

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCTATIQUE ET POPULAIRE  
MINISTÈRE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEURE ET DE LA RECHERCHE  
SCIENTIFIQUE  
UNIVERSITE MUSTAPHA STAMBOULI MASCARA



FACULTE DES SCIENCES ET DE LA TECHNOLOGIE  
DEPARTEMENT DE GENIE MECANIQUE

THESE DE DOCTORAT EN SCIENCES

Spécialité : **Génie Mécanique**

Option : Construction Mécanique

Présentée par

**BANAISSA Soufiane**

Sujet de thèse

---

L'intégration du mode de mesure de raideur en continue (M.R.C) au dispositif  
d'indentation pour l'étude nanomécanique du biomatériau

---

Soutenu le 18 /12/2025 devant le jury composé de:

Noms & Prénom(s)	Grade	Qualité	Etablissement de rattachement
Mr. SADOUN Mohamed	Pr	Président	UMS Mascara
Mr. HABIBI Samir	Pr	Directeur de thèse	UDL Sidi Bel-Abbès
Mr. MEDDAH Hadj Miloud	Pr	Examinateur	UMS Mascara
Mr. ISSA Abderrahmane	Pr	Examinateur	UMS Mascara
Mr. BOUTABOUT Bénali	Pr	Examinateur	UDL Sidi Bel-Abbès
Mr. HADJ MOSTEFA Adda	Pr	Examinateur	UAZ Relizane

Année universitaire 2025-2026

## **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 remercier pour ses nombreux encouragements.*

*Je remercie Monsieur le Président de jury Pr. SADOUN Mohamed ainsi que Messieurs les membres du jury, Pr. ISSA Abderrahmane, Pr. BOUTABOUT Bénali, Pr. HADJ MOSTEFA Adda et Pr. MEDDAH Hadj Miloud d'avoir accepté l'appréciation et l'évaluation de la présente thèse de doctorat ainsi que pour leur disponibilité et leur bienveillance.*

## **Dédicace**

*Je dédie ce travail à tout ceux qui m'ont appris à*

*Aimer le savoir et qui m'ont aidé dans mon*

*Apprentissage.*

*À mes parents, pour leur amour,*

*leurs prières et leur soutien constant et " Batoul Sirune"*

*À ma très chère épouse et ma petite princesse "Meryem Hiba"*

*et à tout ma famille pour leur soutien.*

*À mes amis, merci pour votre soutien.*

*Et à tout ceux qui ont aidé, d'une manière ou*

*d'une autre, à atteindre ce succès,*

*Je vous exprime ma profonde gratitude*

*Et mon respect.*

*Benaissa Soufiane*

## **Résumé**

L'objectif de ce travail est de mettre en évidence par une analyse expérimentale les tests expérimentaux d'indentation classique à différents niveaux de forces d'indentation et par le mode opératoire intégrant le C.S.M. Sur le matériau PMMA. On se focalise sur l'étude de l'évolution du module et de la dureté avec la profondeur de pénétration de la pointe et la force d'indentation pour des très faibles profondeurs. L'objectif principal restant toujours de mieux appréhender et de mieux expliquer les phénomènes mis en jeu lors de l'indentation. La présente recherche, s'est focalisé sur cette problématique la fiabilité des outs-pouts du logiciel de traitement des données implémentées dans le dispositif d'indentation instrumentée en modes statique et dynamique et estimer l'écart de mesure entre ces deux méthodes.

**Mots-clés:** *Indentation, mode M.R.C, passage d'échelles, réponse mécanique, PMMA.*

## **Abstract**

The objective of this work is to highlight, through an experimental analysis, conventional indentation tests at different indentation force levels and using a procedure that incorporates the C.S.M. on the PMMA material. We focus on studying the evolution of the modulus and hardness with the penetration depth of the indenter tip and the indentation force at very small depths. The primary aim remains to better understand and more clearly explain the phenomena involved during indentation. The present research is centered on the following issue: the reliability of the output results from the data-processing

software implemented in the instrumented indentation setup in both static and dynamic modes, and on estimating the measurement discrepancy between these two methods.

**Keywords:** *Indentation, CSM mode, passage of scales, mechanical response, PMMA.*

### ملخص

الهدف من هذا العمل هو توضيح، من خلال تحليل تجاريبي، اختبارات الاختراق التقليدية عند مستويات مختلفة من قوّة الاختراق وبمنهجية تشغيل تتضمن تقنية C.S.M على مادة بولي ميثيل ميتاكريلات نرگز على دراسة تطوير معامل المرونة والصلادة مع عمق اختراق الطرف وسعة قوّة الاختراق عند أعمق جدّ ضئيلة. يظلّ الهدف الرئيسي هو فهم أفضل وشرح أوضح للظواهر المشاركة أثناء عملية الاختراق. وقد ركز البحث الحالي على هذه الإشكالية: مدى موثوقية مخرجات برنامج معالجة البيانات المضمن في جهاز الاختراق الآلي (الألي/المجهز بالقياس الآلي) في وضعينهما الساكنة والдинاميكية، وتقدير الفارق في القياسات بين الطريقتين.

**كلمات مفتاحية:** الطعج، طريقة القياس المستمر للصلابة الانتقال السلمي ، الاستجابة الميكانيكية ، بولي ميثيل ميتاكريلات .

## **Table des matières**

---

Remerciements	
Résume	
Dédicace	
Introduction generale.....	1

### **CHAPITRE I**

#### **EVOLUTION DE L'ESSOR DE LA NANOINDENTATION INSTRUMENTEE**

I.1 Introduction.....	5
I.2 Premiers tests d'indentation.....	5
I.3 Méthode conventionnelle et méthode inverse.....	8
I.3.1 Méthode conventionnelle .....	9
I.3.1.1 Indenteur bille (Dureté Brinell) .....	10
I.3.1.2 Indenteur cône (Dureté Rockwell).....	11
I.3.1.3 Indenteur pyramidal à base carrée (Dureté Vickers).....	12
I.3.1.4 Indenteur pyramidal à base losange (Dureté Knoop) .....	14
I.3.2 Méthode inverse .....	18
I.3.2.1 Mesures obtenues par nanoindentation.....	19
I.3.2.2 L'effet du défaut de pointe .....	26
I.3.2.3 L'effet d'échelle en indentation instrumentée.....	28
I.3.2.4 Avancées d'exploration de l'indentation instrumentée.....	30
I.4 L'effet de taille en indentation .....	31
I.4.1 Les formulations mathématiques .....	35
I.4.1.1 Modèle de Meyer.....	35
I.4.1.2 Modèle de Hays et Kendall .....	36
I.4.1.3 Modèle de Sahin et al. ....	38
I.4.1.4 Modèle de Li et Bradt (PSR) .....	40
I.4.1.5 Modèle de Gong et al. (MPSR) .....	43
I.5 Conclusion.....	46
Références du chapitre I	

## **Table des matières**

---

### **Chapitre II**

#### **Analyse des reponses mecaniques en indentation**

II.1. Introduction .....	47
II.2. Perception des réponses mécaniques .....	47
II.3.Réponse de divers types de solides a l'indentation.....	49
II.4. Tentatives d'exprimer la réponse mécanique .....	49
II.4.1. Les travaux de s.-v. Hainsworth, h.-w. Chandler, t.-f. Page [6] en 1996 .....	51
II.4.1.1. Analyse des courbes de chargement de la nanoindentation .....	52
II.4.1.2. LES TRAVAUX DE K. ZENG ET D. ROWCLIFFE [8] EN 1996.....	59
II.4.1.3. Les travaux de y.-t. Cheng et c.-m. Cheng [9] en 1998.....	64
II.4.1.4. Les travaux de y. Sun, y. Zheng, t. Bell et j. Smith [5] en 1999 .....	67
II.4.1.5. Les travaux de Malzbender, g. de With, j. den Toonder [11] en 2000 .	72
II.4.1.5.1. Hypothèses implicites.....	72
II.4.1.5.2. Formulation d'expression analytique .....	72
II.4.1. Conclusion.....	75
Référence du chapitres II	

### **CHAPITRE III**

#### **MISE EN ŒUVRE DE METHODOLOGIE DE CARACTERISATION PAR INDENTATION**

III.1. Introduction .....	77
III.2.DIFFERENTES ECHELLES D'INDENTATION .....	78
III.3.MISE EN ŒUVRE DE METHODOLOGIE D'INDENTATION .....	78
III.3.1.ANALYSE DE COURBE CARACTERISTIQUE PAR INDENTATION .....	79
III.3.1.1.DETERMINATION DE PROFONDEUR DE CONTACT ET DE RIGIDITE DE CONTACT .....	79
III.3.1.2.IMPACT DU MODE DE DEFORMATION SUR LA PROFONDEUR DE CONTACT .....	83
III.3.1.3.EXPRESSION DE L'AIRE DE CONTACT POUR DIFFERENTES ECHELLES .....	84

## **Table des matières**

---

III.3.1.3.1.Pour la macroindentation .....	85
III.3.1.3.2. Pour la microindentation .....	86
III.3.1.3.3. Pour la nanoindentation .....	86
III.3.1.4. DETERMINATION DU MODULE D'ELASTICITE REDUIT ET CELUI DU MATERIAU .....	87
III.3.1.5. DETERMINATION DE LA DURETE D'INDENTATION ET CELLE DE MARTENS .....	89
III.3.1.6 IMPACT DE LA COMPLAISANCE DU BATI.....	90
III.3.1.7.INFLUENCE DE LA RIGIDITE DE L'INSTRUMENT.....	92
III.4.Expression de la réponse mécanique d'indentation en mode sink-in.....	97
III.5.Spécimens et protocole expérimentale.....	101
III.5.1.Caractéristiques du PMMA .....	102
III.5.1.1.Essais de nanoindentation .....	103
III.5.1.2.Principe du nanoindenteur MTS .....	104
III.5.1.3.Essais de microindentation .....	106
III.6. Conclusion .....	108
Références du chapitre III	

## **Chapitre IV**

### **Resultats experimentaux et analyses**

IV.1. Introduction.....	110
IV.2. Résultats et commentaires .....	110
IV.3. Prédire le mode de déformation.....	110
IV.4. Détermination de l'aire de l'empreinte .....	111
IV.5. Estimation des propriétés mécaniques.....	111
IV.6. Evaluation du module d'élasticité en mode statique et dynamique .....	111
IV.6.1. Evaluation de la dureté d'indentation en mode statique et dynamique .....	112
IV.7. Examen des profils de dureté d'indentation par MCR à des faibles forces et profondeurs d'indentation.....	113

## ***Table des matières***

---

IV.7.1. Traitement mathématique et statistique .....	114
IV.7.2. Estimation des propriétés nanomécaniques .....	115
IV.7.3. Détermination de l'écart-type entre les deux méthodes .....	116
IV.8. Expression de la réponse mécanique du PMMA .....	120
IV.9. Conclusion .....	123
Références du chapitre IV	
CONCLUSION GENERALE	
.....	<b>Erre</b>
<b>ur ! Signet non défini.</b>	

## **Liste des Figures**

---

Fig.I.1. (a) Représentation schématique de l'essai de dureté Brinell illustrant les paramètres géométriques nécessaires au calcul de la dureté [7], (b) photographie d'une empreinte caractéristique laissée par l'indentation de la bille [8]. .....	11
Fig.I.2.Schéma de principe de la dureté Rockwell [9].....	12
Fig.I.3. (a) Représentation schématique de l'indenteur Vickers, caractérisé par sa forme pyramidale à base carrée [10], (b) image d'une empreinte Vickers montrant la projection carrée de la surface d'indentation sur le matériau testé [11].....	13
Fig.I.4. (a) Représentation schématique de l'indenteur Knoop, caractérisé par sa pyramide à base losange [17], (b) image d'une empreinte Knoop illustrant la forme allongée caractéristique de l'indentation résiduelle [18]. .....	15
Fig.I.5. Illustration montre une courbe typique charge-déplacement obtenue lors d'un essai de nanoindentation [34].....	20
Fig.I.6.Représentation schématique du dispositif expérimental de nanoindentation. ....	21
Fig.I.7.Schéma de différents types de pointes.....	22
Fig.I.8. L'énergie dissipée plastiquement ( $W_{pl}$ ) correspond à l'aire entre les courbes de charge et de décharge. Elle représente l'énergie non récupérable qui a été utilisée pour déformer de façon permanente le matériau[35]. .....	22
Fig.I.9. La courbe force-pénétration de l'essai de nanoindentation comprend deux parties, le segment (AB) pour la phase de charge où l'indenteur pénètre dans le matériau, et le segment (BC) représentant la décharge lors du retrait de l'indenteur [36].....	23
Fig.I.10. La courbe charge-déplacement du monocristal de silicium comporte une particularité lors de son cycle de chargement. Soumis à une charge maximale de 15 mN, le matériau présente un phénomène d'hystérésis qui devient visible lors du cycle de recharge supplémentaire, comme démontré dans la référence [37].....	25
Fig.I.11. La courbe charge-déplacement présente quatre cycles de chargement-déchargement sur l'or pur. Les déchargements sont effectués à environ 400, 800, 1200 et 1600 nm de profondeur. Cette méthode cyclique permet d'évaluer l'évolution des propriétés mécaniques du matériau à différentes profondeurs de pénétration. [38].....	25
Fig.I.12. (a) L'indenteur Berkovich : Une pyramide à trois faces avec ses angles caractéristiques (65,3° avec l'axe central, 120° entre les arêtes) et (b) L'empreinte résultante. .....	26

