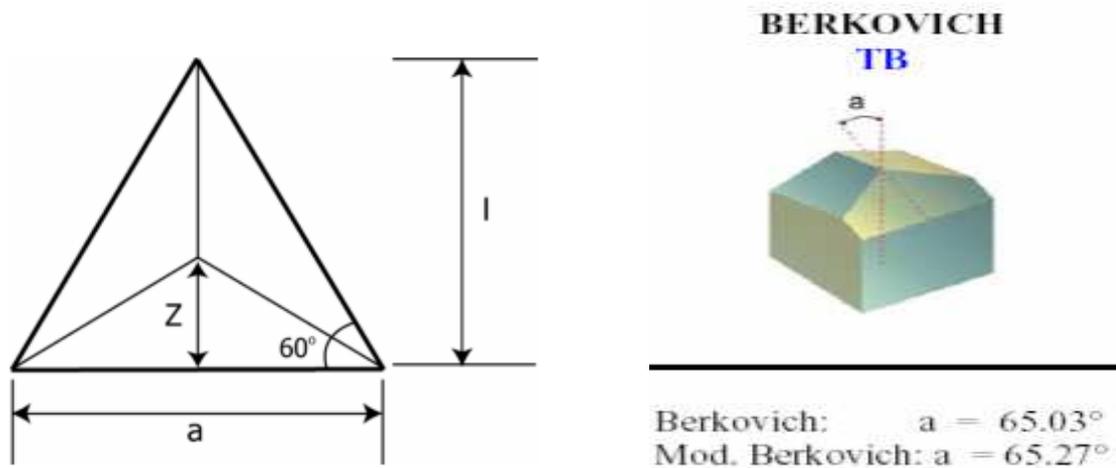


Fig. I.7. Géométrie l'indenteur Berkovich [23]

La géométrie de l'indenteur conditionne la forme du contact. Deux grandes familles d'indenteurs sont présentes : les indenteurs auto similaires dont la forme est un cône au sens large.

La seconde famille comprend tous les autres indenteurs dont la forme ne peut être assimilée à un cône, la sphère en est un exemple. Dans cette étude, nous utiliserons les principales indenteurs déferents : la sphère (brinell), le cône(Rockwell) et l'indenteur de type Berkovich et Vickers.

I.4.6. DURETE BARCOL

La dureté Barcol est une méthode de mesure de la dureté des matériaux. Elle est basée sur la pénétration dans un échantillon d'un pénétrateur à pointe sur lequel est exercé un effort constant par l'intermédiaire d'un ressort. La dureté est fonction de cet enfoncement.

Cette méthode est utilisée pour caractériser les matériaux plastiques rigides et les plastiques renforcés de fibres.

L'utilisation de l'échelle de Barcoll est normalisée par le Comité européen de normalisation (CEN) :

- EN 59 Matières plastiques renforcées au verre textile

- Mesure de la dureté au duromètre barcol et l'ASTM International :

- ASTM D2583

- 13a Standard Test Method for Indentation Hardness of Rigid Plastics by Means of a Barcol Impressor [24].

I.5. MESURE DE DURETE

Il existe différents essais de dureté correspondant à différentes géométries d'indenteurs. Les plus connus sont les essais Vickers, Brinell, Rockwell, ...

Les différents types de mesures de dureté ont été développés indépendamment les uns des autres et doivent être considérés comme correspondant à des caractéristiques sans lien entre elles. Toute fois pour éviter toute comparaison illicite entre les valeurs de dureté, certains essais sont plus recommandés que d'autres. Citons, par exemple, l'essai Rockwell pour les matériaux très durs (Carbure, Acier trempé, ...).

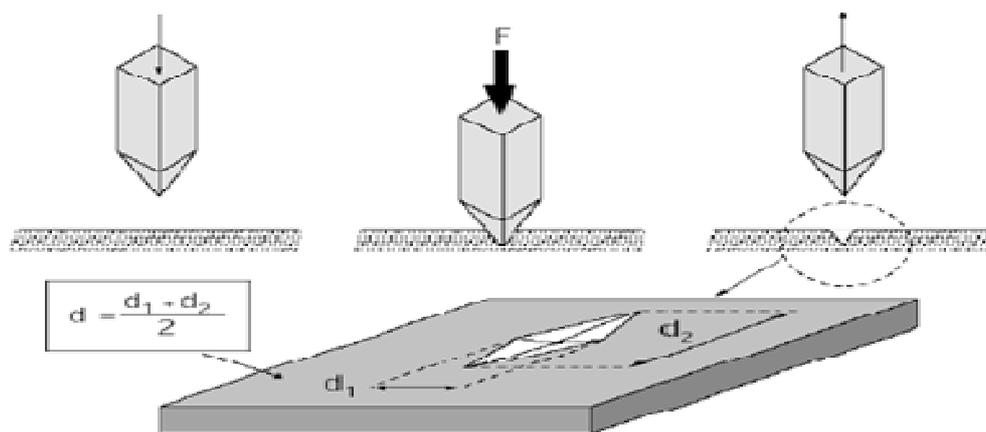


Fig. I.8. Essai de dureté par indenteur à pointe pyramidale [25]

Cette notion de dureté semble très simple à appréhender puisqu'elle fait appel au sens élémentaire du toucher. En effet, pour évaluer la dureté d'un matériau, chacun d'entre nous aura le réflexe d'exercer une pression pour sentir sa résistance. Cependant, si la mesure de dureté est facile, sa valeur n'a de sens que si l'on précise les conditions et dispositifs de mesure. Concernant les alliages métalliques, la dureté se rapporte essentiellement à leurs propriétés plastiques. En effet, elle est d'autant plus importante que la limite d'écoulement plastique du matériau est grand [26]. e. La dureté au sens de Brinell semble donc convenir. En revanche, lors d'essais de dureté sur des matériaux hyper élastiques comme les élastomères, il n'existe pas d'empreinte rémanente. Selon la définition classique de la dureté, les caoutchoucs seraient infiniment plus durs que les métaux.

En raison de sa facilité de mise en œuvre et de son caractère non destructif, l'essai de dureté est depuis longtemps utilisé pour caractériser certaines propriétés mécaniques des matériaux comme l'élasticité, la plasticité, la viscosité et l'endommagement.

La technique conventionnelle d'indentation repose sur la mesure de la résistance opposée à la pénétration d'un indenteur en diamant. Le duromètre génère dans le matériau à tester une empreinte résiduelle dont les dimensions sont corrélées à la valeur de la dureté. Son estimation passe soit par la mesure de la diagonale de l'empreinte soit par le diamètre de celle-ci (dureté Brinell).

Généralement le duromètre comprend le porte indenteur, le système d'avance ainsi que la régulation électronique et le système optique. Les charges sont appliquées grâce à un système de leviers et de poids fixes. La plage de mesure est limitée et discrète. Le système comprend un moteur électrique intégré qui assure le positionnement du l'indenteur puis l'application de la force. L'optique est ensuite basculée afin de projeter l'empreinte résiduelle sur le verre dépoli. L'optique se compose du dispositif de projection et de l'éclairage, l'empreinte est projetée sur le verre dépoli. En tenant compte de la charge appliquée et du grossissement, le système est capable d'évaluer la taille de l'empreinte et donc de déterminer la dureté.

Dans les cas (matériaux fragiles), on est contraint d'utiliser des indenteurs pointus (Vickers, Knoop, Berkovich), pour pouvoir obtenir facilement des empreintes et se limiter, à des petites charges (micro dureté ou nano dureté) pour éviter la présence de fissures. On utilise généralement des essais de rebondissement ou de pénétration pour caractériser la dureté des métaux, des matières plastiques et des élastomères. Ces essais ont l'avantage d'être plus simples à réaliser et de donner des résultats reproductibles.

I.5.1. MESURE DE DURETE PAR REBONDISSEMENT

Cet essai est principalement utilisé pour tester la dureté des élastomères. Pour cela on laisse chuter bien verticalement et d'une hauteur fixe une petite masse d'acier terminée par un diamant arrondi. La masse est guidée dans sa chute par un tube lisse. La dureté est évaluée ensuite d'après la hauteur du rebond.

Cet essai mesure l'énergie de déformation élastique absorbée par les matériaux. Pour bien comprendre cela il faut observer les courbes de traction d'un élastomère avec cycle de charge et de décharge dans le domaine élastique. On remarque donc que dans le cas des élastomères,

la charge et la décharge élastique n'empruntent pas le même chemin comme cela peut être le cas avec un matériau cristallin.

Dans un plan « contrainte - déformation », la surface sous la courbe a la dimension d'une énergie. L'aire sous la courbe de traction élastique correspond donc à l'énergie élastique absorbée par le matériau. L'aire sous la courbe de décharge correspond à l'énergie restituée par le matériau. La différence des deux surfaces correspond à l'énergie mécanique dégradée par le matériau. Un matériau « caoutchouteux » ne rend donc pas toute l'énergie absorbée, c'est d'ailleurs pour cela qu'il est si souvent utilisé pour amortir les vibrations.

Plus l'élastomère sera dur, plus il se comportera comme un matériau ordinaire de type cristallin. Plus l'élastomère sera mou, plus il absorbera d'énergie élastique.

On remarque donc ici la différence de signification des mots « dur » et « mou » entre polymères et cristallins.

Il existe aussi une variante de cet essai pour les alliages métalliques. Le mode opératoire reste identique mais l'interprétation est différente. Il s'agit dans ce cas de mesurer l'énergie de déformation plastique absorbée par le matériau. Si le choc est parfaitement élastique (pas de déformation plastique, pièce à tester très dure),

La pointe rebondit théoriquement jusqu'à sa hauteur de lâcher (en négligeant les frottements) ; on peut relier la différence de hauteur h à l'énergie cinétique ΔE_c absorbée lors du choc :

$$\Delta E_c = m \cdot g \cdot h \quad (I.2)$$

Où m est la masse lâchée et g est l'accélération de la gravité. Dans le cas d'un objet extrêmement mou, la pointe s'enfonce et ne rebondit pas. Les appareils sont en principe étalonnés pour obtenir une dureté de 100 pour un acier trempé à 0,9 % de carbone et d'environ 35 pour les aciers doux.

Notons cependant que les résultats d'un essai effectué au moyen d'un duromètre Shore dépendent beaucoup de l'état de surface de la pièce testée. L'appareil, si possible équipé de larges poignées pour une pression d'application constante, doit être tenu de manière bien verticale pour éviter d'avoir des frottements qui fausseraient la mesure. Enfin, pour garantir des mesures reproductibles, la masse de la pièce à mesurer doit être beaucoup plus importante que la masse du pénétrateur, son unité est le daN/mm².

I.5.2. MESURES DE DURETE PAR PENETRATION

Il s'agit des essais les plus couramment pratiqués. Le principe est toujours identique : un pénétrateur indéformable laisse une empreinte dans le matériau à tester. On mesure les dimensions de l'empreinte et on en déduit la dureté [27].

Dans une première approche, on peut relier de manière assez simple la limite d'élasticité R_e avec la surface de l'empreinte : plus l'objet pénétrant s'enfonce, plus la surface S de pression s'agrandit, donc la force F étant constante, plus la contrainte diminue. Lorsque la contrainte n'est plus suffisante pour déformer plastiquement le solide à tester, l'objet pénétrant s'arrête, et on a donc :

$$R_e = \frac{F}{S} \quad (\text{I.3})$$

Les valeurs de dureté obtenues grâce aux différents protocoles et dispositifs d'essais indiqués ci-dessous sont cette limite d'élasticité R_e mais les résultats ne sont pas identiques car ces calculs simplifiés prennent en compte la surface de la projection de l'empreinte (comme un disque ou un carré) au lieu de prendre en compte la vraie surface de l'empreinte (comme la surface de la calotte sphérique ou des facettes de l'empreinte pyramidale). Un essai Brinell et un essai Vickers sur la même éprouvette ne donnent pas la même valeur en résultat, mais en ramenant par le calcul la valeur de la force à la vraie surface de l'empreinte (respectivement une calotte sphérique ou une pyramide), on tombe dans les deux cas sur la même valeur qui est la valeur « de pression » du matériau solide.

Elles ne prennent pas en compte l'écroutissage qui est différent pour chaque type d'essai.

Il existe une grande variété d'essais de dureté possibles :

- Dureté Vickers (HV), qui a l'échelle la plus large ;
- Dureté Brinell (HB) ;
- Dureté Knoop (HK), pour des mesures de petite surface ;
- Dureté Janka, pour le bois ;
- Dureté Rockwell (HR), principalement aux États-Unis d'Amérique ;
- Dureté Shore, surtout pour les polymères ;
- Dureté Barcol, surtout pour les matériaux composites ;

- Dureté Vicat, pour mesurer le temps de prise de matériaux de construction (plâtre, ciment, ...).
- Variante : Essai de dureté Meyer :

Le pénétrateur est identique au pénétrateur de la dureté Brinell. D'une manière plus générale, on utilise le même duromètre que celui utilisé pour la dureté Brinell.

La mesure est effectuée avec les mêmes principes que la dureté Brinell.

I.5.3. MESURE DE DURETE PAR RAYAGE (DURETE DE MOHS)

La mesure de la dureté selon l'échelle de Mohs dépend de la capacité d'un matériau à rayer un matériau de référence ou à être rayé par un matériau de référence. La mesure est basée sur une échelle de 0 à 10, cette dernière valeur correspondant au diamant qui ne peut être rayé que par un autre diamant.

I.6. MODALITE D'ESTIMATION DE LA DURETE

La dureté, telle qu'elle est appliquée à la plupart des matériaux, en particulier les métaux, constitue un essai mécanique couramment employé, utile et révélateur, utilisé sous différentes formes depuis plus de 250 ans. Sa valeur et son importance en qualité de propriété d'un matériau ne peut certainement pas être sous-estimée ; les informations d'un essai de dureté peuvent compléter et souvent être utilisées en conjonction avec d'autres techniques de vérification matérielle comme la traction ou la compression pour fournir une information de performance essentielle. Actuellement, la dureté est mesurée grâce à l'empreinte que laisse un pénétrateur dans un matériau sous une force donnée.

Il existe différents essais selon la forme du pénétrateur et la nature de la mesure de l'empreinte (surface ou profondeur).

I.6.1. L'OBJECTIF ET PRINCIPE DE DURETE

La dureté est la mesure de la résistance d'un matériau à la pénétration. Cette dernière est fonction de plusieurs facteurs dont les principaux sont : la déformation élastique et plastique, le frottement pénétrateur-surface indentée, la géométrie de pénétrateur, ses propriétés mécaniques et la charge qui y est impliquée.

I.6.2. EPROUVETTES

La surface de l'éprouvette doit être propre, plane et lisse soigneusement préparée. Plus des dimensions du pénétrateur sont petites, plus l'état de la surface doit être lisse. Une application du polissage en mode automatique est parfois obligatoire. La préparation de l'éprouvette doit être faite sans provoquer des altérations des propriétés du matériau dues, par exemple, au chauffage ou à, l'érouissage.

L'épaisseur de l'éprouvette doit être suffisante pour qu'aucune trace d'une déformation ne soit visible sur la surface opposée à celle de l'application de la charge. D'après une règle générale, l'épaisseur minimale est au moins dix fois supérieure à la profondeur de l'empreinte.

I.6.3. DUROMETRE

Le duromètre est un petit outil qui permet de mesurer la dureté d'une surface. Bien évidemment, les duretés varient considérablement selon le matériau que l'on teste (métal, tissu, polyuréthane d'une roue de roller) [29]. C'est pourquoi il existe différentes échelles de mesure. Le duromètre montre la dureté en Rockwell B, Rockwell C, Vickers HV, Brinell HB, Shore, H_S, Leeb H_L ou en une unité de dureté DIN ISO [30]. Ce petit outil est particulièrement apprécié dans le domaine de la production, le contrôle de qualité et le service technique grâce à sa mobilité. Il est possible d'effectuer la vérification avec un minimum d'effort et la plus haute précision.

Le principe de la mesure de la dureté des matériaux est toujours le même, mais il existe une distinction entre le procédé statique et le procédé dynamique de la mesure de la dureté (explication des deux procédés pour effectuer la mesure de la dureté). Avec le duromètre pour les matériaux métalliques il est possible de vérifier d'une façon rapide et précise la dureté superficielle de l'acier, du fer fondu, des outils en acier, de l'acier noble, de l'alliage d'aluminium, du cuivre et du bronze (Fig.I.9).



Fig.I.9. Les duromètres numériques et analogiques [31].

I.6.4. EXECUTION DE L'ESSAI

On emploie pour l'exécution de l'essai un dispositif qui est suffisamment rigide et stable. L'essai doit être fait sans choc et sans vibrations, autrement les résultats sont erronés.

L'éprouvette doit être installée sur un support rigide du dispositif pendant l'action de la charge [32]. Les essais les plus courants se font par pénétration, les essais les plus classiques sont les essais Brinell, Vickers, Rockwell et Berkovich.

C'est pour on fait l'estimation de dureté il faut bien savoir et dirigé bien les étapes suivantes :

- Mesure de la surface
- La dureté est donnée en mégapascal (MPa) puisqu'elle est le rapport d'une force en Newton

(N) sur une surface calculée en millimètres carrés (mm).

I.6.5. CALCUL DE DES DIFFERENTES DURETES

I.6.5.1. DURETE BRINELL

L'essai Brinell utilise comme poinçon une bille en acier trempé ou en carbure de tungstène de 10 mm de diamètre (D). La pression est maintenue pendant 15 à 30 s selon le métal.

L'aire superficielle de la calotte sphérique S laissée par la pénétration de l'indenteur bille est fonction du diamètre initial de la bille D et du diamètre de l'empreinte résiduelle d. La surface est calculée par la relation suivante :

$$S = \pi D f_{\text{etf}} = \frac{1}{2} (D - \sqrt{D^2 - d^2})$$

$$\text{soit encore : } S = \frac{\pi D}{2} (D - \sqrt{D^2 - d^2}) \quad (\text{I.4})$$

Le nombre de dureté se déduit par application de la relation :

$$H = \frac{P}{A} \quad (I.5)$$

Donc :

$$H_V = \frac{P}{S} = \frac{2P}{\pi D(D - \sqrt{D^2 - d^2})} \quad (I.6)$$

On applique une charge (F) de 500 ou 3000 kgf. On mesure le diamètre (d) de l'empreinte en millimètres. Donc :

$$H_B = \frac{2F}{\pi D(D - \sqrt{D^2 - d^2})} \quad (I.7)$$

Les formules permettant d'obtenir une valeur sur l'échelle de Brinell sont les suivantes

H_B = Dureté Brinell.

F = Force appliquée [N]

D = Diamètre de la bille. [Mm]

d = Diamètre de l'empreinte laissée par la bille. [Mm]

Le diamètre de la bille est de 10 mm dans le cas général. Pour les matériaux très durs, on peut utiliser des billes d'un diamètre inférieur.

On doit l'essai Brinell à l'ingénieur métallurgiste suédois Johan Brinell (1849 - 1925).

Il s'applique aux métaux "peu durs".

La norme Brinell de dureté a été éditée dès 1924.

I.6.5.2. DURETE VICKERS

La dureté Vickers a été conçue dans les années 1920 par les ingénieurs de la société Vickers en Angleterre.

Elle est caractérisée par l'empreinte faite par un identeur sous une charge donnée durant 15 secondes. L'indenteur est formé d'une pyramide en diamant à base carrée dont les faces opposées font un angle de 136°.

La charge appliquée est comprise entre 1 et 120 kgf. Le côté de l'empreinte est de l'ordre de 0,5 mm, la mesure s'effectuant à l'aide d'un microscope.

La relation entre les angles mesurés entre les sommets et entre les faces est la suivante :

$$\frac{AM}{BM} = \frac{\text{tg } 74}{\text{tg } 68} = \sqrt{2} \quad (\text{I.8})$$

Après la pénétration de l'indenteur à la surface d'un matériau, l'empreinte résiduelle est de forme carrée (Fig.I.10). Le nombre de dureté est calculé par le rapport de la charge à la surface réelle de contact.

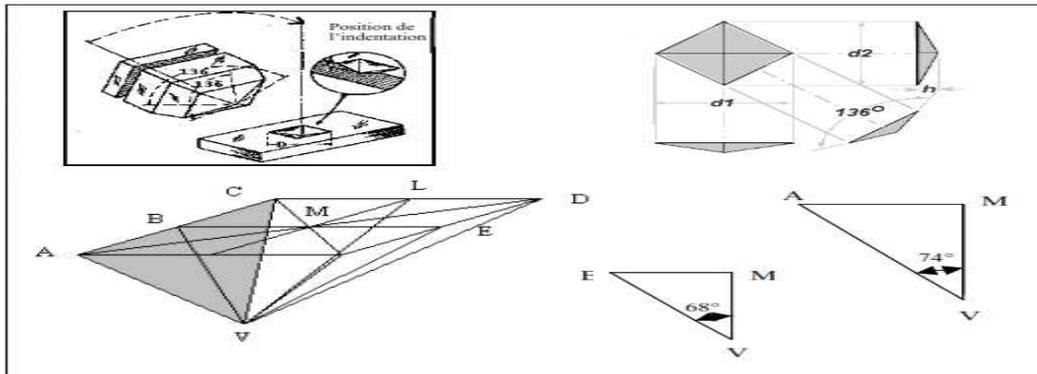


Fig. I.10. Schéma de l'indenteur Vickers [33]

L'aire réelle du contact de la pyramide avec le matériau (S) représente quatre fois l'aire du triangle représentée grisé sur la Fig.I.10 Ainsi, S est égal à :

$$S = \frac{4 \cdot \frac{\sqrt{2}}{2} d \cdot \frac{\sqrt{2}}{2} d}{4 \sin 68^\circ} = \frac{d^2}{2 \sin 68^\circ} \quad (\text{I.9})$$

L'étude de l'indentation Vickers est le rapport entre la diagonale et la profondeur de l'empreinte ou de pénétration H (distance MV sur la Fig.I.10). D'un point de vue théorique, cette valeur s'obtient de la manière suivante :

$$H_V = \frac{1854,4 \cdot P}{d^2} \quad (\text{I.10})$$

I.6.5.3. DURETE ROCKWELL

Essai Rockwell : mesure de la dureté d'un métal selon l'enfoncement d'une bille d'acier, appelé dureté Rockwell B (HRB) ou d'un cône de diamant de 120°, dureté Rockwell C (HRC).

La norme de dureté Rockwell date de 1932.

L'essai consiste à appliquer une précharge de 100 N sur le pénétrateur qui s'enfonce d'une profondeur e0.

. On applique une force supplémentaire F, pendant 3 à 8s, le cône s'enfonce d'une profondeur e_1 .

. On supprime la force F, le cône reste enfoncé d'une profondeur e_2 .

. La profondeur rémanente ($e_2 - e_0$) permet le calcul de la dureté selon la formule (En pose $e = h$) :

. Rockwell type C :

$$H_{RC} = (100 - (h_3 - h_1)) * 500 \quad (I.11)$$

(Les indices Rockwell peuvent se lire directement sur un cadran gradué).

Le pénétrateur est ici un cône en diamant d'angle 120° au sommet et d'extrémité sphérique ($\varnothing 0,2$ mm). La profondeur de l'empreinte résultante est déterminée comme étant la différence entre les positions atteintes en pré charge et à pleine charge. La charge F est de 1400 N (150 kgf).

. Rockwell type B

La formule de calcul est :

$$H_{RB} = 500(130 - (e_2 - e_0)) \quad (I.12)$$

Le pénétrateur est une bille d'acier de 1,59 mm de diamètre.

La charge F est de 900 N (100 kgf).

.Dureté Rockwell superficielle :

Ces échelles sont utilisées pour des produits très minces et pour la mesure de dureté de revêtements.

I.6.5.4. DURETE KNOOP

L'essai de Knoop permet la mesure de dureté des matériaux fragiles comme le verre et la céramique. Le pénétrateur en diamant est de forme pyramidale à base rectangulaire avec un angle de $172^\circ 30'$ entre deux faces opposées et 130° pour les deux autres faces. Les charges appliquées sont inférieures à 1 kgf.

L’empreinte laissée après la pénétration est de forme losange allongée. Le nombre de dureté est calculé par le rapport de la charge à la surface projetée du contact.

Ainsi, la surface S_p peut s’exprimer uniquement en fonction de la grande diagonale d’empreinte L par la relation :

$$s_p = 0.07028.L^2 \tag{I.13}$$

L’expression de la dureté Knoop :

$$H_K = \frac{14,229 \cdot P}{L^2} \tag{I.14}$$

D’un point de vue pratique, il suffit de mesurer la longueur de la grande diagonale (L) de l’empreinte laissée après la pénétration pour obtenir le nombre de dureté.

La norme de micro-dureté Knoop a été adoptée en 1969.

I.6.5.5. DURETE DE BERKOVICH

Pénétration d’indenteur de forme "pyramidal" tétraédrique, Voir la Fig. I.11 suivant :

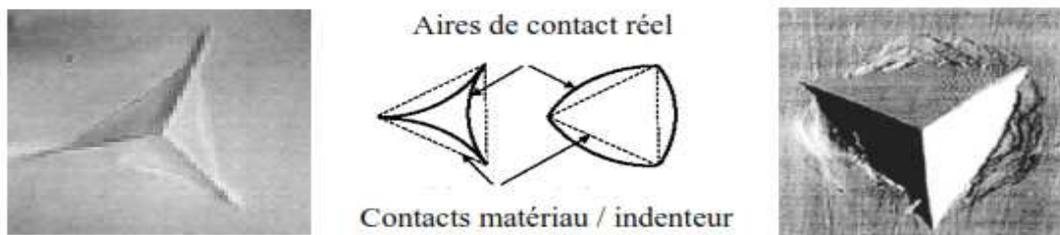


Fig. I.10. Empreintes Berkovich pyramidales à base triangulaire [35].

L’angle mesuré entre une arête et la face opposée est de 63.3°. Le nombre de dureté s’obtient par le rapport de la charge à la profondeur d’empreinte par la relation :

$$H = \frac{P}{(4,95 \cdot d)^2} \tag{I.15}$$

I.6.5.6. COMPARAISON

Le Tableau suivant regroupe la comparaison entre les principaux essais de dureté :

Tableau. I.1. Comparaison entre les différents essais de dureté [37]

Type d'indentation	Vickers	Brinell	Knoop	Berkovitch	Rockwell C
Matériau	Diamant	Tungstène	Diamant	Diamant	Diamant
Géométrie de l'indenteur	Pyramide a basse carrée d'angle	Bille de diamètre D	Pyramide a basse losange d'angle 172.30° et 130°	Pyramide a basse triangle d'angle entre face 63.3°	Cône d'angle 120°
Paramètre Géométrie mesuré	d : diagonale de l'empreinte	d : diagonale de l'empreinte	L : longueur de la plus grande diagonale de l'empreinte	d : profondeur de l'empreinte	e : déplacement du cone lors de l'indentation
Nombre de dureté	$H_V = \frac{1854,4 \cdot P}{d^2}$	$H_B = \frac{2F}{\pi D(D - \sqrt{D^2 - d^2})}$	$H_K = \frac{14,229 \cdot P}{L^2}$	$H = \frac{P}{(4,95 \cdot d)^2}$	HRC = 100 - e
Unités	P en kg d en um Hv en kg/mm ²	P en kg D en mm H _B en kg/mm ²	P en kg D en mm H _k en kg/mm ²	P en mN L en mm H en GP/mm ²	e=0.002mm
Echelle de charge	Mérodureté macro dureté	macro dureté	Mérodureté é macro dureté	nanodureté	Macro dureté

L'étude présentée dans le présent chapitre s'inscrit dans ce contexte général en contribuant surtout à l'estimation de dureté et au module de Young avec une haute précision, qui tient en compte le passage graduel de l'échelle micrométrique à la nanométrique. Elle porte sur l'amélioration de la compréhension de l'essai d'indentation instrumenté. Les idées et les résultats présentés dans ce travail sont construits dans le cadre de la mécanique des milieux continus.

I.7.LE PASSAGE DE LA DURETE CONVENTIONNELLE A LA NANOINDENTATION INSTRUMENTEE

I.7.1. TYPES D'INDENTEURS

Les appareils d'indentation instrumentée sont, par définition, des instruments qui sont capables de donner l'évolution de la profondeur de pénétration d'une pointe en diamant dans un échantillon en fonction de la charge appliquée.

Le terme d'indentation instrumentée implique un enregistrement continu du déplacement du diamant, profondeur de pénétration, et de la charge appliquée. De tels instruments peuvent être regroupé en deux catégories: les machines 'molles' où la charge est imposée par le dispositif et le déplacement mesuré et les machines dures' où le déplacement de l'indenteur est imposé.

Pour les machines 'molles' la partie indenteur et dispositif de mise en charge doit être suspendue sans frottement. Souvent, la pointe en diamant est montée sur un pendule articulé par un pivot composé de lames élastiques croisées. La profondeur d'indentation est mesurée à l'aide d'un transducteur de déplacement qui est généralement un capteur capacitif mais peut aussi être mesurée par un dispositif de fibres optiques.

Pour les machines 'dures' la profondeur d'indentation est contrôlée par exemple au moyen d'un mécanisme piézo-électrique. Les capteurs de force peuvent être soit une cellule de charge avec une échelle de quelques mN à 2 N, soit une électro balance pour des échelles inférieures à 0,3 N ou un ressort linéaire dont l'extension est mesurée par interférométrie.

Actuellement, beaucoup de systèmes d'indentation instrumentée peuvent être généralisés en termes d'illustration schématique montrée sur la FigII. 1.

Parmi les systèmes commercialisés, dans ceux développés par nano instrument (MTS-système), HYSITRON (MN), Ltd (UK). CSIRO (Australie) et MCRC (Suisse) [29]., la charge est souvent appliquée en utilisant la mise en action électromagnétique ou électrostatique [30], avec un capteur capacitif utilisé pour mesurer la pénétration.

Dans les instruments (MTS) (HYSITRON), (CSIRO) ainsi que dans (MCRC), l'axe de l'indenteur est vertical comme illustré sur la Fig.I.5

Par contre l'axe est horizontal. En outre, sur les systèmes (MTS, CSIRO et MCRC), l'application de la charge et la mesure de la pénétration se fait avec des moyens séparés alors que dans le système (HYSITRON), on utilise le même capteur pour l'application de la charge et la mesure de la pénétration de l'indenteur.

I.7.2. DESCRIPTION DU DISPOSITIF D'INDENTATION

L'appareil utilisé est un système statique qui fonctionne avec un mécanisme de chargement horizontal (Fig.1.12). Il se caractérise par une gamme de charge qui varie entre 0 et 500 mN avec une résolution de déplacement et de charge respectivement de 0.1 nm et de 0.1 mN.

Cet appareil offre de nombreuses possibilités d'essais nano mécaniques et tribologiques à température ambiante et à températures élevées (en option).

L'échantillon est bien protégé contre : la dérive thermique importante, le flux d'air ambiant et des perturbations acoustiques [34]. Il est équipé d'un banc anti vibrations. Les essais de nano indentation sont réalisés avec un indenteur Berkovich avec un demi angle au sommet ($\theta = 65,27^\circ$) et un angle effectif de cône ($\alpha = 70,3^\circ$).

Les échantillons sont collés sur une pastille cylindrique (fig. II.2) puis montés sur l'appareil d'indentation. Avant de procéder à la programmation des essais, suivant les paramètres choisis, nous avons procédé au réglage du point de contact initial de l'indenteur sur l'échantillon.

Ce point est utilisé comme origine (référence) sur laquelle on se base durant la programmation pour déterminer les coordonnées des empreintes réalisées sur l'échantillon afin de guider le déplacement tri directionnel de la table.

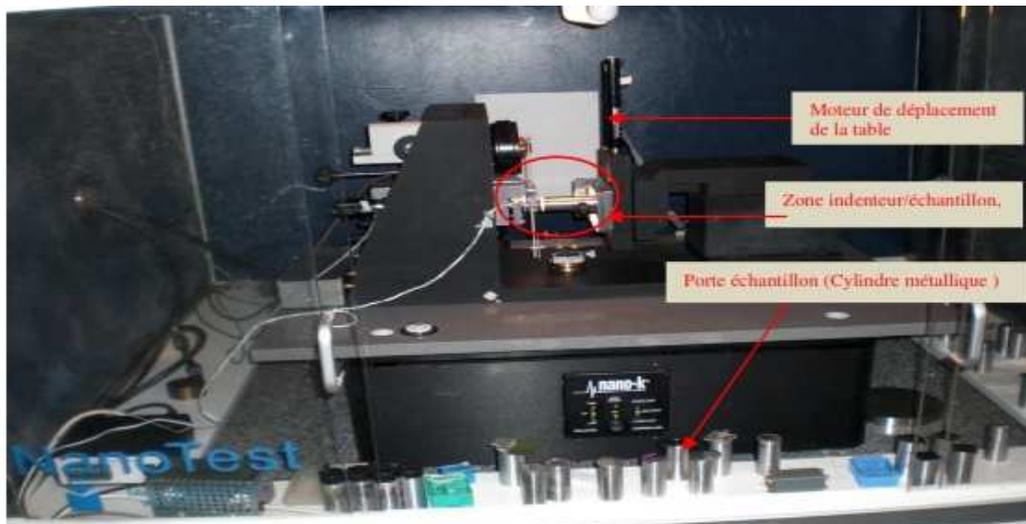


Fig.I.12.Appareil Nano test MML Ltd [35]

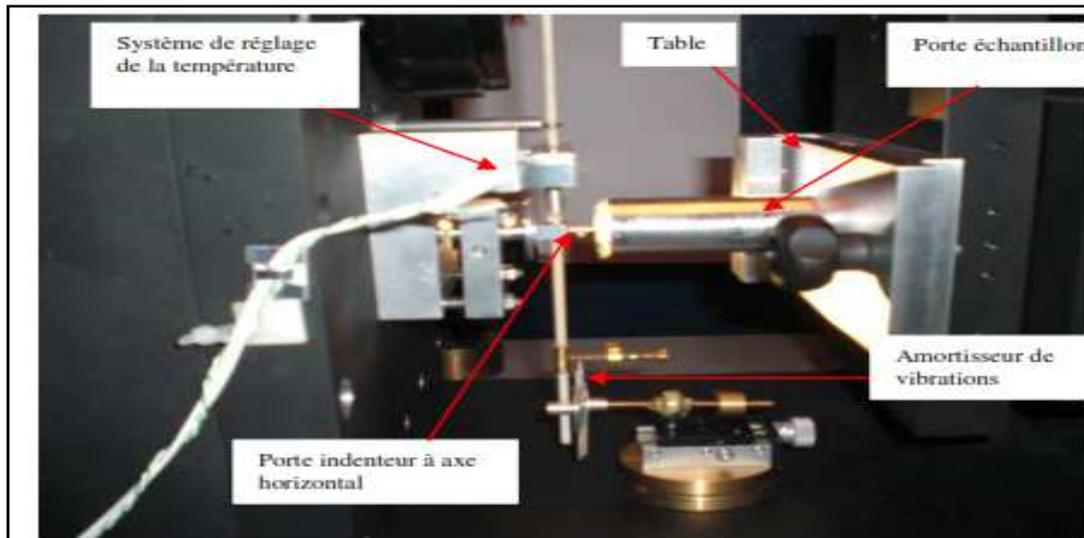


Fig. I.13. Emplacement de l'ensemble, Indenteur/Echantillon [36]

Les appareils de contrôle instrumenté sont des instruments de précision élevée utilisés pour la détermination des propriétés mécaniques des couches minces, des enduits et des substrats.

Le bout de l'indenteur est conduit dans la surface de l'échantillon en appliquant une charge progressive. Quand la charge atteint la valeur maximale après un certain temps de maintien à cette charge, la charge est réduite jusqu'au déchargement complet ou partiel. Grâce à un capteur différentiel, une courbe force-pénétration peut être tracée le long des deux cycles de chargement et de déchargement.

Les appareils de contrôle instrumenté (MCRC) sont les seuls instruments disponibles actuellement dans le commerce qui emploient une technique de mise en référence extérieure dynamique. En mettant en référence la mesure de profondeur à partir de la surface de l'échantillon.

Le matériau le plus fréquemment utilisé pour les indenteurs est le diamant à cause de ces bonnes propriétés mécaniques. Pour les petites mesures de la dureté et du module élastique l'indenteur pyramidal Berkovich est mieux approprié que celui du Vickers ou Knoop puisque la forme pyramidale à trois faces est plus facile à usiner et rectifier que celle à quatre faces. Il y a souvent de confusion entre les deux types d'indenteur Berkovich (Berkovich standard, Berkovich modifié). Le Berkovich standard a le même rapport entre la surface réelle de contact et la profondeur de pénétration de l'indenteur que celui de l'indenteur Vickers par contre l'indenteur Berkovich modifié possède le même rapport de la surface projetée à la profondeur d'indentation que celui de l'indenteur Vickers.

I.7.3. NANOINDENTATION INSTRUMENTEE

Ce type d'essais est nommé essai de nanoindentation, où la profondeur de l'empreinte peut se limiter à quelques dizaines de nanomètres. Le pénétrateur utilisé est généralement de type Berkovich, diamant pyramidal à base triangulaire. La dureté H est mesurée par le rapport à la charge maximale appliquée P_{max} . La mesure en mode continu de l'aire A de contact pénétrateur- échantillon permettra également de mesurer la dureté et le module de rigidité de la surface indentée. L'instrumentation asservie permet de traçage de la courbe $P=P(h)$. La pente dP/dh du retour élastique de l'indenteur est proportionnelle au module de Young du matériau testé, qui peut être calculé moyennant un étalonnage de rigidité de l'appareil.