## ***Liste des Figures***

---

Fig.I.13.Schéma de la zone déformée sous une empreinte d'indentation. ....	32
Fig.I.14. La courbe montre la variation caractéristique de la dureté (H) en fonction de la charge appliquée (P) (d'après [42]). .....	34
Fig.I.15. Représentation de la charge en fonction de la profondeur de contact dans un graphique bi logarithmique en accord avec la loi de Meyer [72]. ....	36
Fig.I.16. L'approche de Hays et Kendall, appliquée aux résultats d'indentation Knoop sur le GaN, met en évidence la relation entre la charge d'indentation et la profondeur de contact, caractérisée par une charge minimale $w$ nécessaire pour initier la déformation plastique du matériau [76].....	38
Fig.I.17. Je vais créer une visualisation qui montre la relation entre la charge d'indentation et la profondeur de contact pour les essais de nanoindentation sur l'étain, en incluant la courbe théorique de Hertz [77].....	39
Fig.I.18. Le graphique montre la relation entre la profondeur d'indentation et le ratio PSR pour les cristaux de $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ , avec un indenteurs Vickers [79]. .....	41
Fig.I.19. Représentation du modèle PSR pour un carbure de silicium fritté et fragile montrant l'influence des fissures localisées aux extrémités de l'empreinte Vickers [81].....	42
Fig.I.20. Modèle MPSR appliqué à l'étude de l'effet de taille obtenu sur un cristal d'étain [42]. .....	44
Fig.I.21. Résultats de microindentation Knoop analysés avec (a) la loi de Meyer, (b) l'approche de Hays et Kendall, (c) le modèle PSR et (d) le modèle PSR modifié [84]. .....	45
Fig. II.1. Une large gamme de valeurs $h_m$ 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] .....	55
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]. .....	56
Fig. II.3. Courbes de pénétration de charge d'indentation Vickers typiques (0, $\Theta$ ) et courbes de charge calculées à partir du modèle FEM pour le verre sodocalcique et $\text{Al}_2\text{O}_3$ [8]. .....	62
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 , $\text{Al}_2\text{O}_3$ [8]. .....	62

## **Liste des Figures**

---

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 [9]. .....	67
Fig. II.6. Courbes de charge générées par le calcul de FE pour des matériaux élastiques parfaitement plastiques avec différentes limites d'élasticité; (a) tracés de $P$ contre $h_s$ ; (b) tracés de $P$ contre $h_{2s}$ [5]. .....	68
Fig. II.7. Tracés de $P_{1/2}$ en fonction de $h_s$ .....	69
Fig. II.7.Tracés de $h$ en fonction de $P_{1/2}$ [5].....	70
Fig. II.8. Tracés de $h$ contre $P_{1/2}$ .....	71
Fig. II.9. Diagramme schématique montrant la géométrie d'une pointe de pénétrateur arrondie [11].....	74
Fig. II.10. Comportement de déplacement de charge d'indentation calculé à partir de FEM et prédit par le modèle donné par Eq. (II.13) avec les valeurs appropriées substituées à toutes les quantités [11]. .....	74
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. ...	75
Fig.III.1.Représentation schématique d'une courbe charge-déplacement obtenue lors d'une expérience de nanoindentation et paramètres nécessaires à l'analyse [8]. .....	80
Fig.III.2.Représentation de la géométrie d'indentation à charge maximale pour un indenteur conique idéal [9]. .....	81
Fig.III.3.Les modes de déformations sous indenteurs [7] .....	84
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]. .....	100
Fig.III.7.Schéma de principe de la tête XP du nanoindenteur MTS .....	104
Fig.III.8.Courbe caractéristique force-déplacement d'un essai d'indentation instrumentée classique [16]. .....	107
Fig.IV.1 mode de déformation vs.la force d'indentation pour prédire le mode de déformation.....	110
Fig.IV.2. Module d'élasticité vs. profondeur de pénétration: a) en mode statique b) en mode de MRC.....	112
Fig.IV.3. Dureté de contact vs. profondeur de pénétration: c) en mode statique d) en mode de MRC.....	113

## ***Liste des Figures***

---

Fig.IV.4. Evolution de dureté à des faibles valeurs de chargement d'indentation (A) et à très basses pénétrations (B) par M.R.C .....	114
Fig.IV.5 Représentation graphique en Radar présentant: l'écart type des deux méthodes, estimant a) le module d'élasticité b) la dureté de contact .....	117
Fig.IV.6 Variation de la réponse mécanique vs. profondeurs de pénétration..	120
Fig.IV.7 Evaluation de la réponse pour des très faibles valeurs de profondeurs (j) et de chargements (h). .....	121
Fig.IV.8. Relation de $(P/h^2)$ expérimentale vs. la réponse analytique.....	122
Fig.IV.9. Représentation de l'évolution de $P/h^2$ en fonction du critère de Joslin et Oliver .....	122

## ***Liste des Tableaux***

---

Tableau I.1 Echelle de Mohs d'après [3] .....	6
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 [7].....	56
Tableau. II.2 Liste des matériaux, modules de Young, ratios de H/E, et des informations des tests d'indentation Vickers [8]. .....	62
Tableau.III.1 Types d'essais et conditions opératoires.....	104
Tableau. IV.1. Résultats de caractérisation par la méthode statique.....	115

# **INTRODUCTION GÉNÉRALE**

## *Introduction générale*

---

Pour concevoir des biomatériaux de plus en plus performants, ceci impose de mener des investigations et chercher à améliorer et adapter leurs propriétés globales. Dans le présent travail on examine le polyméthylmétacrylate (PMMA) demeure un élément fondamental dans la fixation des implants prothétiques, tant à court qu'à long terme, et ce malgré l'émergence des ancrages biologiques. Cette importance trouve son origine dans les travaux novateurs de Charnley qui, conseillé par le dentiste D Smith, a révolutionné la prothèse totale de hanche en introduisant le PMMA comme ciment de fixation prothétique.

En tant que "ciment chirurgical", le PMMA présente plusieurs avantages cruciaux. Il permet une adaptation morphologique optimale des implants à l'os et assure une distribution efficace des contraintes mécaniques. Ces propriétés garantissent une stabilité immédiate sans douleur pour le patient, facilitant ainsi une reprise précoce de l'appui.

Au-delà de son rôle primordial dans la fixation prothétique, les applications du PMMA se sont diversifiées en chirurgie orthopédique. Il sert désormais de matériau de comblement dans le traitement des fractures pathologiques et des pseudarthroses avec perte de substance osseuse. Il trouve également son utilité comme matériau d'interposition dans les déséphysiodèses. Enfin, il peut servir de support médicamenteux dans le traitement des ostéites et des tumeurs.

Les polymères offrent des solutions technologiques intéressantes dans de nombreux domaines d'activités. En raison des propriétés mécaniques attrayantes du PMMA et de sa capacité à être facilement façonné, beaucoup d'investigations se sont focalisées sur ce polymère pour améliorer sa résistance au service [1,2]. En effet, le PMMA est largement utilisé en nanotechnologie, notamment dans les spécialités tels que génie mécanique, biomatériaux, génie civil, télécommunications (fibre optique), électronique, aéronautique, aérospatiale, dans les industries

## *Introduction générale*

---

des biens de consommation,...etc. [3-9]. L'évolution de la technique de nanoindentation s'étend sur plus d'un siècle d'innovations technologiques. Cette histoire commence avec les travaux pionniers de Brinell qui, en établissant les premiers essais d'indentation, a posé les fondements du concept de dureté. Aujourd'hui, la nanoindentation représente une avancée majeure dans ce domaine, permettant de caractériser les propriétés mécaniques des matériaux à l'échelle nanométrique. Cette technique de pointe donne notamment accès à deux paramètres fondamentaux : le module d'Young et la dureté du matériau [11]. Lorsqu'il s'agit de l'échelle du nanomètre, plusieurs paramètres interagissent telles que le défaut de pointe [12], la complaisance de l'instrument [13], le mode d'écoulement sous indenteur [14-16], le passage d'échelles micro-nano [17], l'influence de la géométrie des indenteurs, l'effet de taille en indentation qui traduit la variation du nombre de dureté avec la charge appliquée,...etc. Lesquels sont susceptibles d'influencer directement la précision des résultats. De nombreux auteurs ont étudié la variation du module d'Young avec une faible profondeur, résulte d'un effet de vitesse de déformation [18], à la qualité et la géométrie de la pointe sur le PMMA [19] et à En nanoindentation, deux phénomènes distincts influencent significativement les mesures. D'une part, la complaisance du bâti varie en fonction de la force appliquée, comme l'ont démontré les travaux référencés [20]. D'autre part, l'effet de taille observé trouve son explication principale dans la théorie du "Strain Gradient Plasticity" (SGP). Cette théorie s'appuie sur le concept des dislocations géométriquement nécessaires, lesquelles permettent d'accommorder la déformation plastique qui se développe sous l'indenteur [21, 22].

La structuration et l'organisation de la recherche:

## *Introduction générale*

---

Le présent manuscrit est scindé en deux parties succinctes dont la première constitue une synthèse bibliographique tandis que la seconde est consacrée à l'analyse des résultats obtenus sur un biomatériau choisie selon l'objectif de recherche. 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 exergue le passage de la dureté conventionnelle à la nanoindentation instrumentée. En évoquent les différents facteurs qui ont tendance à affecter les résultats d'indentation en mode statique et en mode dynamique.
- Dans le second chapitre nous procédons au recensement et à l'analyse critique des principales investigations et pertinents travaux ayant traités les réponses mécaniques en nanoindentation instrumentée en mode d'écoulement de la matière en affaissement à savoir le 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 rigidité de contact, la dureté d'indentation, le module d'élasticité,...etc. Ensuite, la formulation des réponses mécaniques du PMMA sous plusieurs expressions analytiques pour évaluer leurs variabilités.
- Dans le quatrième et dernier chapitre nous analyserons systématiquement les résultats relatifs au module d'élasticité et à la

## *Introduction générale*

---

dureté d'Oliver et Pharr en fonction de la profondeur de pénétration, en mode statique et en mode dynamique. Ainsi que les résultats d'évaluation de la réponse mécanique ( $P/h^2$ ) du biomatériau pour des très faibles valeurs de profondeurs et de chargements en fonction du critère de Joslin et Oliver pour évaluer les propriétés nanomécaniques du PMMA.

**CHAPITRE I**

**EVOLUTION DE L'ESSOR DE LA**

**NANOINDENTATION**

**INSTRUMENTEE**

## **I.1 Introduction**

La nanoindentation, développée il y a environ quarante ans, représente une évolution récente dans l'histoire des mesures de dureté, dont les origines remontent à des temps préhistoriques [5]. Ce chapitre vise à offrir une perspective complète de cette évolution technologique, en partant des concepts fondamentaux jusqu'aux techniques modernes de caractérisation des matériaux.

L'organisation de ce chapitre s'articule autour de deux axes principaux. Dans un premier temps, nous retracerons l'historique du concept de dureté et présenterons les premiers tests développés pour sa mesure. Dans un second temps, nous nous concentrerons sur la nanoindentation instrumentée contemporaine, en détaillant à la fois les caractéristiques techniques du nanoindenteur et les propriétés mécaniques qu'il permet de quantifier

## **I.2 Premiers tests d'indentation**

Les premières tentatives de quantification de la dureté des métaux remontent au 18<sup>ème</sup> siècle, avec une méthode relativement rudimentaire basée sur le rayage. Cette technique consistait à rayer le matériau avec différents corps [7], puis à évaluer visuellement la taille de la rayure produite. Un progrès significatif intervient au 19<sup>ème</sup> siècle avec les travaux de Mohs, qui établit une échelle de classification des minéraux selon leur dureté relative par rayage [9]. La simplicité et la praticité de cette échelle de Mohs lui confèrent une remarquable longévité, puisqu'elle demeure un outil de référence dans le domaine scientifique contemporain.

**Tableau I.1** Echelle de Mohs d'après [3].

Dureté	Minéral	Test
1	Talc	Friable sous l'ongle
2	Gypse	Rayé par l'ongle
3	Calcite	Rayé par une pièce de monnaie
4	Fluorite	Facilement rayable avec un couteau
5	Apatite	Rayé avec un couteau
6	Orthose	Rayable à la lime
7	Quartz	Raye une vitre
8	Topaze	Rayable par le carbure de tungstène
9	Corindon	Rayable par le carbure de silicium
10	Diamant	Rayable avec un autre Diamant

Au début du 20<sup>ème</sup> siècle, Brinell marque un tournant décisif dans la caractérisation des métaux en développant le premier essai de dureté standardisé [4]. Sa méthode repose sur un principe simple mais rigoureux : un indenteur sphérique de géométrie définie est appliqué sur une surface métallique plane avec une force contrôlée. La dureté Brinell (HB) est alors déterminée en calculant le rapport entre la force appliquée et la surface de l'empreinte hémisphérique, cette dernière étant mesurée par observation optique après l'essai.

L'année 1922 voit l'émergence d'une nouvelle approche avec le test de Rockwell, qui introduit une variation des paramètres expérimentaux. Cette méthode se distingue par sa flexibilité, proposant deux configurations : la dureté HRC, utilisant un indenteur conique, et la dureté HRB, employant un indenteur sphérique. Les mesures sont modulées par l'ajustement de la charge appliquée et du diamètre de l'empreinte.

La caractérisation de la dureté s'enrichit ensuite avec deux autres techniques majeures utilisant des indentateurs pyramidaux. L'essai Knoop se caractérise par un indenteur dont la base forme un losange, tandis que l'essai Vickers emploie l'indenteur éponyme, de forme pyramidale à base carrée. La figure I.1 illustre les principaux tests de dureté utilisés pour mesurer la résistance des matériaux à la déformation. Afin de différencier les résultats selon la méthode d'essai, l'Organisation internationale de normalisation (ISO) a défini des unités distinctes, comme HB pour la dureté Brinell et HV pour la dureté Vickers. [5].