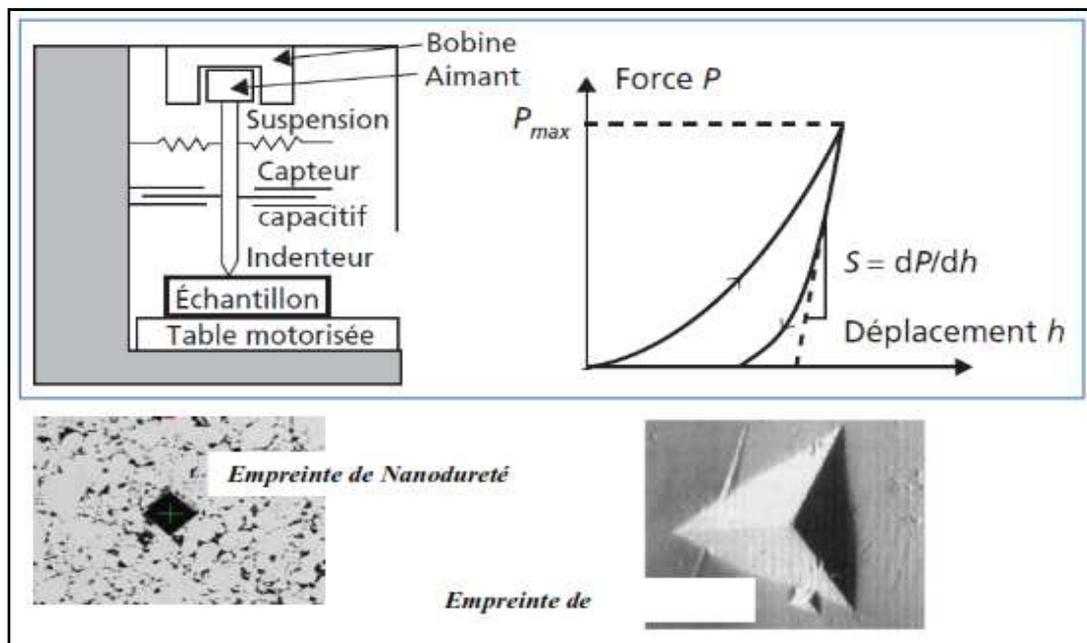


Fig. I.14. Schéma de principe d'un nanoindenteur et d'une courbe de nanoindentation[36]

Les essais d'indentation classiques sont parfaitement adaptés à une mesure macroscopique de la dureté. Ils nécessitent de mesurer optiquement l'empreinte rémanente laissée par l'indenteur.

Cependant, une empreinte de quelques microns de largeur est plus difficile à mesurer de façon optique. De plus, il devient nécessaire de mesurer la dureté non pas post test, mais directement lors de l'essai lui-même, afin de déterminer les propriétés du matériau sous charge [15].

En effet, si on indente un caoutchouc qui est supposé très mou, l'empreinte après test disparaît. Par définition, la dureté du caoutchouc serait donc infinie, ce qui n'a pas de sens physique. C'est pour ces deux raisons que de nouvelles machines ont été créées il y a 40 ans. Avec ces appareils, la force verticale appliquée sur l'indenteur son déplacement sont mesurés en continu lors de l'essai. Le déplacement est ensuite utilisé pour calculer la surface de l'empreinte sous charge. Cette technique est nommée indentation instrumentée. Les résolutions des capteurs de force et de déplacement étant de l'ordre du micromètre, du nanomètre, voire du picomètre, il est donc possible de mesurer la dureté du matériau testé à ces échelles. On parlera alors de microindentation instrumentée ou de nano-indentation. Dans la suite de ce manuscrit, nous étudierons le cas de la nano-indentation. Cette technique s'est développée dans les années 70 - 80 [16- 21].

I.7.4.CARACTERISATION MECANIQUE DES MATERIAUX MASSIFS PAR NANOINDENTATION

L'essai d'indentation consiste, comme dans le cas de la mesure de dureté, à faire pénétrer une pointe supposée indéformable et de géométrie connue dans un matériau pour en déduire des propriétés mécaniques. L'évolution de la force appliquée sur la pointe d'indentation et son enfoncement dans le matériau sont mesurés en continu.

Dans le cas de l'essai de dureté, les forces varient entre quelques dizaines et centaines de newtons, ce qui limite cet essai à la caractérisation mécanique des matériaux massifs.

Face à la nécessité de caractériser des zones localisées et à l'utilisation croissante de films minces, l'analyse des propriétés mécaniques à des profondeurs d'enfoncement faibles devient de plus en plus indispensable. La solution existe grâce aux progrès réalisés ces dernières années dans le domaine de l'indentation instrumentée. Celle-ci permet d'appliquer des forces de l'ordre de la dizaine de micronewtons à quelques centaines de millinewtons pour des profondeurs comprises entre quelques dizaines de nanomètres et quelques micromètres. Dans ce cas, le terme de nanoindentation est communément employé [14].

Cette technique a été utilisée en premier lieu pour caractériser les matériaux massifs. Ensuite, elle a été étendue aux films minces.

La nanoindentation offre une large gamme d'applications pour la caractérisation mécanique des matériaux : dureté, module de Young, transformation de phase, fluage, adhésion etc. La dureté et le module de Young sont les propriétés les plus étudiées [14-15].

I.7.5. MESURES OBTENUES PAR NANOINDENTATION

Sur la Fig.I.15, nous présentons un exemple schématique du dispositif expérimental de nanoindentation.

Ce schéma est utilisé car il correspond à celui des dispositifs expérimentaux que nous utilisons. Son principe est simple. L'échantillon à caractériser est fixé sur un porte-échantillon, soit avec une colle, soit par bridage.

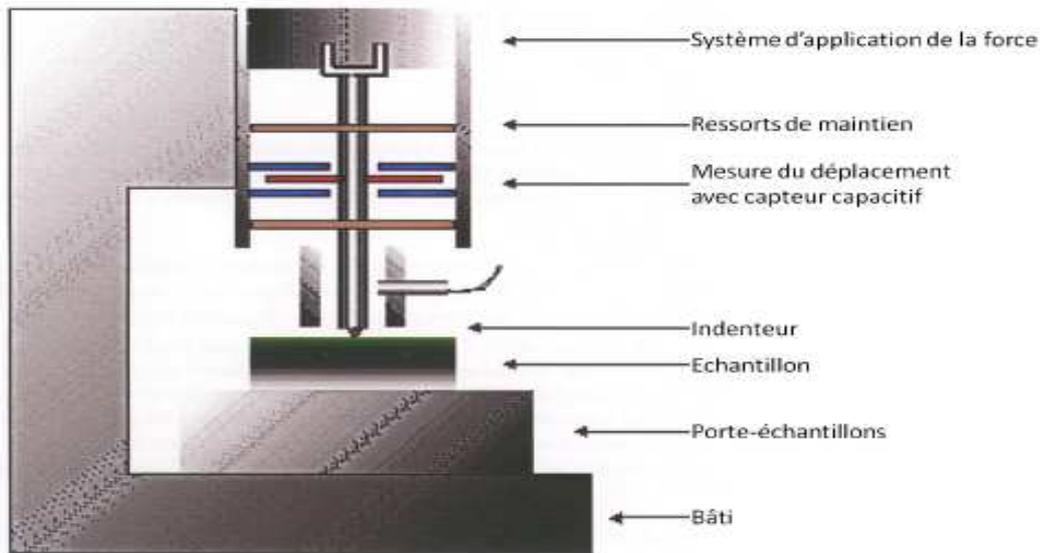


Fig. I.15. Représentation schématique du dispositif expérimental de nano-indentation

L'indenteur servant à la caractérisation mécanique est fixé sur une colonne. L'indenteur utilisé est, dans la majorité des cas, en diamant, mais d'autres matériaux tels que le saphir peuvent être utilisés. Il est en général pyramidal. Le plus utilisé est la pointe Berkovich (une pointe pyramidale à base triangulaire). C'est l'indenteur le plus utilisé sur les machines de nano-indentation.

La force P nécessaire pour indenter le matériau est appliquée sur l'indenteur par l'intermédiaire d'une bobine magnétique, permettant de connaître la valeur de la force par la mesure du courant circulant dans la bobine. Le déplacement h_m de l'indenteur est mesuré avec un capteur capacitif.

Nous obtenons ainsi les données brutes en force et en déplacement. Pour obtenir la valeur de la pénétration h , il est nécessaire d'identifier le point de contact, que nous appelons h_{in} . Après essai, nous pouvons tracer une courbe force-pénétration, ou courbe d'indentation, dont un exemple est présenté sur la Fig.I.16.

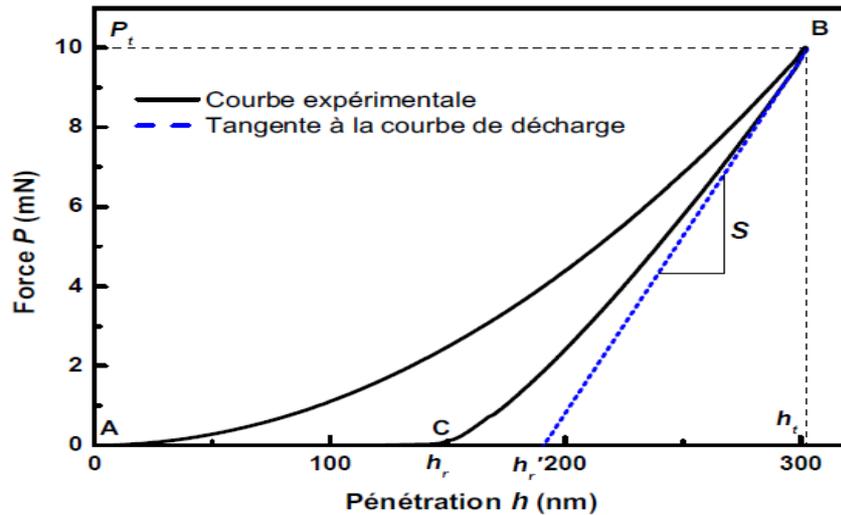


Fig. I.16. Courbe force-pénétration obtenue par un essai de nano-indentation. La partie (AB) correspond à la charge et la partie (BC) correspond à la courbe de décharge

Cette courbe possède deux parties distinctes : la première partie (AB) est la courbe de charge correspondant à la pénétration de l'indenteur. La courbe de charge peut être représentée mathématiquement par l'équation suivante [10] :

$$P = K \cdot h^n \quad (\text{I.16})$$

Avec h la pénétration et n l'exposant de la loi puissance qui décrit la courbe de charge. Celle-ci se termine au point (B), où l'indenteur atteint sa charge maximale P_t à la pénétration h_t représentant l'enfoncement maximum de la pointe.

La deuxième partie (BC) représente la courbe de décharge. Elle correspond au retrait de l'indenteur.

Au point (C), h_r représente la profondeur résiduelle de l'indent dans l'échantillon. En traçant la tangente à la courbe de décharge au point de charge maximum P_t , et en considérant l'intersection de cette tangente avec l'axe des abscisses, nous pouvons obtenir l'enfoncement plastique h_{r0} . A partir de la tangente à la courbe de décharge, nous pouvons aussi déterminer la raideur de contact S entre l'indenteur et l'échantillon.

Ce calcul est possible car le contact entre l'indenteur et l'échantillon est considéré comme purement élastique lors de la décharge. La raideur de contact permet de calculer le module d'élasticité du matériau indenté. Par conséquent, à partir de la courbe d'indentation, il est possible de déterminer les propriétés élastiques et plastiques du matériau testé. Nous présentons ces propriétés dans le paragraphe suivant.

I.7.6. MESURE EN CONTINUE DE LA RIGIDITE DE CONTACT (MCRC)

C'est un appareil d'indentation instrumentée du type MCRC. Le dispositif est un instrument très précis, utilisé pour la détermination des propriétés mécaniques des couches minces et des revêtements. Des propriétés comme la dureté et le module élastique peuvent être déterminées pour la plupart des matériaux doux, durs, ductiles et fragiles.

Les appareils d'indentation MCRC sont les seuls instruments commercialisés qui emploient une technique de mise en référence extérieure. En mettant en référence la mesure de profondeur à partir de la surface de l'échantillon. Cet appareil d'indentation permet d'effectuer des indentations à multi cycles progressifs et constants. Des essais de rayage peuvent être aussi effectués avec cet instrument. Il est constitué essentiellement de trois parties (Fig. I.17), schématisées sur la (Fig. I.18).

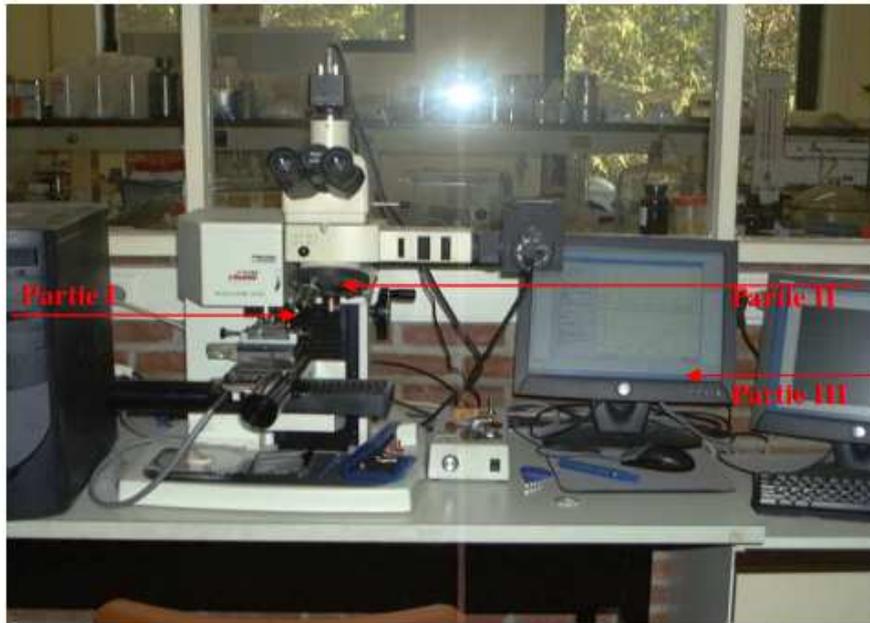


Fig.I.17.Appareil d'indentation MCRC [31]

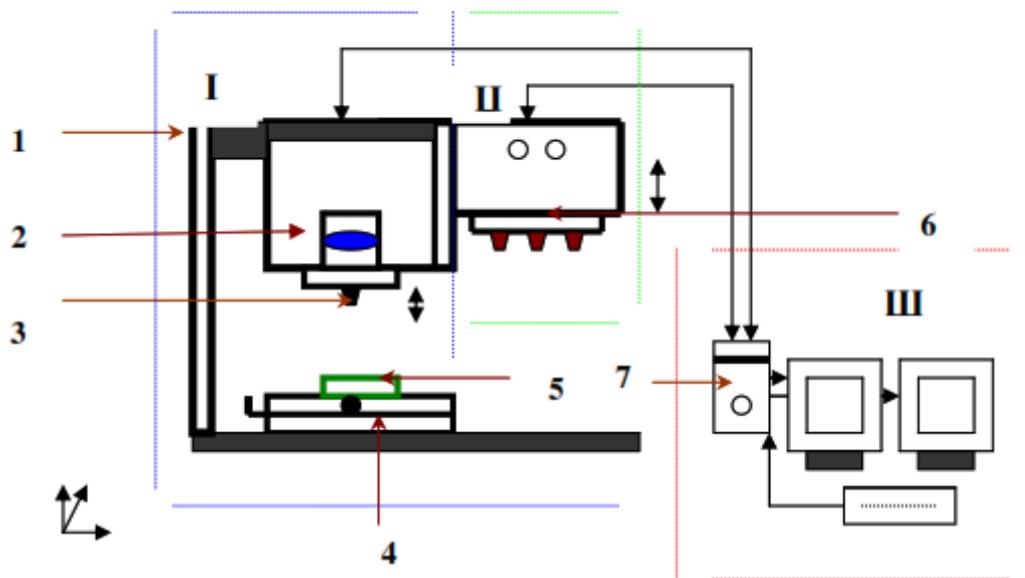


Fig. I.18. Schéma descriptif du MCRC [32]

Partie I (partie indentation) : C'est le dispositif d'indentation. Elle est constituée d'une table porte - échantillon (4), un porte - indenteur (3), relié à un système d'amplification et de transformation du signal (1). Il est muni d'un capteur acoustique (2). Fig. I.17 représente un agrandissement de la partie Indenteur-Echantillon.

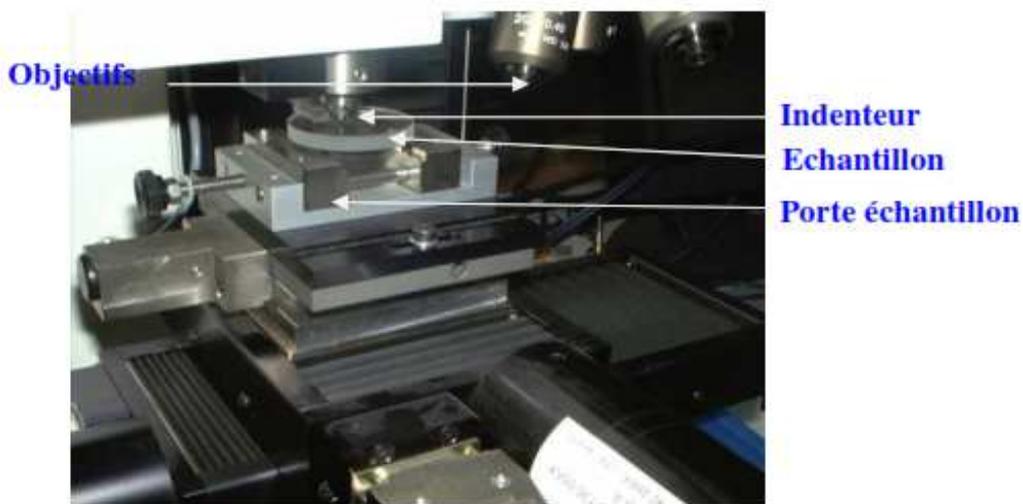


Fig. I.19. Montage expérimental des essais effectués sur MCRC [33]

Partie II (partie optique) : Elle comprend le dispositif qui permet l'agrandissement et la visualisation de l'empreinte (6) grâce à plusieurs objectifs avec différents grossissements et un écran.

Partie III (partie informatique) : Elle est constituée de deux écrans, d'un clavier, d'une souris ainsi que d'une unité centrale (7). L'ordinateur est muni de plusieurs logiciels permettant de

programmer la matrice de mesures (paramètres d'entrée) et de traiter les résultats obtenus lors des essais d'indentation et du rayage (Fig.I.19).

I.7.6.1. TECHNIQUE DE REFERENCEMENT DE LA SURFACE

Le principe de mesure est le suivant: une pointe est positionnée à la verticale de l'échantillon et pénètre de façon contrôlée dans la matière en appliquant une charge croissante jusqu'à l'obtention d'une force maximale prédéfinie. La charge est alors progressivement réduite jusqu'à obtenir une relaxation partielle ou totale du matériau.

Les instruments d'indentation de MCRC sont les seuls systèmes sur le marché utilisant la technique de référencement de la surface. En contrôlant en temps réel la position relative de la référence par rapport à la profondeur de pénétration de l'indenteur, la technique conduit à des avantages essentiels :

- Une grande précision sur les mesures de profondeur
- La réalisation de la mesure dans un temps court
- La dérive thermique et compliance des bâtis rendus négligeables
- La protection de la surface étudiée contre les courants d'air et les perturbations acoustiques

La protection de la pointe contre les chocs mécaniques.

I.8. CONCLUSION

Ce chapitre a présenté les différentes méthodes d'indentation utilisées pour mesurer la dureté des matériaux, des essais classiques (Brinell, Rockwell, Vickers, etc.) à la nanoindentation instrumentée. Cette dernière permet une analyse plus précise des propriétés mécaniques à l'échelle nanométrique grâce à l'enregistrement continu de la charge et de la profondeur de pénétration. L'essor de ces techniques ouvre de nouvelles perspectives pour la caractérisation des matériaux, notamment les couches minces et les films nanométriques.

RÉFÉRENCES DU CHAPITRE I

- [1]. Herráez-Galindo C, Rizo-Gorrita M, Luna-Oliva I, Serrera-Figallo MÁ, Castillo-Oyagüe R, Torres-Lagares D. In vitro comparative study of fibroblastic behaviour on polymethacrylate (PMMA) and lithium disilicate polymer surfaces. *Polymers (Basel)*. 2019 Apr 25;11(4):744.
- [2]. Frazer RQ, Byron RT, Osborne PB, West KP. PMMA: an essential material in medicine and dentistry. *J Long Term Eff Med Implants*. 2005;15(6):629-39. doi: 10.1615/JLongTermEffMedImplants.v15.i6.60.
- [3]. Živić F, Babić M, Favaro G, Caunii M, Grujović N, Mitrović S. Microindentation of polymethyl methacrylate (PMMA) based bone cement. *Tribology in Industry*. 2011;33(4).
- [4]. Choi SR, Salem JA. Fracture toughness of PMMA as measured with indentation cracks. *J Mater Res*. 1993;8(12):3210-3217. DOI: <https://doi.org/10.1557/JMR.1993.3210>.
- [5]. Jin T, Niu X, Xiao G, Wang Z, Zhou Z, Yuan G, Shu X. Effects of experimental variables on PMMA nano-indentation measurements. *Polym Test*. 2015;41:1-6. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.polymertesting.2014.09.015>.
- [6]. Flichy NMB, Kazarian SG, Lawrence CJ, Briscoe BJ. Indentation of poly(methyl methacrylate) under high-pressure gases. *J Polym Sci B Polym Phys*. 2001;39(22):2725-2734. DOI: <https://doi.org/10.1002/polb.10053>.
- [7]. Wang Z, Wang Y, Du X, Zhang T, Heng Y. Study on the fracture properties of the PMMA structure for the JUNO central detector. *KSCE J Civ Eng*. 2019;23:2584-2597. DOI: 10.1007/s12205-019-0945-4.
- [8]. Li J, Liu Z, Liang C, Li X, Fan J, Zhang H, Liu C. Micro-to-nano scale filling behavior of PMMA during imprinting. *Sci Rep*. 2017;7:7871. DOI: 10.1038/s41598-017-08461-9.
- [9]. Zheng L, Jiang X, Deng XH, Yin JR, Jiang Y, Zhang P, Ding YH. Mechanical characterization of PMMA by AFM nanoindentation and finite element simulation. *Mater Res Express*. 2016;3(11):115302. DOI: 10.1088/2053-1591/3/11/115302.
- [10]. Oliver WC, Pharr GM. An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation measurements. *J Mater Res*. 1992;7(6):1564-83. DOI: 10.1557/JMR.1992.1564.

- [11]. Ponton CB, Rawlings RD. Vickers indentation fracture toughness test. Part 1: Review of literature and formulation of standardized indentation toughness equations. *Mater Sci Technol.* 1989;5(9):865-72.
- [12]. Ponton CB, Rawlings RD. Vickers indentation fracture toughness test. Part 2: Application and critical evaluation of standardized indentation toughness equations. *Mater Sci Technol.* 1989;5(10):961-76. doi:10.1179/mst.1989.5.10.961.
- [13]. Laugier M. The development of the scratch test technique for the determination of the adhesion of coatings. *Thin Solid Films.* 1981;76(3):289-294. doi:10.1016/0040-6090(81)90700-8.
- [14]. Chicot D, Démarécaux P, Lesage J. Apparent interface toughness of substrate and coating couples from indentation tests. *Thin Solid Films.* 1996;283(1-2):151-7. doi:10.1016/0040-6090(96)08763-9.
- [15]. Fischer-Cripps AC. A review of analysis methods for sub-micron indentation testing. *Vacuum.* 2000;58(4):569-85. doi:10.1016/S0042-207X(00)00377-8.
- [16]. Oliver WC, Pharr GM. An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments. *J Mater Res.* 1992;7(6):1564-1582. doi:10.1557/JMR.1992.1564.
- [17]. Thomas B, Schmitt J-H. Durcissement des aciers. Rôle de la microstructure. *Techniques de l'ingénieur. Matériaux métalliques.* 2002;MB1(M4341).1-M4341.20. ISSN 1762-8733.
- [18]. Holmberg K, Laukkanen A, Ronkainen H, Wallin K, Varjus S, Koskinen J. Tribological contact analysis of a rigid ball sliding on a hard-coated surface: Part I: Modelling stresses and strains. *Surf Coat Technol.* 2006;200(12-13):3793-3809. doi:10.1016/j.surfcoat.2005.03.040
- [19]. Pethica JB, Tabor D. Contact of characterised metal surfaces at very low loads: Deformation and adhesion. *Surf Sci.* 1979;89(1):182-190. doi:10.1016/0039-6028(79)90606-X.
- [20]. Ruffel S, Bradby JE, Williams JS, Warren OL. An in situ electrical measurement technique via a conducting diamond tip for nanoindentation in silicon. *J Mater Res.* 2007;22(3):578-586. doi:10.1557/jmr.2007.0100.
- [21]. Stauffer DD, Major RC, Vodnick D, Thomas JH III, Parker J, Manno M, Leighton C, Gerberich WW. Plastic response of the native oxide on Cr and Al thin films from in situ conductive nanoindentation. *J Mater Res.* 2012;27(4):685-693. doi:10.1557/jmr.2011.432.

- [22]. Broue A, Fourcade T, Dhennin J, Courtade F, Charvet P-L, Pons P, Lafontan X, Plana R. Validation of bending tests by nanoindentation for micro-contact analysis of MEMS switches. *J Micromech Microeng.* 2010;20(8):085025. doi:10.1088/0960-1317/20/8/085025.
- [23]. Diop M.D. Contribution à l'étude mécanique et électrique du contact localisé : Adaptation de la nanoindentation à la micro-insertion. Thèse de Doctorat, École Nationale Supérieure des Mines de Saint-Etienne; 2009.
- [24]. Duvivier P.Y. Etude expérimentale et modélisation du contact électrique et mécanique quasi-statique entre surfaces rugueuses d'or : application aux micros-relais MEMS. Thèse de Doctorat, École Nationale Supérieure des Mines de Saint-Etienne; 2011
- [25]. Colombie M, et al. Matériaux métalliques. Paris: DUNOD; 2000.
- [26]. Blondeau R. Procédés et applications industrielles de la caractérisation des matériaux. Paris: Hermès Science Publications; 2001.
- [27] S. génies des matériaux., Concept général des matériaux et ses caractéristiques, paris ,2006.
- [28] R. Cazes., Procédés des caractérisations : principes généraux et critères de choix, B7700 / paris
- [29] C. Philip, SAF (Air liquid welding)., CD-ROM d'enseignement sur la soudure.
- [30] R. Cazes., Soudage à l'arc, Technique de l'ingénieur, B 7730 ,1995.
- [31] www.soudeur.com.
- [32] IRSID., Courbes dureté-paramétré de refroidissement en condition (sdg), recueil établi en ,1977.
- [33] fr.wikipedia.org. (Théorie de soudage).
- [34] Bensaada S, Feiiachi D. Technologie. 2nd ed. Office de Publication Universitaires; 01 2009.
- [35] Normes de conception et calcul,NF P22-470 « Assemblages soudés » ,1989.
- [36] EN 1993-1-1 , Eurocode 3, Calcul des structures en acier ,octobre 2005.
- [37] Normes de mise en œuvre, EN 1090-2 , Exécution des structures en acier et des structures en aluminium — Partie 2 : exigences techniques pour les structures en acier , octobre 2011.

Chapitre II :
Investigations
sur les réponses mécaniques

II.1. INTRODUCTION

Le deuxième chapitre constitue la pierre maîtresse des présentes investigations scientifique dans la mesure où il consiste aux recensements et à l'analyse des différentes théories ayant traitées les réponses mécaniques en indentation. De nombreux célèbres auteurs ont mené des études systématiques et méthodologiques sur les réponses mécaniques par indentation en mode de déformation en affaissement soit le sink-in. Et qui se présente comme suit:

- Les travaux de S.-V. Hainsworth, H.-W. Chandler, T.-F. Page [6] en 1996.
- Les travaux de K. Zeng et D. Rowcliffe [8] en 1996.
- Les travaux de Y.-T. Cheng et C.-M. Cheng [9] en 1998.
- Les travaux de Y. Sun, Y. Zheng, T. Bell et J. Smith [10] en 1999.
- Les travaux de Malzbender, G. de With, J. den Toonder [11] en 2000.

II.2. PERCEPTION DES REPONSES MECANIQUES

Les données obtenues à partir des essais d'indentation peuvent fournir des informations importantes sur les propriétés mécaniques proches de la surface et le comportement à la déformation des solides [1]. Correctement exécutée et interprétée, la technique peut fournir des informations sur la dureté, le module d'élasticité, la limite d'élasticité en compression (métaux), la ténacité à la rupture (céramiques) et les contraintes résiduelles. La simplicité apparente de la procédure d'essai, cependant, dément souvent les difficultés d'interprétation des données pour donner des informations quantitatives sur des propriétés spécifiques.

Bien que de nombreuses personnes aient une appréciation intuitive du concept de dureté, il s'agit en fait d'un terme mal défini. La dureté est généralement comprise comme désignant la résistance à la déformation locale mesurée en forçant un pénétrateur d'une géométrie spécifique dans une surface libre sous une charge définie. Cependant, la dureté n'est pas une propriété fondamentale mais une combinaison complexe de propriétés telles que la déformation élastique, la limite d'élasticité, l'érouissage de ductilité, etc. La dureté a parfois été appelée résistance à la pénétration, mais il est maintenant reconnu que cette résistance implique à la fois des paramètres plastiques et élastiques. Le nombre ou l'indice de dureté est très fonction de la manière dont l'essai est effectué et de la nature du matériau d'essai. Il devrait peut-être être considéré comme une "empreinte mécanique" [2] de la réponse du matériau à la déformation de contact.

La dureté d'indentation statique est classiquement déterminée en faisant une indentation permanente dans la surface de l'échantillon d'essai et en mesurant la taille de l'indentation résiduelle après élimination de la charge. La pression de contact moyenne est calculée en divisant la charge maximale appliquée par la surface de l'indentation résiduelle. Cette procédure est souvent adéquate pour fournir une mesure quantitative ou semi-quantitative des propriétés mécaniques des métaux. Tabor [3] a montré que cette pression de contact moyenne est environ trois fois supérieure à la limite élastique de compression pour les métaux écrouis, c'est-à-dire les échantillons qui ne subissent pas d'écrouissage pendant la déformation provoquée par l'essai.

La plupart des informations concernant la déformation plastique et élastique résultant de l'indentation proviennent d'études d'indentations à grande échelle, c'est-à-dire avec des dimensions d'environ 100 μm . Comme l'intérêt pour les propriétés des films minces et des couches de surface a augmenté, l'utilisation de la microindentation a été utilisée à une échelle de plus en plus fine. Il y a eu peu d'études sur les mécanismes impliqués dans les très petites indentations et la compréhension et les modèles de la microindentation ont été extrapolés pour interpréter les mesures. Samuels [4] a noté que le principe de similitude géométrique est essentiel à cette fin, mais que ce principe n'a pas été testé pour des impressions de taille nanométrique. Il ne faut pas s'étonner de constater des effets inattendus, par exemple de tension superficielle, de frottement, etc., à une telle échelle.

II.3. REPONSE DE DIVERS TYPES DE SOLIDES A L'INDENTATION

L'essai d'indentation est fortement influencé par la nature mécanique du solide testé. La déformation est entièrement réversible dans un solide idéalement élastique et est décrite par des modèles d'élasticité classique. La plupart des solides, cependant, présentent un écoulement et / ou une fracture sous le pénétrateur. La répartition des contraintes sous un pénétrateur Vickers, par exemple, peut être modélisée comme une région hydrostatique immédiatement sous la zone de contact qui est entourée d'une région subissant une déformation plastique qui est à son tour entourée d'une région déformée par élasticité [5].

Les matériaux fragiles (céramique, verre) peuvent subir un certain écoulement plastique dans le volume fortement contraint juste en dessous du contact et les contraintes de traction générées lors de la libération de la charge peuvent initier une rupture.

II.4. TENTATIVES D'EXPRIMER LA REPONSE MECANIQUE

Il a déjà été démontré dans plusieurs recherches [6-11] qu'une partie de chargement d'une courbe charge-déplacement obtenue à partir d'un test d'indentation instrumenté peut être décrite par la loi de puissance simple suivante:

$$P = K \cdot h^2 \quad (\text{II.1})$$

Où P est la charge d'indentation appliquée au pénétrateur, h est le déplacement du pénétrateur également appelé profondeur d'indentation et K représente une constante dépendante du matériau nommée facteur K dans ce qui suit. Cette relation présente deux intérêts scientifiques;

- l'un d'eux a été démontré par Sun et al [10] en 1999 qui a proposé d'utiliser cette loi de puissance du second ordre pour calibrer à la fois le rayon de la pointe du pénétrateur et la conformité du cadre de charge.
- La seconde a été proposée par Hainsworth et al [6] qui ont utilisé cette approche comme alternative aux approches classiques pour déterminer les propriétés mécaniques.
- Les deux auteurs ont proposé un développement et un raffinement de l'approche précédemment proposée par Loubet et al. [7] concernant l'analyse des données expérimentales lorsque l'indentation instrumentée est réalisée avec un pénétrateur Vickers.
- Cette approche qui prend en compte la déformation d'empilement sous le pénétrateur a été validée par Zeng et Rowcliffe [8] et Cheng et Cheng [9] en utilisant une analyse tridimensionnelle par éléments finis confirmant que le facteur K dépend des propriétés mécaniques du matériau indenté, c'est-à-dire de la dureté et du module d'Young.

Cependant, Hainsworth et al. [6] ont démontré que la valeur de ce facteur K dépend également de la géométrie de la pointe du pénétrateur en plus des propriétés élasto-plastiques. Enfin, après avoir analysé les courbes charge- déplacement d'indentation obtenues sur une grande variété de matériaux, Hainsworth et al. [6] a proposé d'exprimer le facteur K en

fonction des propriétés élasto-plastiques du matériau, c'est-à-dire la dureté instrumentée (H_{IT}) et le module d'Young (E).

II.4.1. LES TRAVAUX DE S.-V. HAINSWORTH, H.-W. CHANDLER, T.-F. PAGE [6] EN 1996

Les courbes charge-déplacement de la nanoindentation fournissent une "empreinte mécanique" de la réponse des matériaux à la déformation de contact [12,13]. Au cours des dernières années, une grande attention a été accordée à la compréhension des facteurs contrôlant la forme détaillée des courbes de déchargement afin que des paramètres tels que la surface de contact réelle, le module d'Young et un nombre de dureté d'indentation puissent être dérivés. Lorsque la courbe de déchargement est bien comportée (ce que nous entendons par approximation d'un comportement linéaire, ou alternativement, en ajustant une relation loi-puissance), alors cette approche peut être très réussie [14,15].

Cependant, lorsque le volume d'essai présente une récupération élastique considérable lorsque la charge est retirée [par exemple, pour de nombreux matériaux durs rigides et de nombreux systèmes inhomogènes, alors la courbe de déchargement ne s'adapte particulièrement bien à aucun modèle existant. Il en résulte une difficulté considérable à obtenir des données de propriétés mécaniques valides pour ces types de matériaux. Une approche alternative, décrite ici, consiste à tenter de comprendre les formes de la courbe de chargement de la nanoindentation et ainsi modéliser quantitativement la relation entre le module d'Young, la dureté d'indentation, la géométrie du pénétrateur et le déplacement maximal résultant pour une charge donnée [16,17].

Cette recherche [6] décrit le développement et le raffinement d'une approche précédente de Loubet et al. [7] initialement suggéré pour un pénétrateur Vickers, mais appliqué ici pour comprendre les facteurs qui contrôlent la forme de la courbe de chargement lors d'expériences de nanoindentation avec un pénétrateur pointu trigonal (Berkovich). La charge et le déplacement détectés en continu fournissent une empreinte mécanique [6] de la réponse d'un matériau à la déformation à partir de laquelle, en principe, les paramètres de propriétés mécaniques traditionnels tels que le module d'Young (E) et la dureté (H) peuvent être calculés. Pour une gamme de matériaux, la relation $P=K.h^2$ a été trouvée pour décrire le déplacement du pénétrateur, h , en fonction de la charge appliquée, P . Pour chaque matériau, K , peut être prédit à partir du module d'Young (E) et de la dureté (H).

Le résultat est que si E ou H est connu, alors l'autre peut être calculé à partir de la courbe de chargement expérimentale. Cette approche offre une alternative intéressante à la modélisation par éléments finis et constitue une approche facile à gérer pour ceux cas où l'analyse des courbes de déchargement est impossible.

II.4.1.1. ANALYSE DES COURBES DE CHARGEMENT DE LA NANOINDENTATION

Une grande attention a été accordée à la compréhension et à l'analyse de la courbe de déchargement pour obtenir des données sur la surface de contact, la dureté et le module d'élasticité [12,13] à ces petites échelles. Ces approches ont été appliquées à l'origine à des matériaux homogènes en vrac tels que la silice fondue, le tungstène et l'aluminium.

De manière générale, nous suivons l'approche utilisée par Loubet et al. [7] et décomposer la déformation totale en pièces en plastique et en plastique. Cependant, nous utiliserons des hypothèses de départ plus simples. Ainsi, si le matériau à indenter est du plastique rigide, un rayon de contact caractéristique, a , peut être exprimé par :

$$a = \sqrt{\frac{P}{H}} \quad (\text{II.2})$$

Où P est la charge et H la dureté (qui est constante supposée avec une charge décroissante).

Pour les pénétrateurs coniques et pyramidaux, la profondeur plastique d'indentation h_p est directement liée au rayon caractéristique du contact a par [6]:

$$h_p = \gamma_1 \cdot a \quad (\text{II.3})$$

Où γ_1 est une constante qui dépend de la section transversale et de l'angle du pénétrateur particulier utilisé et relie ainsi notre rayon de contact "caractéristique" aux géométries réelles du pénétrateur. Pour un tétraèdre, tel que le pénétrateur de Berkovich, γ_1 pourrait être calculé par des méthodes d'éléments finis, mais dans cet article, nous l'introduisons comme une constante empirique. Cela conduit à:

$$h_p = \gamma_1 \cdot \sqrt{\frac{P}{H}} \quad (\text{II.4})$$

De plus, il existe une contribution élastique instantanée qui, par analyse dimensionnelle, ne peut avoir que la forme:

$$e = \gamma_2 \cdot \frac{P}{Ea} \tag{II.5}$$

Où E est le module de Young et γ_2 est une autre constante empirique.

Substitution à partir de l'équation (1) pour a et en additionnant les contributions élastique et plastique pour donner la profondeur totale de l'indentation h résulte de l'équation :

$$h = \gamma_1 \sqrt{\frac{P}{H}} + \gamma_2 \cdot \frac{P}{E} \sqrt{\frac{H}{P}} \tag{II.6}$$

La manipulation de l'expression (5) donne la relation suivante:

$$h^2 = \left(\gamma_1 \cdot \sqrt{\frac{P}{H}} + \gamma_2 \cdot \frac{P}{E} \sqrt{\frac{H}{P}} \right)^2 \tag{II.7}$$

Peut-être étonnamment, étant donné la géométrie fixe de leur pénétrateur, Loubet et al. [7] ont constaté qu'ils obtenaient un meilleur ajustement aux données s'ils utilisaient une relation puissance-loi de la forme:

$$P = C \cdot h^n \tag{II.8}$$

Où C et n sont des constantes pour un matériau donné.

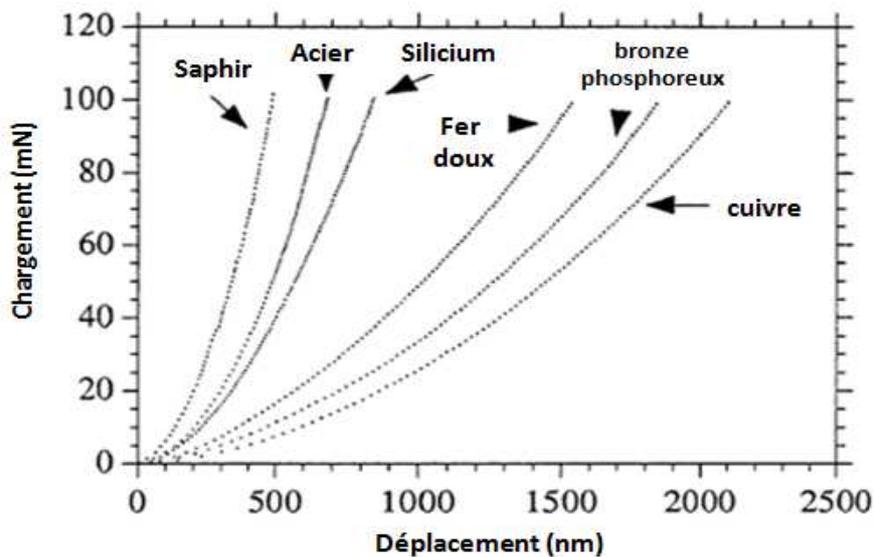


Fig. II.1. Une large gamme de valeurs hm résultant de la même charge maximale appliquée (100 mN) pour des courbes de chargement expérimentales de nanoindentation enregistrées pour six matériaux avec des combinaisons variables de valeurs E et h.[2]

Nous avons tracé nos données sur une échelle log-log pour voir si la relation de loi de puissance suggérée par Loubet semblait appropriée (Fig.II.1).

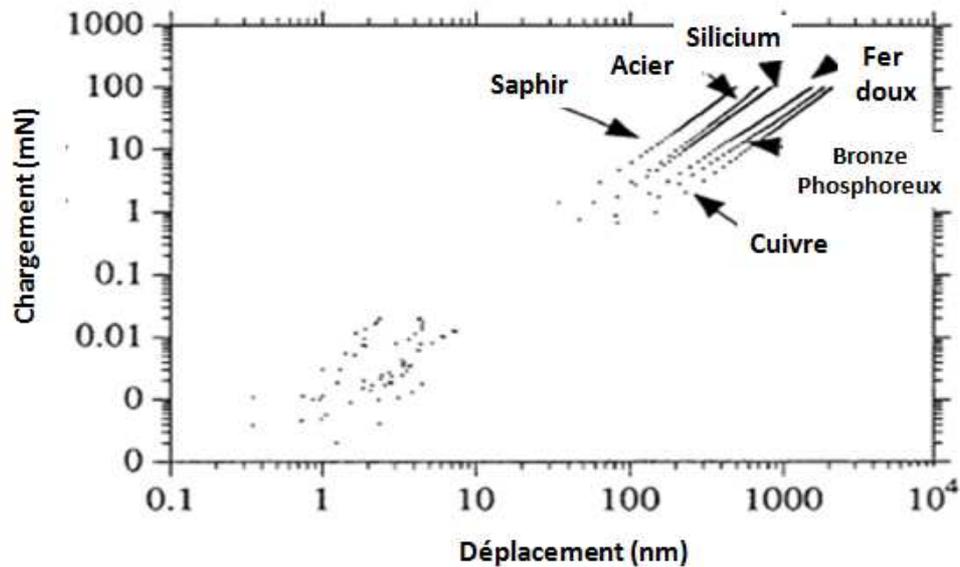


Fig. II.2. Les données de la Fig.II.1 reformaté en log-log afin de tester la relation de loi de puissance entre la charge (P) et le déplacement (d) suggérée par Loubet et al. (7).

Les résultats de l'analyse de la loi de puissance sont présentés dans le tableau I. (Remarque: par souci d'exhaustivité, les points de données en bas à gauche du graphique sont ceux enregistrés lorsque le pénétrateur entre pour la première fois en contact avec la surface, mais ceux-ci n'ont pas été utilisés dans le processus d'ajustement.)

Tableau. II.1. Valeurs C et n obtenu à partir de la loi de puissance s'adapte aux courbes de chargement de nanoindentation de six matériaux différents avec R, leurs coefficients de corrélation.

Matériel	C	n	R
cuivre	$47319 \cdot 10^{-8}$	1.5858	0.99831
bronze phosphoreux	$19398 \cdot 10^{-8}$	1.7483	0.99982
Saphir	$335660 \cdot 10^{-8}$	1.6500	0.99835
Silicium	$40093 \cdot 10^{-8}$	1.8500	0.99979
Fer doux	$92939 \cdot 10^{-8}$	1.5734	0.99983
Acier	$177800 \cdot 10^{-8}$	1.6559	0.99643

Les valeurs obtenues pour C et n à partir des moindres carrés correspondent aux tracés logarithmiques des courbes de chargement illustrées à la Fig.II.2. sont donnés dans le tableau I. Les valeurs de R , le coefficient de corrélation, sont également données.

À première vue, ces valeurs R montrent que la relation puissance-loi semble très bien s'adapter aux données puisque les coefficients de corrélation sont tous très proches de 1. Cependant, une autre caractéristique est que l'exposant n n'est jamais 2, mais est plus proche d'une valeur de $5/3$. Loubet et al. [7] a attribué cela aux couches écrouies à la surface des échantillons d'aluminium et d'acier et au fait que la géométrie de la pointe d'extrémité du pénétrateur pyramidal n'était probablement pas idéalement tranchante. Pour les matériaux donnés ici, cet argument pourrait éventuellement être étendu à une couche écrouie sur les échantillons d'acier et de cuivre, mais est moins susceptible d'être valable pour les échantillons de céramique.

Les valeurs de γ_1 et γ_2 dans Eq.(II.7) peut maintenant être ajusté de manière à donner le plus près possible l'égalité de K_m et K_{exp} pour une large gamme de matériaux. Les valeurs dérivées étaient $\gamma_1=0,194$ et $\gamma_2=0,930$.

Dans l'ensemble de la gamme de matériaux que nous avons étudiés, ces valeurs étaient pratiquement constantes, mais devraient changer pour une géométrie de pénétrateur différente. La proximité de l'égalité résultante entre K et K_{exp} peut être jugée en inspectant la Fig. II.2. Il est clair qu'un très bon ajustement aux courbes de chargement pour une large gamme de matériaux peut être obtenu en utilisant la formulation.

$$P = \left(0.194 \sqrt{\frac{E}{H}} + 0.930 \sqrt{\frac{H}{E}} \right)^{-2} h^2 \quad (II.9)$$

Les valeurs obtenues pour les matériaux représentés sur les Fig.II.2.4. et dans le tableau I sont indiqués dans le tableau II avec la corrélation entre K_m et K_{exp} . En regardant de près la figure, on peut voir que l'un des points au milieu de la plage ne s'adapte pas aussi bien à la ligne droite que le reste des points. Ce point est pour le silicium qui est connu pour subir une transformation de phase sensible à la pression.[18-20]

L'objectif initial était de pouvoir comprendre les facteurs qui contrôlent h_m , le déplacement maximal subi par le pénétrateur pour une charge donnée lors d'essais d'indentation d'enregistrement en continu (par exemple, la nanoindentation). Le modèle résultant fournit un

moyen puissant mais simple de prédire h , le déplacement d'indentation en fonction de la charge appliquée, P , pour une large gamme de matériaux. Non seulement l'analyse fournit-elle un complément inestimable à d'autres méthodes (par exemple, l'analyse par éléments finis), mais elle permet également de prédire les valeurs de E et h à partir du comportement de la courbe de chargement.

Une approche précieuse dans le nombre croissant de cas où les courbes de déchargement présentent des formes difficiles à analyser par des méthodes établies (par exemple, les systèmes revêtus.) Les points spécifiques suivants sont ressortis de ce travail.

(1) Partant d'hypothèses fondamentales sur la nature de la déformation élastique et plastique, nous avons pu affiner le "facteur élasto-plastique" de Loubet qui relie P et h .

(2) En étudiant la réponse pour une gamme de matériaux de valeurs E et h très différentes, il a été démontré que la loi de puissance de Loubet s'adaptant à une relation entre P et h est moins appropriée que la loi carrée attendue dépendance. Bien que nous ayons observé des variations de la corrélation P/h^2 à de très petits déplacements où l'effet d'arrondi de la pointe devrait être significatif, nous avons montré que la relation P/h^2 tient bien pour un pénétrateur Berkovich.

(3) À partir des données expérimentales, des constantes appropriées ont été calculé pour le facteur élastique-plastique, K_{exp} , qui permettent de bien modéliser la prédiction de la forme et de la position des courbes de chargement de déplacement de charge. Les constantes résultantes, f et c , apparaissent à valeur unique pour la gamme de matériaux que nous avons étudiés, mais qui sont attendus pour varier avec la géométrie du pénétrateur et doit donc être recalculé si l'une ou l'autre des formes de pénétrateur différentes est utilisée ou si les zones de contact réelles plutôt que les zones projetées sont utilisé pour calculer les valeurs de dureté.

(4) Non seulement le modèle permet-il la forme et position des courbes de chargement à prédire si E et H sont déjà connu, mais dans les cas où un seul de ces valeurs est connue, elle permet à l'autre d'être calculé.

(5) L'analyse prédit que les courbes de chargement pour une large gamme de matériaux présentant des élasto-plastiques les déformations peuvent toutes être mises à l'échelle sur une courbe principale.

(6) On croit qu'une autre utilisation puissante pour le modèle consiste à identifier les cas où le comportement de le matériau s'écarte considérablement de celui prévu, par exemple, en raison des transformations de densification induites par la charge dans des matériaux tels que le silicium [20] ou dans les cas où la dureté (H) n'est pas une constante indépendante d'échelle de contact. D'autres travaux dans ce domaine seront publiés plus tard.

(7) En tant qu'observation générale, comparant le comportement de matériaux de dureté égale mais d'élasticité différente le module entraîne le déplacement des courbes de charge vers des plus petits déplacements maximaux à mesure que le module augmente. Dans ces cas, l'augmentation du module agit de manière à augmenter la raideur du contact de taille constante dictée par la dureté. Cependant, aucune variation aussi simple n'est attendue avec la variation d'une dureté de matériau pour un module constant.

II.4.2. LES TRAVAUX DE K. ZENG ET D. ROWCLIFFE [8] EN 1996

Les courbes de pénétration de la charge d'indentation à partir d'indentations nettes (indentation Vickers et nanoindentation) sur plusieurs matériaux céramiques ont été analysées [8] à l'aide de nouveaux modèles numériques tridimensionnels éléments finis (FEM, basés sur des calculs élastiques et élastoplastiques. Les résultats ont conduit à une méthodologie générale pour analyser les courbes de pénétration obtenues à partir des indentations Vickers et des nanoindentations sur des matériaux massifs.

On constate qu'il est nécessaire de procéder à des analyses séparées pour les courbes de chargement et de déchargement [8], bien que les analyses soient liées. Grâce à une analyse détaillée des courbes de profondeur de charge, des informations relatives à diverses propriétés mécaniques de compression sont obtenues à partir de différentes parties des courbes de pénétration de charge.

À partir de la courbe de chargement, la dureté, la contrainte de rendement, l'écroutissage, le déplacement de surface et la taille de la zone plastique sont obtenus, tandis que le module d'élasticité est obtenu à partir de la courbe de déchargement.

Les courbes de pénétration de charge d'indentation rapportées expérimentalement à la fois des indentations Vickers et des nanoindentations pour différents verres et céramiques sont analysées en détail à l'aide de la méthode développée ici. Diverses propriétés mécaniques sont obtenues à partir de telles courbes et montrent un bon accord avec les valeurs de la littérature.

Les effets de la fissuration sur ces propriétés sont également discutés en association avec les dommages induits par l'indentation [8].

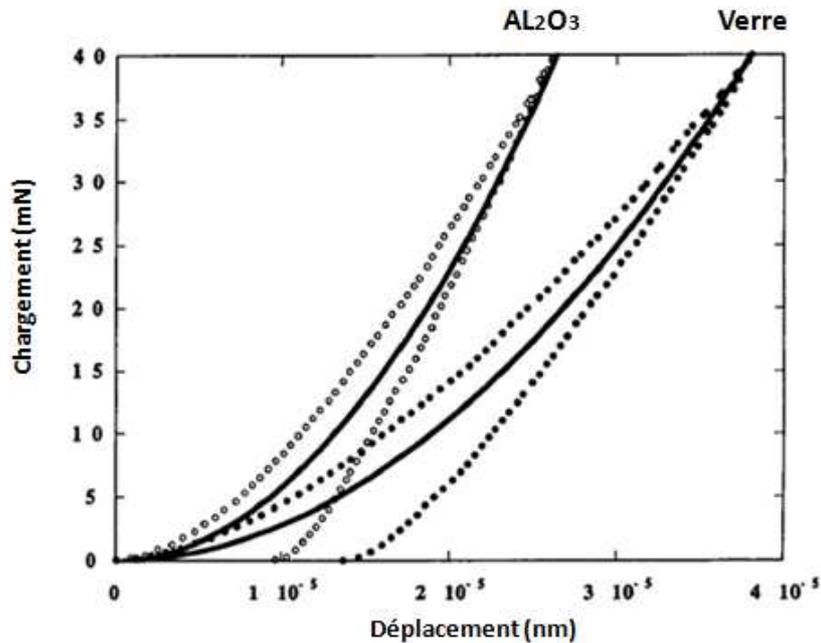


Fig.II.3. Courbes de pénétration de charge d'indentation Vickers typiques (○, ◐) et courbes de charge calculées (-) à partir du modèle FEM pour le verre sodocalcique et Al₂O₃ [8].

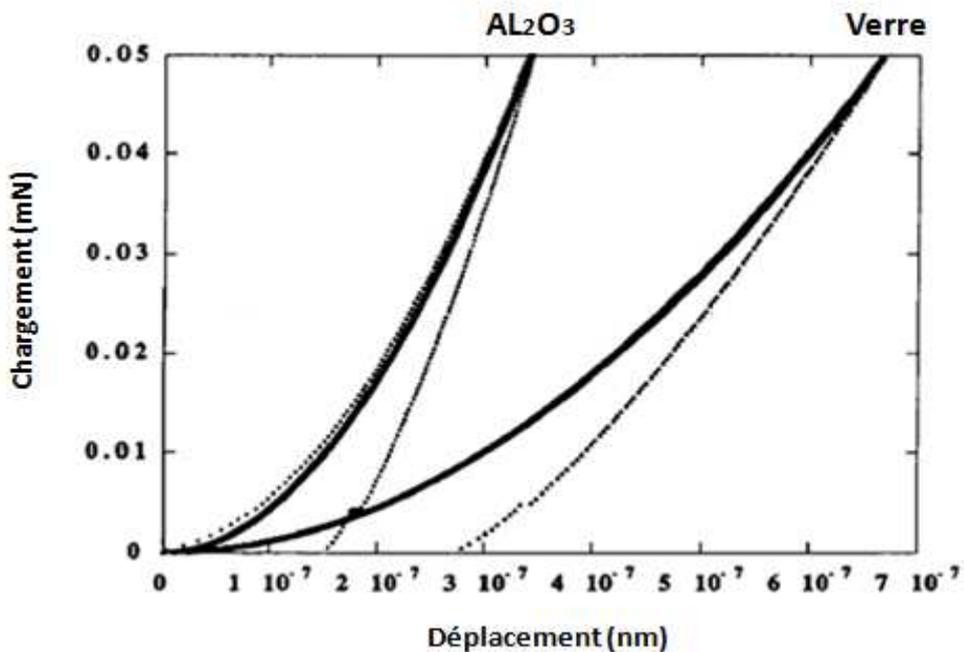


Fig. II.4. Courbes typiques de pénétration de charge de nanoindentation (■, ▲) et courbes de chargement calculées (-) à partir du modèle FEM pour le verre sodocalcique et , Al₂O₃. réf

Ici, P_m et h_m sont la charge maximale et la profondeur de pénétration totale respectivement à la fin du chargement, $f(\nu)$ est une fonction faible du coefficient de Poisson et est de 1,9602

pour l'indentation Vickers et de 2,196 pour l'indentation Berkovich, en supposant une valeur de 0,25 pour le coefficient de Poisson. Le module de Young peut alors être exprimé par (à $h = h_m$) :

$$E = \frac{\left(\frac{dP}{dh}\right)^2}{4f(v)P_m} \quad (II.10)$$

Où dP/dh est la rigidité de contact moyenne dans la plage de $0,8.P_m < P < P_m$ et est déterminée numériquement par des différences finies à partir des données de déchargement.

Liste des matériaux, duretés Vickers, modules de Young, rapports H/E et informations issues de l'analyse des expériences d'indentation Vickers.

Matériels	H (GPa)	E (GPa)	H/E	β	σ_y (GPa)	σ_s/σ_y	E/ σ_y	E_{ul} (GPa)	D
verre sodocalcique	5-1	70	0-073	4-53	2-45	2-0	28-6	30-0	0-57
AL ₂ O ₃ à grains fins	13-2	380	0-035	5-68	6-34	1-3	58-8	190-0	0-50
B ₄ C	25-0	450	0-056	7-52	12-00	1-7	37-1	253-0	0-44
TiB ₂	20-5	367	0-056	7-36	9-84	1-7	37-1	264-0	0-28
WC-6%Co	13-1	640	0-021	4-87	6-40	1-1	100-0	430-0	0-33
SiC	19-2	440	0-044	5-88	9-22	1-5	47-6	190-0	0-57
3%Y-PSZ	11-0	205	0-054	5-63	5-28	1-6	38-5	160-0	0-22
10%Y-FSZ	10-6	208	0-051	5-30	5-09	1-6	40-0	170-0	0-18
Si ₃ N ₄ pressé à chaud	14-6	325	0-045	5-83	7-01	1-5	45-5	190-0	0-42

La Fig. II.3. montre quelques courbes de pénétration de charge Vickers typiques pour plusieurs matériaux, et la Fig.II.4. Montre quelques courbes typiques de pénétration de charge de nanoindentation sur le verre et l'Al2O3. La dureté Vickers mesurée à partir de la taille de l'indentation et le module d'Young de la littérature sont répertoriés dans le tableau.

Il est clair que les courbes de chargement calculées (Vickers) sont toujours inférieures aux courbes expérimentales Fig. II.3. Puisque la surface incluse dans la courbe de pénétration de la charge est égale à l'apport d'énergie pendant un cycle d'indentation, cela indique que les courbes expérimentales incluent plus d'énergie que les courbes calculées.

Il est à noter que les courbes calculées sont basées sur le modèle FEM qui n'incluait pas les effets de la fissuration induite par l'indentation Vickers à forte charge.

L'indentation est une technique puissante pour déterminer les propriétés mécaniques des matériaux fragiles. Outre les avantages généraux de la petite éprouvette et de la technique simple, les courbes de pénétration de la charge obtenues à partir d'une indentation contrôlée

contiennent des informations sur les principales propriétés élastiques et de compression plastique.

Cette recherche [8] a résumé les progrès récents dans l'indentation contrôlée et a montré comment les propriétés et les informations sur les caractéristiques de déformation peuvent être obtenues en utilisant les résultats d'analyses FEM 3D complètes pour les indentations Vickers et Berkovich.

À partir de la partie de chargement des courbes de pénétration de la charge, la contrainte d'élasticité, l'écrouissage et la dureté peuvent être obtenus si le module d'Young pour le matériau d'essai est connu. La raideur élastique de la zone échanquée peut être obtenue en déchargeant une partie de la courbe.

Si la charge d'indentation est suffisamment élevée pour introduire des dommages tels que des fissures, le module est toujours inférieur au module d'Young obtenu à partir de techniques standard pour les matériaux massifs ou de la nanoindentation.

La nanoindentation à très faible charge est liée à l'indentation Vickers à forte charge. Selon les matériaux et les charges utilisés dans les expériences, la nanoindentation peut être comparée soit à l'indentation Vickers sur des matériaux amorphes, soit à l'indentation Vickers sur des matériaux monocristallins.

Dans chaque cas, les informations de l'indentation Vickers peuvent être utilisées pour comprendre les informations des nanoindentations.

De plus, l'analyse du déchargement de la nanoindentation montre que, pour obtenir les propriétés élastiques d'une indentation nette, il faut utiliser à la fois une faible charge et un taux de déchargement lent dans les expériences.

II.4.3. LES TRAVAUX DE Y.-T. CHENG ET C.-M. CHENG [9] EN 1998

Le travail effectué pendant l'indentation est examiné à l'aide d'une analyse dimensionnelle et de calculs par éléments finis pour l'indentation conique dans des solides élastiques-plastiques avec écrouissage. Une relation approximative entre le rapport dureté/module d'élasticité et le rapport travail irréversible/travail total en indentation est trouvée. Par conséquent, le rapport dureté/module d'élasticité peut être obtenu directement à partir de la mesure du travail d'indentation. Avec une relation bien connue entre le module d'élasticité, la pente de déchargement initiale et la surface de contact, une nouvelle méthode est ensuite suggérée pour

estimer la dureté et le module des solides en utilisant une indentation instrumentée avec des pénétrateurs coniques ou pyramidaux.

En utilisant une approche de mise à l'échelle des problèmes d'indentation développée antérieurement, [21,22] cette recherche révèle la relation approximative entre le rapport dureté/module d'élasticité et le rapport travail irréversible/ travail total en indentation.

Par conséquent, le rapport dureté/module d'élasticité peut être obtenu directement à partir de la mesure du travail d'indentation.

Avec une relation bien connue entre le module d'élasticité, la pente de déchargement initiale et la surface de contact, une nouvelle méthode est ensuite suggérée pour estimer la dureté et le module des solides en utilisant une indentation instrumentée avec des pénétrateurs coniques ou pyramidaux.

Il ressort de la Fig.II.5. que tous les points de données se trouvent approximativement sur une seule courbe. Par conséquent, nous pouvons écrire:

$$\frac{H}{E^*} \approx \Pi_0 \left(\frac{W_{\text{tot}} - W_u}{W_{\text{tot}}} \right) \quad (\text{II.11})$$

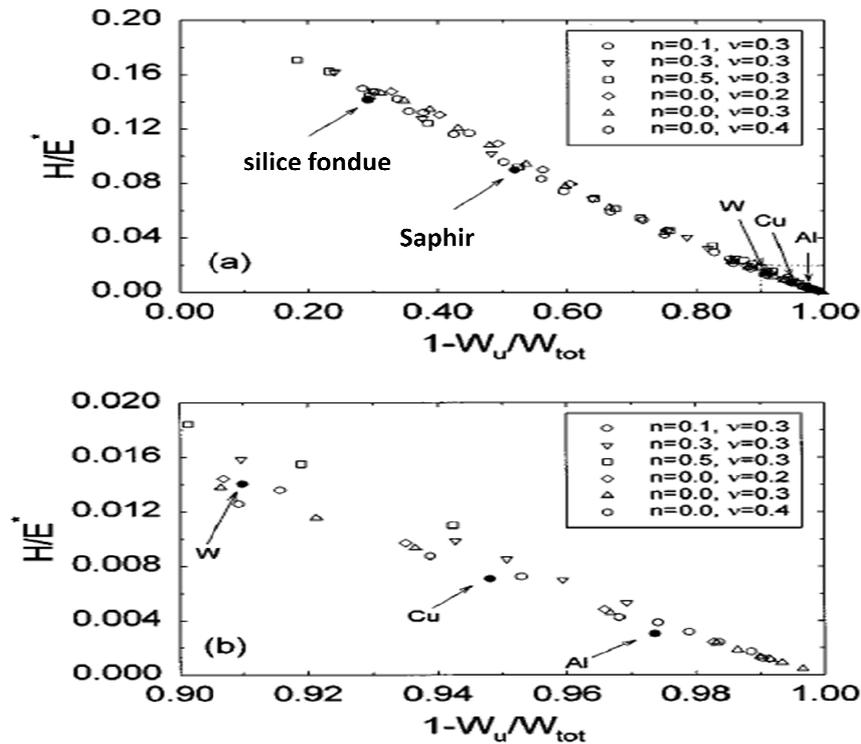


Fig. II.5. Relation entre H/E^* et $(W_t/W_u)/W_t$ incluant les données des calculs par éléments finis pour les pénétrateurs coniques et les résultats expérimentaux pour quelques matériaux utilisant des pénétrateurs pyramidaux. (a) pour $0.0 < (W_t/W_u)/W_t < 1.0$ et (b) pour $0.9 < (W_t/W_u)/W_t < 1.0$

Où dF/dh est la pente de déchargement initiale et A est la surface de contact projetée évaluée à h_m . L'équation (10) a d'abord été dérivée pour l'indentation en solides élastiques [21,23] De plus, nous avons montré analytiquement que Eq.(10) valable même pour les matériaux avec écrouissage et contrainte initiale.). Utilisation de l'éq. (10) et la définition de la dureté à pleine charge, on obtient :

$$(II.12)$$

La précision peut être améliorée en remarquant la dépendance à l'écrouissage, en particulier lorsque H / E^* est petit, à condition que l'exposant d'écrouissage, n , soit connu. Alternativement, la procédure Oliver et Pharr peut être utilisée pour estimer la surface de contact afin de déterminer H et E^* , car cette méthode est raisonnable pour les matériaux qui durcissent modérément [24].

II.4.4. LES TRAVAUX DE Y. SUN, Y. ZHENG, T. BELL ET J. SMITH [5] EN 1999

En raison des petits déplacements impliqués dans la nanoindentation, un étalonnage approprié de la géométrie de la pointe du pénétrateur et de la conformité du cadre de charge est devenu très important pour obtenir des propriétés mécaniques fiables des matériaux d'essai [14,15,24]. Idéalement, un excellent pénétrateur doit être utilisé à petite échelle de l'indentation des expériences. Cependant, tous les pénétrateurs ont en pratique un certain degré de rondeur. Cette déviation d'un pénétrateur expérimental par rapport à une netteté idéale peut avoir une influence significative sur la détermination de la surface de contact [6,25].

La méthode d'éléments finis a été utilisée pour simuler le processus d'indentation d'une variété de matériaux élastiques-plastiques isotropes indentés par un pénétrateur conique rigide avec une pointe parfaitement pointue et des pointes rondes de rayons variés. L'analyse des courbes de chargement obtenues a montré [5] que la conformité du cadre de charge C_f de l'instrument de nanoindentation et la rondeur de pointe r du pénétrateur peuvent être déterminées à partir de la courbe de chargement. Dans une expérience d'indentation réelle, les données brutes de charge-profondeur obtenues pendant l'étape de chargement peuvent être décrites par la dépendance polynomiale du second ordre de la profondeur sur la racine carrée de la charge, à partir de laquelle les valeurs C_f et r sont déterminées. Une procédure expérimentale a donc été proposée pour l'étalonnage C_f et r en utilisant les courbes de chargement d'un matériau dur et isotrope. Des expériences de nanoindentation sur silice fondue démontrent la fiabilité de la technique proposée pour un étalonnage précis et rapide des C_f et r .

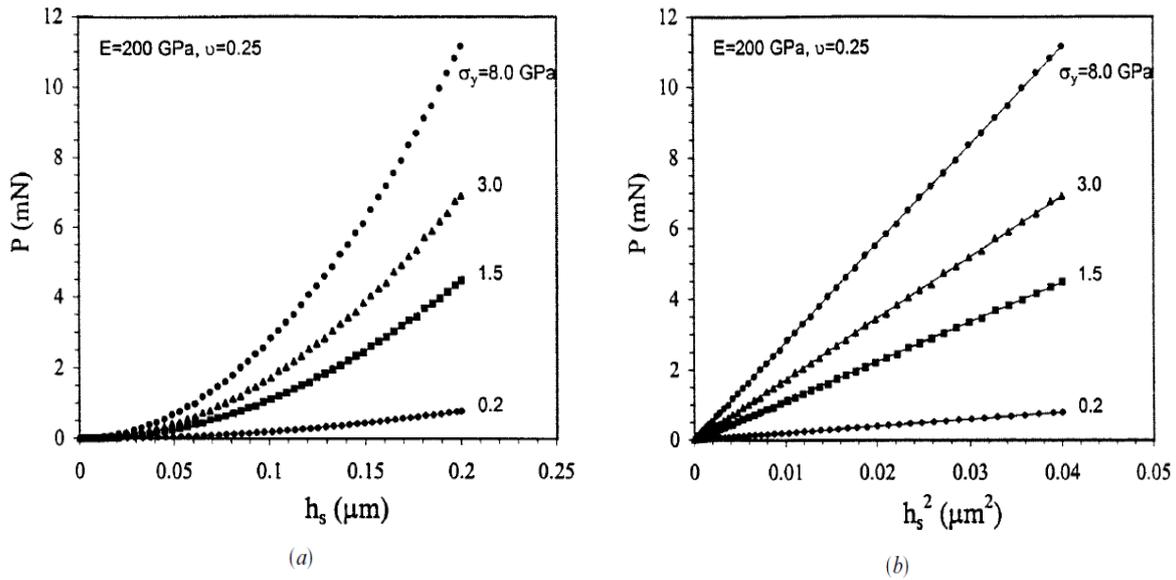


Fig. II.6. Courbes de charge générées par le calcul de F,E pour des matériaux élastiques parfaitement plastiques avec différentes limites d'élasticité σ_y ; (a) tracés de P contre h_s ; (b) tracés de P contre h_s^2 [5].

..

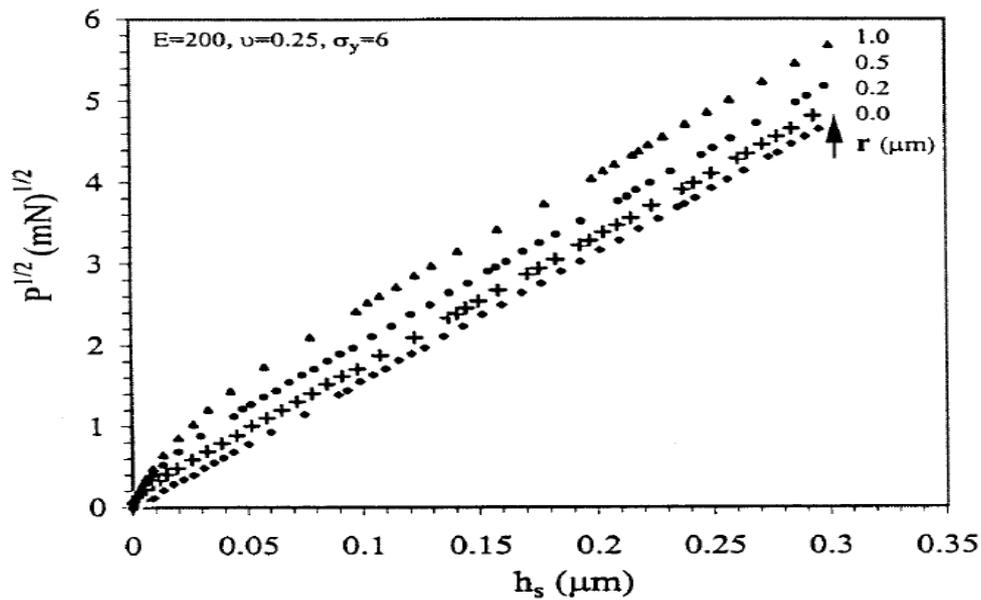


Fig. II.7. Tracés de $P^{1/2}$ en fonction de h_s

Pour les courbes de chargement générées par le calcul de FE pour le matériau avec un module d'Young égal à 200 GPa, un coefficient de Poisson égal à 0,25 et une limite élastique de 6 GPa, en retrait par des pénétrateurs avec différents rayons de pointe [5] .

Les résultats encourageants de l'analyse FE concernant la détermination de r à partir des courbes de chargement ont conduit à une réflexion plus approfondie sur l'étalonnage de la conformité du châssis de charge en utilisant les mêmes courbes de chargement.

Dans les expériences réelles d'indentation, c'est le déplacement total h , avec la contribution h_s de l'éprouvette et la contribution h_f du châssis porteur qui est mesuré par l'instrument.

$$h = C_f P + K^{-\frac{1}{2}} P^{\frac{1}{2}} \tag{II.13}$$

Les résultats prometteurs de l'analyse ci-dessus des courbes de chargement générées par les calculs FE ont conduit à la proposition d'une technique expérimentale pour l'étalonnage de la conformité du cadre de charge et du rayon de la pointe du pénétrateur à l'aide de la courbe de chargement.

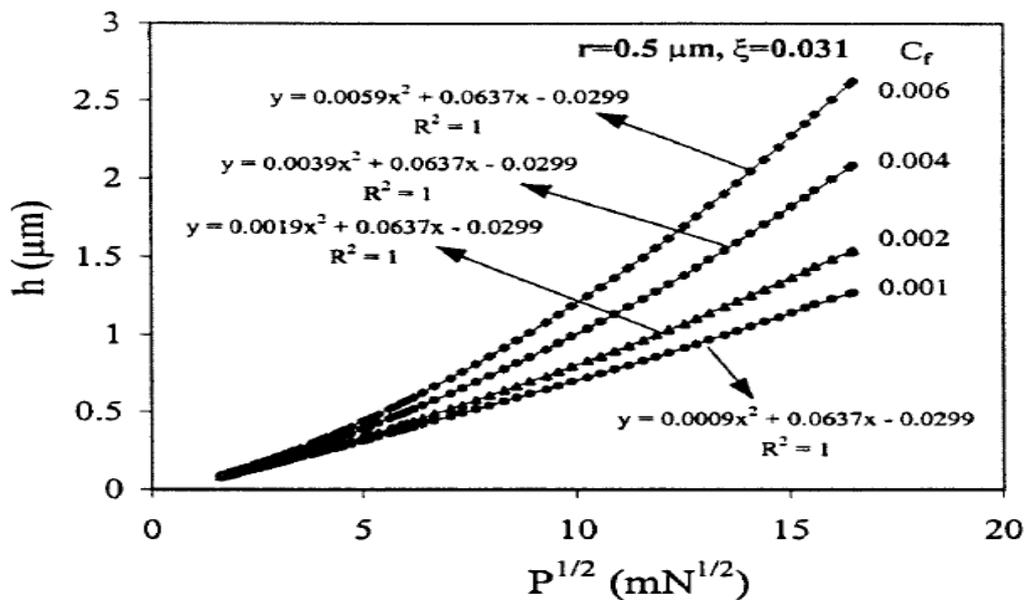


Fig. II.8. Tracés de h en fonction de $P^{1/2}$ [5]

Pour les courbes de chargement générées par le calcul de FE pour le matériau avec un module d'Young égal à 200 GPa, un coefficient de Poisson égal à 0,25 et une limite élastique de 6 GPa, indenté par un pénétrateur avec un rayon de pointe de 0,5 mm. Les données de profondeur sont superposées à diverses valeurs C_f de conformité au cadre de charge supposées. Chaque tracé est équipé de la fonction polynomiale du second ordre indiquée.

Basé sur l'analyse des courbes de chargement isotrope matériaux générés par éléments finis, calculs, il est démontré que le châssis de chargement de la conformité des F_c de la

nanointentation instrument et la pointe de la rondeur, de la r de l'indenteur peut être déterminée à partir du chargement de la courbe. Dans une expérience d'indentation réelle, les données brutes enregistrées sur la profondeur de charge pendant l'étape de chargement peuvent être décrites par la dépendance polynomiale du second ordre de la profondeur sur la racine carrée de la charge. A partir des constantes de la fonction polynomiale ajustées aux données de chargement, les valeurs C_f et r sont déterminées.

Une procédure expérimentale a été proposée [5] pour l'étalonnage C_f et r en utilisant une ou plusieurs courbes de chargement d'un matériau dur et isotrope tel que la silice fondue.

Des expériences de nanoindentation sur silice fondue démontrent la fiabilité de la technique proposée [5] pour l'étalonnage C_f et r . Cette technique surmonte plusieurs inconvénients associés aux techniques d'itération et d'imagerie directe bien établies et peut donc être utilisée pour un étalonnage instantané et rapide de la conformité du cadre de charge et du rayon de la pointe du pénétrateur.

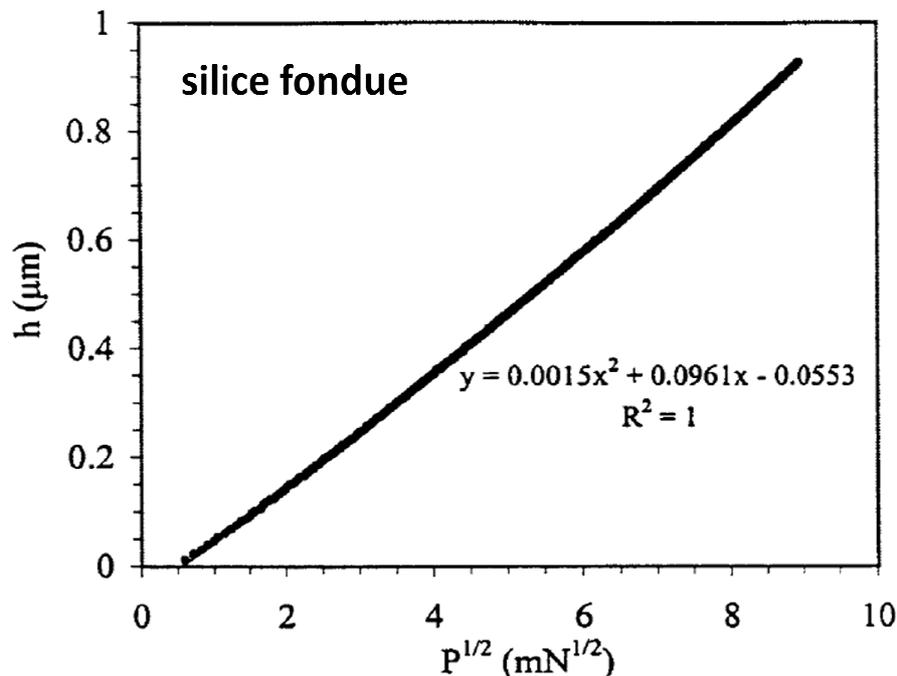


Fig. II.9. Tracés de h contre $P^{1/2}$

Tracés pour les données de chargement mesurées expérimentalement pour la silice fondue [5]. Les données sont ajustées avec précision avec la fonction polynomiale du second ordre

indiquée, à partir de laquelle la conformité du cadre de charge et le rayon de la pointe du pénétrateur sont obtenus (équation (12)).

L'utilisation de courbes de chargement pour la conformité du cadre de chargement et l'étalonnage de la rondeur de la pointe du pénétrateur peut évidemment surmonter plusieurs inconvénients associés aux techniques d'itération et d'imagerie directe.