### **I.3 Méthode conventionnelle de la dureté**

La mesure de la dureté d'un matériau peut être effectuée selon deux approches expérimentales distinctes. La première, dite conventionnelle, consiste à analyser l'empreinte laissée après le retrait de l'indenteur. La seconde méthode, appelée indentation instrumentée, repose sur l'étude de la courbe de déplacement de l'indenteur lorsqu'il pénètre dans le matériau:

a. La technique d'analyse conventionnelle consiste à mesurer l'empreinte après le retrait de l'indenteur. Grâce aux caractéristiques géométriques connues de l'indenteur, il suffit généralement de mesurer une seule dimension à la surface du matériau - soit la diagonale, soit le diamètre selon la géométrie de l'indenteur - pour calculer la surface, qu'elle soit de contact ou projetée

b. L'indentation instrumentée détermine la surface de contact en analysant la courbe charge-décharge selon la méthodologie établie par Oliver et Pharr. Développée initialement pour la nanoindentation, où les charges appliquées sont très faibles (inférieures à quelques grammes), cette technique s'étend désormais à la microindentation, qui utilise des charges comprises entre quelques grammes et un kilogramme. Quelle que soit la charge employée, le calcul de la dureté suit le même principe : il se

base sur une profondeur de contact qui prend en compte les déformations autour de l'empreinte, cette dernière étant évaluée à partir de la pente de la courbe de déchargement.

La dureté peut être calculée de deux manières : soit après l'essai par mesure directe de l'empreinte, soit pendant l'essai en enregistrant l'enfoncement de l'indenteur. Dans les deux cas, le résultat s'exprime comme une pression. Bien qu'historiquement sans unité, la dureté s'exprime aujourd'hui en MPa ou GPa, après une période où elle était mesurée en kgf/mm<sup>2</sup>. La lettre H (de l'anglais Hardness) est utilisée pour désigner la dureté, accompagnée d'une lettre indiquant le type d'indenteur : B pour Brinell (sphérique), R pour Rockwell (conique), V pour Vickers (pyramidal à base carrée), et K pour Knoop (pyramidal à base losange). Un cas particulier existe en nanoindentation : l'indenteur Berkovich, de forme pyramidale à base triangulaire, qui reste pour l'instant exclusif à cette échelle de mesure

Contrairement aux propriétés intrinsèques comme la masse ou la longueur, la dureté dépend étroitement des conditions de mesure. Sa valeur n'est pertinente que lorsqu'elle est accompagnée des paramètres expérimentaux précis, la charge appliquée à l'indenteur, sa géométrie, et les durées de l'essai, particulièrement celle du maintien à charge maximale. Ce dernier paramètre est crucial car les matériaux visco-élastoplastiques sont particulièrement sensibles au fluage. En définitive, la dureté doit être considérée comme le résultat d'un procédé de mesure spécifique, chaque méthode possédant sa propre définition et produisant des valeurs de dureté caractéristiques. La variabilité des résultats de dureté, fortement dépendante des conditions expérimentales, pose des défis significatifs pour la comparaison rigoureuse des mesures obtenues avec différentes techniques et types d'indenteurs.

L'essai d'indentation est une technique industrielle de caractérisation des matériaux qui permet de mesurer leur dureté et évaluer leurs propriétés mécaniques. Il s'applique principalement aux traitements thermiques et thermochimiques comme la nitruration ou la cémentation, permettant d'établir un profil de dureté précis dans une section droite. La méthode permet également d'analyser les propriétés de revêtements (peinture, vernis) ou les interactions entre un matériau dur et un substrat plus mou comme une céramique. L'essai d'indentation offre des capacités avancées au-delà de la mesure de dureté traditionnelle [2, 3] :

Il permet de mesurer la résistance à la fissuration des matériaux fragiles en corrélant la charge appliquée avec les longueurs des fissures développées aux extrémités de l'empreinte [2, 3].

La technique permet également d'évaluer la résistance à la rayure en déplaçant l'indenteur sur la surface du film, soit avec une charge constante, soit avec une charge croissante [4]. Un autre usage important concerne la mesure de l'adhérence des revêtements épais, en appliquant l'indenteur directement à l'interface entre le substrat et le revêtement [5, 6].

### **I.3.1 Méthode conventionnelle**

De manière très générale, l'indentation est réalisée avec un indenteur dont la forme géométrique est la plus simple possible pour faciliter.

L'indentation utilise un indenteur à la forme géométrique simple, facilitant l'analyse de la surface de contact résiduelle. Cet indenteur doit être très peu déformable par rapport au matériau testé lors de l'application de la charge. Les expressions de dureté varient selon le type d'indenteur (sphère, cône, pyramide), et différentes duretés conventionnelles sont couramment utilisées dans le milieu industriel.

### **I.3.1.1 Indenteur bille (Dureté Brinell)**

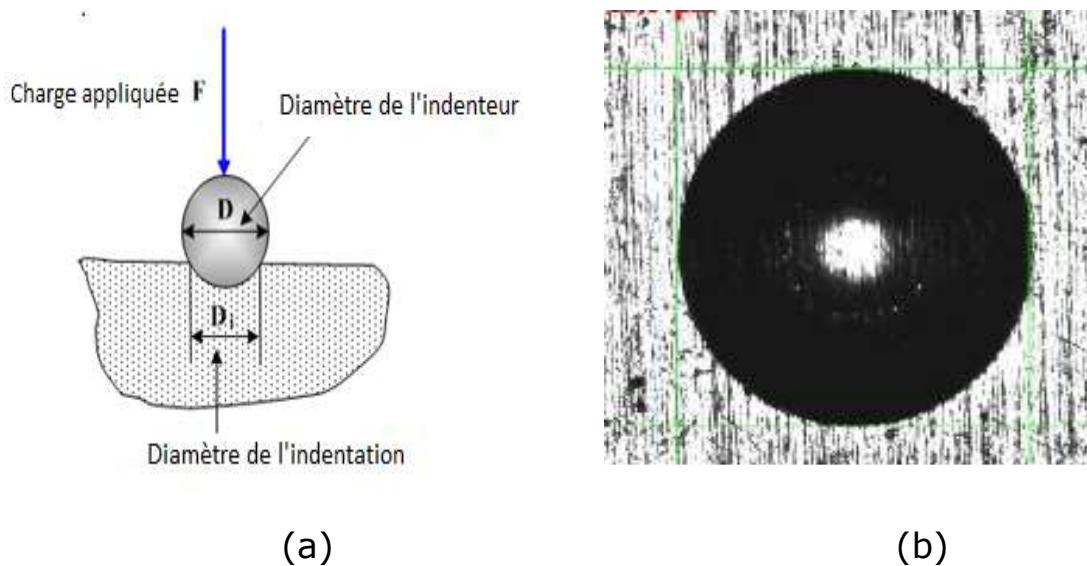
La méthode Brinell, premier essai normalisé d'indentation, a été proposée par J.A. Brinell en 1900. Elle consiste à indenter un matériau avec une bille en acier trempé ou en carbure de tungstène de 10 mm de diamètre, sous une charge variant de 500 à 3000 kg. La durée d'application est de 10 à 15 secondes pour le fer et les aciers, et au moins 30 secondes pour d'autres métaux. Le nombre de dureté Brinell (HB) se calcule en divisant la charge appliquée par l'aire de l'empreinte résiduelle. Sa notation codifiée indique les conditions précises de l'essai. Par exemple, "75 HB 10/500/30" signifie une dureté de 75 HB obtenue avec une bille de 10 mm, une charge de 500 kg pendant 30 secondes.

Cette méthode est particulièrement adaptée pour mesurer la macrodureté des matériaux à structures hétérogènes, avec une préférence pour la bille en carbure de tungstène sur les matériaux très durs :

$$BHN = \frac{F}{\frac{\pi}{2}D(D - \sqrt{D^2 + D_i^2})} \quad (I.2)$$

La dureté BHN, exprimée en MPa, est calculée à partir de trois paramètres : la force F appliquée (en Newtons), le diamètre D de la bille (en millimètres), et le diamètre Di de l'empreinte résiduelle (également en millimètres).

La figure I.1 illustre un essai d'indentation par bille, montrant sa dimension et la déformation résiduelle. Après le retrait de l'indenteur, l'empreinte laissée correspond géométriquement à une calotte sphérique.



**Fig.I.1.** (a) Représentation schématique de l'essai de dureté Brinell illustrant les paramètres géométriques nécessaires au calcul de la dureté [7], (b) photographie d'une empreinte caractéristique laissée par l'indentation de la bille [8].

### I.3.1.2 Indenteur cône (Dureté Rockwell)

Les essais de dureté Rockwell sont des tests de pénétration utilisant soit un cône en diamant, soit une bille en acier trempé polie. La dureté Rockwell se mesure par la pénétration rémanente du pénétrateur sous une faible charge.

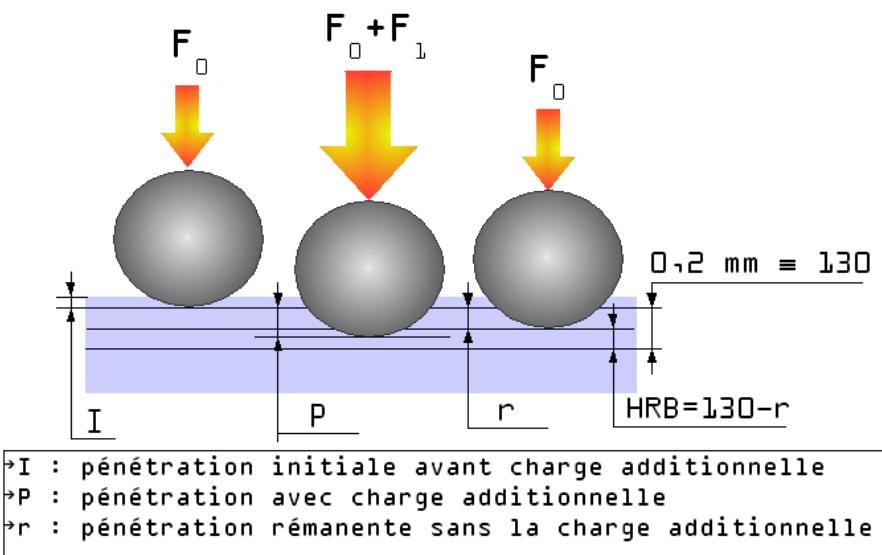
La dureté Rockwell s'obtient généralement en trois phases principales :

- ✓ Première phase de l'essai Rockwell : application d'une charge initiale  $F_0$  de 98 N (10 kgf), provoquant l'enfoncement du pénétrateur à une profondeur initiale  $I$ . Cette profondeur initiale  $I$  sert de référence pour la mesure ultérieure de la dureté Rockwell.
- ✓ Deuxième phase de l'essai Rockwell : application d'une force supplémentaire  $F_1$ , provoquant l'enfoncement du pénétrateur à une profondeur  $P$ .
- ✓ Troisième et dernière phase de l'essai Rockwell : relâchement de la force  $F_1$  suivie de la lecture de l'indicateur d'enfoncement.

La valeur de dureté Rockwell ( $r$ ) est obtenue après application et relâchement de la force  $F_1$ . Elle varie selon le type de pénétrateur :

- HRB (bille en acier) :  $HRB = 130 - r$
- HRC (cône en diamant) :  $HRC = 100 - r$

La Figure I.2 illustre schématiquement le principe de l'essai de dureté Rockwell.



**Fig.I.2.**Schéma de principe de la dureté Rockwell [9].

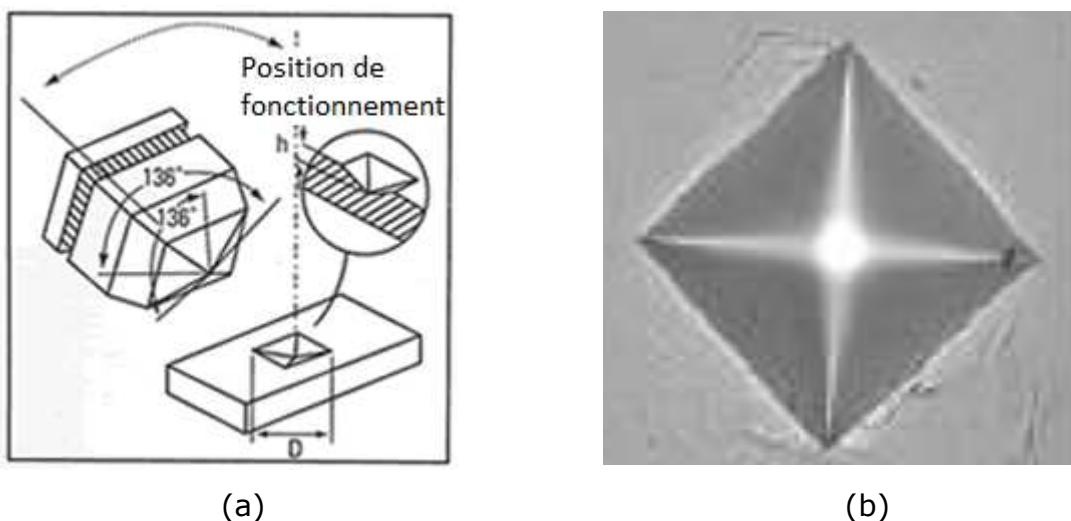
### **I.3.1.3 Indenteur pyramidal à base carrée (Dureté Vickers)**

L'essai de dureté Vickers utilise une pyramide en diamant à base carrée, caractérisée par :

- Un angle de  $136^\circ$  mesuré au sommet entre deux faces opposées
- Un angle de  $174^\circ$  entre les arêtes opposées, assurant une base carrée

- L'angle de  $136^\circ$  permet d'obtenir une dureté sensiblement constante sur un matériau homogène

La Figure I.3.b montre l'empreinte résiduelle d'un essai Vickers, révélant distinctement la forme d'une pyramide inversée.