Premièrement, la quantité de travail expérimental est considérablement réduite car seules quelques courbes de chargement sont nécessaires à des fins d'étalonnage.

Deuxièmement, seules les données produites par des charges maximales relativement élevées sont utilisées, éliminant les erreurs inhérentes à la réalisation de petits retraits. Troisièmement, il n'est pas nécessaire d'évaluer l'aptitude au déchargement et la profondeur de contact. Ceci élimine les erreurs impliquées dans la dérivation de ces paramètres et l'influence possible d'enfoncement et d'empilement de matériaux.

Enfin, la technique est simple et facile à appliquer et peut donc être utilisée pour un calibrage instantané et rapide du système et de la pointe du pénétrateur.

Les résultats théoriques et expérimentaux obtenus jusqu'à présent indiquent que l'erreur impliquée dans l'étalonnage de C_f et r par la technique proposée [5] est inférieure à 10%.

Cependant, la précision de la détermination de C_f et r est affectée par plusieurs facteurs: la détection d'une profondeur de contact nulle, la charge initiale appliquée, l'état de surface de l'échantillon standard et la géométrie du pénétrateur. Des travaux expérimentaux plus détaillés sont nécessaires pour résoudre ces problèmes.

II.4.5. LES TRAVAUX DE MALZBENDER, G. DE WITH, J. DEN TOONDER [11] EN 2000

L'avantage par rapport aux expressions précédemment utilisées [1-5] est qu'aucune constante empirique supplémentaire n'est nécessaire. Une comparaison entre la nouvelle expression et les résultats des calculs par éléments finis montre un excellent accord.

II.4.5.1. HYPOTHESES IMPLICITES

Diverses hypothèses implicites [11] ont été formulées dans la dérivation de l'équation (12). Le plus important est que la dureté est supposée être une constante, indépendante de la profondeur d'indentation, malgré le fait que des effets de taille d'indentation (SE) sont connus pour se produire. Ces effets sont souvent liés à l'érouissage, qui n'est donc pas inclus ici. Cependant, comme l'ont également souligné Hainsworth et al. [6], si, au cours d'une expérience, la forme de la courbe de chargement change à mesure que la charge change, le modèle montre que cet effet doit être dû à une variation de dureté, car on peut s'attendre à ce que le module d'Young reste constant avec du tartre (au moins pour les matériaux en vrac plutôt que pour les systèmes enduits). Ainsi, des changements subtils dans la forme de la courbe peut aider à déterminer si des effets secondaires se produisent.

II.4.5.2. FORMULATION D'EXPRESSION ANALYTIQUE

Nous avons dérivé une expression analytique pour la relation charge-profondeur pendant le chargement dans une expérience d'indentation, à savoir Eq. (II.14) suivante :

$$P = E_r \left(\frac{1}{\sqrt{c}} \sqrt{\frac{E_r}{H}} + \epsilon \sqrt{\frac{\pi}{4}} \sqrt{\frac{H}{E_r}} \right)^{-2} (h + \epsilon)^2 \quad (\text{II.14})$$

L'avantage par rapport aux relations similaires dérivées précédemment est que notre équation ne contient aucune constante empirique supplémentaire. Une comparaison entre la nouvelle expression et les résultats d'un calcul par éléments finis a montré un excellent accord pour un matériau élastique non durcissant–parfaitement plastique.

Une question intéressante pour les recherches futures sera l'influence de l'érouissage sur la relation $P-h^2$ dans l'indentation.

L'équation (II.14) fournit une expression analytique qui peut être utilisé pour prédire la réponse de nanoindentation d'un matériau si les valeurs E et H du matériau sont connues et si la géométrie de la pointe du pénétrateur est connu. De plus, E ou H peuvent être déterminés si l'un ou l'autre est connu.

Notez que l'éq. (II.14) n'est valable que pour $h_c > d$. En pratique, un bon pénétrateur a un rayon de pointe d'environ 100 nm, ce qui correspond à un d inférieur à 6 nm lorsque C est en Eq. (II.15) est égal à 24,5.

$$A_c = C(h_c + \epsilon)^2 \tag{II.15}$$

Presque toujours, les empreintes seront plus profondes en pratique, de sorte que la condition $h_c > d$ n'est pas restrictive dans les situations pratiques.

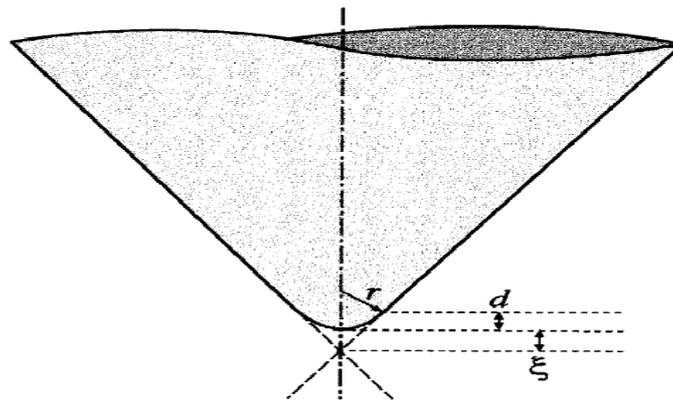


Fig. II.10. Diagramme schématisant la géométrie d'une pointe de pénétrateur arrondie [11].

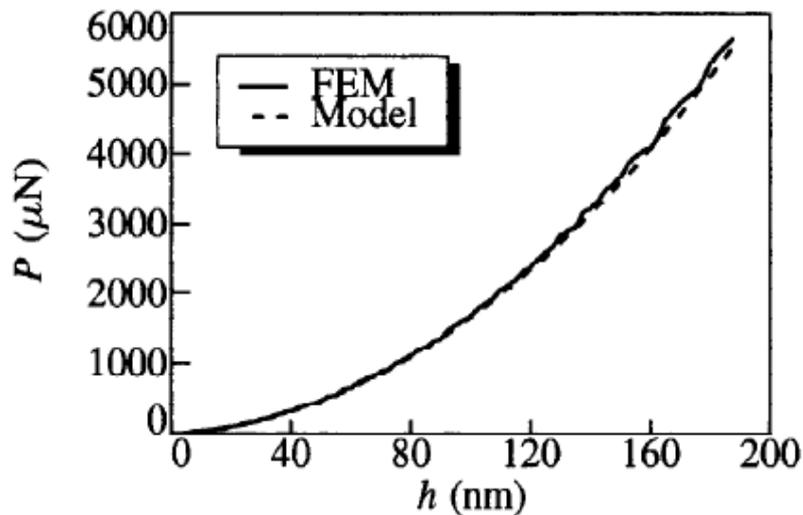


Fig. II.11. Comportement de déplacement de charge d'indentation calculé à partir de FEM et prédit par le modèle donné par Eq. (12) avec les valeurs appropriées substituées à toutes les quantités [11].

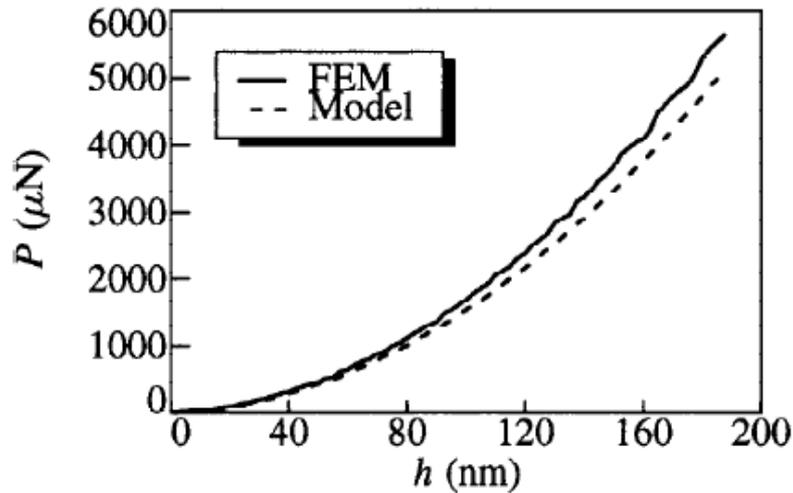


Fig. II.12. Le comportement de déplacement de la charge d'indentation tel que calculé à partir de FEM et celui prédit par le modèle proposé par Hainsworth et al. [6]. Les valeurs appropriées ont été substituées à toutes les quantités.

L'avantage par rapport aux expressions précédemment utilisées est qu'aucune constante empirique supplémentaire n'est nécessaire. Une comparaison entre la nouvelle expression et les résultats des calculs par éléments finis montre un excellent accord.

II.5. CONCLUSION

Ce chapitre a analysé les réponses mécaniques des matériaux par indentation en s'appuyant sur divers modèles théoriques et ceux de simulations numériques. Il a mis en évidence la relation entre charge et profondeur d'indentation, permettant d'extraire des propriétés comme la dureté et le module d'Young. Ces avancées améliorent l'interprétation des essais d'indentation, notamment à l'échelle micro et nanométrique.

REFERENCE DU CHAPITRE II

- [1]. McHargue CJ. Surface mechanical properties using nanoindentation. In: Bhushan B, editor. *Micro/Nanotribology and its applications*. NATO ASI Series, vol 330. Dordrecht: Springer; 1997. p. 509-28.
- [2]. Page TF, Hainsworth SV. Using nanoindentation techniques for the characterization of coated systems: a critique. *Surf Coat Technol*. 1993 Dec 3;61(1-3):201-8.
- [3]. Tabor, D. (1951) *The Hardness of Metals*, Clarendon Press, Oxford.
- [4]. Samuels LE. Microindentations in metals. In: Blau P, Lawn BR, editors. *Microindentation techniques in materials science and engineering*. Philadelphia (PA): American Society for Testing and Materials; 1986. p. 5-25.
- [5]. Bishop RF, Hill R, Mott NF. The theory of indentation and hardness tests. *Proc Phys Soc*. 1945;57(3):147.
- [6]. Hainsworth SV, Chandler HW, Page TF. Analysis of nanoindentation load–displacement loading curves. *J Mater Res*. 1996;11(8).
- [7]. Loubet J-L, Georges J-M, Meille J. In: Blau PJ, Lawn BR, editors. *Microindentation Techniques in Materials Science and Engineering*. Philadelphia: American Society for Testing and Materials; 1986. p. 72–89.
- [8]. Zeng K, Rowcliffe D. Analysis of penetration curves produced by sharp indentations on ceramic materials. *Philos Mag A*. 1996;74(5):1107-1116. doi:10.1080/01418619608239711.
- [9]. Cheng YT, Cheng CM. Relationships between hardness, elastic modulus, and the work of indentation. *Appl Phys Lett*. 1998;73(5):614-616.
- [10]. Sun Y, Zheng Y, Bell T, Smith J. Indenter tip radius and load frame compliance calibration using nanoindentation loading curves. *Philos Mag Lett*. 1999;79(9):649-658.
- [11]. Malzbender J, de With G, den Toonder J. The $P-h^2$ relationship in indentation. *J Mater Res*. 2000;15(5):1453-1458.
- [12]. Page TF, Hainsworth SV. Using nanoindentation techniques for the characterization of coated systems: a critique. *Surf Coat Technol*. 1994;68-69:571-575.
- [13]. McGurk MR, Chandler HW, Twigg PC, Page TF. Using nanoindentation techniques for the characterization of coated systems: a critique. *Surf Coat Technol*. 1994;68-69:576-581.
- [14]. Doerner MF, Nix WD. A method for interpreting the data from depth-sensing indentation instruments. *J Mater Res*. 1986;1:601-609.
- [15]. Oliver WC, Pharr GM. An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments. *J Mater Res*. 1992;7:1564-1583.

[16]. Pharr GM, Tsui TY, Bolshakov A, Oliver WC. In: Børgesen P, Coburn JC, Sanchez JE Jr, Rodbell KP, Filter WF, editors. *Materials Reliability in Microelectronics IV*. Pittsburgh, PA: Mater. Res. Soc. Symp. Proc. 338; 1994. p. 127-134.

[17]. Swain MV, Menčík J. *Thin Solid Films*. 1994;253:204-11.

[18]. Hainsworth SV, Whitehead AJ, Page TF. Plastic deformation of ceramics. In: Bradt RC, Brookes CA, Routbort JL, editors. *Proceedings of the International Conference*; 1994 Aug 7-12; Snowbird, Utah. New York: Plenum Publ. Corp.; 1995. p. 173-84.

[19]. Page TF, Oliver WC, McHargue CJ. A study of the effects of different indentation test methods on measured mechanical properties. *J Mater Res*. 1992;7:450-72.

[20]. Hainsworth SV, Page TF. A study of the mechanical properties of coated systems using nanoindentation. *J Mater Sci*. 1994;29:5529-40.

[21]. Cheng Y-T, Cheng C-M. A scaling approach to conical indentation in elastic-plastic solids with work-hardening. GM Research and Development Center Publication R&D-8741. November 18, 1997. *J Appl Phys*.

[22]. Pharr GM, Oliver WC, Brotzen FR. Measurement of thin film mechanical properties using nanoindentation. *J Mater Res*. 1992;7:613.

[23]. Bolshakov A, Pharr GM. Measurement of hardness and elastic modulus by instrumented indentation: advances in understanding and refinements to methodology. *J Mater Res*. 1998;13:1049.

[24]. Whitehead AJ, Page TF. Thin solid films. *Thin Solid Films*. 1992;220:277.

[25]. Shih CW, Yang M, Li JCM. *J Mater Res*. 1991;6:2623.

Chapitre III :
Méthodologie de caractérisation
mécanique des matériaux par
indentation

III.1. INTRODUCTION

Le chapitre II consiste à mettre en œuvre une méthodologie rigoureuse pour déterminer les principales propriétés mécaniques du matériau étudié telles que la dureté d'indentation, le module d'élasticité réduit et celui du matériau, la rigidité de contact, l'expression de l'aire de contact pour différentes échelles.

En prenant en compte l'impact du mode de déformation sur la profondeur de contact, l'effet de la complaisance du bâti et l'impact du défaut de pointe de l'indenteur sur les résultats de caractérisation par la méthodologie d'indentation.

III.2. DIFFERENTES ECHELLES D'INDENTATION

La norme ISO 14577 établit trois gammes d'application de l'essai en fonction de la profondeur indentée (h) et de la force appliquée sur l'indenteur (P) :

$$\left\{ \begin{array}{l} \text{Nano si } h \leq 0,2 \mu\text{m} \\ \text{Micro si } 2N > P, h > 0,2 \mu\text{m} \\ \text{Macro si } 2N \leq P \leq 30 \text{ kN} \end{array} \right.$$

L'analyse des données pour obtenir les propriétés mécaniques est similaire pour les trois échelles, la principale différence résidant dans le choix de la fonction utilisée pour estimer l'aire de contact.

III.3. MISE EN ŒUVRE DE METHODOLOGIE D'INDENTATION

L'essai d'indentation instrumentée a été largement utilisé et étudié en raison de la facilité qu'il procure pour estimer les propriétés mécaniques des matériaux à partir de la courbe force-déplacement sur de petits volumes de matière [1, 2]. Les principales propriétés qu'il permet d'obtenir sont le module de Young et la dureté, mais le coefficient d'érouissage, la limite d'élasticité [3,4] et la ténacité à la rupture [5,6] peuvent également être calculés à partir des courbes force-déplacement enregistrées.

Cette technique permet d'étudier les propriétés mécaniques des matériaux à différentes échelles. Un matériau homogène peut être testé indifféremment en nano, micro ou macro indentation; au contraire, pour des matériaux hétérogènes, la réponse à l'indentation dépendra du volume plastifié sous l'indenteur [7].

II.3.1. ANALYSE DE COURBE CARACTERISTIQUE PAR INDENTATION

L'essai d'indentation permet, à partir des techniques expérimentales les plus récentes, d'obtenir deux propriétés mécaniques parmi les plus importantes, à savoir la dureté et le module d'élasticité du matériau. Après avoir identifié les paramètres physiques clés qui permettent de déterminer de façon séquentielle les propriétés mécaniques des matériaux examinés.

III.3.1.1. DETERMINATION DE PROFONDEUR DE CONTACT ET DE RIGIDITE DE CONTACT

L'indentation instrumentée puise ses sources de la définition du contact entre deux corps. En ce qui concerne, en particulier, l'indentation a fait l'objet d'investigation de plusieurs auteurs d'un point de vue mécanique. L'indentation instrumentée (ou Depth Sensing Indentation-DSI) évite l'observation de l'empreinte résiduelle d'indentation, contrairement au procédé conventionnel pour la détermination de la dureté. Dans un essai d'indentation instrumentée, la pointe en diamant est enfoncée à la surface de l'échantillon jusqu'à une valeur de charge maximale donnée comme en indentation conventionnelle ou jusqu'à une profondeur donnée. Quel que soit la méthode, on enregistre simultanément la charge ainsi que le déplacement de l'indenteur comme le montre la Fig.III.1. Cette figure est intéressante car elle visualise en des endroits clés la position de l'indenteur dans le matériau.

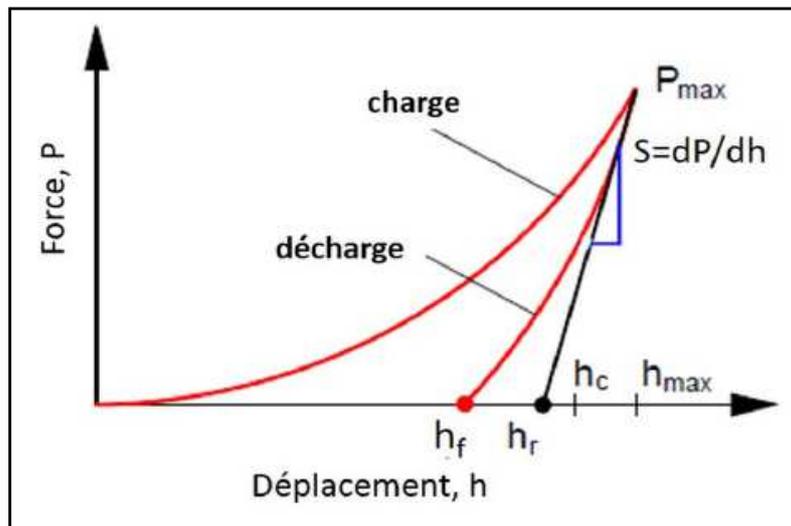


Fig. III.1. Représentation schématisée d'une courbe charge-déplacement obtenue lors d'une expérience de nanoindentation et paramètres nécessaires à l'analyse [8].

P_{max} : force maximale, $h_{max} = h_m$: déplacement maximum, h_f : profondeur résiduelle, h_r : profondeur plastique, S : raideur, et h_c : profondeur de contact.

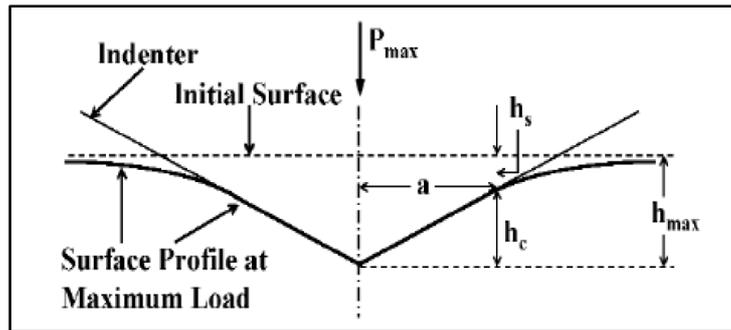


Fig. III.2. Représentation de la géométrie d'indentation à charge maximale pour un indenteur conique idéal [9].

Sur cette figure, on note les représentations de h_{\max} qui correspond à la profondeur maximale atteinte, de h_f qui est la profondeur résiduelle après retrait de l'indenteur, de h_r qui s'obtient par la pente de la courbe au déchargement (elle est notée h_c pour $\varepsilon=1$ sur la Fig.III.1.) et de h_c qui est la profondeur de contact utilisée dans le calcul de la dureté d'Oliver et Pharr [8] et qui est décalée de la profondeur h_R d'une quantité qui dépend du paramètre ε . Cette profondeur déduit de la valeur de h_f . La Fig.III.2.permet de mieux voir les différentes grandeurs déterminées en indentation instrumentée.

La méthode d'Oliver et Pharr s'appuie sur l'expression employée pour représenter la variation de la charge en fonction de la profondeur dans la partie déchargement de la courbe:

$$P = B. (h - h_f)^m \quad (\text{III.1})$$

Où P est la charge appliquée, h la profondeur enregistrée, h_f est déterminée après le retrait complet de l'indenteur, h_s est la différence entre h_{\max} et h_c . B et m sont des coefficients qui dépendent de la nature du matériau. Dans un travail récent, Chicot et

al. [10] suggèrent le rang entre 40-89% de la charge maximale P_{\max} pour une qualité meilleure de lissage.

Comme le montre la Fig.III.1, le calcul de h_r (h_c pour $\varepsilon=1$) s'obtient par intersection de la tangente à la courbe au déchargement (généralement appelée rigidité de contact et notée S), calculée au maximum de la charge appliquée, P_{\max} , avec l'axe des abscisses, soit:

$$h_r = h_{\max} - \frac{P_{\max}}{S_u} \quad (\text{III.2})$$

Où S_u est la pente de la courbe au déchargement calculée pour h égale à h_{\max} . Cette pente S_u s'obtient en dérivant l'équation:

$$S_u = \left(\frac{dP}{dh}\right)_{h=h_{max}} = m \cdot B \cdot (h_{max} - h_f)^{m-1} \quad (III.3)$$

La relation qui permet de calculer la profondeur du contact, h_c , est similaire à la relation (2) dans laquelle on a introduit un paramètre ε pour prendre en compte les déformations de l’empreinte (déflexion des faces –sink-in) [8]. Cette relation est la suivante :

$$h_c = h_{max} - \varepsilon \cdot \frac{P_{max}}{S_u} \quad (III.4)$$

Où la valeur de ε est fonction du type d’indenteur.

Cependant, lorsque l’on observe des déformations autour de l’empreinte dues à un reflux de matière (pile-up) [11], cette équation n’est plus applicable. Enfin, la valeur du paramètre ε dépend de la valeur de l’exposant m de la loi puissance [8].

Les valeurs théoriques des paramètres m et ε en fonction de la géométrie du contact, pour les trois formes les plus usuelles [8], ou m est l’exposant de la loi puissance et ε est le facteur utilisée dans la détermination de la profondeur de contact.

Toutefois, la valeur de 0.75 pour ε correspondant à $m=1.5$ est pratiquement toujours utilisée pour les indenteurs sphériques, coniques et pyramidaux.

III.3.1.2. IMPACT DU MODE DE DEFORMATION SUR LA PROFONDEUR DE CONTACT

La profondeur de contact utilisée, h_c , change selon le mode de déformation prédominant dans le matériau, comme le montre la figure ci-dessous:

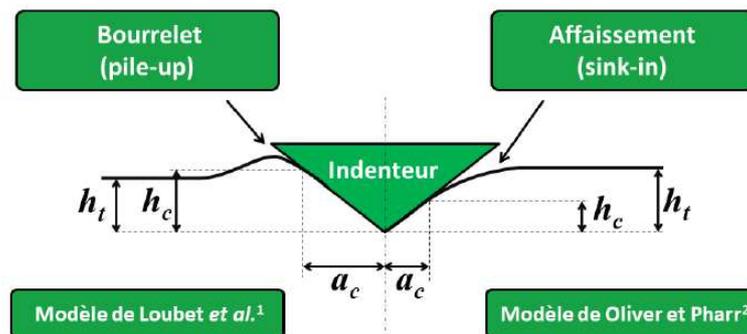


Fig. III.3. Courbe des modes de déformations sous indenteurs [7]

La méthode d’Oliver et Pharr [8] est utilisée quand le matériau présente une déflexion des faces de l’empreinte de dureté (sink-in) (Eq. (III.5)), et la méthode de Loubet et al. [11] quand le bourrelet (pile-up) est prédominant (Eq. (III.6)).

$$h_{c\text{-sink-in}} = h_{\max} - 0,75 \frac{P_{\max}}{S} \quad (\text{III.5})$$

$$h_{c\text{-pile-up}} = 1,2 \left(h_{\max} - \frac{P_{\max}}{S} \right) \quad (\text{III.6})$$

III.3.1.3. EXPRESSION DE L'AIRE DE CONTACT POUR DIFFERENTES ECHELLES

Comme nous l'avons rappelé lors de la définition de la dureté, on y fait intervenir une aire de contact entre l'indenteur et le matériau. Comme dans le cas de la dureté conventionnelle, on peut utiliser une aire projetée qui s'observe à la surface d'échantillon ou l'aire de contact réel qui prend en compte la surface des faces inclinées de l'empreinte.

III.3.1.3.1. Pour la macroindentation

La surface de contact projetée A_c , est un facteur clé pour le calcul des paramètres mécaniques. Pour une géométrie d'indenteur parfait, indenteur Berkovich pyramidal à trois faces et indenteur Vickers pyramidal à quatre faces, la surface de contact projetée est proportionnelle au carré de la profondeur de contact h_c , comme l'indique l'expression suivante:

$$A = 24.56h_c^2 \quad (\text{III.7})$$

Pour la macroindentation, l'aire de contact (Eq. (III.4)) est généralement considérée comme ayant la forme d'une pyramide parfaite car les déplacements ($>5 \mu\text{m}$) [10] sont très importants par rapport au défaut de pointe possible de l'indenteur.

III.3.1.3.2. Pour la nanoindentation

La fonction d'aire est une quantité critique à calculer, particulièrement en nano et microindentation avec les indenteurs pyramidaux où le défaut de pointe est important par rapport aux profondeurs de pénétration.

En nanoindentation la fonction d'aire proposée par Oliver et Pharr [8] est la plus utilisée (Eq. (III.7)), pour laquelle les coefficients, C_n , sont les paramètres d'ajustement aux moindres carrés de la courbe obtenue à partir d'essais MCRC (Mesure continue de la raideur de contact) sur un matériau de propriétés connues, généralement la silice fondue.

$$A_c = 24,5h_c^2 + C_1h_c^1 + C_2h_c^{1/2} + C_3h_c^{1/4} + \dots + C_8h_c^{1/128} \quad (\text{III.8})$$

La relation d'enveloppée par Chicot et al. [12] (Eq. (III.8)) permet également d'estimer l'aire de contact pour des profondeurs très faibles (<200 nm) dans le cas où la méthode CSM n'est pas disponible sur l'instrument utilisé.

Le défaut de pointe, h_b , peut être soit déterminé par calibration sur un matériau connu, soit estimé par Microscopie Electronique à Balayage (MEB).

$$A_c = 24,5 \left(h_c + h_b \left(1 - \exp\left(\frac{2h_c}{h_b}\right) \right)^{3/2} \right)^2 \quad (\text{III.9})$$

III.3.1.3.3. Pour la microindentation

L'équation 6 est aussi valable pour des profondeurs plus élevées (gamme de la Microindentation) et donne des résultats comparables à ceux estimés par la relation de Troyon et al. [13] (Eq. (III.10)), qui revient à négliger le terme exponentiel de l'équation (III.9).

$$A_c = 24,5(h_c + h_b)^2 \quad (\text{III.10})$$

III.3.1.4. DETERMINATION DU MODULE D'ELASTICITE REDUIT ET CELUI DU MATERIAU

La détermination du module d'élasticité s'appuie sur l'analyse de la courbe au déchargement car le retrait de l'indenteur est conditionné par le retour élastique dû à l'élasticité du matériau. C'est donc une nouvelle fois à partir de la pente que la détermination du module d'élasticité va se faire. La méthode s'appuie sur la théorie de Hertz [14] reprise par Bulychec [15] et développé ensuite par Sneddon [16]. Elle prévoit que la pente au début de déchargement peut s'écrire en fonction de l'aire de contact et du module réduit de l'équation (III.9).

Le module d'élasticité réduit E_R du matériau (Eq. (III.2)) se détermine à partir de la raideur S (dP/dh) calculée à la profondeur maximale sur la courbe à la décharge, et de l'aire de contact A_c :

$$E_R = \frac{S\sqrt{\pi}}{2\beta\gamma\sqrt{A_c}} \quad (\text{III.11})$$

avec β un facteur relatif à la géométrie de la pointe (généralement 1,034 pour l'indenteur Berkovich et 1,012 pour l'indenteur Vickers), γ voisin de 1,07 pour les matériaux métalliques, un facteur tenant compte des coefficients de Poisson et du déplacement radial [13,16].

E_r est lié aux modules de Young et aux coefficients de Poisson de l'indenteur (E_i, ν_i) et du matériau (E, ν) par la relation (III.12) où $E_i = 1140$ GPa et $\nu_i = 0,07$ pour un indenteur en diamant.

Dans ces conditions, le module d'élasticité du matériau se déduit des relations (III.10) et (III.11) de la manière suivante:

$$E_m = (1 - \nu_m^2) \cdot \left[\frac{2}{\sqrt{\pi}} \frac{1}{S_u} \sqrt{A_{cp}} - \frac{(1 - \nu_i^2)}{E_i} \right]^{-1} \quad (\text{III.12})$$

Pour la détermination des propriétés mécaniques du matériau étudié par indentation instrumentée, on doit mettre l'accent sur l'importance d'avoir des valeurs de profondeurs fiable.

III.3.1.5. DETERMINATION DE LA DURETE D'INDENTATION ET CELLE DE MARTENS

La dureté est définie comme la résistance mécanique qu'oppose le matériau à la pénétration de l'indenteur. Le nombre de dureté que l'on déduit de l'essai est obtenu par le rapport de la charge d'indentation appliquée par une aire représentative de l'empreinte. La formule la plus générale est la suivante :

$$H = \frac{P}{A} \quad (\text{III.13})$$

Où P est la charge et A est une aire représentative de l'empreinte.

Il est possible de calculer la dureté à partir de la méthode de calcul de la profondeur de contact. D'après la définition de la dureté, il est possible de proposer des calculs

de dureté qui tiennent compte de la profondeur maximale atteinte, de la profondeur résiduelle, ou encore de la profondeur de contact sachant que l'on peut considérer dans chaque cas soit l'aire projetée, soit l'aire de contact réelle.

Pour un indenteur parfait, la dureté (H_{IT}) est définie comme le rapport de la force maximale sur l'aire de contact projetée ($24,5 h_c^2$),

$$H_{IT} = \frac{P_m}{24,5 h_c^2} \quad (\text{III.14})$$

Ou le rapport de la force maximale sur l'aire de contact réelle ($26,43h_{\max}^2$) pour la dureté Martens (H_M) :

$$H_M = \frac{P_m}{26,43h_m^2} \quad (\text{III.15})$$

Pour tenir compte des défauts de pointe, les fonctions d'aire développées pour le calcul de l'aire de contact projetée prennent des formes plus ou moins complexes Eqs. (III.15).

Pour corriger l'aire de contact réelle, les fonctions d'aire utilisées sont les mêmes, sauf que la profondeur maximale h_{\max} est substituée à la profondeur de contact h_c et le coefficient 24,5 est remplacé par 26,43 excepté pour l'équation (III.15).

III.3.1.6. IMPACT DE LA COMPLAISANCE DU BATI

Un autre facteur important dans l'analyse de la courbe d'indentation est la détermination de la complaisance du bâti, C_f , liée à la déformation de l'instrument.

L'inverse de la raideur, mesurée par la pente à la décharge, correspond à la complaisance totale C_T du système décrit par l'équation (III.11) comme étant la somme de la complaisance du bâti ou de la machine, C_f , et de la complaisance du contact lié au matériau, C_s , décrit par le deuxième terme.

$$C_T = C_f + \frac{\sqrt{\pi}}{2} \frac{1}{\beta\gamma E_R \sqrt{A_C}} \quad (\text{III.16})$$

Souvent, la correction de la complaisance de la machine est incluse dans le logiciel de l'instrument. Cependant, plusieurs éléments dans le système peuvent influencer sur sa valeur, et la calibration doit être vérifiée dans toute la gamme de charges à utiliser.

La norme ISO 14577-4 décrit les différents processus pour réaliser la calibration. Dans notre étude, nous avons utilisé la méthode 2, avec comme hypothèses un module

de Young constant, une fonction d'aire connue et une dureté variable avec la profondeur indentée.

Un exemple de la calibration est montré sur la Fig .III. 4

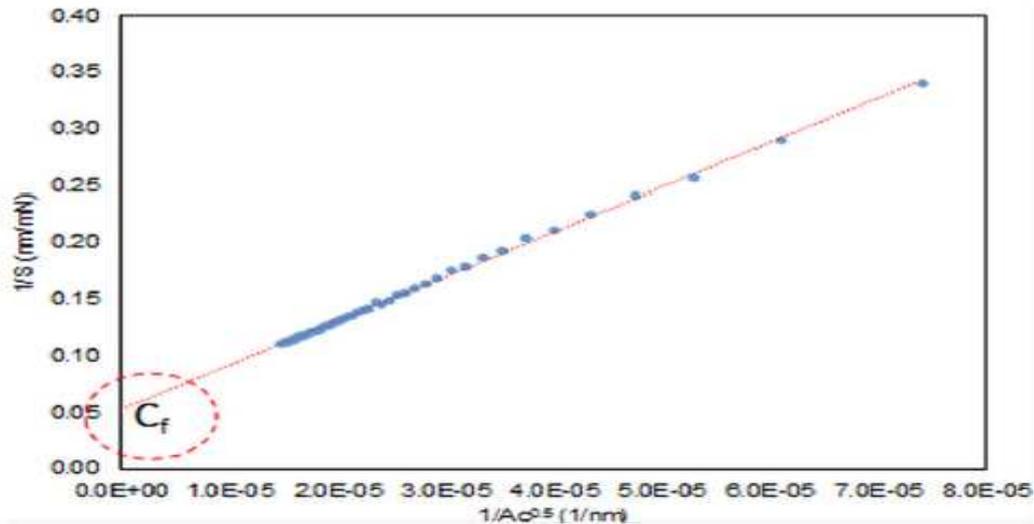


Fig. III.4. Complaisance total mesurée à partir de l'inverse de la pente à la décharge en fonction de l'inverse de la racine carré de l'aire de contact supposée connue.

L'interception de cette droite avec l'axe des ordonnées correspond à la valeur de la complaisance. Par la suite, les relations montrées précédemment sont utilisées pour estimer le module de Young et la dureté.

Nous allons comparer et analyser les résultats d'indentation instrumentée dans une approche multi échelles où nous travaillons avec trois instruments à différentes échelles de force (du mN au kN) et de déplacement (du nm au μm).

L'information donnée à chaque échelle peut varier significativement pour les matériaux hétérogènes qui peuvent montrer des propriétés variables en nano, micro et macroindentation à cause de l'hétérogénéité de la structure et la présence de plusieurs phases.

III.3.1.7. INFLUENCE DE LA RIGIDITE DE L'INSTRUMENT

Lors de la mesure du déplacement au sein du matériau, la déformation de l'instrument est prise en compte dans le déplacement total. Lorsque la charge est appliquée, la charge est transférée au bâti de l'appareil et la flèche résultante s'ajoute à la mesure enregistrée.

Cette déformation est linéairement proportionnelle à la charge appliquée comme dans le cas d'un ressort linéaire [17]. La correction prend donc la forme

d'un produit entre la valeur de la complaisance C_f et de la force P . Ce produit doit alors être soustrait aux mesures enregistrées de la manière suivante :

$$h_c = h - C_f P \quad (\text{III.17})$$

Où h_c est la profondeur après correction de la complaisance et h la profondeur enregistrée par l'instrument.

Ce terme de complaisance représente en fait l'écart entre l'inverse de la rigidité de contact théorique et celle mesurée par l'instrument. Cette rigidité de contact est définie comme l'inverse de la pente au déchargement, donc comme l'inverse de S_u .

C_f est donc calculé par la relation :

$$C_f = \left(\frac{1}{S_u} \right)_{\text{mesurée}} - \left(\frac{1}{S_u} \right)_{\text{théorique}} \quad (\text{III.18})$$

L'expression théorique de l'inverse de la rigidité de contact est donnée par la relation (I.26), il convient alors de représenter l'inverse de la pente mesurée au déchargement à la charge maximale en fonction de l'inverse de la racine carrée de l'aire de contact réel suivant la relation proposée entre autres Herrmann et al. [18]:

$$\left(\frac{1}{S_u} \right)_{m(h-h_{\max})} = \left(\frac{dP}{dh} \right)_{h=h_{\max}} = C_f + \frac{\sqrt{\pi}}{2E_R} \frac{1}{\sqrt{A_{cp}}} \quad (\text{III.19})$$

En traçant $(1/S_u)$ en fonction de $1/(A_{cp})^{1/2}$ ou encore de $1/h_c$ (voir relation (I.6)), la droite obtenue coupe l'axe des ordonnées en un point qui correspond à la complaisance. Remarquez également que la pente de cette droite permettra d'accéder à la valeur du module d'élasticité réduit.

Un exemple de courbe obtenue par Chicot [19], présenté sur la figure (II.14), vérifie très bien la linéarité de la relation (III.20) et la manière dont est déterminé le terme de correction de complaisance, C_f .

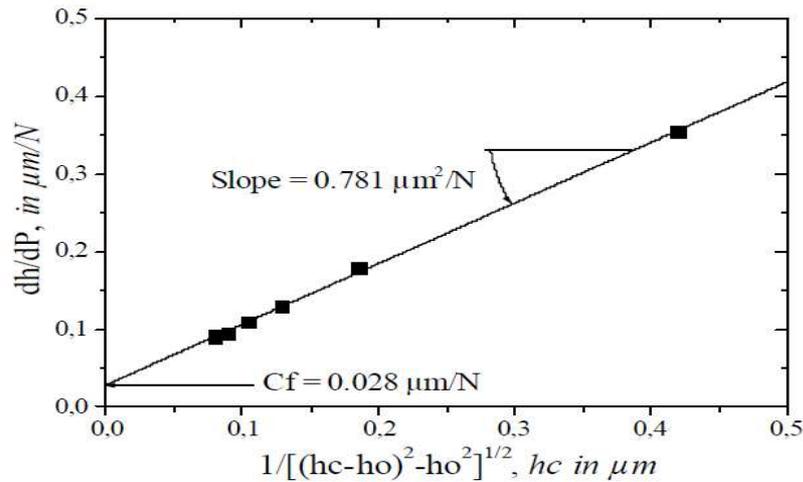


Fig. III.5. Représentation de l'inverse de la rigidité, dh/dP , en fonction de la profondeur de contact, hc , obtenue dans une gamme de charges de 1 à 25 N avec un indenteur Vickers et en tenant compte de la correction ho de Krell and Schädlich par Chicot et al. [19]

Cependant, des corrections ont été apportées à ces différentes relations. En effet la relation (II.15) a été initialement établie pour un indenteur conique même si Bulychev [15] a montré que cette relation peut être aussi appliquée aux cas des indenteurs sphériques et cylindriques.