**Fig.I.3.** (a) Représentation schématique de l'indenteur Vickers, caractérisé par sa forme pyramidale à base carrée [10], (b) image d'une empreinte Vickers montrant la projection carrée de la surface d'indentation sur le matériau testé [11].

La dureté Vickers (VHN ou VPH) est déterminée par le rapport entre la charge d'indentation et la surface réelle de contact de l'empreinte. Le calcul repose sur l'hypothèse que l'empreinte pyramidale conserve la même géométrie que l'indenteur. La surface de contact est alors calculée à partir de deux paramètres, les diagonales de l'empreinte carrée et l'angle formé entre les faces de la pyramide.

L'équation de calcul du nombre de dureté est donc basée sur ces paramètres géométriques :

$$HVN = 2 \cdot \sin\left(\frac{136}{2}\right) \cdot \frac{F}{d^2} = 1.854 \frac{F}{d^2} \quad (I.3)$$

où F est la charge appliquée en N et d la longueur moyenne des deux diagonales mesurées en mm. Dans ces conditions, la dureté HVN est exprimée en MPa.

L'essai d'indentation Vickers est largement utilisé en laboratoire car il permet de mesurer la dureté de matériaux très variés, des plus mous (5 MPa) aux plus durs (plusieurs GPa) [12–15]. Pour réaliser une série de mesures, on respecte une règle simple : espacer chaque indentation d'au moins deux fois la diagonale de l'empreinte précédente, afin d'éviter toute perturbation de la zone de déformation.

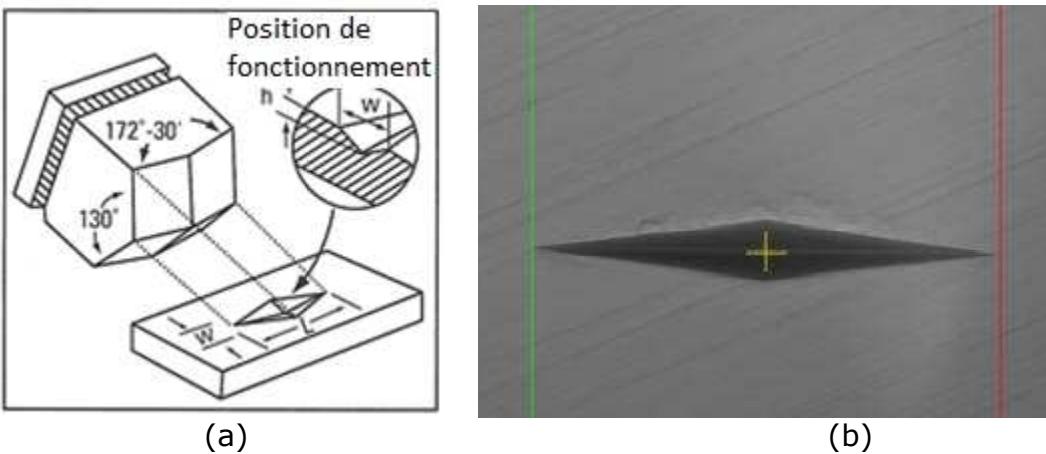
Pour les mesures de profils de dureté avec gradient résultant de traitements thermiques ou thermochimiques, on utilise l'indenteur Knoop. Sa forme pyramidale allongée (losange) permet des mesures plus rapprochées, tout en respectant la règle d'espacement entre deux empreintes consécutives.

#### **I.3.1.4 Indenteur pyramidal à base losange (Dureté Knoop)**

L'essai de dureté Knoop utilise une pyramide en diamant à base losange très allongée. Ses angles au sommet sont :

- $172^\circ 30'$  dans le sens de la grande diagonale
- $130^\circ$  dans le sens de la petite diagonale

Ce rapport des angles génère un rapport de 7,11 entre les grandes et petites diagonales, calculable par des considérations géométriques. Certains auteurs, comme Lima et al. [16] ont utilisé l'écart à ce rapport théorique pour estimer le module d'élasticité.



**Fig.I.4.** (a) Représentation schématique de l'indenteur Knoop, caractérisé par sa pyramide à base losange [17], (b) image d'une empreinte Knoop illustrant la forme allongée caractéristique de l'indentation résiduelle [18].

La dureté Knoop est calculée en établissant le rapport entre la charge appliquée et la surface projetée de l'empreinte de contact. Les proportions géométriques spécifiques de l'indenteur permettent de simplifier le calcul, seule la mesure de la grande diagonale est nécessaire pour déterminer la dureté :

$$HKN = \frac{2 \cdot \tan\left(\frac{172^\circ 30'}{2}\right)}{\tan\left(\frac{130}{2}\right)} \cdot \frac{F}{L^2} = 14.229 \frac{F}{L^2} \quad (I.4)$$

où F représente la force appliquée en Newtons et L la longueur de la grande diagonale en millimètres, donnant un résultat en MPa.

D'un point de vue expérimental, l'indentation Knoop présente un avantage significatif par rapport à l'indentation Vickers, notamment pour les mesures de dureté à faibles charges. La principale différence réside dans la géométrie des diagonales : la grande diagonale Knoop est presque trois fois plus longue que celle de Vickers, pour une même charge d'indentation. Cette caractéristique permet une mesure plus précise, particulièrement valable pour les matériaux présentant des duretés

inférieures à 5 GPa. Cette différence peut être mathématiquement établie en comparant les relations (I.4) et (I.3), en supposant des nombres de dureté comparables [19].

Pour comparer les duretés Vickers et Knoop, de nombreux chercheurs [20-24] ont mené des essais sur un même matériau en utilisant les deux types d'indentateurs. Les écarts observés entre ces mesures résultent principalement des différences géométriques intrinsèques à chaque indenteur. Cependant, une comparaison directe des nombres de dureté s'avère impossible en raison de leurs définitions fondamentalement distinctes. La dureté Vickers se base sur la surface de contact réelle, tandis que la dureté Knoop considère la surface projetée.

Dans une publication récente, Chicot et al. [19] proposent une approche innovante : harmoniser la comparaison en adoptant une définition commune, centrée sur l'aire de contact réelle. Cette méthode permet de surmonter les limitations des approches précédentes et offre une perspective plus précise des variations de dureté entre ces deux techniques d'indentation.

Avec cette nouvelle définition de la dureté Knoop, les auteurs proposent une nouvelle expression intégrant la surface de contact réelle. Cette modification ne change fondamentalement que le coefficient de calcul. L'expression (I.4) est ainsi révisée pour refléter cette approche plus précise de mesure de la dureté :

$$HKN = 12.883 \frac{F}{L^2} \quad (I.5)$$

À partir de cette nouvelle expression de la dureté Knoop, Chicot et al. [19] développent une loi de conversion entre les deux méthodes de mesure de dureté. Leur analyse met en évidence un écart significatif entre les nombres de dureté Vickers et Knoop, dont l'amplitude varie en

fonction de la valeur de dureté mesurée. Plus précisément, cet écart s'accentue avec l'augmentation de la dureté du matériau. Toutefois, pour les matériaux présentant des duretés inférieures à environ 5 GPa, les deux méthodes peuvent être considérées comme équivalentes, offrant des résultats sensiblement identiques.

la définition même de la dureté. Idéalement, la dureté devrait représenter une caractéristique intrinsèque du matériau, une valeur universelle et stable. Or, la réalité est bien plus complexe. La multiplicité des méthodes d'indentation et leurs divergences révèlent les limites des définitions actuelles, soulignant combien la mesure de la dureté reste un concept relatif plutôt qu'absolu. Pour tenter de résoudre ces incohérences, la communauté scientifique a développé, vers la fin du siècle dernier, une nouvelle technique d'indentation. L'objectif était ambitieux : non pas redéfinir directement la dureté, mais repenser et affiner les paramètres entrant dans son calcul. La nanoindentation représente une avancée technologique majeure dans la mesure de la dureté des matériaux. Au lieu de se concentrer sur l'observation de l'empreinte résiduelle, elle analyse la courbe de charge en fonction du déplacement de l'indenteur dans le matériau. Son principal atout réside dans sa capacité à opérer sur une gamme de charges extrêmement restreinte, variant entre 1  $\mu\text{N}$  et 300 mN (soit environ 30 gr). Cette particularité rend l'observation directe de l'empreinte quasiment impossible, les profondeurs d'indentation ne variant que de quelques dizaines à quelques centaines de nanomètres. La précision de cette méthode est remarquable : les dispositifs actuels atteignent des résolutions de l'ordre de 0,2  $\mu\text{N}$  pour la mesure de charge et de 2 nm pour les déplacements.

Il est important de noter que récemment, la technique d'indentation instrumentée a considérablement élargi son champ d'application,

s'étendant désormais aux domaines de la microindentation et de la macroindentation, et ce avec une grande variété d'indenteurs. Malgré cette diversification, les méthodes fondamentales d'analyse des courbes de chargement et de déchargement demeurent essentiellement identiques [25-28], bien que certaines spécificités propres à chaque type d'indenteur puissent être observées. Le chapitre suivant sera entièrement dédié à l'indentation instrumentée et à ses applications contemporaines les plus courantes. Sans prétendre à l'exhaustivité – ce qui serait impossible tant le sujet est vaste – nous souhaitons offrir un aperçu significatif. Pour illustrer la richesse de cette thématique, on peut simplement mentionner qu'une recherche sur le site Science Direct avec le mot-clé « nanoindentation » révèle plus de 5000 articles scientifiques, témoignant de l'intérêt considérable porté à cette technique.

### **I.3.2 Méthode inverse**

Pour surmonter les difficultés liées à l'observation des empreintes résiduelles d'indentation, notamment lorsque les charges sont très faibles, des chercheurs ont développé une méthode innovante. L'essai d'indentation instrumentée permet désormais de déterminer les caractéristiques mécaniques des matériaux par une analyse graphique approfondie de la courbe d'indentation.

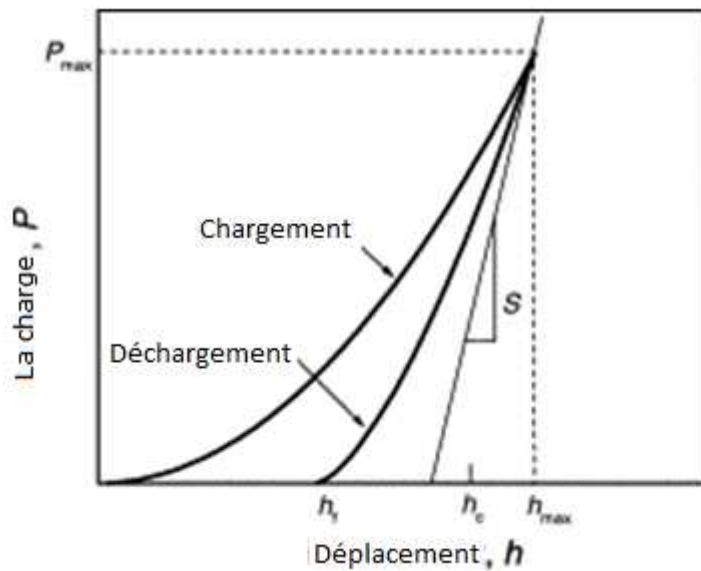
Les premières investigations dans ce domaine émergent à la fin des années 70 et au début des années 80 [29-31], posant les fondements d'une nouvelle approche métrologique. Un tournant décisif se produit en 1986 lorsque Doerner et Nix [32] publient un travail fondamental, qui sera ensuite significativement développé par Oliver et Pharr en 1992 [1]. Ces chercheurs ont proposé une méthode révolutionnaire permettant d'interpréter les tests d'indentation à l'échelle nanométrique. Leur approche est rapidement devenue la référence incontournable pour

estimer la dureté et le module d'élasticité des matériaux, bien que d'autres équipes comme Hays et Kendall [33] aient apporté des contributions complémentaires. L'essence de leur méthode réside dans l'estimation de la dureté Martens (HM), désormais considérée comme équivalente à la dureté Vickers (HV) traditionnelle.

La dureté Martens et la dureté Vickers représentent deux approches distinctes de mesure de la dureté des matériaux. La première se concentre sur la pénétration ultime atteinte lors du processus d'indentation, tandis que la seconde se base sur la mesure de la diagonale. Ces deux méthodes sont interconnectées par des expressions géométriques qui dépendent de la forme de la pointe pyramidale. Un développement plus récent est la dureté d'Oliver et Pharr, également connue sous le nom de "dureté de contact". Cette méthode innovante se définit par la pénétration réelle de contact entre la pointe d'indentation et le spécimen étudié. Sa particularité réside dans son mode de calcul : elle est déterminée à partir de l'analyse d'une courbe charge-déplacement, offrant ainsi une perspective plus dynamique et précise de l'interaction entre l'indenteur et le matériau.

### **I.3.2.1 Mesures obtenues par nanoindentatio**

L'analyse de la pente de la courbe de déchargement et de sa raideur permet d'estimer un module d'élasticité réduit. Cette approche innovante intègre les propriétés élastiques combinées de l'échantillon et de la pointe d'indentation dans le processus de déformation élastique. Une courbe typique de charge-décharge, telle que représentée sur la figure I.5, met en évidence deux paramètres cruciaux : la pénétration ultime et la profondeur de contact. Ces deux mesures sont essentielles pour comprendre le comportement mécanique du matériau lors de l'indentation.

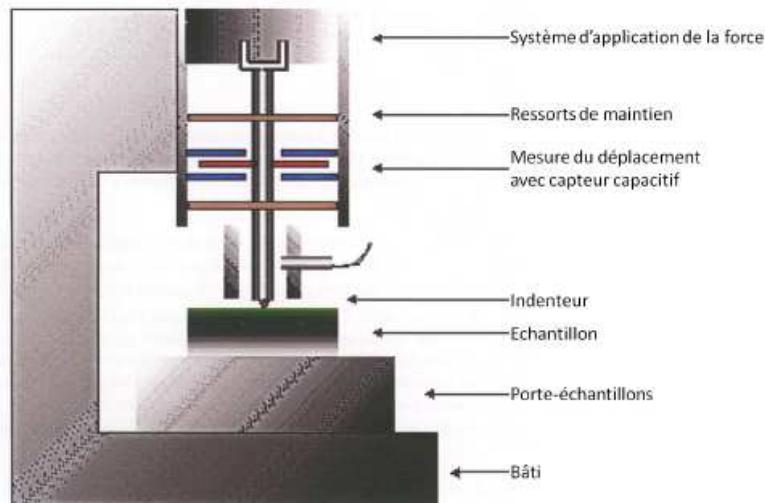


**Fig.I.5.** Illustration montre une courbe typique charge-déplacement obtenue lors d'un essai de nanoindentation [34].

En pratique, deux stratégies principales permettent d'obtenir la courbe de charge-décharge lors d'un essai d'indentation :

1. Méthode de pilotage du chargement :
  - L'opérateur contrôle la charge appliquée
  - Un capteur de déplacement enregistre précisément la variation de pénétration de l'indenteur dans le matériau
2. Méthode de pilotage du déplacement :
  - L'indenteur est déplacé de manière contrôlée
  - Une cellule de charge mesure les variations de force exercée sur le matériau

Ces approches offrent une flexibilité expérimentale significative. Les paramètres suivants peuvent être finement ajustés :



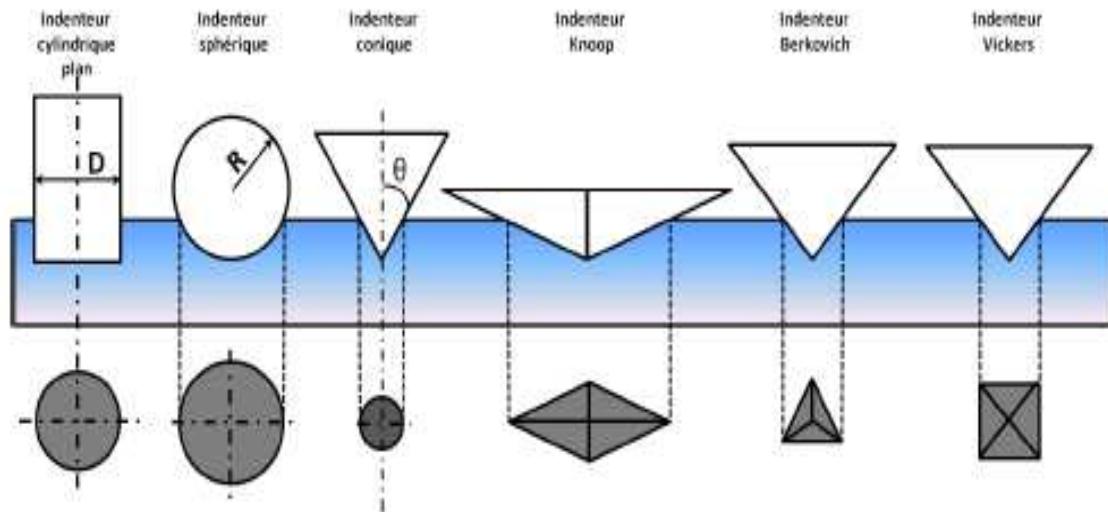
**Fig.I.6.**Représentation schématique du dispositif expérimental de nanoindentation.

Dans le dispositif expérimental d'indentation, la préparation de l'échantillon est cruciale. L'échantillon à caractériser est solidement maintenu sur un porte-échantillons, selon deux méthodes principales :

- ✓ Une fixation par collage
- ✓ Une fixation par bridage

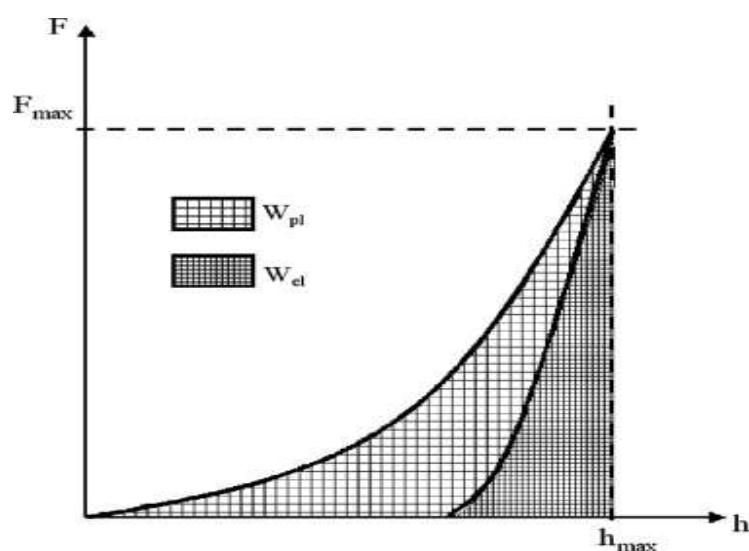
L'indenteur, élément central de la caractérisation mécanique, est monté sur une colonne. L'application de la force de pénétration  $P$  est réalisée au moyen d'une bobine magnétique. Cette configuration innovante permet de déterminer précisément la force appliquée en mesurant le courant circulant dans la bobine. Le déplacement de l'indenteur est mesuré avec une haute précision grâce à un capteur capacitif, offrant une résolution et une sensibilité remarquables. Les indeneurs utilisés en nanoindentation sont généralement fabriqués en diamant, bien que d'autres matériaux comme le saphir puissent également être employés. Leur géométrie est principalement pyramidale, avec la pointe Berkovich étant la plus courante. Cette pointe pyramidale à base triangulaire est largement utilisée sur les machines de nanoindentation. Outre cette forme, des poinçons cylindriques

à base plane et des indentateurs sphériques sont également mis en œuvre, comme illustré sur la figure I.7.



**Fig.I.7.**Schéma de différents types de pointes.

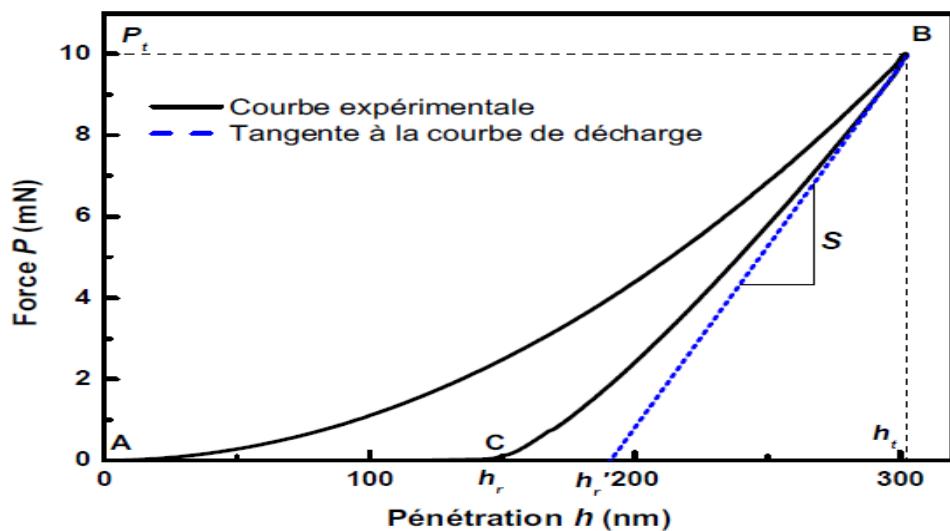
Au-delà des propriétés mécaniques classiques comme la dureté et le module d'élasticité, une courbe d'indentation permet d'obtenir des informations supplémentaires cruciales. Par exemple, elle permet de mesurer le travail d'indentation élastique et plastique en analysant les aires sous la courbe, comme illustré sur la figure I.8.



**Fig.I.8.** L'énergie dissipée plastiquement ( $W_{pl}$ ) correspond à l'aire entre les courbes de charge et de décharge. Elle représente l'énergie non récupérable qui a été utilisée pour déformer de façon permanente le matériau[35].

L'essai d'indentation permet d'étudier le comportement au fluage des matériaux via l'analyse de leur réponse sous charge constante. Le phénomène se caractérise par l'enfoncement continu de l'indenteur, créant un plateau horizontal à la charge maximale, comme illustré sur la figure I.8. La durée de ce plateau dépend de deux facteurs principaux : le temps de maintien et le comportement visco-élastoplastique spécifique au matériau testé.

Les données d'indentation sont collectées en force et déplacement, avec le point de contact  $h_{in}$  comme paramètre essentiel pour calculer la pénétration  $h$ . La courbe force-pénétration (figure I.9) est construite à partir de ces mesures après l'essai.



**Fig.I.9.** La courbe force-pénétration de l'essai de nanoindentation comprend deux parties, le segment (AB) pour la phase de charge où l'indenteur pénètre dans le matériau, et le segment (BC) représentant la décharge lors du retrait de l'indenteur [36].

La courbe d'indentation se caractérise par deux segments distincts, dont le premier est le segment (AB) qui décrit la phase de charge. Durant cette

phase, l'indenteur s'enfonce progressivement dans le matériau, suivant une relation mathématique particulière citée dans la référence [10]:

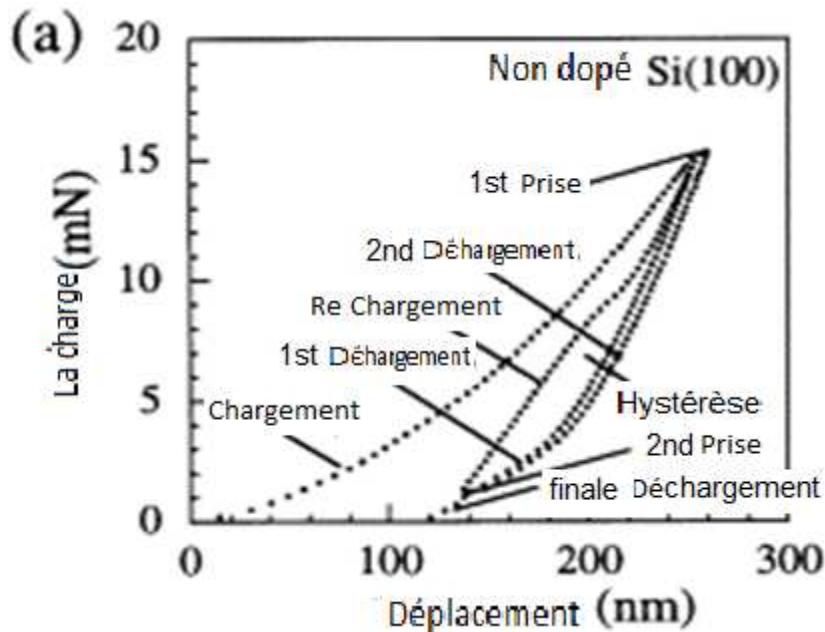
$$P = Kh^n \quad (1.1)$$

La loi puissance de la courbe de charge implique les paramètres  $h$  pour la pénétration et  $n$  comme exposant, atteignant au point B les valeurs maximales : une charge  $P_t$  et une pénétration  $h_t$ .

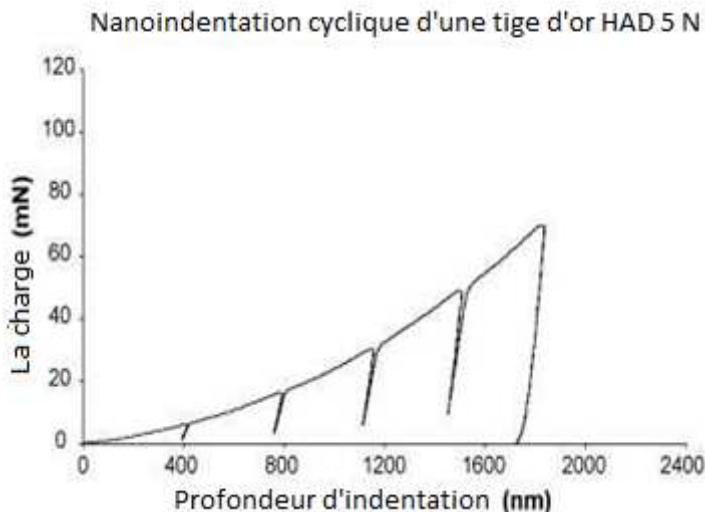
La deuxième partie (BC) de la courbe représente la courbe de décharge, illustrant le retrait de l'indenteur.

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 son intersection avec l'axe des abscisses, on obtient l'enfoncement plastique  $h_{r0}$ . Cette tangente permet également de déterminer la raideur de contact  $S$  entre l'indenteur et l'échantillon. L'analyse repose sur l'hypothèse d'un contact purement élastique entre l'indenteur et l'échantillon pendant la décharge. La raideur de contact permet de calculer le module d'élasticité du matériau testé. La courbe d'indentation révèle ainsi les propriétés élastiques et plastiques du matériau, qui seront expliquées en détail dans le chapitre III sur la méthodologie.