Cependant, pour des indenteurs pyramidaux, il est nécessaire de lui apporter une correction. Cela a été proposé par Oliver et Pharr [8] qui introduisent dans cette relation un facteur correctif β :

$$S_u = \left(\frac{dP}{dh} \right)_{h=h_{max}} = \frac{2}{\sqrt{\pi}} \beta E_Y \sqrt{A_{CP}} \quad (III.20)$$

Le coefficient β est un facteur de forme purement géométrique, qui prend la valeur de 1,012 d'après les auteurs pour un indenteur Vickers.

A l'aide d'un calcul par éléments finis, King confirme la valeur de 1,012 alors que Dao et al. [3] trouvent une valeur de 1,07.

Plus récemment, une étude menée par Antunes et al.[4] basée sur des résultats obtenus à partir d'une analyse à trois dimensions des empreintes Vickers réalisées sur plusieurs matériaux couvrant un large domaine de propriétés mécaniques (limite élastique, coefficient d'écroutissage et module d'élasticité) aboutit à un facteur proche

de 1,05, pratiquement indépendant des propriétés mécaniques. C'est cette valeur qui sera retenue dans nos calculs.

Partant toutefois des travaux d'Oliver et Pharr [8] pour expliquer la surestimation du module élastique rencontrée lors d'analyse de points expérimentaux, Hay et al. [2] démontrent que les hypothèses dans la solution de Sneddon [16] ne sont pas cohérentes, surtout en ce qui concerne les conditions aux limites.

En effet, la solution de Sneddon [16] pour l'indentation d'un semi-espace élastique par un cône rigide montre que des déplacements radiaux des points de la surface indentée pénètrent à l'intérieur du cercle de contact.

Pour prendre en considération ce phénomène, Hay et al. [2] introduisent un nouveau facteur correctif dans l'équation de la rigidité (III.20) qu'ils appellent λ et qui ne dépend que du coefficient de Poisson. La relation ainsi modifiée de la rigidité et le calcul de λ sont :

$$S_u = \left(\frac{dP}{dh} \right)_{h=h_{\max}} = \beta \frac{2}{\sqrt{\pi}} E_Y \lambda \sqrt{A_C} \quad (\text{III.21})$$

$$\text{Avec } \lambda = \pi \frac{\frac{\pi}{4} + 0.1548 \cot \psi \frac{(1-2\nu)}{4(1-\nu)}}{\left(\frac{\pi}{2} - 0.8312 \cot \psi \frac{(1-2\nu)}{4(1-\nu)} \right)^2}$$

où l'angle ψ est égal à $70,3^\circ$ et représente le demi-angle au sommet du cône équivalent possédant la même aire de contact qu'un indenteur Vickers [20], c'est-à-dire $4 \tan^2 \xi \Pi \tan^2 \psi$ (ξ est le demi-angle entre les faces opposées d'un indenteur pyramidal soit 68°). Troyon et al. [16] suggèrent que les deux types de correction existent simultanément si l'indenteur ne possède pas une forme conique parfaite.

En conséquence, ils proposent d'utiliser un facteur de correction global tel que $\beta = \lambda$, afin que celui-ci considère les deux effets. Malheureusement, la valeur de ce coefficient n'est pas une valeur fixe en fonction du type d'indenteur utilisé.

Ils démontrent que cette valeur dépend de la taille de l'arrondi de la pointe de l'indenteur ainsi que du matériau indenté. Cela complique notablement sa détermination.

Meneve et al. [21] proposent deux procédures pour déterminer la compliance de l'appareillage de mesure. La première méthode, la plus utilisée, a été proposée initialement par Doerner et Nix [22].

La seconde méthode consiste à effectuer des indentations avec un indenteur diamant sur du verre de silice dont les propriétés élastiques respectives sont connues et considérées comme indépendantes de la profondeur d'indentation.

Si dans la relation (I.20), Woigard et al. [23] ont déjà proposé de prendre en compte le facteur β , Chicot et al. [10] proposent quant à eux d'introduire également le facteur λ et de prendre en compte la correction du défaut de pointe, en prenant par exemple la correction de Krell et Schädlich [24].

Ils proposent ainsi de calculer la compliance et le module d'élasticité réduit avec la relation :

$$\left(\frac{dh}{dP}\right)_{h=h_{\max}} = C_f + \frac{1}{2\beta\gamma E_v \tan \lambda \sqrt{[(h_c - h_0)^2 - h_0^2]}} \quad (\text{III.22})$$

Dans le cas de la microindentation instrumentée pour laquelle le défaut de pointe a une moindre importance, on peut ne tenir compte que de l'aire de contact projetée théorique, ce qui réduit l'équation (III.11) à :

$$\left(\frac{dh}{dP}\right)_{h=h_{\max}} = C_f + \left[\sqrt{\frac{\pi}{24.5} \frac{1}{\beta\lambda} \frac{1}{2E_v}} \right] \frac{1}{h_c} \quad (\text{III.23})$$

Nous disposons ainsi des bases théoriques pour calculer la dureté et le module d'élasticité des matériaux par indentation instrumentée.

III.4. SPECIMENS ET METHODE EXPERIMENTALE

Dans cette étude expérimentale, les spécimens étudiés sont le bronze SAE 660 (SAE660), le cuivre (Cu99) et le laiton (C27200). L'objectif de ce travail est de caractériser ces matériaux testés d'un point de vue mécanique et notamment de valider le modèle et la méthodologie proposée. Les expériences d'indentation instrumentée ont été réalisées sur des échantillons soigneusement préparés pour limiter à la fois la

rugosité en surface et l'introduction d'écrouissage dû au polissage. Par la suite, les échantillons ont été rectifiés à l'aide de papiers SiC de différentes granulométries et un polissage de finition en utilisant une série de pâtes diamantées jusqu'à la granulométrie de 1 μm .

Des essais d'indentation instrumentés de l'ordre de 24 tests ont été réalisés pour chaque échantillon à l'aide d'un testeur de microdureté CSM 2-107 équipé d'un pénétrateur Vickers (Pour un pénétrateur en diamant, $E_i=1140$ GPa et $\nu_i=0,07$ [25]). La plage de charge disponible sur l'instrument varie de 0,02 à 10 N. La résolution de charge est donnée pour 100 mN et la résolution en profondeur est de l'ordre de 0,3 nm, ces valeurs étant fournies par le Groupe CSM Instruments.

Tableau.III.1.Désignation des échantillons avec une plage de valeurs du module d'Young, E, retrouvées sur un grand nombre d'articles et informations sur les essais d'indentation instrumentés, Coefficient de Poisson, ν_i , rang de charges, ϕ , nombre d'essais valides, Ni, complaisance de l'indenteur, C_f , et le défaut de pointe de troncature, h_0 .

Tableau. III.1. Désignation des échantillons

Matériau			Conditions expérimentales			
Désignation du matériau	ν_i	E (GPa)	Ni	ϕ (N)	C_f (nm/mN)	h_0 (nm)
SAE660	0,3	≈ 100	24	0.02-10	-0,098	150
Cu99	0,28	≈ 120				
C27200	0,36	≈ 110				

Les valeurs des vitesses de chargement et de déchargement (exprimées en mN/min) ont été fixées à deux fois la valeur de la charge maximale appliquée selon la règle proposée par Quinn et al. [26] et un temps de maintien de 15 s a été imposé selon la procédure d'essai d'indentation standard ASTM E92 et E384-10e². Avant d'analyser les courbes charge-profondeur liées à des matériaux donnés, le système expérimental

comprenant à la fois l'appareil et l'échantillon est systématiquement calibré en déterminant la complaisance de l'instrument, C_f . En effet Fisher-Cripps [20] a démontré que ce terme n'a pas une valeur constante, confirmée plus tard par Chicot et al. [19].

D'un point de vue mathématique ce facteur de correction C_f est obtenu à l'origine du tracé de l'inverse de la complaisance totale en fonction de la racine carrée de l'aire de contact. Par conséquent, les profondeurs d'indentation expérimentales sont corrigées selon la méthodologie proposée par Fisher-Cripps [20] suggérant que la profondeur corrigée est alors égale à la différence entre la profondeur mesurée et le produit de la conformité du cadre à la charge.

III.5. APPROCHE ANALYTIQUE DU PROBLEME

Les essais d'indentation instrumentés sont des méthodes avancées pour caractériser les propriétés mécaniques d'un matériau en mesurant la réponse mécanique lorsqu'une pointe d'indenteur est enfoncée dans la surface du matériau. Ces essais fournissent des informations détaillées sur les propriétés telles que la dureté, le module d'élasticité, la résistance à la déformation plastique et d'autres caractéristiques.

Il a été démontré dans de nombreuses investigations scientifiques [27–31] que la courbe de charge obtenue à partir des expériences d'indentation par détection de profondeur peut être décrite avec précision par la loi puissance suivante:

$$P = Rh^2 \quad (\text{III.24})$$

Ainsi, la charge P est égale à une constante R fois le carré de la profondeur d'indentation h . Cette équation a été aboutie par (Hainsworth et al., 1996)[27] pour développer et raffiner une approche précédente par Loubet et al.[28], un calcul par éléments finis tridimensionnels (Zeng et Rowcliffe, 1996) [29], une analyse dimensionnelle et de calculs par éléments finis (Cheng et Cheng, 1998)[30]. Cette relation (1) a été utilisée comme base pour un étalonnage du rayon de l'indenteur et de calibration de la complaisance (Sun et al., 1999)[31]. La valeur de la constante R dépend de la géométrie de la pointe et des propriétés du matériau indenté. Malzbender et al. (2000) [32] ont dérivé la relation suivante pour R :

$$R = E_r \left(\frac{1}{\sqrt{c}} \sqrt{\frac{E_r}{H}} + \varepsilon \sqrt{\frac{\pi}{4}} \sqrt{\frac{H}{E_r}} \right)^{-2} \quad (\text{III.25})$$

A savoir cette réponse mécanique s'écrit mathématiquement sous la forme de l'équation (III.26):

$$R = \left(\frac{1}{\sqrt{c}} \frac{1}{\sqrt{H}} + \varepsilon \sqrt{\frac{\pi}{4}} \frac{\sqrt{H}}{E_r} \right)^{-2} \quad (\text{III.26})$$

Les modes de déformation, au voisinage de l'indenteur sont fonction du matériau sollicité, de la surface indentée qui réagira différemment face à la nature et la forme de l'indenteur et les propriétés mécaniques du matériau. Oliver et Pharr [8] et Loubet [11] ont décrit les aires de contact sous l'indenteur en fonction du mode de déformation observé sous celui-ci, cependant le choix d'une expression correspondante se fait sur la base d'identification préalable du mode de déformation prépondérant du matériau pour calculer l'aire de contact. Souvent, si le comportement résultant est inconnu, la plupart des auteurs prennent par défaut le mode développé par Oliver et Pharr sans doute par méconnaissance du modèle de Loubet. Cependant

le choix va conditionner très fortement les valeurs de module et de la dureté du matériau étudié. D'où, la mise en œuvre de critère de sélection du mode de déformation par des auteurs [35,8].

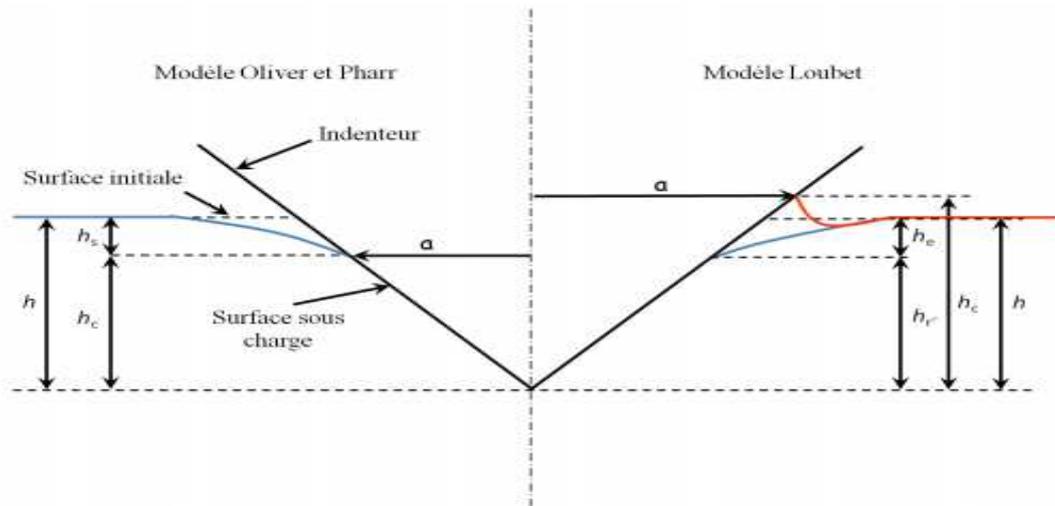
Le présent travail de recherche décrit le développement et le raffinement d'une approche précédente par Hainsworth et al. [27] suggérée à l'origine pour exprimer la relation $P=R \cdot h^2$ en mode sink-in d'indentation, susceptible d'être dérivée analytiquement, donnant une expression explicite pour la réponse, R. Cependant dans cette recherche elle est appliquée pour tenter de modéliser quantitativement une relation différente entre le module de Young, la dureté de l'indentation, la géométrie de l'indenteur et son déplacement maximal résultant, h, pour une charge correspondante, P, concernant un mode de déformation différent en pile-up.

III.5.1. PROPOSITION D'UNE NOUVELLE EXPRESSION DE LA REPONSE MECANIQUE POUR LE PILE-UP EN INDENTATION

Le déplacement de la matière sous l'indent est fonction des propriétés mécaniques du matériau, c'est pourquoi le profil de l'indent est souvent utile pour déterminer quel modèle utiliser. La profondeur totale de l'indentation, h, est rarement égale à la profondeur de contact d'indentation, h_c . Les deux principaux types de topographie qui peuvent survenir sont: le pile-up est estimé par la méthodologie proposée par Loubet et al. [7,11,36,37] dans le cas où h_c est supérieure à h, et le sink-in est calculé par la méthodologie d'Oliver et Pharr [8] pour h_c inférieure à h.

La Fig.III.6.montre schématiquement comment se comporte le matériau dans ces deux modes de déformation.

(a)



(b)

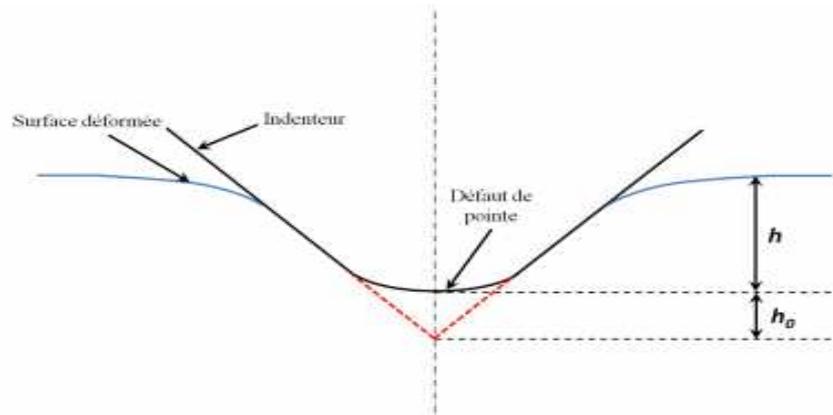


Fig. III.6. Représentation schématique d’une déformation simultanée de type Pile-up et sink-in pour un indenteur parfaitement pointu. (b) Illustration schématique de la hauteur équivalente du défaut de pointe h_0 [40].

Sur la figure, les déformations simultanées de type sink-in et pile-up correspondantes aux méthodologies d’Oliver and Pharr (1992) [8] et Loubet et al. (1993)[11] respectivement.

Le point de départ de notre dérivation est d’écrire l’approche expérimentale de Loubet utilisée pour établir la relation entre la hauteur de contact et la pénétration. Comme illustré sur la figure 1.a. Pour dénoter la relation du pile-up [7,11,34,35]:

$$h_c = \alpha h_r \quad (\text{III.27})$$

Où α est une constante qui prend une valeur de 1,2 résultant du rapport de l’aire de contact projetée réelle mesurée après test avec l’aire de contact théorique, pour un indenteur

Berkovich et h_r' représente la pénétration plastique du matériau. Elle est définie par l'équation 28 :

$$h_r' = h - P/S \quad (\text{III.28})$$

L'expression de la hauteur de contact du pile-up [7,11,34,35] est alors la suivante:

$$h_c = \alpha(h - P/S) \quad (\text{III.29})$$

Pour tenir compte des déformations autour de l'empreinte, on utilise la dureté d'indentation, H , qui se définit comme le rapport de la force maximale appliquée, P_{\max} , à l'aire de surface de contact projetée, A_c , à une distance h_c qui correspond à la plus grande surface de contact projetée.

$$H = \frac{P_{\max}}{A_c} \quad (\text{III.30})$$

Dans le cas d'essais utilisant un indenteur Vickers ou Berkovich de géométrie parfaite, A_c est proportionnelle au carré de la profondeur de contact h_c , et s'exprime selon l'équation (III.31):

$$A_c = 24,5h_c^2 \quad (\text{III.31})$$

Nous utilisons la définition de la dureté H (voir l'équation 30) pour exprimer h_c :

$$h_c = \sqrt{\frac{P}{24,5H}} \quad (\text{III.32})$$

Pour le calcul de S , il convient de représenter la courbe au déchargement entre 40 et 98 de la charge maximale P_{\max} . Généralement on utilise la loi puissance suivante :

$$P = B(h - h_f)^m \quad (\text{III.33})$$

Où B et m sont des paramètres de lissage de la loi puissance et h_f est la profondeur finale après déchargement totale de l'indenteur.

Dans ces conditions, la pente S s'obtient par la dérivée de cette fonction, calculée à la profondeur maximale :

$$S = \left. \frac{dP}{dh} \right|_{h=h_{\max}} = mB(h_{\max} - h_f)^{m-1} \quad (\text{III.34})$$

D'où, la rigidité de contact s'exprime par la relation :

$$S = \sqrt{\frac{4}{\pi}} E_r \sqrt{A_c} \quad (\text{III.35})$$

Où E_r est le module de Young réduit (mixte), donné par :

$$\frac{1}{E_r} = \frac{1-\nu_i^2}{E_i} + \frac{1-\nu_s^2}{E_s} \quad (\text{III.36})$$

où E_s et ν_s sont respectivement le module d'Young et le coefficient de Poisson de l'échantillon indenté et E_i et ν_i sont ceux du pénétrateur.

Combinaison d'Eqs. (27), (29) et (30) donnent :

$$h = \frac{1}{\alpha} \sqrt{\frac{P_m}{cH}} + \frac{\sqrt{\pi H P_m}}{2E_r} \quad (\text{III.37})$$

Enfin, nous combinons les expressions pour h_c et h_s , Eqs. (28) et (31), en les substituant dans l'Eq. (26). Après quelques réarrangements, le résultat entre la profondeur d'indentation et le déplacement est la relation 38:

$$P = \left(\frac{1}{\alpha \sqrt{c}} \frac{1}{\sqrt{H}} + \sqrt{\frac{\pi \sqrt{H}}{4 E_r}} \right)^{-2} h^2 \quad (\text{III.38})$$

Dans l'équation (15), E et H sont respectivement le module de Young et la dureté d'indentation instrumentée du matériau, λ égale à $(\alpha \sqrt{c})^{-1}$ constitue la seule constante empirique, pour laquelle la valeur $\lambda = 0,168$ a été obtenue après avoir analysé les courbes de charge-déplacement d'indentation mesurées sur le matériau étudié. Pour une pointe d'indenteur parfaite (Vickers et Berkovich) le coefficient $c=24,5$. Dans l'équation (38), on constate l'émergence du coefficient α qui dépend de la méthode de Loubet et al. [7,11,34,35] en pile-up, et la suppression de ε , une constante qui dépend de la géométrie de l'indenteur en mode de déformation en sink-in.

Pour tenir compte de l'imperfection de l'extrémité de la pointe, Loubet et al. [7,11] et Chicot et al. [36] proposent une correction sur la hauteur de contact (voir Fig.III.6.b). Elle consiste à ajouter une hauteur h_0 à la pénétration afin de tenir compte de la hauteur manquante due au fait que la pointe est émoussée. La prise en compte de h_0 a pour effet une meilleure estimation de l'aire de contact projetée pour les petits enfoncements.

Nous proposons le modèle de P en fonction de h^2 selon la loi puissance (1) exprimé sous la forme mathématique indiquée sur l'équation (39) comme suit :

$$P = \left(\frac{1}{\alpha\sqrt{c}} \frac{1}{\sqrt{H}} + \sqrt{\frac{\pi\sqrt{H}}{4 E_r}} \right)^{-2} (h + h_0)^2 \quad (\text{III.39})$$

Pour de plus amples informations la démonstration est montrée explicitement dans [32].

La profondeur h corrigée est introduite dans l'approche analytique (éq. 39) qui a subit la correction de défaut de pointe par l'ajout de h_0 estimé à 150 nm (notre étude) négligée par Hainsworth et al. [27] et prise en compte par Malzbender et al. [32].

Par définition de la dureté Martens, elle est exprimée en fonction du chargement ultime par indentation et la profondeur maximale correspondante (voir l'équation) comme suit:

$$H_M = \frac{P_m}{A} = \frac{P_m}{26,43h_m^2} \quad (\text{III.40})$$

Sa spécificité réside dans le fait que cette dureté à tendance à contourner l'identification du mode de déformation contrairement à la dureté instrumentée calculée sur la base de la profondeur de contact.

La transformation des équations (X et Y) selon le modèle de Bull et Page donne le système d'équations des réponses mécanique modifié comme suit :

$$\left\{ \begin{array}{l} \frac{P_m}{26,43 h^2} = \frac{1}{26,43} \left(\frac{1}{\sqrt{c}} \frac{1}{\sqrt{H}} + \varepsilon \sqrt{\frac{\pi\sqrt{H}}{4 E_r}} \right)^{-2} \end{array} \right. \quad (\text{III. 41})$$

$$\left\{ \begin{array}{l} \frac{P_m}{26,43 h^2} = \frac{1}{26,43} \left(\frac{1}{\alpha\sqrt{c}} \frac{1}{\sqrt{H}} + \sqrt{\frac{\pi\sqrt{H}}{4 E_r}} \right)^{-2} \end{array} \right. \quad (\text{III. 42})$$

D'où, nous exprimons la dureté Martens en fonction de la dureté de contact et le module réduit pour les modes en pile-up et en sink-in respectivement.

Selon le critère mis en œuvre par Joslin et Oliver [37] montré dans la relation suivante :

$$\frac{P_m}{S^2} = \frac{\pi H_{IT}}{4 E_r^2} \quad (\text{III.43})$$

D'où,

$$\frac{H_{IT}}{E_r^2} = \frac{4 P_m}{\pi S^2} \quad (\text{III.44})$$

Nous substituons les rapports de H_{IT}/E_r par celui de P/S , on obtient deux nouvelles expressions analytiques qu'on propose pour le calcul de dureté Martens, selon les deux modes de déformations de façon distincte.

$$\left\{ \begin{array}{l} H_M = \frac{1}{26,43} \left(\frac{\sqrt{\pi}}{2\sqrt{c}} \frac{1}{\left(\frac{\sqrt{P_m}}{S}\right) E_r} + \varepsilon \left(\frac{\sqrt{P_m}}{S}\right) \right)^{-2} \\ H_M = \frac{1}{26,43} \left(\frac{\sqrt{\pi}}{2\alpha\sqrt{c}} \frac{1}{\left(\frac{\sqrt{P_m}}{S}\right) E_r} + \left(\frac{\sqrt{P_m}}{S}\right) \right)^{-2} \end{array} \right. \quad (\text{III. 45})$$

$$\left. \right\} \quad (\text{III. 46})$$

Le système d'équations résultant, exprime la dureté Martens en mode de déformation en sink-in montré dans l'équation (III.45) et le mode de déformation en pile-up montré dans l'équation (III.46), comme indiqué en-dessus.

III.6. CONCLUSION

Le présent chapitre consiste décrire la méthodologie appréhendée pour déterminer les propriétés mécaniques des matériau examinés telles que la dureté d'indentation, le module d'élasticité réduit et celui du matériau, la rigidité de contact, l'expression de l'aire de contact pour différentes échelles. Je propose une nouvelle expression de la reponse mecanique pour le pile-up en indentation. Et également deux nouvelles expressions analytiques pour le calcul de dureté Martens, selon les deux modes de déformations en sink-in et le mode de en pile-up.

REFERENCE DU CHAPITRE III

- [1]. VanLandingham MR. Review of Instrumented Indentation. *J Res Natl Inst Stand Technol.* 2003 Jul-Aug;108(4):249-65. doi: 10.6028/jres.108.024.
- [2]. Hay J. Introduction to Instrumented Indentation Testing. *Exp Tech.* 2009 Nov-Dec;33(6):66-72. doi: 10.1111/j.1747-1567.2009.00541.x.
- [3]. Dao M, Chollacoop N, Van Vliet KJ, Venkatesh TA, Suresh S. Computational modeling of the forward and reverse problems in instrumented sharp indentation. *Acta Mater.* 2001;49(19):3899-918. doi: 10.1016/S1359-6454(01)00295-6.
- [4]. Antunes JM, Fernandes JV, Menezes LF, Chaparro BM. A new approach for reverse analyses in depth-sensing indentation using numerical simulation. *Acta Mater.* 2006 Oct;54(15):3833-43. doi: 10.1016/j.actamat.2006.08.019.
- [5]. Mata M, Anglada M, Alcalá J. Contact deformation regimes around sharp indentations and the concept of the characteristic strain. *J Mater Res.* 2002;17(4):964-76. doi: 10.1557/JMR.2002.0141.
- [6]. Rickhey F, Marimuthu KP, Lee JH, Lee H, Hahn JH. Evaluation of the fracture toughness of brittle hardening materials by Vickers indentation. *Eng Fract Mech.* 2016 Jan;153:1-13. doi: 10.1016/j.engfracmech.2015.09.028.
- [7]. Guillonneau G. Nouvelles techniques de nano-indentation pour des conditions expérimentales difficiles : très faibles enfoncements, surfaces rugueuses, température [thèse]. Lyon: Université de Lyon; 2013. Disponible sur: <https://theses.hal.science/tel-00800426>.
- [8]. Oliver WC, Pharr GM. An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments. *J Mater Res.* 1992;7(6):1564-83.
- [9]. Oliver WC, Pharr GM. Measurement of hardness and elastic modulus by instrumented indentation: advances in understanding and refinements to methodology. *J Mater Res.* 2004 Jan;19(1):3-20.
- [10]. Chicot D, de Baets P, Staia MH, Puchi-Cabrera ES, Louis G, Perez Delgado Y, Vleugels J. Influence of tip defect and indenter shape on the mechanical properties determination by indentation of a TiB₂-60%B₄C ceramic composite. *Int J Refract Met Hard Mater.* 2013;38:44-50. doi:10.1016/j.ijrmhm.2013.01.006.
- [11]. Loubet L, Bauer M, Tonck A, Bec S, Gauthier-Manuel B. Nanoindentation with a surface force apparatus. In: Nastasi M, et al., editors. *Mechanical properties and deformation behavior of materials having ultra-fine microstructures.* Dordrecht: Kluwer Academic Publishers; 1993. p. 429-47.

- [12]. Chicot D, Démarçaux P, Lesage J. Apparent interface toughness of substrate and coating couples from indentation tests. *Mater Sci Eng A*. 1996;217(1):1-9. doi:10.1016/S0040-6090(96)08763-9.
- [13]. Troyon M, Huang L. Comparison of different analysis methods in nanoindentation and influence on the correction factor for contact area. *Surf Coat Technol*. 2006;201(7):3543-9. doi:10.1016/j.surfcoat.2006.02.033.
- [14]. Hertz H, Jones DE, Schott GA. *Miscellaneous Papers*. London: Macmillan; 1896.
- [15]. Bulychev SI, Alekhin VP, Shorshorov MK, Ternovskii AP, Shnyrev GD. Determining Young modulus from the indenter penetration diagram. *Ind Lab (USSR)*. 1975;41(9):1409-12.
- [16]. Sneddon IN. The relation between load and penetration in the axisymmetric Boussinesq problem for a punch of arbitrary profile. *Int J Eng Sci*. 1965;3(1):47-57.
- [17]. Chicot D, Yetna N'Jock M, Puchi-Cabrera ES, Iost A, Staia MH, Louis G, Bouscarrat G, Aumaitre R. A contact area function for Berkovich nanoindentation: application to hardness determination of a TiHfCN thin film. *Thin Solid Films*. 2014;558:259-66. Available from: <http://hdl.handle.net/10985/8559>.
- [18]. Herrmann K, Jennett NM, Wegener W, Meneve J, Hasche K, Seemann R. Progress in determination of the area function of indenters used for nanoindentation. *Thin Solid Films*. 2000;377-378:394-400.
- [19]. Chicot D, Yetna N'Jock M, Puchi-Cabrera ES, Iost A, Staia MH, Louis G, Bouscarrat G, Aumaitre R. A contact area function for Berkovich nanoindentation: application to hardness determination of a TiHfCN thin film. *Thin Solid Films*. 2014;558:259-66. Available from: <http://hdl.handle.net/10985/8559>.
- [20]. Fischer-Cripps AC. Critical review of analysis and interpretation of nanoindentation test data. *Surf Coat Technol*. 2005;200(5-6):1487-95. doi:10.1016/j.surfcoat.2005.03.018.
- [21]. Meneve JL, Smith JF, Jennett NM, Saunders SRJ. Surface mechanical property testing by depth sensing indentation. *Mater Sci Eng A*. 1996;217(1):11-18. doi:10.1016/S0169-4332(96)00258-9.
- [22]. Doerner MF, Nix WD. A method for interpreting the data from depth-sensing indentation instruments. *J Mater Res*. 1986;1(4):601-9.
- [23]. Woïrgard J, Dargentou J-C, Tromas C, Audurier V. A new technology for nanohardness measurements: principle and applications. *Surf Coat Technol*. 1998;103-104:207-12. doi:10.1016/S0257-8972(97)00597-5.
- [24]. Krell A, Schädlich S. Nanoindentation hardness of submicrometer alumina ceramics. *Mater Sci Eng A*. 2001;307(1-2):172-81. doi:10.1016/S0921-5093(00)01818-9.

- [25]. Ponton CB, Rawlings RD. Vickers indentation fracture toughness test: Part 1 review of literature and formulation of standardized indentation toughness equation. *Mater Sci Technol.* 1989;5:865-72.
- [26]. Quinn GD, Patel PL, Lloyd I. Effect of loading rate upon conventional ceramic microindentation hardness. *J Res Natl Inst Stand Technol.* 2002;107:299-306.
- [27]. Hainsworth SV, Chandler HW, Page TF. Analysis of nanoindentation load-displacement loading curves. *J Mater Res.* 1996;11(8).
- [28]. Loubet JL, Georges JM, Meille J. In: Blau PJ, Lawn BR, editors. *Microindentation Techniques in Materials Science and Engineering.* Philadelphia: American Society for Testing and Materials; 1986. p. 72-89.
- [29]. Zeng K, Rowcliffe D. Analysis of penetration curves produced by sharp indentations on ceramic materials. *Philos Mag A.* 1996;74(5):1107-16. doi:10.1080/01418619608239711.
- [30]. Cheng YT, Cheng CM. Relationships between hardness, elastic modulus, and the work of indentation. *Appl Phys Lett.* 1998;73(5):614-6. doi:10.1063/1.129313.
- [31]. Sun Y, Zheng Y, Bell T, Smith J. Indenter tip radius and load frame compliance calibration using nanoindentation loading curves. *Philos Mag Lett.* 1999;79(9):649-58.
- [32]. Malzbender J, de With G, den Toonder J. The $P-h^2$ relationship in indentation. *J Mater Res.* 2000;15(5):1209-12.
- [33]. Yetna N'Jock M, Chicot D, Ndjaka JM, Lesage J, Decoopman X, Roudet F, Mejias A. A criterion to identify sinking-in and piling-up in indentation of materials. *Int J Mech Sci.* 2015;90:145-150.
- [34]. Hochstetter G, Jimenez A, Loubet JL. Strain-rate effects on hardness of glassy polymers in the nanoscale range. Comparison between quasi-static and continuous stiffness measurements. *J Macromol Sci Phys.* 1999;38(5-6):681-692. DOI: 10.1080/00222349908248131.
- [35]. Bec S, Tonck A, Georges J-M, Georges E, Loubet J-L. Improvements in the indentation method with a surface force apparatus. *Philos Mag A.* 1996;74(5):1061-1072. DOI: 10.1080/01418619608239707.
- [36]. Chicot D, de Baets P, Staia MH, Puchi-Cabrera ES, Louis G, Perez Delgado Y, Vleugels J. Influence of tip defect and indenter shape on the mechanical properties determination by indentation of a TiB₂-60%B₄C ceramic composite. *Int J Refract Met Hard Mater.* 2013;38:102-110. doi:10.1016/j.ijrmhm.2013.01.006
- [37]. Joslin DL, Oliver WC. A new method for analyzing data from continuous depth-sensing microindentation tests. *J Mater Res.* 1990;5. DOI: 10.1557/JMR.1990.0123.

Chapitre IV:
Résultats expérimentaux et
analyses

IV.1. INTRODUCTION

Dans le quatrième et dernier chapitre nous analyserons systématiquement les résultats et nous proposerons de nouvelles expressions semi-empiriques pour estimer les réponses mécaniques ainsi que les duretés en mode de déformation en bourrelet soit en pile-up.

IV.2. COMPARER LES DEUX MODELES DE REPONSE MECANIQUE PROPOSES

Sur le tableau IV.1.ci-dessous, la confrontation des deux modèles pour deux modes de déformations distincts, montre des valeurs différentes des constantes empiriques résultantes κ et κ' .

Tableau. IV.1. Comparaison des constantes empiriques κ et κ' entre les deux modèles.

Modèles proposés	Type de déformation	Expressions des modèles	Constantes empiriques trouvées	
			κ	κ'
Malzbender et al. 2000 [6]	Sink-in	$P = \left(\frac{1}{\sqrt{c}} \frac{1}{\sqrt{H}} + \varepsilon \sqrt{\frac{\pi \sqrt{H}}{4 E_r}} \right)^{-2} (h + h_0)^2$	0,202	0,638
Présent travail. 2021[19]	Pile-up	$P = \left(\frac{1}{\alpha \sqrt{c}} \frac{1}{\sqrt{H}} + \sqrt{\frac{\pi \sqrt{H}}{4 E_r}} \right)^{-2} (h + h_0)^2$	0,168	0,886

Le modèle de Malzbender et al. [6] ainsi que celui proposé dans le présent travail de recherche sont inspirés du modèle de Hainsworth et al.,[1] exprimé sous la forme :

$P = \left(\kappa \frac{1}{\sqrt{H}} + \kappa' \frac{\sqrt{H}}{E_r} \right)^{-2} (h + h_0)^2$. Les valeurs différentes des constantes empiriques résultantes κ et κ' montrent la distinction des deux modes de déformation et par conséquent leurs modalités de calcul à savoir les modèles utilisés.

IV.3.LES COURBES ISSUES DES TESTS EXPERIMENTAUX PAR NANOINDENTATION

La mise en œuvre d’essais d’indentation instrumentés pour une cascade de charges ultimes représentatives exprimées en milli-Newtons, à savoir 60, 125, 175, 200, 300 et 400 mN engendrent la Fig.VI.1 montrant les courbes de chargements et de déchargements P-h :

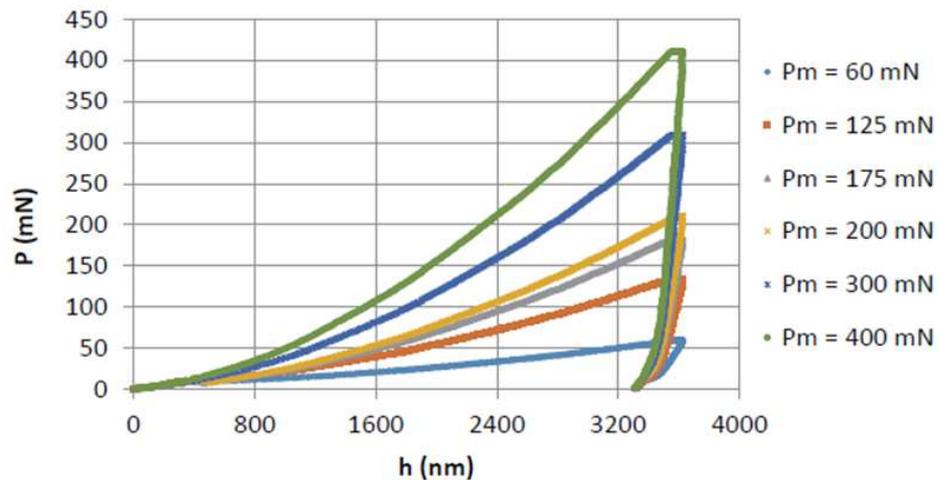


Fig. IV.1. Courbes caractéristiques du Cu99 à différentes charges ultimes d'indentation.

Les courbes superposées montrées sur la figure Fig. IV.1. sont les courbes représentatives qui désignent les 24 expériences appliquées sur les échantillons du cuivre pour chaque chargement ultime. A savoir 24 tests pour les 6 chargements maximaux choisis soit un nombre total de 144 expériences de nanoindentation instrumentée. D'où les 6 chargements ultimes par indentation induisent 6 pics qui sont révélateurs d'une part de la proportionnalité de force d'indentation à la profondeur de pénétration de la pointe d'indenteur dans la matrice de l'échantillon étudié. Et d'autre part, sur les modalités d'interpolation des points caractéristiques pour la détermination graphique de la raideur de contact, S . Qui constitue un facteur clé d'identification de la dureté de contact et du module d'élasticité suite à l'analyse de la courbe caractéristique d'indentation d'où son appellation la méthode inverse de caractérisation mécanique par indentation.

IV.4. LES REPOSES MECANIQUES PAR NANOINDENTATION

Les courbes caractéristiques d'indentation $P-h^2$ de Cu99 pour diverses charges d'indentation sont illustrées à la Fig.IV.2. qui sera examiné sur la base de la profondeur corrigée, comme illustré à la Fig.IV.2.b). Dans le but d'exprimer la relation analytique de l'empilement selon l'Eq. (3), il faut prendre en compte une estimation du défaut de la pointe, qui est de 150 nm dans notre cas selon la méthode Fischer-Cripps [13].