Les récents développements technologiques des instruments d'indentation permettent désormais de multiples conditions d'essai. On peut varier les vitesses de chargement et de déchargement, le nombre de cycles d'indentation, et notamment fixer une charge constante à la fin de chaque cycle (Figure I.10) ou augmenter progressivement la charge (Figure I.11).



**Fig.I.10.** La courbe charge-déplacement du monocristal de silicium comporte une particularité lors de son cycle de chargement. [37].



**Fig.I.11.** La courbe charge-déplacement présente quatre cycles de chargement-déchargement sur l'or pur. Les déchargements sont effectués à environ 400, 800, 1200 et 1600 nm de profondeur. [38].

Ces possibilités d'essai font de la nanoindentation un outil d'analyse très prometteur, nécessitant encore des travaux approfondis pour explorer pleinement ses capacités. Au-delà des indentateurs classiques comme la bille ou les pyramides (indicateur Vickers), la nanoindentation a été initialement développée avec un indicateur spécifique, l'indicateur

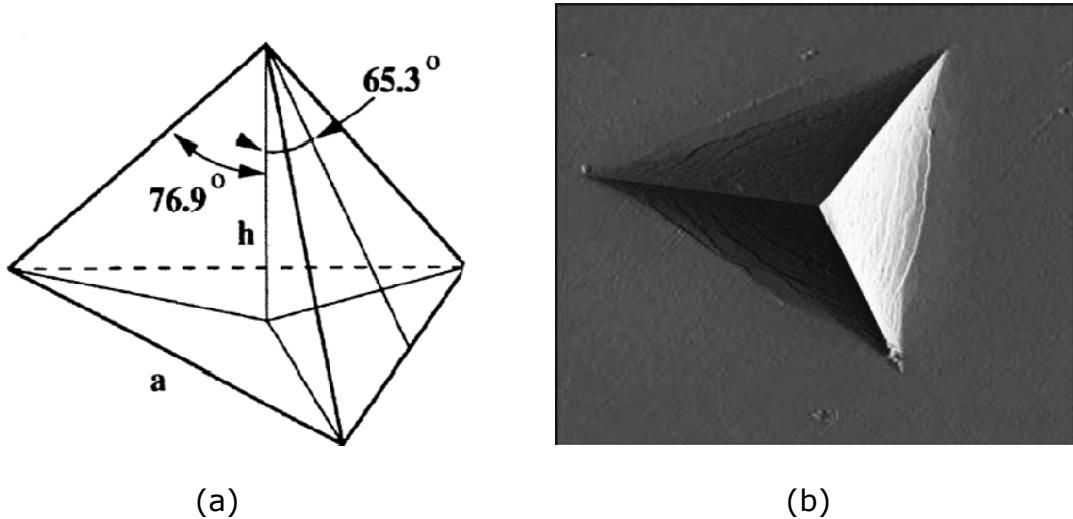
Berkovich. Les analyses aux très faibles profondeurs nécessitent des précautions spécifiques en raison de l'influence prédominante du défaut de la pointe de l'indenteur.

### I.3.2.2 L'effet du défaut de pointe

L'indenteur Berkovich est une pyramide en diamant à base triangulaire, largement utilisé en nanoindentation, contrairement à l'indenteur Vickers employé dans la microindentation instrumentée. Sa géométrie se caractérise par deux angles principaux :

- $65,27^\circ$  (environ  $65,3^\circ$ ) entre la hauteur de la pyramide et ses faces
- $76,9^\circ$  entre la hauteur et une arête de la pyramide

La figure I.12 présente sa forme générale et un exemple d'empreinte.



**Fig.I.12.** (a) L'indenteur Berkovich : Une pyramide à trois faces avec ses angles caractéristiques ( $65,3^\circ$  avec l'axe central,  $120^\circ$  entre les arêtes) et (b) L'empreinte résultante.

La détermination de l'aire de contact est cruciale en nanoindentation. Deux approches sont possibles, l'aire projetée (observable à la surface) ou l'aire de contact réel (incluant les faces inclinées). La précision de cette mesure est d'autant plus importante que la surface est petite. Pour un indenteur Berkovich, la surface théorique peut être calculée selon une

formule spécifique:

Les indentateurs pyramidaux à base triangulaire présentent toujours des imperfections, notamment un arrondi au sommet qui s'accentue avec l'usage. Cette déviation de la forme théorique parfaite nécessite une correction dans le calcul de la surface de contact.

Trois méthodes distinctes existent pour déterminer la surface en tenant compte de ce défaut de pointe :

- i) La mesure directe par AFM permet de déterminer précisément l'aire de contact en visualisant le défaut de pointe de l'indenteur.
  - ii) La méthode indirecte consiste à comparer la pénétration mesurée sur un matériau étalon (dont le module d'Young est connu) avec sa valeur théorique. La différence observée permet de corriger et d'ajuster la formule de calcul de la surface de contact.
  - iii) La troisième méthode, indirecte, compare la dureté calculée à partir de la force et de la profondeur de pénétration avec la dureté indépendante de la profondeur, obtenue pour des pénétrations élevées. Cette approche nécessite l'utilisation de matériaux de référence, comme le verre de silice.

### **I.3.2.3 L'effet d'échelle en indentation instrumentée**

Les essais d'indentation classiques se révèlent particulièrement efficaces pour mesurer la dureté à l'échelle macroscopique. Ces méthodes traditionnelles reposent sur l'observation optique de l'empreinte permanente laissée par l'indenteur après le test. Toutefois, cette approche présente des limitations importantes lorsqu'il s'agit d'analyser des empreintes microscopiques. En effet, la mesure optique devient particulièrement complexe lorsque l'empreinte ne fait que quelques microns de largeur. Cette difficulté technique s'accompagne d'un autre défi, la nécessité d'obtenir des mesures de dureté en temps réel, pendant l'essai lui-même, plutôt qu'après coup. Cette évolution est essentielle pour comprendre comment le matériau se comporte lorsqu'il est sous charge [6]. Le cas du caoutchouc illustre parfaitement les limites des méthodes d'indentation classiques. En effet, ce matériau, bien que reconnu pour sa souplesse, pose un paradoxe intéressant, l'empreinte laissée par l'indenteur s'efface complètement après le test. Selon la définition traditionnelle de la dureté, qui se base sur l'empreinte rémanente, le caoutchouc aurait donc une dureté infinie - une conclusion qui contredit évidemment la réalité physique.

C'est pour répondre à ces défis que de nouvelles technologies d'indentation ont été développées il y a quatre décennies. Ces machines innovantes fonctionnent selon un principe différent, elles mesurent simultanément la force verticale appliquée sur l'indenteur et son déplacement pendant toute la durée de l'essai. La mesure du déplacement permet alors de calculer la surface de l'empreinte pendant que le matériau est sous charge. Cette nouvelle approche, connue sous le nom d'indentation instrumentée, offre ainsi une solution aux limitations des méthodes traditionnelles. Les avancées technologiques en matière de capteurs ont révolutionné les

possibilités de l'indentation instrumentée. Ces capteurs, capables de détecter des variations de force et de déplacement à des échelles extrêmement fines - du micromètre au picomètre - permettent désormais de mesurer la dureté des matériaux avec une précision sans précédent. Cette évolution a donné naissance à deux techniques distinctes, la microindentation instrumentée et la nanoindentation, selon l'échelle de mesure utilisée.

La nanoindentation, qui fera l'objet d'une étude approfondie dans la suite de ce manuscrit, représente une avancée particulièrement significative. Cette technique, dont le développement remonte aux années 1970-1980, a marqué un tournant majeur dans l'analyse des propriétés mécaniques des matériaux à l'échelle nanométrique [7, 8, 9, 10, 12].

#### **I.3.2.4 Avancées d'exploration de l'indentation instrumentée**

L'essai d'indentation repose sur un principe fondamental similaire à celui de la mesure de dureté classique, il s'agit d'utiliser une pointe, considérée comme indéformable et dont la géométrie est précisément connue, que l'on fait pénétrer dans le matériau à étudier. Cette pénétration contrôlée permet alors d'obtenir des informations précises sur les propriétés mécaniques du matériau testé.

Durant tout le processus d'indentation, deux paramètres essentiels sont mesurés de façon continue, d'une part, la force exercée sur la pointe d'indentation, et d'autre part, la profondeur de pénétration de cette pointe dans le matériau. Cette surveillance en temps réel des deux paramètres permet d'obtenir des données précises sur le comportement du matériau tout au long de l'essai.

L'essai de dureté traditionnel présente une limitation importante liée à l'amplitude des forces appliquées. En effet, ces essais nécessitent

l'application de forces relativement importantes, comprises entre plusieurs dizaines et plusieurs centaines de newtons. Cette contrainte technique restreint significativement le champ d'application de cette méthode : elle ne permet de caractériser que les propriétés mécaniques des matériaux massifs, excluant ainsi l'analyse de structures plus fines ou de revêtements de surface.

L'évolution des besoins en caractérisation des matériaux a créé de nouvelles exigences dans le domaine des essais mécaniques. En effet, la nécessité croissante d'analyser des zones très localisées et l'utilisation de plus en plus fréquente de films minces ont rendu indispensable la capacité à effectuer des mesures à des profondeurs d'enfoncement extrêmement faibles.

L'indentation instrumentée, grâce aux progrès technologiques considérables réalisés ces dernières années, apporte une réponse adaptée à ces nouveaux défis. Cette technique permet désormais de travailler avec des forces remarquablement précises, allant d'une dizaine de micronewtons à quelques centaines de millinewtons. Les profondeurs de pénétration correspondantes sont tout aussi impressionnantes, s'échelonnant de quelques dizaines de nanomètres à quelques micromètres. Cette capacité à opérer à des échelles aussi fines a donné naissance au terme de "nanoindentation", désormais couramment utilisé dans ce domaine [6].

La nanoindentation représente une technique d'analyse mécanique qui a connu une évolution progressive dans son application. Initialement développée pour l'étude des matériaux massifs, elle s'est ensuite adaptée à l'analyse des films minces. Cette méthode polyvalente permet d'explorer un large éventail de propriétés mécaniques, incluant la dureté, le module de Young, les transformations de phase, le comportement en fluage, ainsi

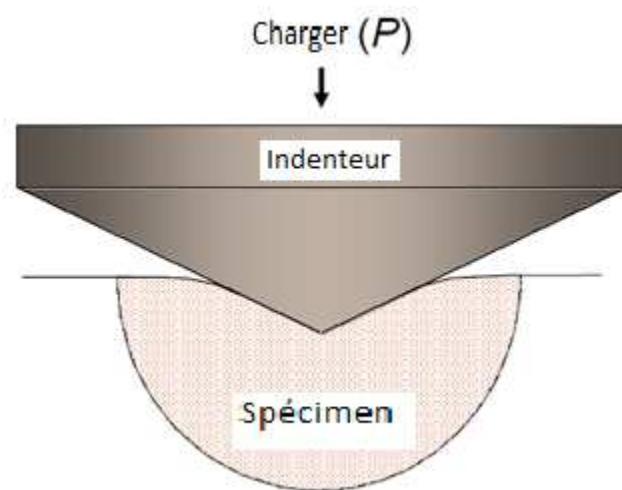
que l'adhésion des matériaux. Parmi ces différentes caractéristiques, la dureté et le module de Young se distinguent comme les propriétés les plus fréquemment étudiées dans les travaux de recherche. [6][7].

#### **I.4 L'effet de taille en indentation**

L'analyse des résultats précédents nous a permis d'établir que la dureté se calcule en divisant la charge appliquée par la surface de l'empreinte résiduelle après retrait de l'indenteur. Toutefois, la comparaison des valeurs de dureté obtenues avec différents types d'indenteurs révèle une observation importante : la dureté ne peut être simplement considérée comme une pression de contact moyenne intrinsèque au matériau. Elle doit plutôt être interprétée comme une mesure de la résistance qu'oppose le matériau à la déformation permanente. La complexité de l'essai d'indentation se révèle également à travers un autre phénomène bien documenté, la variation du nombre de dureté en fonction de la charge appliquée, et ce, même lorsqu'un seul type d'indenteur est utilisé. Cette dépendance charge-dureté a suscité l'intérêt de nombreux chercheurs, car elle souligne un paradoxe intéressant : bien que l'essai d'indentation soit relativement simple à mettre en œuvre d'un point de vue expérimental, son interprétation s'avère nettement plus complexe que prévu.

La pénétration d'un indenteur dans un matériau engendre une zone de déformation caractéristique, directement liée au processus d'indentation. Cette région, que l'on nomme zone de déformation plastique, adopte une forme sphérique dans les cas idéaux, comme l'illustre la figure I.13 [61]. L'étendue de ce volume de déformation joue un rôle déterminant dans la formation de l'empreinte résiduelle et, par conséquent, influence directement ses dimensions caractéristiques. Parallèlement au phénomène de déformation plastique, le déplacement de matière durant l'indentation

peut provoquer la formation d'un bourrelet le long des arêtes de l'empreinte. Cette manifestation, qui pourrait sembler secondaire, vient en réalité compliquer la mesure de dureté, illustrant ainsi que même les phénomènes apparemment simples de l'indentation peuvent avoir des répercussions significatives sur la précision des résultats.