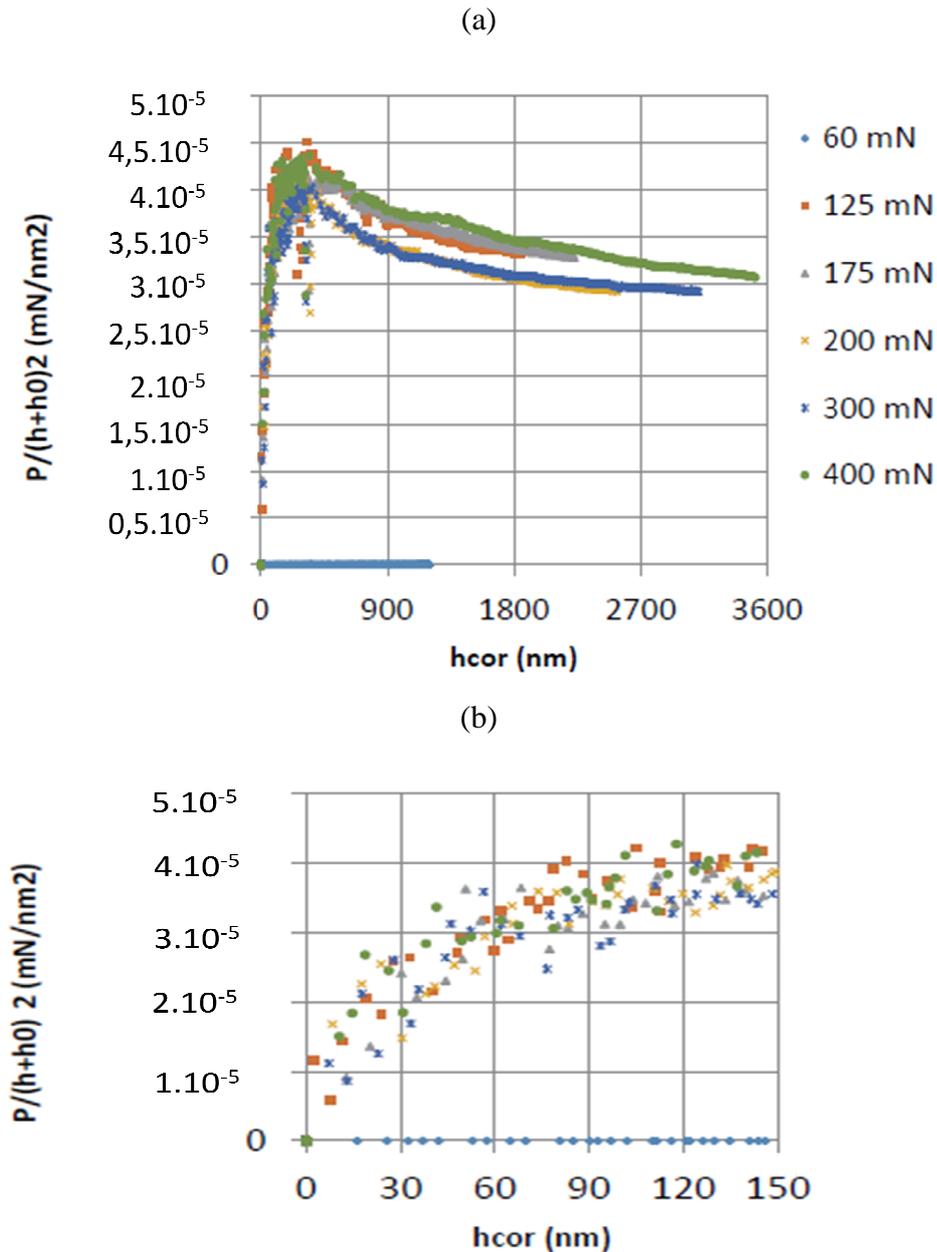


Fig. IV.2. Représentation graphique de $P/(h+h_0)^2$ en fonction de la profondeur corrigée pour six charges ultimes par empreinte (avec $h_0=150\text{nm}$).

La courbe (2.a) montre l'évolution de la charge aux faibles valeurs de pénétration de l'indenteur. La fonction $P/(h+h_0)^2$ résultante montre clairement une tendance à la baisse avec h [150,3600] nm (voir Fig.IV.2.b) et une tendance à la hausse pour les faibles profondeurs de pénétration allant de 0 à 150 nm (voir Fig.IV.2.a)). Cette tendance à augmenter ce rapport à de faibles valeurs de profondeurs de pénétration est expliqué par l'effet de taille en indentation (ISE) dont l'interprétation a été discutée dans une publication précédente [13,15,21]. Par conséquent, le rapport de la charge sur le carré de la profondeur d'indentation n'est pas

constant comme l'affirment les auteurs Malzbender et al. [6] dans leurs hypothèses. Cette tendance à la hausse de ce rapport aux faibles valeurs de profondeur de pénétration s'explique par l'effet de taille d'indentation (ISE). Notez que l'analyse et l'interprétation ont été discutées dans une publication précédente [21]. Par conséquent, le rapport entre la charge d'indentation et la profondeur au carré n'est pas constante comme mentionné par les auteurs Malzbender et al. [6] dans leurs hypothèses.

IV.4.1. COMPARAISON LES DEUX REPONSES POUR LA MEME FONCTION

Il s'agit de calculer les deux réponses en pile-up, R_p , et en sink-in, R_s , par l'exploitation des deux modèles mentionnés sur le tableau 3 ci-dessus pour la même fonction expérimentale P/h^2 .

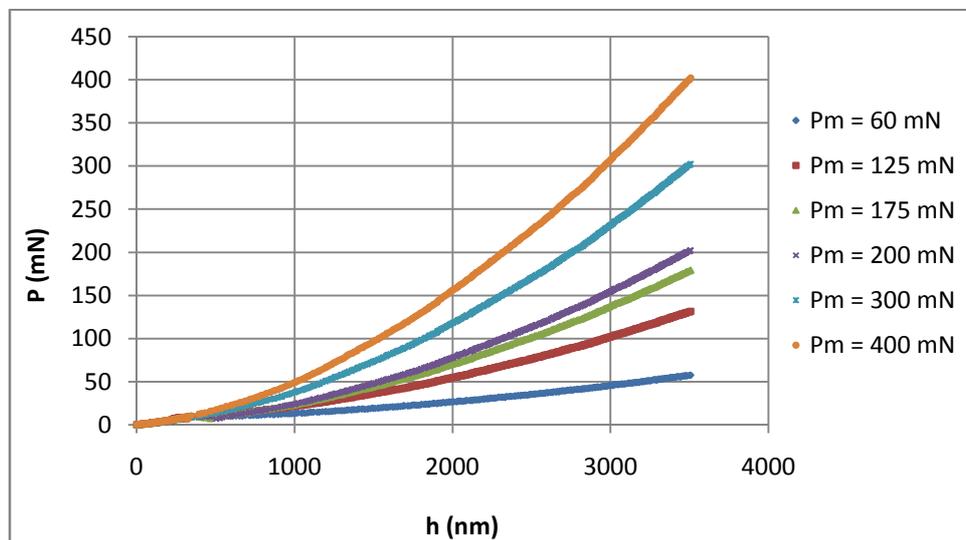


Fig. IV.3. Courbe caractéristique de chargement d'indentation du Bronze à plusieurs forces ultimes.

Le rapport h_{\min}/h_{\max} est supérieur à 0,83 pour des matériaux ayant une déformation de type pile-up, et inférieure à 0,83 pour une déformation de type sink-in [9] ou en référence au rapport de 0,85 où il est constaté un changement de modes de déformation pour des matériaux sans écrouissage.

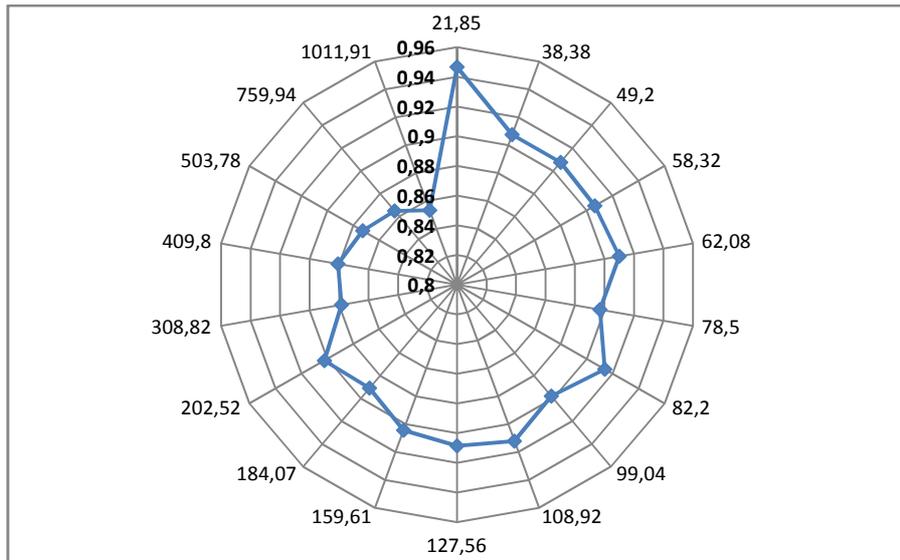


Fig. IV.4. Représentation en radar du rapport h_{min}/h_{max} v.s. la force ultime d'indentation pour prédire le mode de déformation sous indenteur.

Les orbites de la représentation du radar expriment les rapports h_{min}/h_{max} dont la totalité des 23 points caractéristiques sont supérieurs à 0,83 [9] et 0,85[10].

A savoir la moyenne des rapports $h_{min}/h_{max} = 0.94 \pm 0.03$. Ce qui explique que le matériau SAE660 adopte un mode de déformation prédominant en Pile-up.

Connaissant maintenant le type de déformation en pile-up. On peut tracer les tendances des régressions linéaires des réponses R_p et R_s (voir la figure 4) et les reproductibilités de leurs modélisations mathématiques (voir le Tableau. IV.2). Nous désignons par les symboles R_p et R_s les réponses mécaniques par nanoindentation calculées par les expressions analytique des équations du pile-up et le sink-in respectivement. Cependant le rapport de P sur h^2 désigne la réponse mécanique calculée directement par les données brutes collectées lors du test d'indentation instrumentée sans tenir compte des modes de déformation en sink-in ou en pile-up.

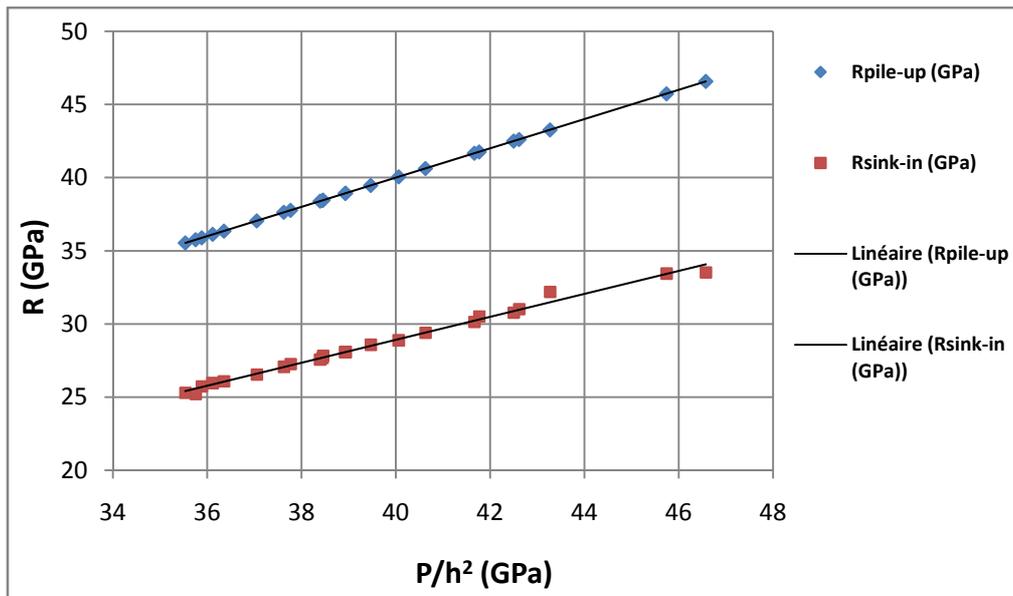


Fig. IV.5. Régression linéaire des réponses en Pile-up et en Sink-in de la fonction P/h² du SAE660.

Le tableau 3 enregistre les résultats de modélisation mathématique par régression linéaire utilisant la méthode des moindres carrés pour ce matériau élastoplastique.

Tableau. IV.2. Résultats de modélisation des réponses de la fonction P-h² par indentation instrumentée.

Modèles de calcul	Modélisation des réponses R_p et R_s en fonction de P/h^2	Taux de Reproductibilité R^2
Malzbender et al.	$R_s=0,7856*(P/h^2)-2,5029$	99,19%
Présent travail.	$R_p=(P/h^2)+8^E-13$	100%

Cette représentation graphique montre la collocation parfaite des points caractéristiques par indentation à l'échelle micro et au voisinage du nano pour la relation P-h² de cet alliage de cuivre en utilisant le modèle que nous proposons. Cependant, le taux de reproductibilité par le recour à la méthode de Malzbender et al. [6] est très favorable et il tend vers le 1 avec une collocation des points caractéristiques non généralisée d'où on enregistre comme-même une marge d'erreur constatée entre les deux modèles. Ce qui montre que le modèle proposé par le présent travail est plus adapté au mode de déformation en pile-up.

IV.5. ETUDE DE L'EFFET DU DÉFAUT DE POINTE DE L'INDENTEUR SUR LA REPONSE MECANIQUE EN PILE-UP

L'objectif de la représentation graphique Fig.IV.6, est de mettre en exergue l'influence du défaut de pointe (lorsque la correction est prise en compte ; $h_0=150$ nm ou non ; $h_0=0$ nm) sur les valeurs des réponses mécaniques, R_p , en GPa en fonction de la charge ultime pour le SAE660 présentant un empilement.

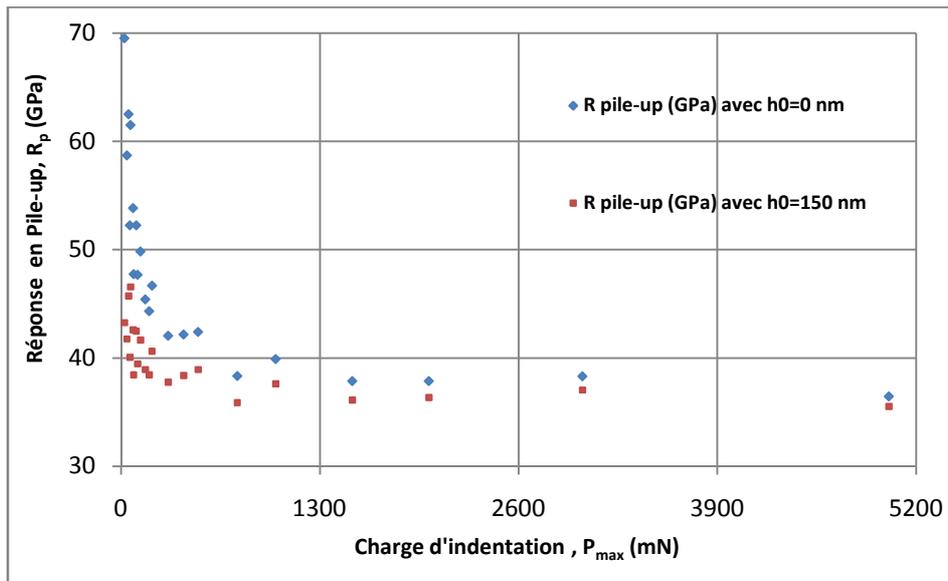


Fig. IV.6. L'influence du défaut de pointe sur les valeurs des réponses mécaniques en GPa en fonction de la charge d'indentation pour le SAE660 présentant un empilement.

En effet, la figure Fig.IV.6 montre clairement que le facteur R_p varie fortement en fonction de la charge appliquée lorsque l'influence du défaut de pointe n'est pas prise en compte ($h_0=0$ nm).

La réponse R_p est estimée à (38 ± 2) GPa pour une charge d'indentation allant de 0 à 5200 mN. A l'exception des faibles profondeurs de pénétration dont on constate que l'influence du défaut de pointe est très significative de telle sorte que 13 points caractéristiques sont très éloignés de la moyenne des réponses lorsque la correction du défaut de pointe est négligée (réponses varient entre 44 et 70 GPa) contre 2 points caractéristiques qui varient entre 45 et 47 GPa pour le cas où la correction est prise en compte. L'augmentation de la réponse mécanique dans la plage de faibles profondeurs résultent d'une surestimation de la surface de contact. Sachant que le module d'élasticité est une propriété intrinsèque du matériau et valide l'hypothèse faite que le module de Young est constant quelle que soit la charge appliquée [20]. Alors, cela nous conduit vers la piste qui suppose éventuellement que l'écart peut être lié

aux relations utilisées pour la profondeur de contact et l'aire de contact, pour le calcul de dureté instrumentée. L'effet de la dureté sur la réponse peut être interprété physiquement et attribué d'une part, au rôle de l'effet de la surface sur la micro dureté pour des profondeurs de pénétration très petites [20]. Cet effet connu sous le nom de « l'effet de la taille d'indentation » généralement mène à une décroissance de la dureté à mesure que la charge d'indentation augmente. D'où, le modèle que nous proposons semble être plus adapté au calcul des propriétés mécaniques en tenant compte de la correction du défaut de pointe d'indenteur pour le cas de déformation en pile-up.

IV.5.1. APPLICATION DE LA NOUVELLE EXPRESSION PROPOSEE SUR LA DURETE

Afin de confirmer cette idée, la dureté H_M a été calculée sur la base de la charge d'indentation P , et la rigidité sur la base de Éq. (17) en utilisant les valeurs de $P/(h+h_0)^2$ données à la Fig.IV.5.

Les résultats présentés à la Fig.IV.5. montrent clairement une dépendance significative de la dureté calculée sur la charge d'indentation.

La dépendance de la dureté à la charge mesurée, c'est-à-dire l'ISE, a été largement étudiée et certains aspects phénoménologiques des explications sur l'origine de l'ISE ont été proposés par les auteurs [18].

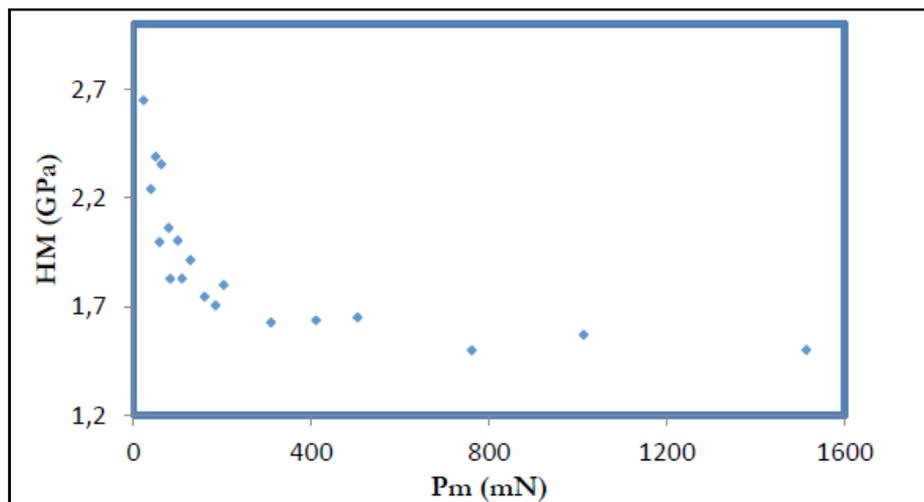


Fig. IV.7. Représentation graphique de l'évolution de H_M en fonction de la charge d'indentation ultime

La représentation graphique de la Fig. IV.7. montre un nuage de points caractéristique de la dureté Martens exprimée en GPa relative à essais d'indentation aux charges maximales. La tendance de la courbe est à la baisse de 2,7 GPa à une valeur moyenne égale à environ 1,5 GPa. Gardez à l'esprit que la fonction de dureté en ordonnée est exprimée en termes de définition de la dureté Martens qui est calculée par Eq. (14).

Pour utiliser l'éq. (17), il est nécessaire d'identifier le type de mode de déformation sous le pénétrateur. A partir de cela, on calcule le rapport de la profondeur de pénétration finale à la profondeur maximale, h_f/h_m . Dans notre étude de cas, le h_f/h_m ratio = $0,95 \pm 0,02$, ce qui montre que ce ratio est supérieur à 0,83. Donc, le mode de déformation prédominant du Cu99 est l'empilement. Cela justifie l'emploi de l'expression (12) comme indiqué dans [8].

En revanche, dans le cas de l'expression relative à H_M par rapport à sa réponse λ calculée en fonction du module mixte, la charge d'indentation et la raideur selon l'expression proposée dans ce travail, à savoir Eq. (17).

Avec la correction des déplacements maximaux du pénétrateur qui sont susceptibles d'affecter tous les points caractéristiques des tests d'indentation comme cela a été montré dans les travaux [13]. De plus, en utilisant la correction d'asymétrie $\beta = 1,05$ suggéré par Oliver et Pharr [10].

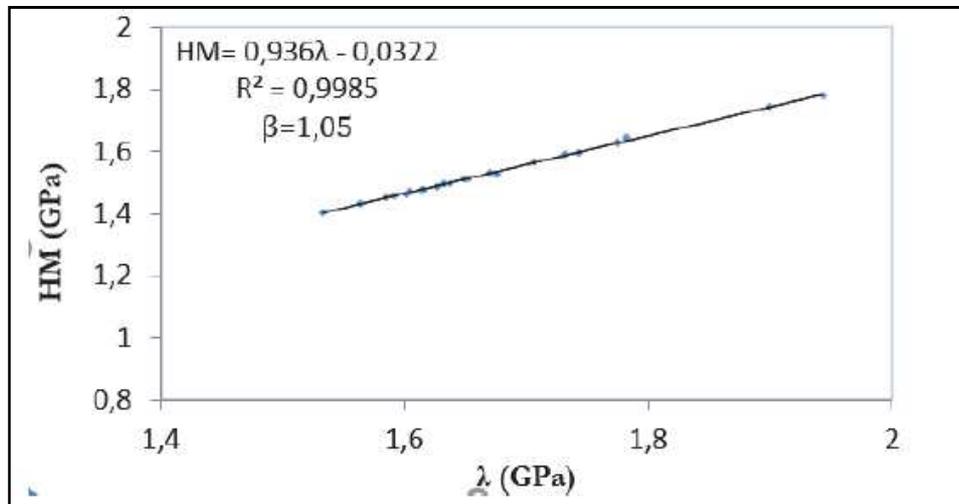


Fig. IV.8. Représentation de l'évolution de H_M selon le critère de Joslin et Oliver exprimée dans la réponse λ (voir Eq. (23)).

La régression linéaire illustrée à la Fig. IV.8. montre une très bonne collocation des points et une bonne corrélation mathématique avec un taux de reproductibilité de 99,98% qui tend vers le cas idéal avec seulement 0,02% d'écart. Ainsi, comme on le voit, il existe une bonne relation linéaire entre les deux paramètres examinés (la fonction de dureté et sa réponse mécanique), étant en bon accord avec l'expression analytique proposée dans l'équation. (18).

IV.6. EXPRESSION DE DURETE ET DU CRITERE D'IDENTIFICATION DU MODE DE DEFORMATION PAR INDENTATION

Il s'agit d'estimer la relation analytique de dureté Martens d'indentation en mode Pile-up et le critère départagent les deux modes de déformation applique sur le matériau métallique massif à savoir le Bronze soit SAE660.

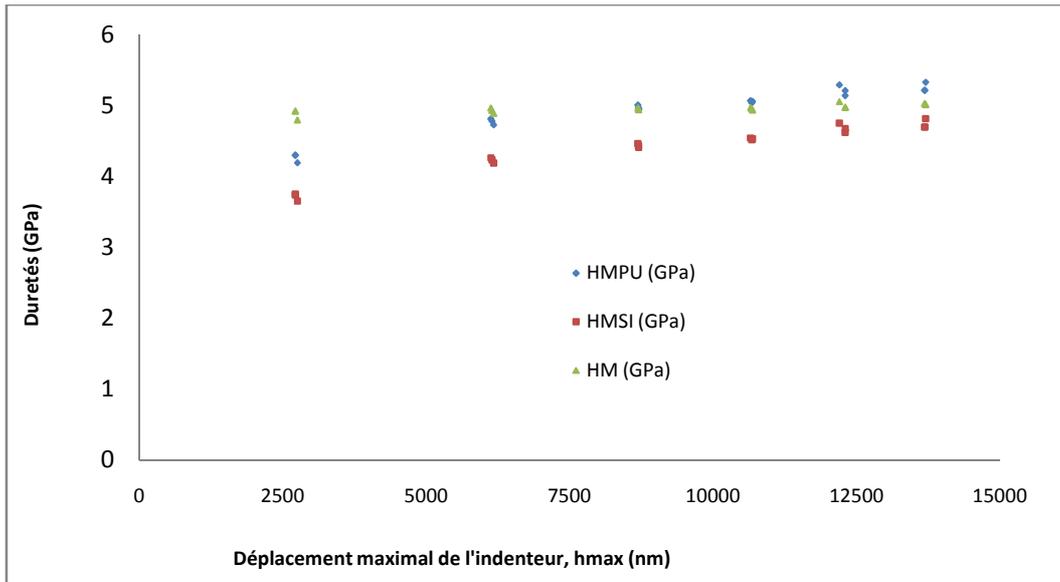


Fig.IV.9.Profils de duretés en fonction du déplacement maximal de l'indenteur.

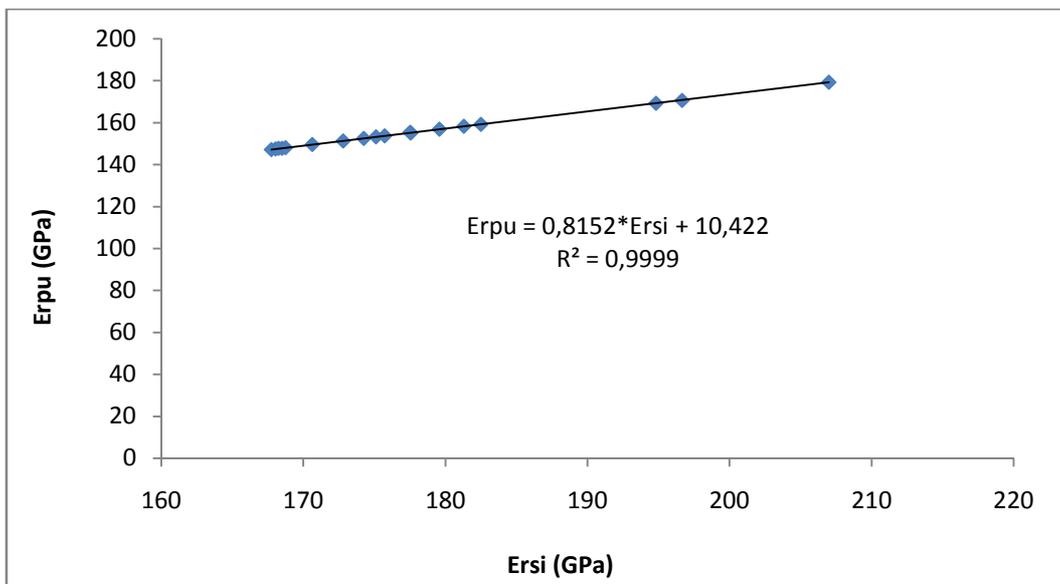


Fig. IV.10. Relation entre les modules d'élasticité réduits en sink-in et en pile-up.

Une excellente reproductibilité expérimentale entre les deux modules réduits en mode sink-in et en mode pile-up avec un taux de reproductibilité de 99,99%.

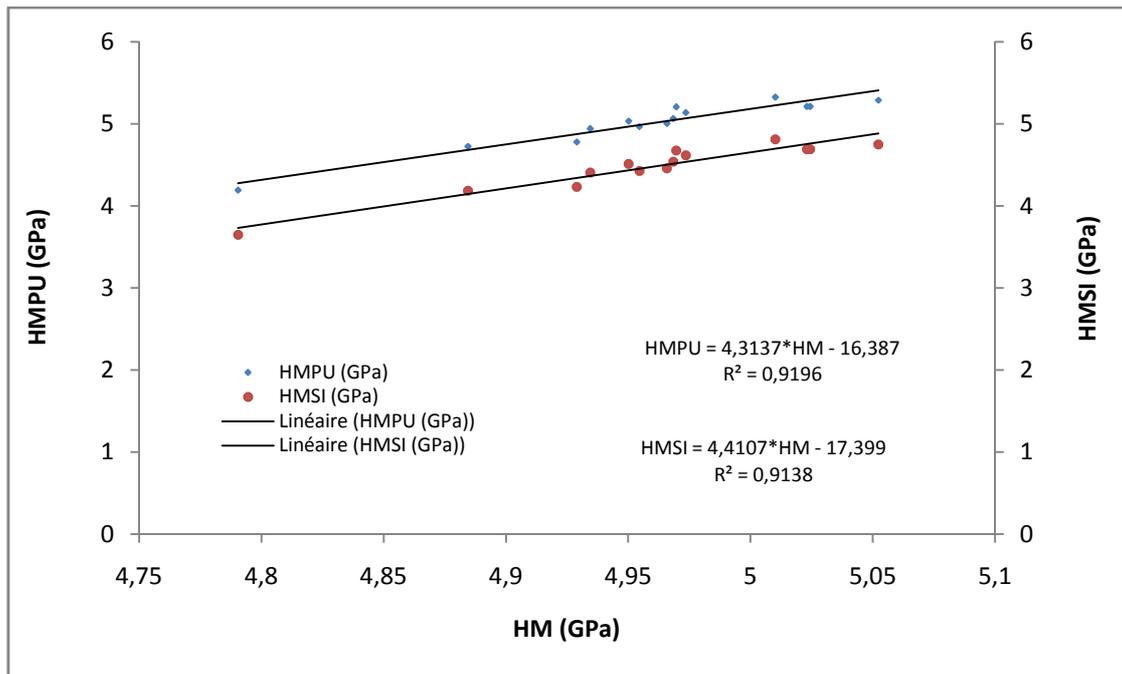


Fig. IV.11. Régressions linéaires des duretés proposées en modes sink-in et pile-up en fonction de la dureté Martens classique.

Une modélisation expérimentale des relations HMSI-HM et HMPU-HM par la méthode des moindres carrés montre une bonne reproductibilité factorielle. Cependant, on constate dans la Fig. IV.11. que les expressions de HMSI et celle de HMPU en fonction de HM sont différentes et met en exergue la distinction entre les valeurs distinctes des trois duretés à savoir que ; $HM \neq HMSI \neq HMPU$.

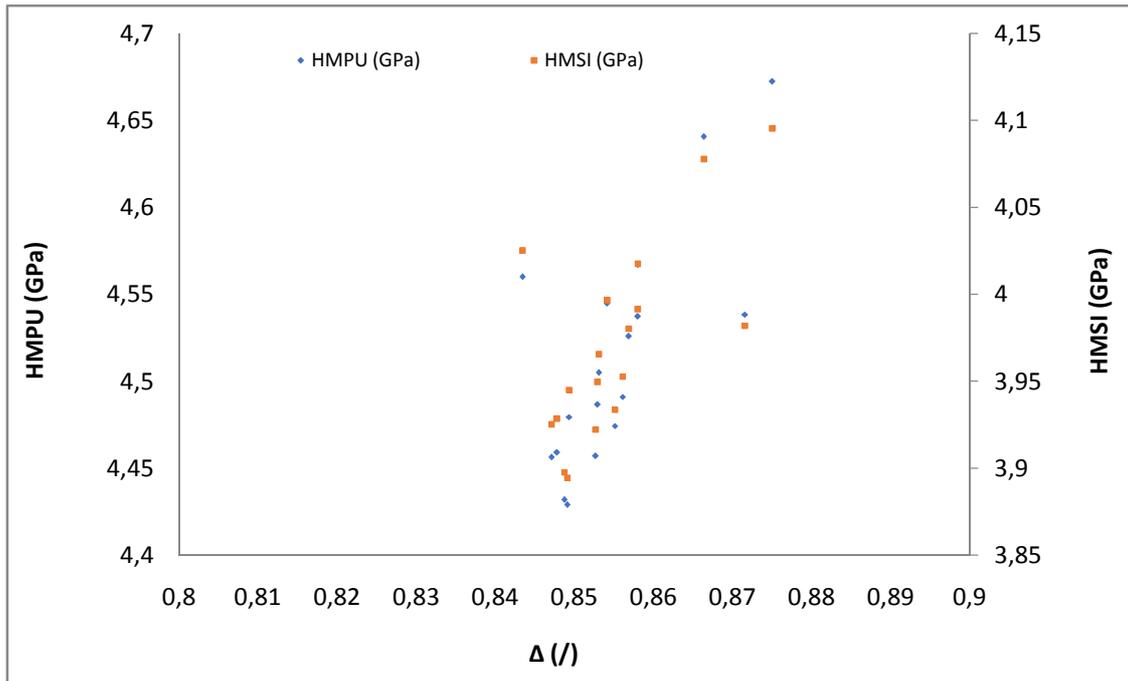


Fig. IV.12. Evolution des duretés HM_{PU} et HM_{SI} en fonction du critère de prédiction du mode de déformation sous indenteur, Δ .

Pour $\Delta=0,85\pm 0,02$: Le nuage de points caractéristiques des duretés Martens propres aux deux modes de déformation se concentre au voisinage de la limite de la valeur de 0,85.

Δ qui désigne le critère qui permet d'identifier le mode de déformation en sink-in ou en pile-up se trouve à la limite près de la valeur de 0,85 ce qui signifie que $\Delta \in [0,83,0,85]$ donc nous nous retrouvons devant une situation où aucun mode de déformation ni prépondérant [9]. Par conséquent, selon certains auteurs [9] pour le calcul de h_c et A_c on peut choisir entre l'expression du sink-in [7] ou celle du pile-up [8] dans la mesure où h_{max} des deux modes sont égales. Dans le présent travail on calcule ces propriétés pour les deux modes séparément pour comparer les résultats obtenus.

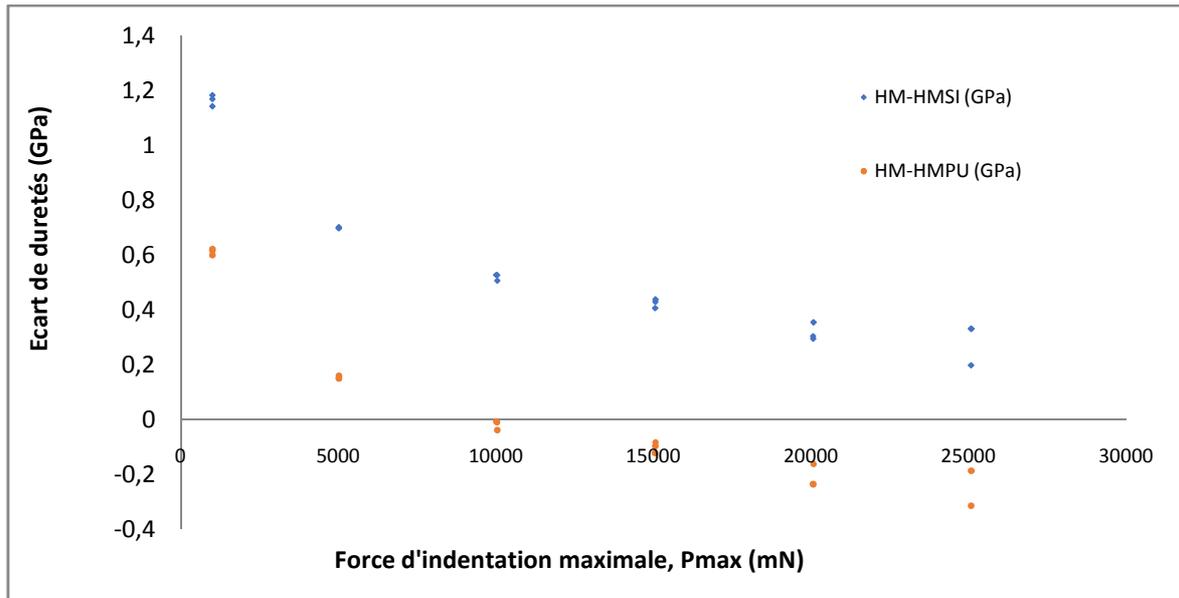


Fig. IV.13. Ecarts des duretés HM_{SI} et HM_{pu} avec la dureté classique sous l'action de la force d'indentation

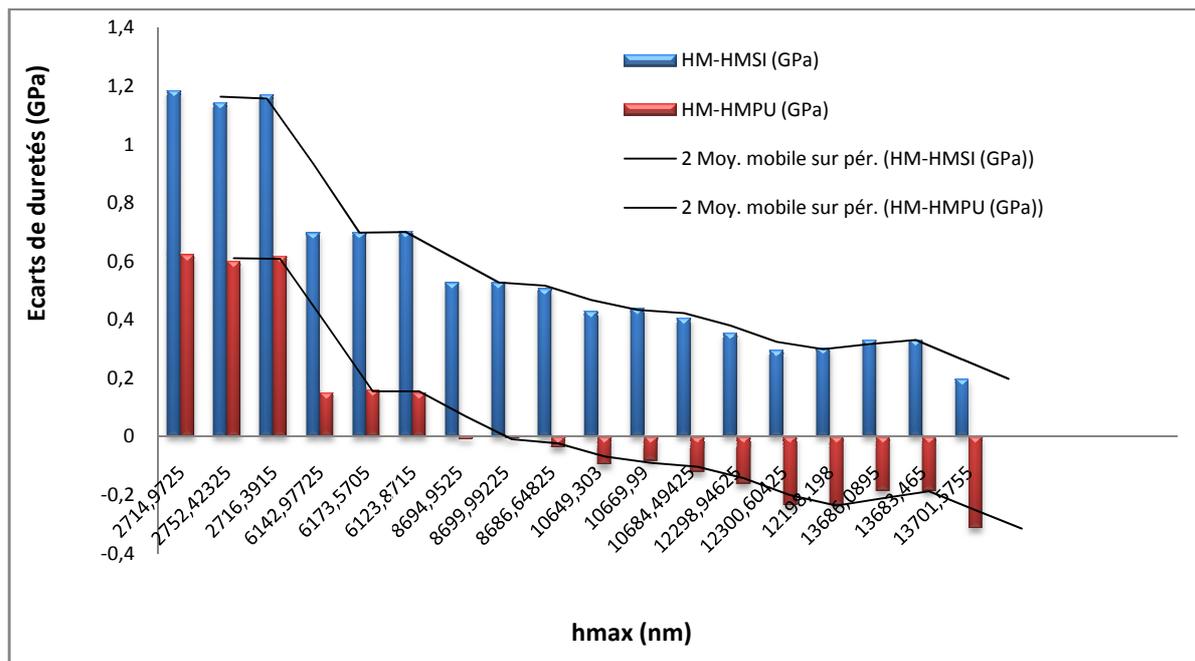


Fig. IV.14. Comparaison des écarts entre la dureté Martens, HM classique indépendante des déformations sous indenteur et les deux autres duretés Martens exprimées en fonction du pile-up et du sink-in dans le présent travail.

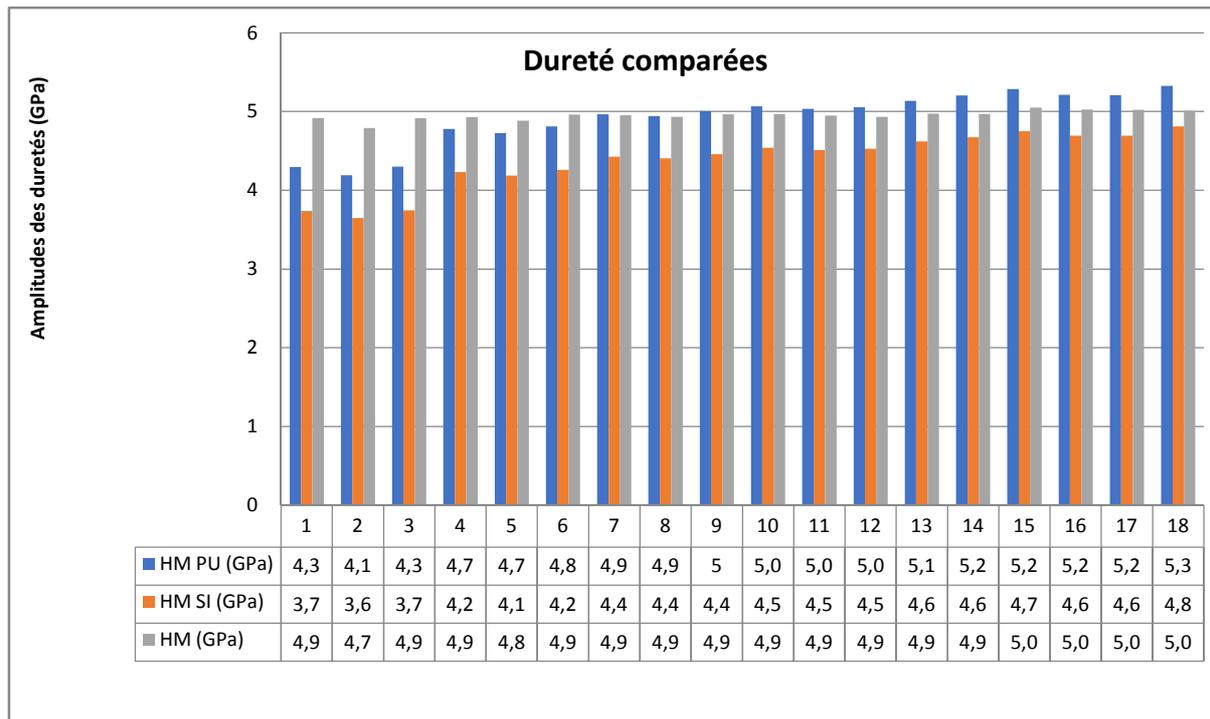


Fig. IV.15. Histogramme représentant la comparaison des amplitudes des trois duretés en fonction des 18 tests d'indentations élaborés mentionnés en abscisse.

IV.7. COMMENTAIRE ET DISCUSSION DES RESULTATS

Sur la base de cette analyse, la conclusion suivante peut être tirée :

1. La dureté HM dans l'Eq. (17) ne peut pas être considéré comme une constante. Par conséquent, expérimentalement calculé $P/(h+h_0)^2$ significativement avec le déplacement h et la charge d'indentation correspondante.
2. Nous avons affiné une expression analytique de la dureté de Martens dérivée d'une expression $P-h^2$ précédemment développée relatif à l'empilement [24] en fonction du critère $P^{1/2}/S$ utilisé par Joslin et Oliver [25] pour la déformation dans un mode pile-up en microindentation. La dureté Martens ne prend pas en compte les modes de déformation sous un pénétrateur (sink-in, pile-up) qui est son point faible par rapport à la dureté de contact. Cependant, la proposition expression est un outil de prédiction de la fonction HM variable en fonction de la charge, de la rigidité et de la module réduit compte tenu du mode de déformation d'empilement.
3. Pour utiliser cette expression proposée, il vous suffit d'abord de déterminer le rapport h_f/h_m . Cela vous aidera à comprendre le mode de déformation pile-up.
4. En perspective, cette modélisation expérimentale sera généralisée aux deux autres modes de déformations, à savoir l'enfoncement et la limite de la coexistence modale.

IV.8. MISE EN ŒUVRE DE L'APPROCHE PROPOSEE APPLIQUEE A L'ACIER 15CH2MFA IRRADIE PAR NEUTRON [26]

En raison des petites éprouvettes utilisées, le test d'indentation est considéré comme non destructif en pratique [27,28], ce qui est un avantage de ce test de caractérisation mécanique. L'exigence de tester les composants sans compromettre les performances globales du système auquel ils appartiennent, tels que les réacteurs nucléaires, nécessite une réduction de la taille des échantillons à caractériser, ce qui justifie l'utilisation du test d'indentation instrumenté pour évaluer les propriétés mécaniques des matériaux [29,30]. Malgré les progrès réalisés en matière de prévision de la fragilisation et de la récupération radiologique [31-33], des tests de matériaux considérables sont encore nécessaires pour définir le processus de récupération. Une étude comparative préalable [26] est consacrée à la dureté de l'acier irradié par les neutrons et sert de référence dans le courant travail. Il comprend l'évaluation de cette dureté en mode sink-in en utilisant la méthode classique d'Oliver et Pharr [7] et en mode pile-up en utilisant la propre approche des auteurs de la méthode des éléments finis [26]. Il est largement reconnu que le mode de déformation dans la région où le pénétrateur est appliqué dépend à la fois de la réaction élasto-plastique du matériau à indenter et de la forme du pénétrateur comme avancé par les auteurs Oliver et Pharr [7] et Loubet et al. [8, 15-17]. En générale, la plupart des chercheurs [26] utilisent le modèle proposé par Oliver et Pharr [7], même si le mode de déformation réel peut être différent. C'est peut-être parce qu'ils ne connaissent pas ou n'utilisent pas le modèle de Loubet et al. [8, 15-17]. De nombreux matériaux s'empilent autour de l'empreinte, Ainsi, les propriétés mécaniques dérivées des tests d'indentation instrumentés sont basées sur le modèle proposé par Oliver et Pharr. [7] ne sont pas du tout exactes. L'objectif de ce travail est de comprendre l'analyse de la dureté influencée par l'irradiation neutronique d'un point de vue différent. Dans un premier temps, nous reconstruirons les informations de cette étude mise en œuvre par les auteurs [26] pour extraire les données brutes de la méthode directe par simulation numérique développée dans la publication [26]. Ces mesures sont supposées être indépendantes des méthodes traditionnelles de calcul de l'indentation [7,8]. Puis ces résultats sont traités avec les deux méthodes citées [5,6] et comparés à la méthode directe des auteurs [26]. En particulier, nous notons que la méthode des éléments finis de l'auteur [26] pour estimer l'effet d'empilement est conforme à notre approche basée sur la méthode de Loubet et al. [8, 15-17]. Enfin, nous appliquons deux expressions analytiques de la dureté Meyer en fonction de la force d'indentation maximale et

de la rigidité de contact par rapport à chaque mode de déformation, à savoir l'enfoncement et l'empilement.

IV.8.1. EFFET DU PILE-UP SUR L'ÉVALUATION DE DURETÉ

En règle générale, la plupart des chercheurs [26] utilisent le modèle proposé par Oliver et Pharr [7], même si le mode de déformation réel peut être différent. C'est peut-être parce qu'ils ne connaissent pas ou n'utilisent pas le modèle de Loubet et al. [8, 15-17]. L'objectif de ce travail est de comprendre l'analyse de la dureté influencée par l'irradiation neutronique d'un point de vue différent. Dans un premier temps, nous reconstruirons les informations de cette étude mise en œuvre par les auteurs [26] pour extraire les données brutes de la méthode directe par simulation numérique développée dans la publication [26]. Ces mesures sont supposées être indépendantes des méthodes traditionnelles de calcul de l'indentation [7,8]. Puis ces résultats sont traités avec les deux méthodes citées [30,31] et comparés à la méthode directe des auteurs [26]. En particulier, nous notons que la méthode des éléments finis de l'auteur [26] pour estimer l'effet d'empilement est conforme à notre approche basée sur la méthode de Loubet et al. [8, 15-17]. Enfin, nous appliquons deux expressions analytiques de la dureté Meyer en fonction de la force d'indentation maximale et de la rigidité de contact par rapport à chaque mode de déformation, à savoir l'enfoncement et l'empilement.

IV.8.2. MATERIAU ETUDIÉ ET MÉTHODE (RECHERCHES ANTERIEURES [1])

L'étude de cas de recherche de référence [26] est l'examen de l'acier bainitique trempé 15Cr2MoV destiné à la fabrication de cuves de réacteurs nucléaires désignées VVER 440. La composition chimique de ce matériau était disponible à partir de recherches antérieures [34, 35] et est résumée dans le tableau. **IV.3:**

Tableau. IV.3. Composition chimique de l'acier 15Ch2MFA (%en poids).

C	Mn	Si	P	S	Cr	Ni	Mo	V	Co	As	Cu
0.18	0.50	0.31	0.014	0.016	2.80	0.07	0.65	0.009	0.009	0.009	0.10

Les résultats des tests d'indentation de l'acier pour ces deux états non irradiés et irradiés se trouvent dans la référence [26].

Les auteurs [26] ont déterminé les profondeurs de pénétration maximales, les zones de contact et les hauteurs d'empilement maximales pour trois types d'analyse différents et deux états de matériaux dans cette recherche [26] en utilisant la méthode des éléments finis (simulations par

éléments finis non linéaires du test d'indentation), comme résumé dans le tableau.IV.4.et illustré sur la courbe caractéristique de nanoindentation (voir Fig.IV.16).

L'étude numérique [26] a cherché à quantifier l'effet de l'empilement de matériaux sur la fiabilité de l'évaluation de la surface de contact de la méthode OP.

En conséquence, les surfaces de contact ont été calculées à l'aide de courbes charge déplacement d'indentation simulées et comparées aux surfaces de contact "réelles" calculées à l'aide d'une analyse par éléments finis [26].

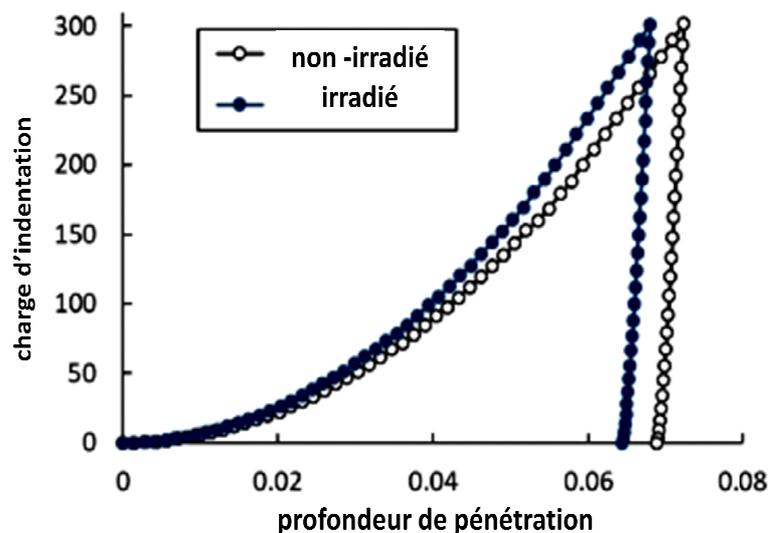


Fig. IV.16. Courbes charge-déplacement d'indentation pour le pénétrateur de Berkovich et non irradié et neutronique [26].

Trois géométries distinctes de pénétrateur ont été étudiées (voir tableau 2).

Pour toutes les simulations, l'indentation a été provoquée par la même force maximale, calculée à 300 N. Le pénétrateur a été traité comme s'il était rigide. L'interaction du pénétrateur avec le matériau en retrait était sans frottement.

Le module d'Young $E = 200$ GPa et le coefficient de Poisson $\nu = 0,3$ ont été utilisés pour caractériser les caractéristiques élastiques du 15Ch2MFA.

IV.8.3. RESULTATS EXPERIMENTAUX ET NUMERIQUES OBTENUS PAR LA RECHERCHE PRECEDENTE [26]

Nous présentons les résultats des simulations numériques présentées dans la Réf [26]. Concernant les profondeurs maximales et les zones de contact par indentation pour trois types

d'analyses différents et deux états du matériau étudié avant et après irradiation neutronique, sont indiqués dans le tableau 1:

Tableau. IV.4. Profondeurs de pénétration maximales et surfaces de contact calculées numériquement pour trois types d'analyse différents et deux états de matériau [26].

Forme du pénétrateur	Dimension d'analyse	État du matériau	h_{max} [μm]	A [mm^2]
Berkovich	3D	N.I	72	0.158
		I	68	0.146
Cône équivalent	3D	N.I	72	0.157
		I	67	0.143
	2D	N.I	71	0.155
		I	68	0.143

Nous exposons les résultats des simulations numériques présentés par les auteurs [26].

Tableau. IV.5. Exploitation de la méthode d'OP et la méthode directe par FEA [26] pour caractériser le matériau étudié.

	Zone de Contact, A_c [mm^2]		$\frac{A_D}{A_{op}} = \frac{H_{op}}{H_D}$
	la méthode d'OP	Directement à partir de FEA	
N.I	0.117	0.155	1.32
I	0.102	0.143	1.40
$\frac{A_n}{A_i} = \frac{H_i}{H_n}$	1.150	1.080	/

Ces 2 méthodes sur le tableau 2 sont exploitées afin d'estimer les rapports des aires de contact et ceux des duretés d'indentation.

IV.8.4. VALIDATION DU MODELE PROPOSE

IV.8.4.1. COMPARER LES RESULTATS DES DEUX APPROCHES

Supposons que le type de mode de déformation est inconnu. Donc on calcule éventuellement les propriétés du 15Cr2MoV par le modèle qui traite le sink-in élaboré et développé par les auteurs [26] et le modèle qui traite le pile-up élaboré par les auteurs Habibi et al [19].

Nous supposons également que les résultats obtenus par la simulation numériques sont neutre c'est-à-dire pour le calcul des propriétés mécaniques on utilise ni la méthode de Oliver et Pharr, ni celle de Loubet et al. Donc on peut éventuellement comparer les résultats sans l'influence des deux méthodes connues pour l'estimation du pile-up ainsi que le sink-in. Et

c'est cette neutralité des données issues de la méthode directe par simulation numérique qui représente le point fort et l'avantage de cette étude (souvent les études sont influencées initialement par la première ou la seconde méthode de calcul donc on ne peut pas les comparer et émettre un avis objectif sur la fiabilité des résultats).

On utilise la méthode inverse pour extraire les données issues de la méthode directe exploitées par les auteurs [26] pour vérifier la démarche appréhendée par ces auteurs et pouvoir analyser et commenter la voix alternative par la suite.

En se référant à la relation relative au sink-in et à la relation relative au pile-up nous calculons le rapport (P_m/S) par les équations (IV. 1) et (IV. 2) correspondantes respectivement à partir des valeurs (h_m, A_c) de la méthode directe extraites du tableau .IV.5. comme suit:

$$\left\{ \frac{P_m}{S} = \frac{1}{\varepsilon} \left[h_m - \left(\frac{A_{OP}}{c} \right)^{1/2} \right] \right. \quad (IV. 1)$$

$$\left. \frac{P_m}{S} = h_m - \frac{1}{\alpha} \left(\frac{A_{LA}}{c} \right)^{\frac{1}{2}} \right. \quad (IV. 2)$$

Les valeurs résultantes de (P_m/S) sont injectées dans les équations conventionnelles (IV. 1) et (IV. 2) relatives aux méthodes de Oliver et Pharr [7] et de Loubet et al.[8] mentionnées dans l'aspect théorique. Comme le montre le tableau 3 suivant :

Tableau. IV.5. Les résultats du rapport (P_m/S) du 15Ch2MFA par l'utilisation des deux méthodes [7] et [8].

Forme d'indenteur	Dimension d'analyse	Etat du matériau	Méthodes utilisées pour le calcul de (P_m/S) [mm]	
			Méthode de Loubet et al. [8]	Méthode d'Oliver et Pharr [7]
			Mode en pile-up	Mode en sink-in
Berkovich	3D	N.I	0,005078718	-0,011535471
		I	0,003670209	-0,012771874
Cône équivalent	3D	N.I	0,00529083	-0,01118195
		I	0,003334562	-0,013053508
Cône équivalent	2D	N.I	0,004717091	-0,011860404
		I	0,004334562	-0,011664619

Tableau. IV.6. Les résultats des aires de contacts du 15Ch2MFAcorrespondants aux rapports (P_m/S):

Forme d'indenteur	Dimension d'analyse	Etat du matériau	Méthodes utilisées pour le calcul de l'aire de contact, A _c [mm ²]		Taux de différence de A _c entre les deux modes [%]
			Méthode [7] d'Oliver et Pharr	Méthode [8] Loubet et al.	
			Mode sink-in	Mode pile-up	
Berkovich	3D	N.I	0,099396117	0,158	0,37091065
		I	0,084719528	0,146	0,41972926
Cône équivalent	3D	N.I	0,100192115	0,157	0,36183366
		I	0,081289282	0,143	0,43154348
Cône équivalent	2D	N.I	0,095582222	0,155	0,3833405
		I	0,087032226	0,143	0,39138303

Pour des raisons de clarté et de lisibilité des résultats des aires de contacts affichés sur le tableau. IV.6. Nous avons préféré les présenter séparément dans un tableau différent que le tableau .IV.5.

Exploitation des données et des conditions du tableau 2 donne :

$$\begin{cases} H_{nop} = 2,9486 \text{ GPa} \\ H_{iop} = 1,15 \cdot H_{nop} \end{cases} \text{ d'où } H_{iop} = 2,9486 \text{ GPa} \quad (\text{IV.3})$$

Pour le calcul de H_{Dn} et H_{Di} on utilise les conditions suivantes :

$$\begin{cases} \frac{H_{nop}}{H_{Dn}} = 1,32 \\ \frac{H_{iop}}{H_{Di}} = 1,40 \end{cases} \text{ d'où } \begin{cases} H_{Dn} = 1,9424 \text{ GPa} \\ H_{Di} = 2,1017 \text{ GPa} \end{cases} \quad (\text{IV.4})$$

D'où le tableau.I V.7.récapitulatif des duretés relatives à l'indenteur de type conique avec analyse numérique à deux dimensions sera comme suit :

Tableau. IV.7. Tableau récapitulatif des valeurs des duretés d'indentation H_{nop} , H_{iop} , H_{Dn} , H_{Di} pour l'indenteur conique à 2D par la méthode directe (la méthode numérique supposée neutre) et celle d'Oliver et Pharr.

Condition	Dureté instrumenté d'indentation [GPa]		Taux: H_{OP} / H_D (méthodes)
	Méthode d'Oliver et Pharr	Méthode directe par Simulation numérique	
Non irradié	2,564	1,942	24,26 %
Irradié par neutron	2,9486	2,102	28,71 %
Taux: H_{NI} / H_I (état du matériau)	13,04 %	7,61 %	/

La charge ultime d'indentation est supposée la même ($P_{max}=300$ N) pour tous les essais élaborés par les auteurs [26] pour unifier les conditions de ces essais et pouvoir en tirer des conclusions objectives par la suite.

IV.8.4.2. COMPARER LES DEUX DURETES MARTENS POUR LES DEUX MODES DE DEFORMATION

Les duretés Martens sont calculées pour le mode sink-in et le mode pile-up par des nouvelles expressions analytique (IV.5) et (IV.6) correspondantes proposées par le présent travail et exprimées comme suit :

$$\left\{ \begin{aligned} H_{M \text{ SINK-IN}} &= \frac{1}{26,43} \left(\frac{\sqrt{\pi}}{2\sqrt{24,5}} \frac{1}{\left(\frac{\sqrt{P_m}}{S}\right)_{Er}} + 0,72 \left(\frac{\sqrt{P_m}}{S}\right) \right)^{-2} & (IV.5) \\ H_{M \text{ PILE-UP}} &= \frac{1}{26,43} \left(\frac{\sqrt{\pi}}{2.1.2.\sqrt{24,5}} \frac{1}{\left(\frac{\sqrt{P_m}}{S}\right)_{Er}} + \left(\frac{\sqrt{P_m}}{S}\right) \right)^{-2} & (IV.6) \end{aligned} \right.$$

Tableau. IV.8. Résultats des duretés Martens estimées par les deux expressions analytiques (IV.4) et (IV.5) proposées dans le présent travail, pour les deux modes:

Etat du matériau examiné	Dureté Martens [GPa]		Taux de différence (méthodes)
	Mode en sink-in	Mode en pile-up	
Non irradié	2,066	2,055	5,3‰
Irradié par neutron	2,253	2,439	8 %
Taux de différence H_{MI} et H_{MNI}	8,03 %	15,44 %	

$$\text{Taux de différence} = \left| \frac{H_{\text{sink-in}} - H_{\text{pile-up}}}{\sup(H_{\text{sink-in}}, H_{\text{pile-up}})} \right|$$

IV.8.4.3. DETERMINATION DU MODE DE DEFORMATION PAR LA METHODE D'ALCALA ET AL[36].

Le coefficient Δ désigne la relation utilisée par les auteurs Alcalá et al. [36] pour distinguer le mode sink-in du mode pile-up. Lorsque Δ est supérieur à 1 c'est la prédominance du pile-up et dans le cas échéant lorsque Δ est inférieure à 1 c'est la prédominance du sink-in.

Ce ratio Δ est calculé comme suit :

$$\text{Ratio } \Delta = \frac{A_p L A}{24,56 * h_{max}} \quad (\text{IV.7})$$

On calcule le ratio Δ pour les 6 tests étudiés concernant les états du matériau ainsi que les dimensions de son analyse (3D et 2D). Ensuite on trace l'histogramme (voir Fig.IV.16.) illustratif du ratio d'Alcalá et al. [36] pour les essais misent en œuvre en directe.

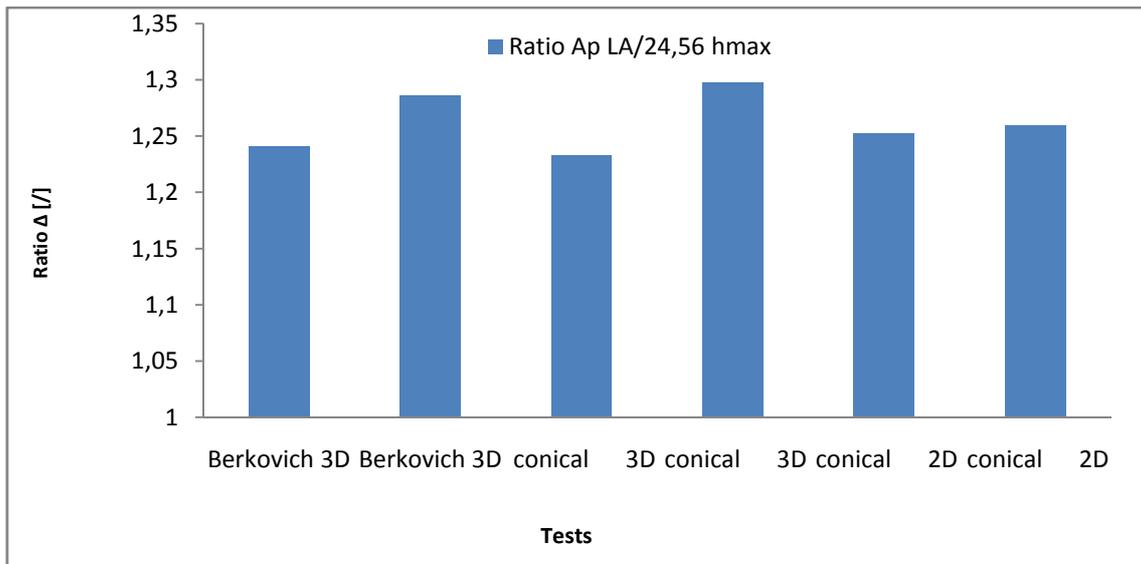


Fig. IV.16. Histogramme du rapport d'Alcala et al pour prédire le mode de déformation sous indenteur.

Les six colonnes caractéristiques des tests élaborés sont d'amplitudes supérieures à 1. A savoir la moyenne des rapports $\Delta = 1.26 \pm 0.02$.

Ce qui explique que l'acier 15Ch2MFA adopte un mode de déformation prédominant en Pile-up. L'identification du mode de déformation sous indenteur se fait au début de l'étude méthodologiquement pour le choix directe de l'équation de calcul selon le mode détecté. Mais dans notre cas nous avons appréhendé le processus inverse pour analyser et commenter l'étude sans l'influence préalable de la connaissance du mode de déformation pour mener l'étude de façon objective et évaluer l'impact du pile-up sur l'appréciation de la dureté.

IV.8.4.4. ANALYSE ET COMMENTAIRE DES RESULTATS

- Le tableau.IV.5.Montre une parfaite corrélation des résultats des auteurs [26] sur les aires de contacts et leurs profondeurs ultimes correspondantes avec la méthode de Loubet et al. [8] destinée au calcul de A_c dans le cas du pile-up.
- Tandis que les résultats de A_c calculés par la méthode d'Oliver et Pharr [7] sont différents de la méthode directe par simulation numérique.
- L'écart de A_c entre les deux modes de déformation calculés par les deux méthodes [7,8] précédentes correspondantes est très significatif et est estimé moyennement à 39 %.
- Le tableau.IV.4.Affiche des valeurs correctes du rapport (P_m/S) concernant le mode de déformation en pile-up puisque on retrouve des valeurs conformes de A_c entre la méthode directe par simulation numérique [26] et celle de Loubet et al. [8].

- Cependant les valeurs de (P_m/S) relatives au sink-in sont inadéquates physiquement portant le signe négatif. Dans la logique imposée par Oliver et Pharr pour le calcul du rapport (P_m/S) (voir la relation xx) la hauteur maximale, h_m , devrait être supérieure à la hauteur $(A_{OP}/24,5)^{0,5}$. Ce qui signifie la limite d'applicabilité de la méthode d'Oliver et Pharr dans le traitement de la déformation en pile-up.
- Le tableau.IV.7.l'écart de dureté enregistré entre le matériau irradié et non irradié par neutron par la méthode d'Oliver et Pharr est estimé à 13,04 %. Tandis que la méthode directe des auteurs [] par simulation numérique enregistre une dureté plus raisonnable estimée à 7,61 % avec une surestimation de 5,43 %.
- Cependant la fiabilité des deux méthodes à savoir la méthode directe et celle d'Oliver et Pharr enregistrent: 24,26 % et 28,71 % respectivement. Avec une marge d'écart d'environ 4,5 %.
- Le tableau 6: Enregistre une tendance haussière de la dureté Martens de l'état initial vers l'état irradié par neutron de l'ordre de 8,03 % et de 15,44 % pour le mode sink-in et le mode pile-up respectivement. Ce qui représente un écart de 7,41 % presque le double.
- La marge d'écart entre l'utilisation des expressions analytiques proposées (sink-in) et (pile-up) donnent: 5,3 ‰ et 8 % respectivement pour la caractérisation du matériau à l'état initial soit non irradié et l'état final soit irradié par neutron. Ce qui représente une valeur de 11 MPa d'écart pour le matériau non irradié et 186 MPa pour l'état irradié par neutron.
- Figure (Fig.IV.16.). L'histogramme montre le rapport d'Alcala et al. [36] pour prédire le mode de déformation sous indenteur. Les six colonnes caractéristiques des tests élaborés sont d'amplitudes supérieures à 1. Ce qui explique que l'acier 15Ch2MFA adopte un mode de déformation prédominant en Pile-up.

IV.9. MODELISATION MATHEMATIQUE DE LA DURETE VICKERS EN FONCTION DE LA DURETE DE CONTACT

Le premier test de dureté reconnu sur les métaux, est celui inventé par Brinell au début du 20ème siècle [37]. Il consiste à presser un pénétrateur sphérique sur un métal à surface plane avec une charge contrôlée et à mesurer optiquement la surface hémisphérique de l'empreinte après l'essai. En 1922, Rockwell a établi un test en faisant varier la force et le diamètre de l'empreinte. Des pénétrateurs coniques ou sphériques peuvent être utilisés, y compris la dureté

Knoop en utilisant un pénétrateur pyramidal à base de diamant, et le test Vickers en utilisant un pénétrateur pyramidal à base carrée [38]. Les essais d'indentation conventionnels sont bien adaptés à la mesure macroscopique de la dureté et nécessitent de mesurer optiquement l'indentation laissée par les pénétrateurs [39]. Cependant, une empreinte de quelques microns de large est plus difficile à mesurer optiquement. De plus, il devient nécessaire de mesurer la dureté non pas après l'essai, mais directement pendant l'essai lui-même, pour déterminer les propriétés du matériau sous charge [40-42]. C'est pour ces raisons que l'indentation instrumentée est apparue à partir des années 80, et conduit à développer des techniques de caractérisation mécanique des surfaces [43-45]. En 1992, Oliver et Pharr ont mis au point une technique améliorée pour déterminer la dureté et le module d'élasticité à l'aide de tests d'indentation par détection de charge et de déplacement [7]. Elle est donc récente par rapport aux premières mesures de dureté [46]. Avec ces dispositifs, la force verticale appliquée au pénétrateur et son déplacement sont mesurés en continu pendant l'essai. Le déplacement est ensuite utilisé pour calculer la surface du pénétrateur sous charge. En raison d'une facilité d'utilisation et d'un caractère non destructif, le test de nano-indentation est donc idéalement adapté à cet effet, permettant la mesure des propriétés mécaniques des matériaux en surface, à l'échelle du micron au nanomètre [47-49].

Puisque les résolutions des capteurs de force et de déplacement sont de l'ordre du micromètre voire du nanomètre, il est possible de mesurer la dureté du matériau testé à ces échelles [50,51]. Le pénétrateur est supposé rigide, indéformable et les phénomènes d'adhérence au poinçon seront négligés.

Les objectifs de la présente rubrique sont de mettre en œuvre une modélisation qui exprime la relation entre la dureté de contact et la dureté Vickers. L'étude de la relation entre la dureté d'indentation et la dureté Martens sur un matériau distinct à l'échelle de la microdureté, a fait l'objet d'une publication précédente [52-55]. Dans notre cas, les effets du module de Young, de la rigidité de contact et de la fraction de dureté ont été étudiés à l'aide d'outils mathématiques et statistiques, et sont mis en œuvre pour identifier des pistes de recherche concernant la corrélation de la dureté.

IV.9.1. ÉCHANTILLONS ET PROTOCOL EXPERIMENTAL

Des essais expérimentaux d'indentation ont été réalisés sur des films du matériau d'usage courant, extraits de barre d'acier E24-2 selon la norme AFNOR, déposés sur des lames de verre à l'aide d'un nanoindenteur instrumenté MHT NHT S/N: 02-00142. La composition du S235JR désigné par la norme AISI est la suivante:

Tableau. IV.8. Chemical composition of S235-JR

Éléments constitutifs	C	Mn	P	S	N	Cu	CEV
Tarifs	0,2	1,4	0,04	0,04	0,012	0,55	0,38

Au moins dix (10) essais ont été effectués dans la plage de charge [0-151] mN et les profondeurs d'indentation variaient entre 0 et 1690 nm. Le chargement et le déchargement sont appliqués avec un pénétrateur Berkovich à une vitesse de 50 mN/s. Les éprouvettes ont été traitées pour obtenir des surfaces planes, polies avec des papiers abrasifs de grades 80 à 4000, puis avec une suspension d'alumine pour obtenir un poli miroir. Le matériau utilisé pour les pénétrateurs est le diamant ($E=1141\text{GPa}$ et $\nu = 0,07$). Dans un test d'indentation instrumenté, la pointe en diamant est enfoncée sur la surface de l'échantillon jusqu'à une valeur de charge maximale donnée comme dans l'indentation conventionnelle. Simultanément, la charge est enregistrée avec le déplacement du pénétrateur comme le montre l'illustration schématique de la

Fig.IV.16.Cette figure montre une courbe caractéristique force-déplacement typique d'un test d'indentation instrumenté conventionnel, où les principaux paramètres d'analyse sont identifiés, car elle visualise la position du pénétrateur dans le matériau aux points critiques selon la méthode d'Oliver et Pharr [7].

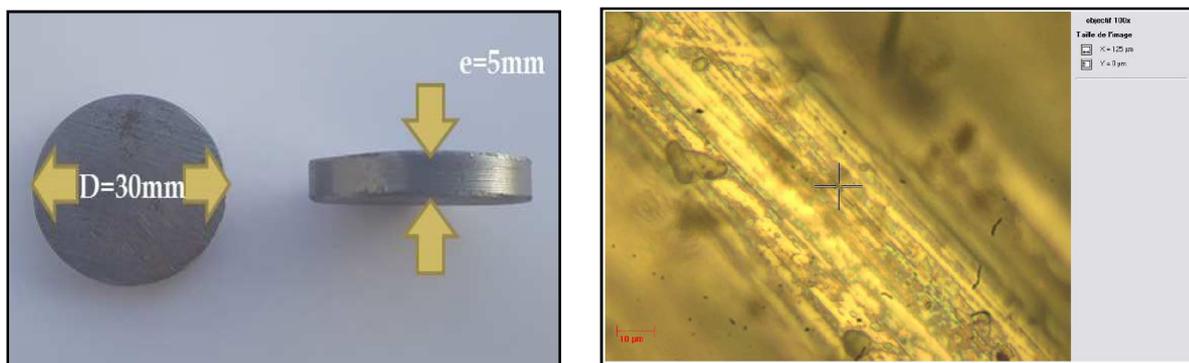


Fig. IV.17. Taille des échantillons de l'objectif expérimental 100x-X = 125 μm et Y = 0 μm .

IV.9.2. MICRODURETE VICKERS

Le pénétrateur est une pyramide de diamant d'une base carrée et d'un angle au sommet entre les faces opposées égal à 136° , et l'indentation est une pyramide enfoncée avec des diagonales de base carrée. Les mesures ont été effectuées à l'aide d'un dispositif optique adapté ou d'un affichage direct dans les nouvelles générations de bancs d'essai. L'échelle

microscopique du test a été réalisée sous une charge de quelques grammes à quelques centaines de grammes. Le dispositif utilisé consistait en une colonne de microscope optique réfléchissant, qui permet de cibler la zone souhaitée sur un échantillon poli. Le pénétrateur Vickers est ensuite placé dans l'axe optique pour effectuer le test, puis un microscope est utilisé pour estimer les diagonales de l'empreinte: de quelques μm à quelques dizaines de μm . Il est ainsi possible, par exemple, de mesurer la dureté d'un matériau dans différentes phases ou le profil de dureté obtenu sur une surface traitée ou traitée. L'essai de dureté Vickers est illustré à la fig. 3. Pour identifier les valeurs de dureté obtenues avec cet essai, la norme ISO a introduit des unités spécifiques pour chaque essai (par exemple Vickers: H_V).

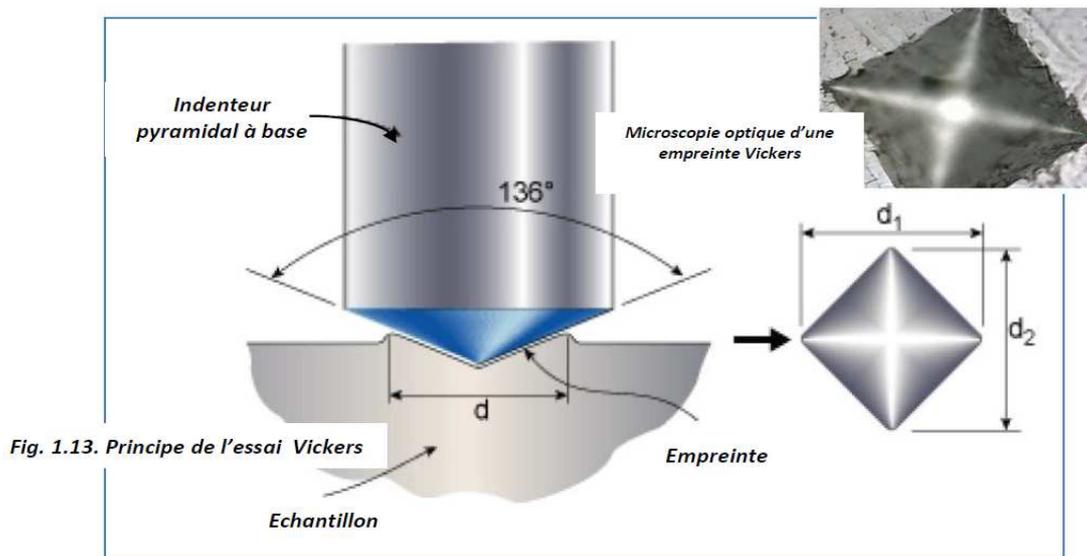


Fig. 1.13. Principe de l'essai Vickers

Fig. IV.18. Présentation de l'essai de dureté Vickers selon [42].

Actuellement, les différents tests présentés sont utilisables sur des machines expérimentales qui représentent les premiers dispositifs d'indentation. En calculant le rapport de la charge appliquée sur la surface mesurée, nous avons obtenu la dureté du matériau. De tels tests sont largement utilisés pour une caractérisation mécanique à l'échelle millimétrique voire micron.