**Fig.I.13.**Schéma de la zone déformée sous une empreinte d'indentation.

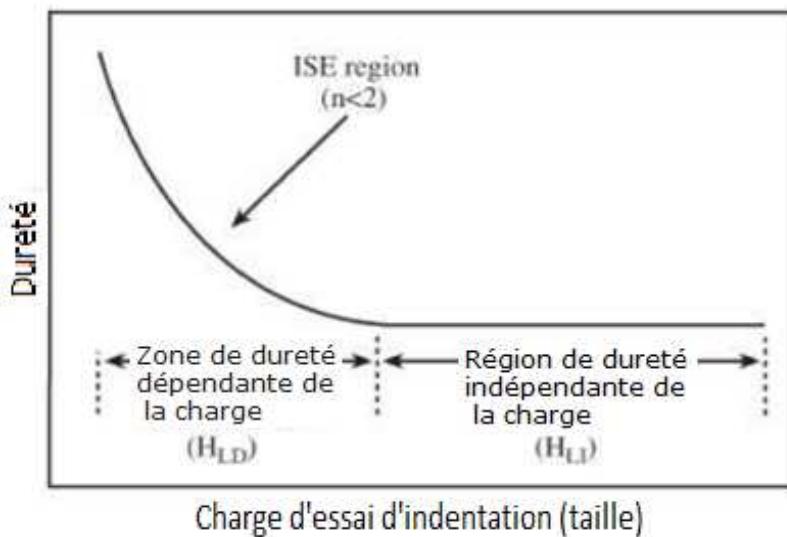
Dès les années 50, les chercheurs, et particulièrement Tabor [62], ont mis en évidence un phénomène fondamental, la dépendance des valeurs de dureté à la taille de l'indentation, et ce, indépendamment des mécanismes de déformation sous-jacents. Cette dépendance se manifeste de deux manières distinctes, soit par une augmentation de la dureté lorsque la profondeur d'indentation ou la taille de l'indenteur diminue, soit, paradoxalement, par une diminution de la dureté avec la réduction de la charge appliquée, phénomène inverse de l'effet de taille d'indentation conventionnel. Ces deux phénomènes de dépendance à la taille ont reçu des appellations spécifiques dans la littérature scientifique. Le premier effet, qui est le plus fréquemment observé, est connu sous l'acronyme ISE (Indentation Size Effect), faisant référence à sa dénomination anglo-saxonne. Le second phénomène, qui présente un comportement opposé,

est désigné par le terme RISE (Reverse Indentation Size Effect), où le "R" souligne le caractère inverse de l'effet.

L'origine de l'effet de taille d'indentation (ISE) a fait l'objet de nombreuses interprétations scientifiques. Les chercheurs ont proposé une variété de mécanismes explicatifs qui peuvent être regroupés en plusieurs catégories. Certains l'attribuent aux phénomènes de déformation, comme le durcissement par écrouissage pendant l'indentation [30, 63] ou la force nécessaire pour initier la déformation plastique [33]. D'autres mettent en avant les aspects mécaniques, tels que la récupération élastique post-indentation [64, 65] et l'interaction entre les déformations élastiques et plastiques du matériau [66]. Les mécanismes liés aux dislocations sont également évoqués, incluant la taille des boucles de dislocation formées [67, 68] et leur champ de contrainte associé [69]. Enfin, des facteurs géométriques et tribologiques ont été proposés, comme le rôle des arêtes de l'empreinte agissant en tant que charnières plastiques [69] et la résistance au frottement entre l'indenteur et l'échantillon [70, 71]. La dépendance de la dureté avec l'effet de taille (ISE) peut être représentée de deux manières :

- En fonction de la charge appliquée
- En fonction de la diagonale de l'empreinte

La figure I.14 illustre l'ISE en montrant la relation entre le nombre de dureté et la charge d'indentation.



**Fig.I.14.** La courbe montre la variation caractéristique de la dureté ( $H$ ) en fonction de la charge appliquée ( $P$ ) (d'après [42]).

Dans le cas général, deux zones de dureté sont distinguées, la zone HLD (Load Dependence) où la dureté augmente quand la charge diminue, montrant une dépendance à la charge et La zone HLI (Load Independence) pour les charges élevées, où la dureté reste constante. Cette "vraie" dureté ou dureté "absolue" est la valeur traditionnellement utilisée pour caractériser les matériaux et correspond théoriquement à la dureté sous charge infinie. La non-constance du nombre de dureté en fonction de la charge implique une variation du rapport  $P/A$ , qui s'exprime sous la forme  $P/f(d^2)$  ou  $P/f(h^2)$  selon le type d'indentation. L'aire se calcule généralement à partir d'une dimension caractéristique, comme la diagonale ou le diamètre pour les essais Vickers ou Bille, ou la profondeur pour l'indentation instrumentée. Face à cette variabilité, les chercheurs ont travaillé à établir des relations mathématiques reliant la charge appliquée aux dimensions caractéristiques de l'empreinte, adaptées au type d'indentation utilisé. La relation entre la diagonale et la profondeur d'une empreinte dépend directement de la géométrie de l'indenteur, mais uniquement lorsqu'on ne prend pas en compte les déformations

d'empreinte. En présence de déformations, cette relation directe disparaît. Prenons l'exemple d'un indenteur Vickers, la diagonale  $d$  de l'empreinte n'est plus directement liée à la profondeur de contact  $h_c$  qu'on obtiendrait avec cet indenteur. Les lois mathématiques que nous présenterons par la suite comportent des coefficients qui varient selon la taille de l'empreinte étudiée. La structure mathématique de ces lois reste identique, qu'on utilise la diagonale  $d$  ou la profondeur  $h$  comme variable ; seule l'interprétation physique des coefficients change. Pour simplifier la présentation, nous exprimerons toutes les lois en fonction d'une profondeur arbitraire  $h$ , qui pourra représenter soit la profondeur maximale atteinte, soit la profondeur de contact. Il est important de noter que ces lois restent valables si l'on considère la diagonale ou le diamètre des empreintes à la place de la profondeur.

### **I.4.1 Les formulations mathématiques**

La variation de la dureté en fonction de la charge peut être décrite par plusieurs modèles mathématiques. Ces modèles expriment la charge  $P$  en fonction du paramètre de taille de l'empreinte, ce qui permet d'obtenir une expression de la dureté qui dépend uniquement de ce paramètre.

#### **I.4.1.1 Modèle de Meyer**

Meyer a proposé dès 1908 une équation empirique qui est devenue la plus utilisée dans ce domaine. Son modèle établit une relation entre la charge d'indentation et la taille de l'empreinte sous forme d'une loi puissance simple :

$$P = C \cdot h^n \quad (\text{I. 7})$$

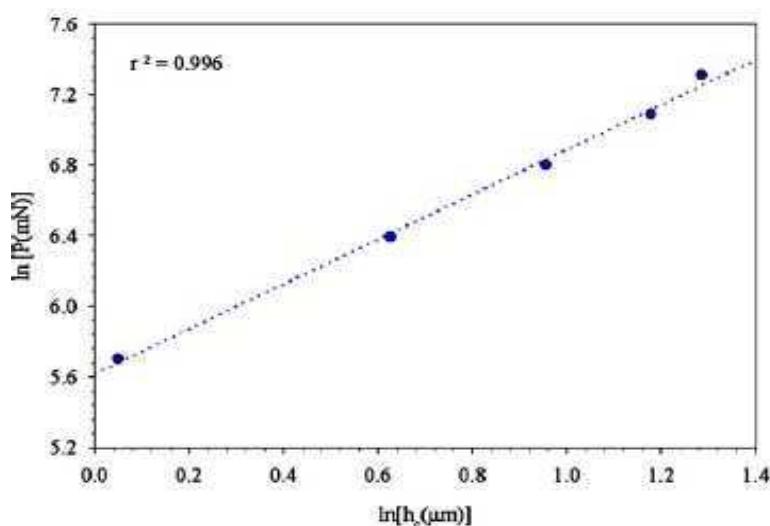
où  $C$  et  $n$  sont des constantes déduites directement des courbes de lissage des données expérimentales.

L'exposant  $n$ , appelé indice de Meyer, est lié à l'écrouissage du matériau indenté. En appliquant cette relation à la formule de dureté, l'équation (I.7) se transforme en:

$$H = \frac{P}{A} = \frac{C}{\Delta} \cdot h^{(n-2)} \quad (\text{I.8})$$

dans laquelle  $\Delta$  est un coefficient (24,5 ou 26,43) selon la définition de la dureté.

La relation entre le nombre de dureté et la profondeur d'indentation est régie par une loi de puissance où la dureté est proportionnelle à la profondeur élevée à la puissance  $(n-2)$ . Le cas idéal où  $n=2$  correspond à une dureté constante, mais en pratique,  $n$  est généralement inférieur à 2. Les coefficients  $C$  et  $n$  sont déterminés expérimentalement en utilisant une représentation bi-logarithmique de la charge en fonction de la profondeur, comme démontré par l'étude de Kölemen [72] sur le supraconducteur MgB<sub>2</sub>.



**Fig.I.15.** Représentation de la charge en fonction de la profondeur de contact dans un graphique bi logarithmique en accord avec la loi de Meyer [72].

Les expériences ont été réalisées sur un alliage MgB2. Cependant, plusieurs études [73-75] ont démontré les limites de la loi de Meyer pour représenter l'effet de taille observé sur de nombreux matériaux, particulièrement lorsqu'on considère une gamme étendue de charges d'indentation. Ces limitations ont conduit les chercheurs à élaborer des modèles plus sophistiqués pour décrire l'ISE (Indentation Size Effect).

#### **I.4.1.2 Modèle de Hays et Kendall**

Hays et Kendall [33] ont proposé un modèle intégrant une charge d'indentation minimale  $W$ , qui représente la résistance initiale de l'échantillon à la déformation plastique. Selon ces auteurs, en-dessous de cette charge critique, seule une déformation élastique se produit. En retranchant cette charge critique  $W$  de la charge totale appliquée, ils démontrent que la charge résultante varie proportionnellement au carré de la profondeur, selon l'équation :

$$P - W = C_1 h^2 \quad (\text{I.9})$$

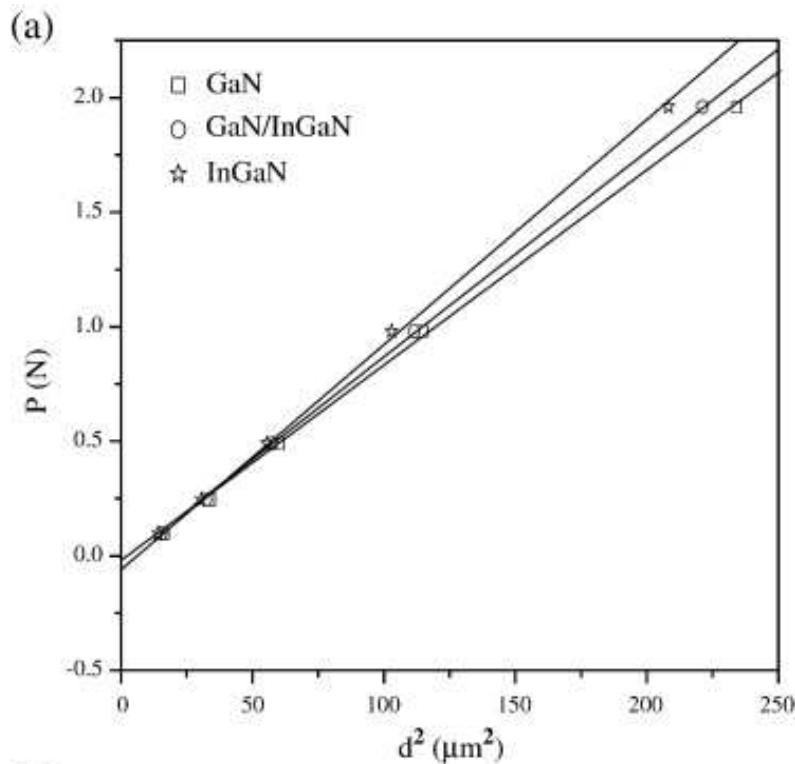
Où  $C_1$  est une constante indépendante de la charge d'essai et  $(P_{\max} - W)$  correspond à la charge d'indentation effective.

En remplaçant  $P$  de la relation (I.9) par  $(P - W)$ , le nombre de dureté se réduit à une valeur constante :

$$H = \frac{P - W}{\Delta \cdot h^2} = \frac{C_1}{\Delta} \quad (\text{I.10})$$

À partir de l'équation (I.10), nous pouvons déterminer les paramètres  $a$  et  $C_1$  en traçant la courbe de la dureté en fonction du carré de la profondeur. Cette représentation graphique doit théoriquement donner une droite, dont l'analyse nous fournit deux informations essentielles, d'une part, son

intersection avec l'axe des abscisses permet de déterminer la valeur de  $a$ , et d'autre part, sa pente nous donne directement la valeur de  $C_1$ . Cette méthode, issue des travaux de Hays et Kendall [33], est illustrée par un exemple concret dans la figure I.16.