IV.9.3. ESTIMATION DU MODULE D'ELASTICITE ET DES DEUX DURETES ETUDIEES DE S235

Le module d'Young du matériau S235 est calculé sur la base de la valeur de rigidité de contact du matériau et de l'empreinte résiduelle résultant du contact entre le pénétrateur et le matériau. La méthode de calcul est explicitement détaillée dans [2,7,45], et même le module d'élasticité du matériau qui est calculé selon l'expression suivante (Eq. (1)):

$$E_m = (1-\nu_m^2) \left[\frac{2}{\sqrt{\pi}} \frac{1}{S_u} \sqrt{A_{cp}} - \frac{((1-\nu_i^2))}{E_i} \right]^{-1} \quad (\text{IV.8})$$

Où E_i et E_m sont les modules d'Young de la pointe d'indentation et celui du matériau, respectivement, et ν_i et ν_m sont leurs coefficients de Poisson. Le module d'élasticité du matériau est ensuite déduit du module réduit en tenant compte des propriétés élastiques du diamant constitutif du pénétrateur. Quant à la dureté, également appelée dureté de contact, elle est calculée selon la méthode d'Oliver et Pharr avec la profondeur de contact. La relation permettant de calculer cette dureté tient compte de la surface de contact projetée, d'où le coefficient de 24,5 selon l'équation 2:

$$H_{IT} = \frac{P_{\max}}{24,5h_c^2} \quad (\text{IV.9})$$

La dureté est une mesure de la résistance du matériau à la pénétration de la surface par un pénétrateur avec une force qui lui est appliquée. Par conséquent, la dureté Vickers est calculée différemment de la force exercée sur le matériau caractérisé, F , sur la diagonale d'indentation, selon l'expression suivante (3):

$$H_V = 0,102 * \frac{2F \sin(136^\circ/2)}{d^2} = 0,189 \cdot \frac{F}{d^2} \quad (\text{IV.10})$$

IV.9.4. RELATION ENTRE LA DURETE VICKERS ET LA DURETE D'INDENTATION

Dans un test d'indentation instrumenté, la pointe diamantée est enfoncée sur la surface de l'éprouvette de l'acier S235 jusqu'à une valeur de charge maximale donnée, comme dans l'indentation conventionnelle en fonction de l'évolution du déplacement du pénétrateur dans la matrice de l'éprouvette, étudiée comme le montre la figure 3 ci-dessous.

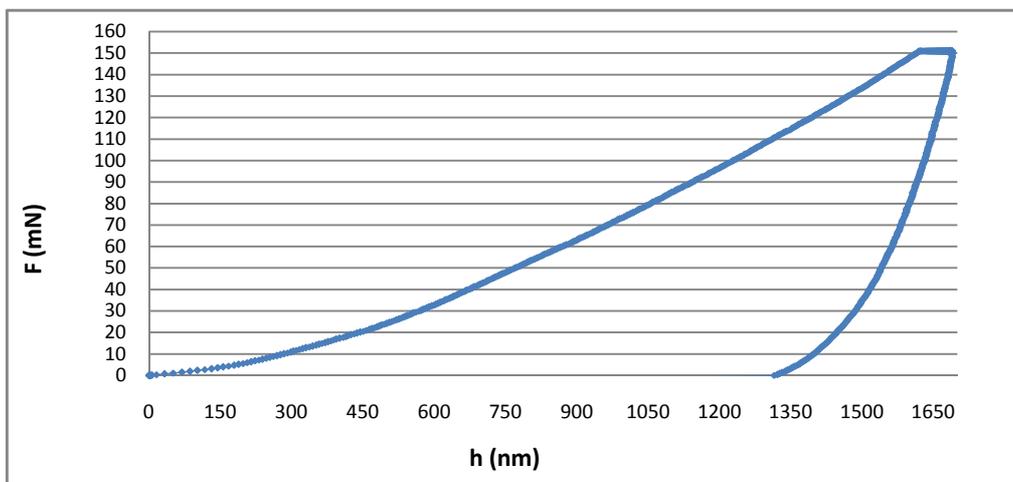


Fig. IV.19. Courbe caractéristique force-déplacement d'un test de nanoindentation instrumenté

Figure (Fig. IV.19.) montre une courbe résultante de type élastoplastique, à savoir la zone de chargement définie par l'évolution de la force d'indentation maximale augmentant jusqu'à un pic de 151 mn et une profondeur de pénétration maximale correspondante du pénétrateur de 1690 nm. Ensuite, un retour élastique est observé jusqu'à une profondeur résiduelle de 1321 nm (comme illustré à la Fig. IV.16.).

La relation entre la dureté Vickers et la dureté d'indentation est illustrée par le nuage de points de la figure (Fig. IV.20.), ci-dessous:

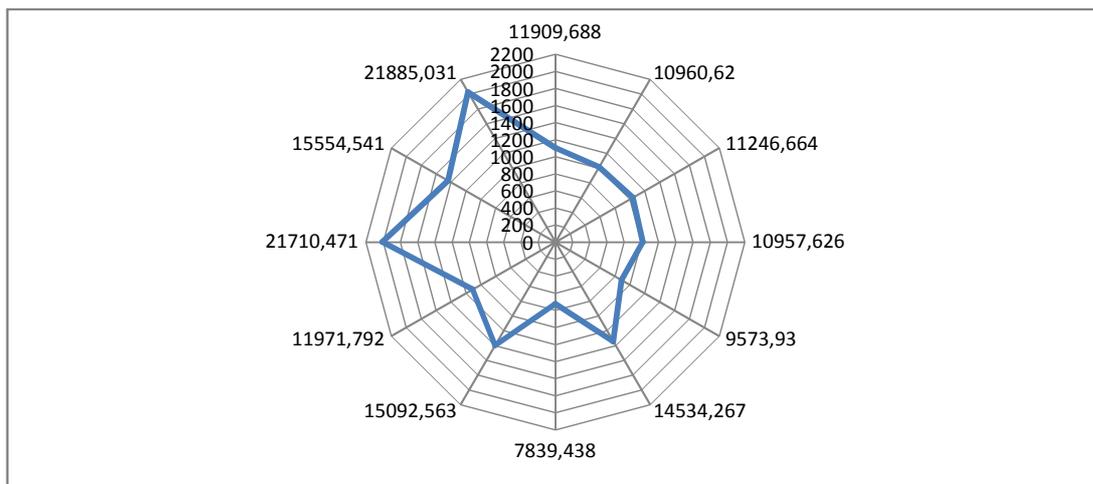


Fig. IV.20. Graphique radar avec marqueurs de dureté Vickers en fonction de la dureté d'indentation.

La variation de la dureté Vickers en fonction de la dureté de contact est exprimée par une modélisation utilisant une régression linéaire des moindres carrés, comme le montre l'équation:

$$H_v = 0.0926 H_{IT} - 9 \times 10^{-5} \tag{IV.11}$$

Avec un taux de reproductibilité R2 très favorable de l'ordre de 100%.

L'expression obtenue par modélisation montre un effet factoriel parfait entre H_v et H_{IT} , ce qui reflète l'excellente reproductibilité expérimentale et permet une prédiction factorielle. La relation entre la dureté Vickers et la dureté de contact, en fonction du module d'élasticité, est illustrée par le nuage de points de la figure 20 suivante:

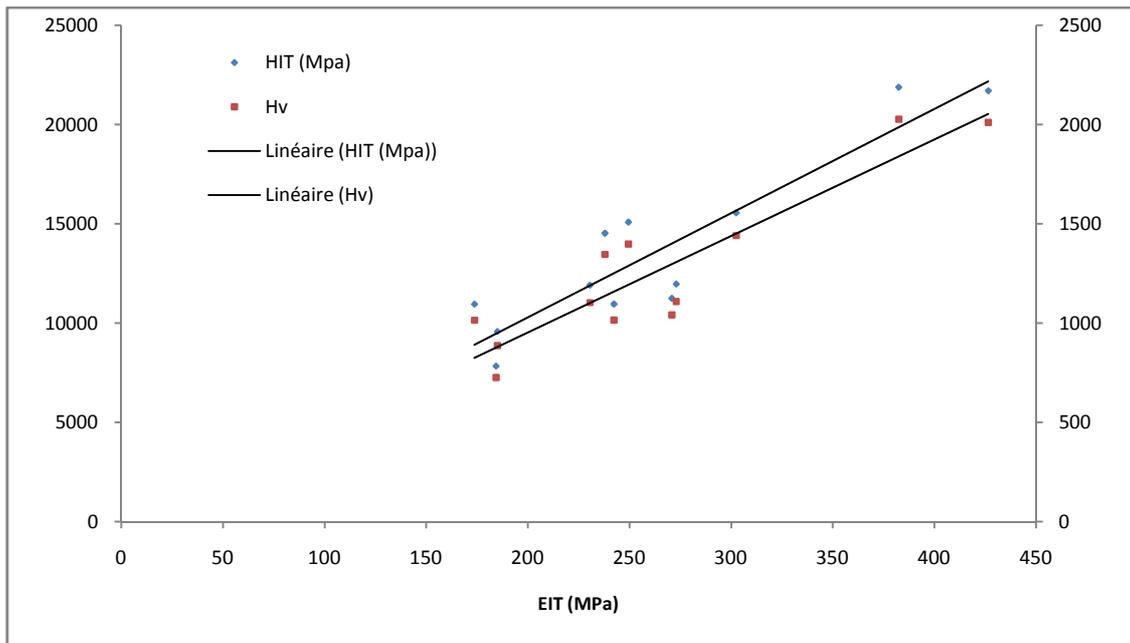


Fig. IV.21. Diagramme de dispersion de la dureté Vickers et de la dureté d'indentation en fonction du module d'élasticité.

La régression linéaire reflète les expressions des deux duretés étudiées, en fonction du module et de leurs taux de reproductibilité correspondants, indiqués dans le tableau suivant:

Tableau. IV.9. Résultats de régression pour les duretés respectives H_v , H_{IT} vs. E_{IT}

Types de dureté	Expression	Taux de reproductibilité
H_v	$4,8625 E_{IT} - 19,918$	83,42%
H_{IT}	$52,505 E_{IT} - 215,07$	83,42%

Le système d'équations présenté dans le tableau.IV.9.est intéressant dans la mesure où il exprime l'évolution de la dureté par la variation croissante des modules d'élasticité. Cependant, les facteurs correspondants ne sont pas très reproductibles. Par conséquent, les corrections imposées par les résultats de régression exprimés dans l'équation (IV.11) à partir de la courbe de tendance illustrée à la Fig.IV.21,sont introduits, puis le système d'équations suivant est obtenu:

$$\begin{cases} H_v = 4,862 E_{IT} - 19,934 \\ H_{IT} = 52,511 E_{IT} - 215,096 \end{cases} \quad (IV.12)$$

On voit que le système corrigé d'équations (IV.12) exprimant H_v et H_{IT} , en fonction du module d'Young propre au module examiné, est reproductible et prévisible. Pour stimuler la

compréhension du problème du couple de dureté (H_v , H_{IT}) en fonction de l'évolution du module d'Young, nous essayons d'analyser la relation entre le module d'élasticité et la rigidité de contact du matériau étudié, illustrée par le nuage de points de la Fig.IV.22. ci-dessous:

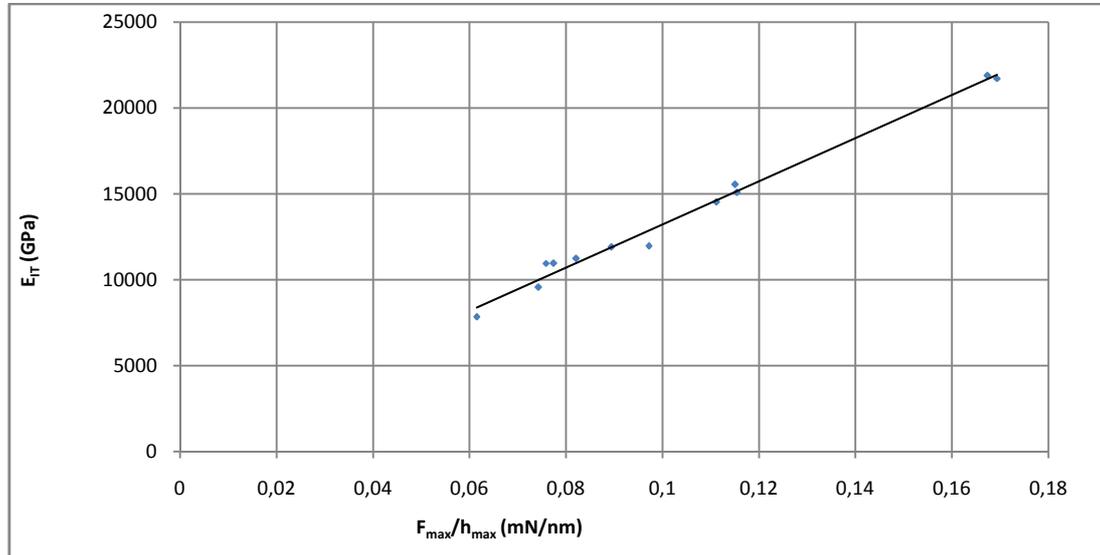


Fig. IV.22. Courbe de tendance du module d'élasticité en fonction de la rigidité de l'Aluminium.

Fig.IV.22.montre la relation entre le module d'élasticité et la rigidité de contact de l'aluminium, exprimée par l'équation suivante (IV.13):

$$E_{IT} = 125607 \left(\frac{F_{\max}}{h_{\max}} \right) + 666.64 \quad (\text{IV.13})$$

Avec un taux de reproductibilité R^2 très favorable de l'ordre de 98,81%.

Le module d'élasticité est proportionnel à la rigidité du matériau, par conséquent la rigidité de contact du matériau dépend du module de l'aluminium. Ceci explique la proportionnalité directe par transitivité entre les deux duretés étudiées et la rigidité de contact, (F_m/h_m). La relation entre la dureté de contact et la fraction de dureté du matériau examiné est illustrée par le nuage de points de la figure Fig.IV.23.suivante:

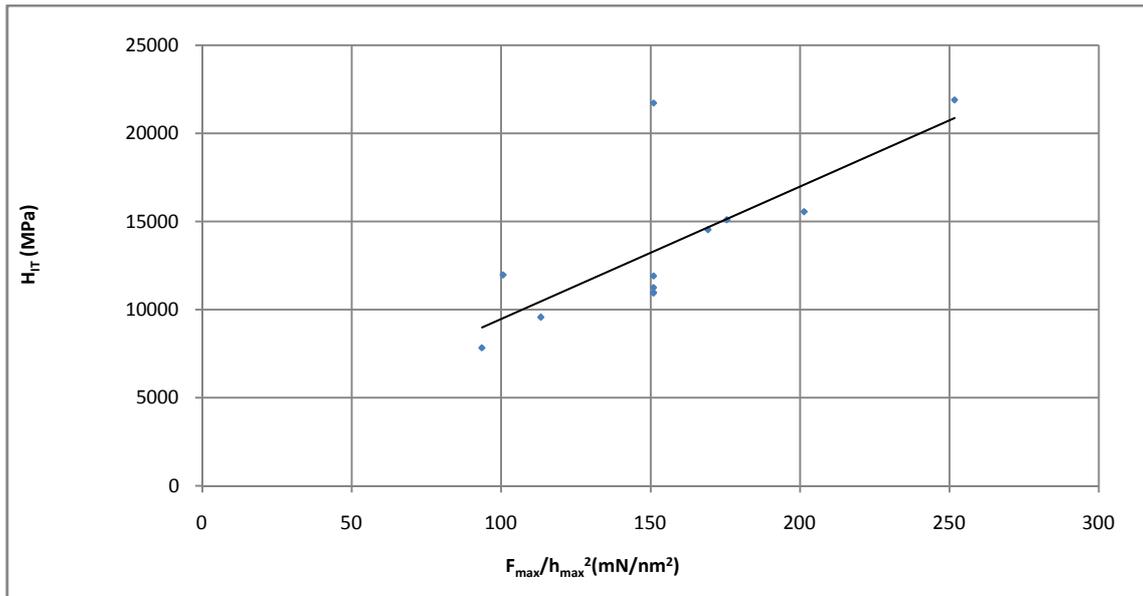


Fig. IV.23. Courbe de dureté d'indentation en fonction de la fraction de dureté.

L'équation (IV.14) exprime la relation factorielle entre H_{IT} et $\left(\frac{F_{max}}{h_{max}^2}\right)$ comme suit:

$$H_{IT} = 75,046 \left(\frac{F_{max}}{h_{max}^2}\right) + 1965,3 \quad (IV.14)$$

La modélisation exprimée dans la relation (IV.14) montre que la dureté d'indentation est proportionnelle à la fraction de dureté. Mais, avec un facteur de reproductibilité de 53,94% qui ne permet pas de prédiction. Par conséquent, la précision du coefficient de proportionnalité $K=75,046$ est discutable, ce qui représente la pente de tendance du nuage de points exprimant la dureté de contact et la fraction de dureté. Afin d'augmenter la possibilité de généraliser la relation (IV.14), une analyse de la relation entre l'énergie de déformation d'indentation $\left(\frac{H_{IT}^3}{E_{IT}^2}\right)$ et l'énergie de déformation du test Vickers $\left(\frac{H_V^3}{E_{IT}^2}\right)$, sont représentés par le nuage de points de la Fig.IV.24,ci-dessous:

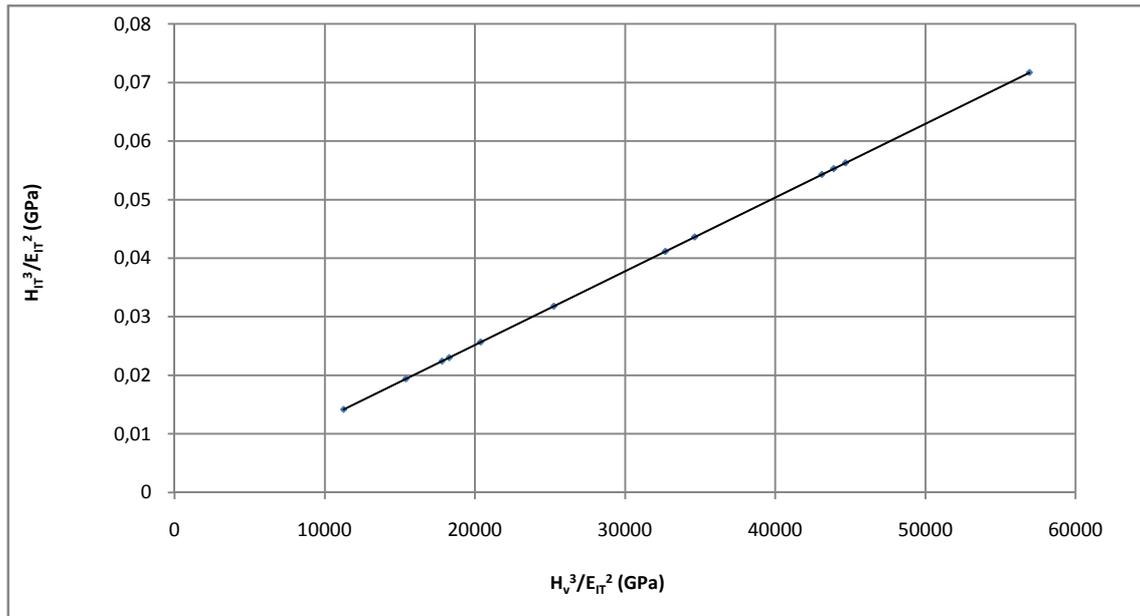


Fig. IV.24. Diagramme de dispersion de l'énergie de déformation d'indentation et celle provenant du test Vickers.

L'évolution de $\left(\frac{H_{IT}^3}{E_{IT}^2}\right)$ selon $\left(\frac{H_V^3}{E_T^2}\right)$ est exprimée par modélisation à l'aide de la régression linéaire des moindres carrés, comme le montre l'équation (IV.15) ci-dessous:

$$\frac{H_{IT}^3}{E_{IT}^2} = 10^{-6} \left(\frac{H_V^3}{E_T^2}\right) + 8 \cdot 10^{-9} \tag{IV.15}$$

Avec un taux de reproductibilité R^2 très favorable de l'ordre de 100%.

L'expression obtenue par modélisation montre un effet factoriel parfait entre $\left(\frac{H_{IT}^3}{E_{IT}^2}\right)$ et $\left(\frac{H_V^3}{E_T^2}\right)$ qui reflète l'excellente reproductibilité expérimentale et permet une prédiction factorielle.

IV.9.5. ANALYSE ET COMMENTAIRE DES RESULTATS

L'essai de dureté Vickers peut être séparé de l'essai de microdureté par le fait que le premier implique parfois un très grand nombre de grains métalliques, tandis que le second est en principe destiné à définir les propriétés au sein des grains soit de la matrice, soit de ses différents constituants. Cependant, l'essai de dureté fournit des valeurs moyennes des propriétés d'une zone assez importante du métal, et l'essai de microdureté permet de déterminer les caractéristiques locales.

* Nous avons modélisé l'évolution de la dureté Vickers en fonction de la dureté de contact par régression linéaire par la méthode des moindres carrés, dont l'expression obtenue a montré un effet factoriel parfait entre H_V et H_{IT} , qui reflète l'excellente reproductibilité expérimentale et permet une prédiction factorielle.

* Nous avons également exprimé la régression linéaire de la dureté Vickers et de la dureté d'indentation respectivement, en fonction du module d'Young, spécifique au matériau examiné, et obtenu un système d'équations corrigé, qualifié de reproductibilité et de prévisibilité.

* Le module d'élasticité est proportionnel à la rigidité du matériau, d'où la rigidité de contact du matériau dépend du module de l'aluminium. Ceci explique la proportionnalité directe par transitivité entre les deux duretés étudiées et la rigidité de contact.

* Déterminer la relation factorielle entre la dureté d'indentation et la fraction de dureté. Cependant, cette étude devrait être étendue à d'autres matériaux, éventuellement pour déterminer le coefficient de proportionnalité le plus représentatif.

* L'évolution de l'énergie de déformation par rapport à l'indentation, en fonction de l'énergie de déformation par rapport à la dureté Vickers, montre un effet factoriel parfait entre $\left(\frac{H_V^3}{E_T^2}\right)$ et $\left(\frac{H_{IT}^3}{E_{IT}^2}\right)$, ce qui reflète l'excellente reproductibilité expérimentale et permet une prédiction factorielle.

IV.10. CONCLUSION

Les modèles résultants fournissent des moyens simples de prédiction de la profondeur de pénétration en fonction de la force d'indentation appliquée pour un matériau métallique massif de type élastoplastique, mais ils permettent également la prédiction des valeurs de E et H à partir du comportement de la courbe de chargement.

On a proposé également des nouvelles expressions $H_M-(P/S)$ pour les deux modes d'écoulement de matière sous indenteur en l'occurrence en mode pile-up ainsi qu'en mode sink-in.

REFERENCES DU CHAPITRE IV

- [1]. Hainsworth SV, Chandler HW, Page TF. Analysis of nanoindentation load-displacement loading curves. *J Mater Res.* 1996;11(8):1987-95.
- [2]. Loubet JL, Georges JM, Meille J. Microindentation techniques in materials science and engineering. In: Blau PJ, Lawn BR, editors. Philadelphia: American Society for Testing and Materials; 1986. p. 72-89.
- [3]. Zeng K, Rowcliffe D. Analysis of penetration curves produced by sharp indentations on ceramic materials. *Philos Mag A.* 1996;74(5):1107-16.
- [4]. Cheng YT, Cheng CM. Relationships between hardness, elastic modulus, and the work of indentation. *Appl Phys Lett.* 1998;73:614.
- [5]. Sun Y, Zheng S, Bell T, Smith J. Indenter tip radius and load frame compliance calibration using nanoindentation loading curves. *Philos Mag Lett.* 1999;79(9):649-58.
- [6]. Malzbender J, de With G, den Toonder J. The $P-h^2$ relationship in indentation. *J Mater Res.* 2000;15(5):1209-12.
- [7]. Oliver WC, Pharr GM. An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments. *J Mater Res.* 1992;7(6):1564-83.
- [8]. Loubet JL, Bauer M, Tonck A, Gauthier Manuel B. Nanoindentation with a surface force apparatus. In: Mechanical properties and deformation behaviour of materials having ultra-fine microstructures. Dordrecht: Kluwer Academic Publishers; 1993. p. 429-47.
- [9]. N'Jock MY, Chicot D, Ndjaka JM, Lesage J, Decoopman X, Roudet F, Mejias A. A criterion to identify sinking-in and piling-up in indentation of materials. *Int J Mech Sci.* 2015;90:145-50.
- [10]. Oliver WC, Pharr GM. Measurement of hardness and elastic modulus by instrumented indentation: advances in understanding and refinements to methodology. *J Mater Res.* 2004;19(1):3-20.
- [11]. Field JE, Telling RH. The Young modulus and Poisson ratio of diamond. Research Note. Cambridge: Cavendish Laboratory; 1999.
- [12]. Quinn GD, Patel PL, Lloyd I. Effect of loading rate upon conventional ceramic microindentation hardness. *J Res Natl Inst Stand Technol.* 2002;107:299-306.
- [13]. Fischer-Cripps AC. Critical review of analysis and interpretation of nano-indentation test data. *Surf Coat Technol.* 2006;200:4153-65.

- [14]. Chicot D, Roudet F, Zaoui A, Louis G, Lepingle V. Influence of visco-elasto-plastic properties of magnetite on the elastic modulus: multicyclic indentation and theoretical studies. *Mater Chem Phys*. 2010;119(1-2):75-81.
- [15]. Guillon G. Nouvelles techniques de nano-indentation pour des conditions expérimentales difficiles: très faibles enfoncements, surfaces rugueuses, température [thesis]. Lyon: École Centrale de Lyon; 2012. Available from: <https://tel.archives-ouvertes.fr/tel-00800426>.
- [16]. Hochstetter G, Jimenez A, Loubet JL. Strain-rate effects on hardness of glassy polymers in the nanoscale range: comparison between quasi-static and continuous stiffness measurements. *J Macromol Sci Phys*. 1999;38(5):681.
- [17]. Bec S, Tonck A, Georges JM, Georges E, Loubet JL. Improvements in the indentation method with a surface force apparatus. *Philos Mag A*. 1996;74:1061.
- [18]. Chicot D, Yetna Njock M, Puchi-Cabrera ES, Iost A, Staia MH, Louis G, et al. A contact area function for Berkovich nanoindentation: case study on TiHfCN thin film. *Thin Solid Films*. 2014;558:259-66.
- [19]. Habibi S, Chicot D, Mejias A, Boutabout B, Zareb E, Semsoum DE, et al. The $P-h^2$ relationship on load–displacement curve considering pile-up deformation mode in instrumented indentation. *J Mater Res*. 2021;36:3074-85.
- [20]. Nix WD, Gao H. Indentation size effects in crystalline materials: a law for strain gradient plasticity. *J Mech Phys Solids*. 1998;46(3):411-25.
- [21]. Benaissa S, Habibi S, Semsoum DE, Merzouk H, Mezough A, Boutabout B, et al. Exploitation of static and dynamic methods for the analysis of the mechanical nanoproperties of polymethylmethacrylate by indentation. *Frattura e Integrità Strutturale*. 2021;56:46-55.
- [22]. Wei H, Zhou L, Shimizu J, Yuan J. A robust procedure of data analysis for micro/nano indentation. *Precision Eng*. 2013;37:408-13.
- [23]. Chicot D, De Baets P, Staia MH, Puchi-Cabrera ES, Louis G, Perez Delgado Y, et al. Influence of tip defect and indenter shape on the mechanical properties determination by indentation of a TiB₂–60%B₄C ceramic composite. *Int J Refract Met Hard Mater*. 2013;38:102-10.
- [24]. Semsoum DE, Habibi S, Soufiane B, Merzouk H. The proposition of analytical expression $HM-(\sqrt{P/S})$ in microindentation pile-up deformation mode. *Frattura ed Integrità Strutturale*. 2022;60:407-15.
- [25]. Joslin DL, Oliver WC. A new method for analyzing data from continuous depth-sensing microindentation tests. *J Mater Res*. 1990;5:123-30.

- [26]. Materna A, Haušild P, Ondráček J, Kytka M. *Acta Phys Pol A*. 2018;134(3):729.
- [27]. Manahan MP, Browning AE, Argon AS, Harling OK. STP 888. Philadelphia, PA: ASTM; 1986.
- [28]. Fischer-Cripps AC. *Nanoindentation*. 3rd ed. New York: Springer; 2011. p. 1. doi:10.1007/978-1-4419-9872-9_6.
- [29]. Wang Z, Shi H, Lu J, Shi P, Ma X. *Nucl Eng Des*. 2008;238:1-7. doi:10.1016/j.nucengdes.2008.07.013.
- [30]. Al Mazouzi A, Alamo A, Lidbury D, Moinereau D, Van Dyck S. *Nucl Eng Des*. 2011;241:3403. doi:10.1016/j.nucengdes.2011.01.054.
- [31]. Hasenhuetl E, Kasada R, Zhang Z, Yabuuchi K, Huang YJ, Kimura A. Evaluation of ion-irradiation hardening of tungsten single crystals by nanoindentation technique considering material pile-up effect. *Mater Trans*. 2017;58:749. doi:10.2320/matertrans.M2016437.
- [32]. Zhu LN, Xu BS, Wang HD. *J Mater Sci*. 2011;46:1083.
- [33]. Burik P, Pešek L, Voleský L. In: *Key Eng Mater*. 2015;662:7.
- [34]. Haušild P, Kytka M, Karlík M, Pesek P. Influence of irradiation on the ductile fracture of a reactor pressure vessel steel. *J Nucl Mater*. 2005;341:184-8.
- [35]. Haušild P, Materna A, Kytka M. Identification of neutron irradiation induced strain rate sensitivity change using inverse FEM analysis of Charpy test. *J Nucl Mater*. 2015;359:122-6.
- [36]. Alcalá J, Barone AC, Anglada M. *Acta Mater*. 2000;48:3451.
- [37]. Tabor D. The hardness of solids. *Rev Phys Technol*. 1970;1(3):145-79.
- [38]. Barralis J, Maeder G. *Précis de métallurgie*. Paris: Nathan; 2001.
- [39]. Gao F, He J, Wu E, Liu S, Yu D, Li D, et al. Hardness of covalent crystals. *Phys Rev Lett*. 2003;91:015502.
- [40]. Tabor D. *The hardness of metals*. Oxford: Oxford University Press; 2000.
- [41]. Doerner MF, Nix WD. A method for interpreting the data from depth-sensing indentation instruments. *J Mater Res*. 1986;1(4):601-9.
- [42]. Pethica JB, Hutchings R, Oliver WC. Hardness measurement at penetration depths as small as 20 nm. *Philos Mag A*. 1983;48(4):593-606.
- [43]. Swain MV, Hagan JT, Field JE. Determination of the surface residual stresses in tempered glasses by indentation fracture mechanics. *J Mater Sci*. 1977;12:1914-7.
- [44]. Loubet JL, Georges JM, Marchesini O, Meille G. Vickers indentation curves of magnesium oxide (MgO). *J Tribol*. 1984;106:43-8.
- [45]. Bulychev SI, Alekhin VP, Shorshorov MK, Ternovskii AP, Shnyrev GD. Determining Young's modulus from the indenter penetration diagram. *Ind Lab*. 1975;41(9):1409-12.

- [46]. Kossman S, Coorevits T, Iost A, Chicot D. A new approach of the Oliver and Pharr model to fit the unloading curve from instrumented indentation testing. *J Mater Res.* 2017;32(12):2230-40.
- [47]. Caley ER, Richards JC. *Theophrastus on Stones*. Ohio: Ohio State University Press; 1956.
- [48]. Van Landingham MR. Review of instrumented indentation. *J Res Natl Inst Stand Technol.* 2003;108:249.
- [49]. Hay J. Introduction to instrumented indentation testing. *Exp Tech.* 2009;33:66.
- [50]. Qian L, Li M, Zhou Z, Yang H, Shi X. Comparison of nano-indentation hardness to microhardness. *Surf Coat Technol.* 2005;195:264-71.
- [51]. Kossman S, Iost A, Chicot D, Mercier D, Serrano-Muñoz I, Roudet F, et al. Mechanical characterization by multiscale instrumented indentation of highly heterogeneous materials for braking applications. *J Mater Sci.* 2019;54:4647-70.
- [52]. Chicot D, Puchi-Cabrera ES, Iost A, Staia MH, Decoopman X, Roudet F, et al. Analysis of indentation size effect in copper and its alloys. *Mater Sci Technol.* 2013;29(7):868-76.
- [53]. Cellini F, Gao Y, Riedo E. Å-indentation for non-destructive elastic moduli measurements of supported ultra-hard ultra-thin films and nanostructures. *Sci Rep.* 2019;9(1):4075.
- [54]. Kucharski S, Jarząbek D, Piątkowska A, Woźniacka S. Decrease of nano-hardness at ultra-low indentation depths in copper single crystal. *Mater Sci.* 2016;56:381-93.
- [55]. Troyon M, Huang L. Comparison of different analysis methods in nanoindentation and influence on the correction factor for contact area. *Surf Coat Technol.* 2006;201:1613-9.

Conclusion
Générale

conclusion générale

1- Concernant les résultats de réponses mécaniques issus de la méthode d'Oliver et Pharr sont différents à ceux obtenus par notre approche analytique basée sur la méthode de Loubet et al., pour le mode de déformation en pile-up.

2- L'écart, Δ , des résultats des réponses mécaniques entre le modèle basés sur la méthode d'Oliver et Pharr et le présent travail, en cas de basculement d'un mode à un autre par méconnaissance ou erreur est estimé à :

$$\Delta = \left| \left(\frac{1}{\sqrt{c}} \frac{1}{\sqrt{H}} + \varepsilon \sqrt{\frac{\pi}{4} \frac{\sqrt{H}}{E_r}} \right)^{-2} - \left(\frac{1}{\alpha \sqrt{c}} \frac{1}{\sqrt{H}} + \sqrt{\frac{\pi}{4} \frac{\sqrt{H}}{E_r}} \right)^{-2} \right|$$

3- Pour la gamme de matériaux que nous avons étudiés, les constantes empiriques α et c sont susceptibles de varier avec la variation de la géométrie de la pointe choisie et aussi avec la désignation des zones de contact réelles ou projetées utilisées pour calculer les valeurs de dureté. Dans le cas du pile-up le coefficient ε est substitué par α .

4- Une comparaison entre la nouvelle expression et les résultats expérimentaux d'indentation a montré un excellent accord pour le matériau à l'échelle de microindentation pour un matériau présentant un comportement élastoplastique.

5- Nous proposons une nouvelle expression de $P-h^2$ pour un mode d'écoulement de matière sous indenteur de type pile-up, en prenant en considération la correction imposée par le défaut de pointe, comme est présenté dans cette équation :

$$P = \left(\frac{1}{\alpha \sqrt{c}} \frac{1}{\sqrt{H}} + \sqrt{\frac{\pi}{4} \frac{\sqrt{H}}{E_r}} \right)^{-2} (h + h_0)^2$$

6- Ce modèle résultant fournit un moyen simple de prédire la profondeur de pénétration en fonction de la force d'indentation appliquée pour un matériau métallique massif de type élastoplastique, mais il permet également la prédiction des valeurs de E et H à partir du comportement de la courbe de chargement. En perspective, il est intéressant d'étudier les effets d'écrouissage et le passage d'échelles micro-nano pour pousser la limite de cette recherche d'avantage.

7- Nous proposons des nouvelles expressions $H_M-(P/S)$ pour les deux modes d'écoulement de matière sous indenteur le pile-up ainsi que le sink-in comme est présenté dans ce système d'équations:

Conclusion générale

$$\left\{ \begin{array}{l} H_M = \frac{1}{26,43} \left(\frac{\sqrt{\pi}}{2\sqrt{c}} \frac{1}{\left(\frac{\sqrt{P_m}}{S}\right)_{E_r}} + \varepsilon \left(\frac{\sqrt{P_m}}{S}\right) \right)^{-2} \quad (\text{Mode sink – in}) \\ H_M = \frac{1}{26,43} \left(\frac{\sqrt{\pi}}{2\alpha\sqrt{c}} \frac{1}{\left(\frac{\sqrt{P_m}}{S}\right)_{E_r}} + \left(\frac{\sqrt{P_m}}{S}\right) \right)^{-2} \quad (\text{Mode pile – up}) \end{array} \right.$$

En perspective, il est intéressant d'étudier les effets d'érouissage et le passage d'échelles micro-nano pour pousser la limite de cette recherche d'avantage et notamment dans ce domaine stratégique et sensible des réacteurs nucléaires et des matériaux radioactifs.

Résumé

Parmi les méthodes expérimentales les plus courantes, la technique de nanoindentation instrumentée. Cet essai non destructif appliqué sur des volumes de matière en miniature est très adapté à l'examen nanomécanique des matériaux métalliques massifs. L'objectif de ce travail est de mener une étude expérimentale en vue de proposer un modèle semi-empirique utilisable comme outil prédictif pour optimiser la réponse mécanique. De nombreux célèbres auteurs ont mené des investigations sur les réponses mécaniques par indentation en mode de déformation en affaissement soit le sink-in. Mais cette réponse n'a jamais été calculée en mode de déformation en bourrelet soit en pile-up. La présente recherche, s'est focalisé sur cette problématique et a proposé des expressions analytiques relatives aux réponses mécaniques et aux duretés pour y remédier à cette lacune.

Mots-clés: Nanoindentation, mode Pile-up, expressions analytiques, réponses mécaniques, dureté.

Abstract

Among the most common experimental methods is the instrumented nanoindentation technique. This non-destructive test, applied to miniature volumes of material, is highly suitable for the nanomechanical examination of bulk metallic materials. The objective of this work is to conduct an experimental study with the aim of proposing a semi-empirical model that can be used as a predictive tool to optimize mechanical response. Many renowned authors have carried out investigations on mechanical responses by indentation in sink-in deformation mode. However, this response has never been calculated in pile-up deformation mode. The present research focuses on this issue and proposes analytical expressions related to mechanical responses and hardness to address this gap.

Keywords: Nanoindentation, pile-up mode, analytical expressions, mechanical responses, hardness.

ملخص

من بين أكثر الطرق التجريبية شيوعاً تقنية الطعج النانومتري (بالنانواندنتيشن) المُدعم بالأجهزة. يُعد هذا الاختبار غير التدميري، الذي يُطبق على أحجام صغيرة من المواد، مناسباً للغاية للفحص النانوميكانيكي للمواد المعدنية الصلبة. يهدف هذا العمل إلى إجراء دراسة تجريبية تهدف إلى اقتراح نموذج شبه تجريبي يمكن استخدامه كأداة تنبؤية لتحسين الاستجابة الميكانيكية. قام العديد من مشاهير المؤلفين بإجراء بحوث و تحريات حول الاستجابات الميكانيكية باستخدام الاختبار بالطعج النانومتري في وضع التشوه المسمى بـ "Sink-in". بخلاف ذلك، لم يتم أبداً احتساب هذه الاستجابة في وضع التشوه المسمى بـ "Pile-up". تركز الدراسة الحالية على هذه الاشكالية وتقتراح عبارات تحليلية متعلقة بالاستجابات الميكانيكية والصلادة لسد هذه الفجوة.

الكلمات المفتاحية: الطعج النانومتري، وضع التشوه "pile-up"، العبارات التحليلية، الاستجابات الميكانيكية، الصلادة.