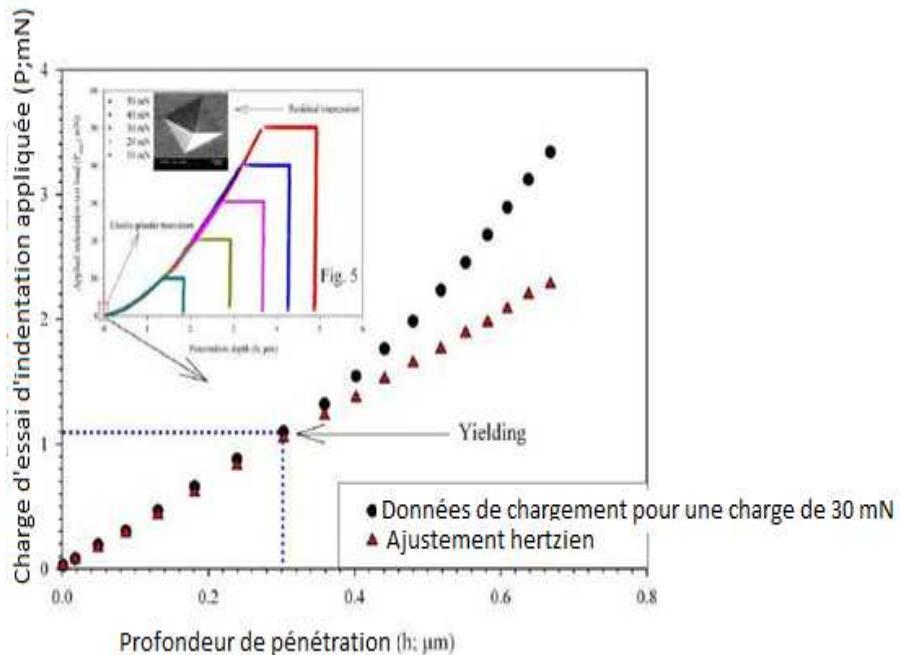
**Fig.I.16.** L'approche de Hays et Kendall, appliquée aux résultats d'indentation Knoop sur le GaN, met en évidence la relation entre la charge d'indentation et la profondeur de contact, caractérisée par une charge minimale  $w$  nécessaire pour initier la déformation plastique du matériau [76].

En observant la figure I.16, on pourrait très bien attribuer l'écart à  $d=0$  entre la charge nulle et la charge  $W$  à la précision des mesures.

#### I.4.1.3 Modèle de Sahin et al.

Les travaux de Sahin et al. [77] apportent une contribution significative à cette approche en se concentrant sur l'étude du comportement en nanoindentation des cristaux d'étain ( $\beta$ -Sn). Les auteurs ont mené une analyse comparative approfondie entre leurs résultats expérimentaux et les prédictions de la théorie de Hertz, comme illustré dans la figure I.17.

Cette figure présente les résultats d'essais de nanoindentation réalisés sous des conditions contrôlées, avec une charge maximale limitée à 3mN, permettant ainsi une comparaison directe avec le modèle théorique.



**Fig.I.17.** Je vais créer une visualisation qui montre la relation entre la charge d'indentation et la profondeur de contact pour les essais de nanoindentation sur l'étain, en incluant la courbe théorique de Hertz [77].

L'analyse de la figure révèle un phénomène remarquable pour les profondeurs d'indentation inférieures à 0,3 μm, la courbe de chargement se superpose parfaitement avec la courbe élastique prédictive par la théorie de Hertz [78]. Cette correspondance démontre que dans ces conditions de très faible chargement, le matériau présente un comportement purement élastique, sans aucune manifestation de déformation plastique. Par conséquent, selon les critères établis par Hays et Kendall [33], la charge d'indentation de 1,1 mN, correspondant à la profondeur critique de 0,3 μm, peut être identifiée comme la charge critique du matériau. Lorsque la charge dépasse cette valeur critique, on observe une déviation significative de la courbe d'indentation par rapport à la réponse élastique prédictive par la théorie de Hertz. Ce comportement suggère qu'à ce stade, la contrainte

exercée par la pointe de l'indenteur devient suffisamment importante pour excéder la contrainte critique de cisaillement des cristaux simples de  $\beta$ -Sn, entraînant ainsi l'apparition de déformations plastiques dans le matériau.

#### **I.4.1.4 Modèle de Li et Bradt (PSR)**

Li et Bradt [70] ont développé un modèle alternatif connu sous le nom de PSR (Proportional Specimen Resistance). Leur approche se distingue par l'utilisation d'une relation polynomiale du second degré sans terme constant pour décrire la charge appliquée. Les auteurs ont choisi une formulation spécifique de leur modèle qui permet une linéarisation des données, facilitant ainsi la détermination des paramètres de lissage :

$$\frac{P}{h} = A_1 + A_2 h \quad (\text{I.11})$$

Où les paramètres  $A_1$  et  $A_2$  sont constants pour un matériau donné.

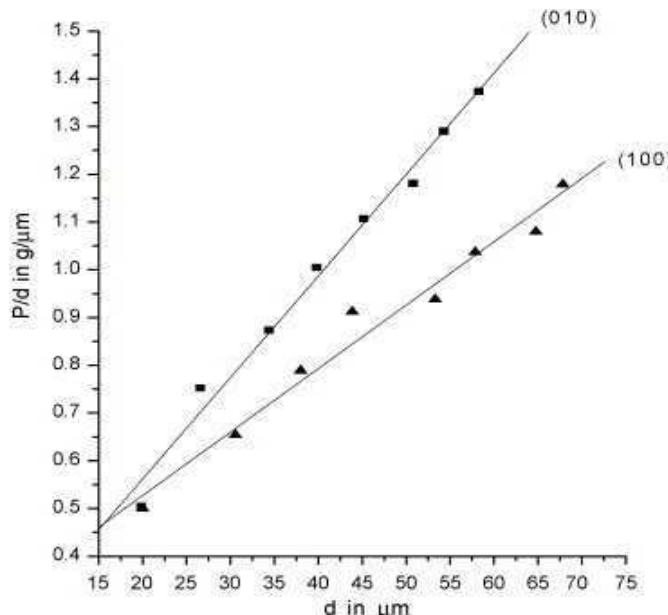
Les paramètres  $A_1$  et  $A_2$  du modèle PSR ne sont pas de simples coefficients mathématiques, mais reflètent des propriétés physiques spécifiques du matériau étudié. Le paramètre  $A_1$  caractérise la relation entre la dureté et la charge appliquée, représentant ainsi l'effet d'échelle, tandis que  $A_2$  permet d'accéder à la valeur de la dureté vraie du matériau. En combinant les expressions présentées dans la relation (I.11), on peut établir la formulation mathématique suivante:

$$H = \frac{A_2}{\Delta} + \left( \frac{A_1}{\Delta} \cdot \frac{1}{h} \right) \quad (\text{I.12})$$

Où  $A_2/\Delta$  représente la dureté vraie. Elle est appelée  $H_{PSR}$ .

La relation (I.11) permet une exploitation graphique simple des données, la représentation de  $P/h$  en fonction de  $h$  produit une droite dont l'analyse

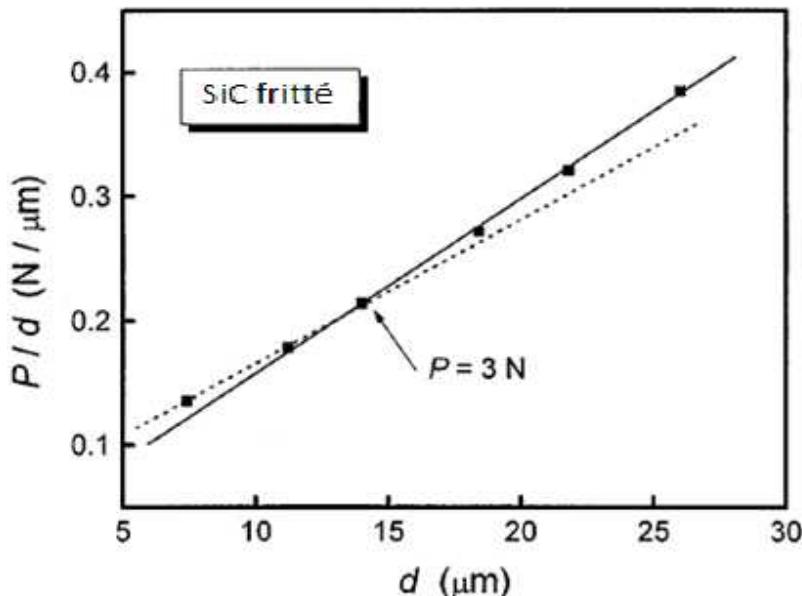
fournit directement les paramètres du modèle PSR. En effet, l'intersection de cette droite avec l'axe des abscisses donne la valeur de  $A_1$ , tandis que sa pente correspond à  $A_2$ . Cette méthode d'analyse graphique est illustrée concrètement dans la figure I.18, qui présente un exemple d'application du modèle PSR.



**Fig.I.18.** Le graphique montre la relation entre la profondeur d'indentation et le ratio PSR pour les cristaux de  $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ , avec un indenteurs Vickers [79].

Le modèle PSR présente un atout majeur dans sa capacité à détecter la présence de fissures générées lors de l'indentation. Cette caractéristique est particulièrement pertinente dans le domaine des charges élevées, où les microfissures induites par l'indentation influencent significativement les résultats de l'essai de dureté. En effet, lors du processus d'indentation, l'énergie appliquée se répartit entre deux phénomènes distincts : la déformation plastique autour de l'empreinte et la formation de fissures à ses extrémités. Cette dissipation d'énergie par fissuration modifie nécessairement la croissance des diagonales de l'empreinte, créant ainsi une signature caractéristique détectable par le modèle. Dans la représentation du

modèle PSR, l'analyse révèle deux segments de droite distincts. Le premier segment correspond aux faibles charges, caractérisé par l'absence de fissures dans le matériau. Le second segment, quant à lui, représente le comportement sous charges plus élevées, où l'on observe la présence de fissures. Cette discontinuité dans la courbe met en évidence la transition entre ces deux régimes de comportement mécanique. L'intersection de ces deux droites permet de définir une charge critique de fissuration, comme l'ont démontré les travaux de Gong *et al.* [81] dans leur étude sur l'effet de taille dans les matériaux fragiles [80]. Cette observation est illustrée par la figure I.19, qui présente les deux droites caractéristiques du modèle PSR obtenues lors de l'analyse d'un carbure de silicium.



**Fig.I.19.** Représentation du modèle PSR pour un carbure de silicium fritté et fragile montrant l'influence des fissures localisées aux extrémités de l'empreinte Vickers [81].

Dans le cas spécifique du carbure de silicium (SiC), la figure I.19 met en évidence un point d'intersection entre les deux droites à une charge critique de 3 N. Cette valeur seuil délimite deux régimes distincts, en dessous de 3 N, le matériau reste intact sans fissuration, tandis qu'au-

delà de cette charge, un réseau de fissures se développe progressivement dans la structure [81].

#### **I.4.1.5 Modèle de Gong et al. (MPSR)**

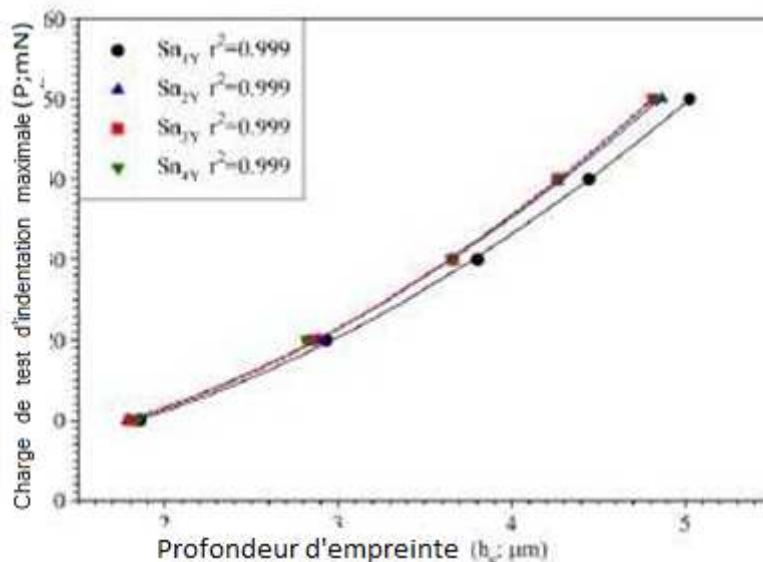
La comparaison des modèles de Hays-Kendall [33] et de Li-Bradt [70] soulève une contradiction fondamentale concernant la charge critique  $W$ . Cette charge, élément central du modèle de Hays-Kendall, est absente du modèle PSR. En effet, selon la relation

$W = A_I \cdot h$ , lorsque la profondeur  $h$  est nulle, la charge critique  $W$  devrait également être nulle. Cette relation impliquerait une déformation du matériau dès le début du processus d'indentation, une hypothèse que Gong et al. [82] considèrent comme physiquement impossible. Pour résoudre cette incohérence, les auteurs proposent d'introduire une constante dans l'expression polynomiale reliant la charge à la profondeur d'empreinte. Cette constante vise à représenter l'écrouissage superficiel du matériau. Cette modification s'appuie sur une observation fondamentale de Gong et al. [82], un échantillon ayant subi un usinage suivi d'un polissage ne peut être considéré comme totalement exempt de contraintes, mais doit plutôt être assimilé à un ressort comprimé. Cette considération les conduit à proposer une version modifiée du modèle PSR, désignée comme MPSR, dont l'expression est la suivante :

$$P = A_0 + A_1 h + A_2 h^2 \quad (\text{I.13})$$

Dans cette équation, le terme  $A_0$  représente un nouveau paramètre qui caractérise l'état mécanique initial de la surface, il quantifie l'écrouissage du matériau et plus spécifiquement la tension superficielle résiduelle induite par les opérations de préparation de l'échantillon. Les paramètres  $A_1$  et  $A_2$  conservent quant à eux les mêmes significations physiques que celles définies dans l'équation originale du modèle PSR (I.11).

La détermination des coefficients  $A_I$  s'effectue par une analyse de régression polynomiale appliquée à la courbe charge-profondeur. Cette approche est illustrée dans les travaux de Sahin [42], qui présente une étude détaillée sur le cristal d'étain, comme le montre la figure I.20.



**Fig.I.20.** Modèle MPSR appliqué à l'étude de l'effet de taille obtenu sur un cristal d'étain [42].

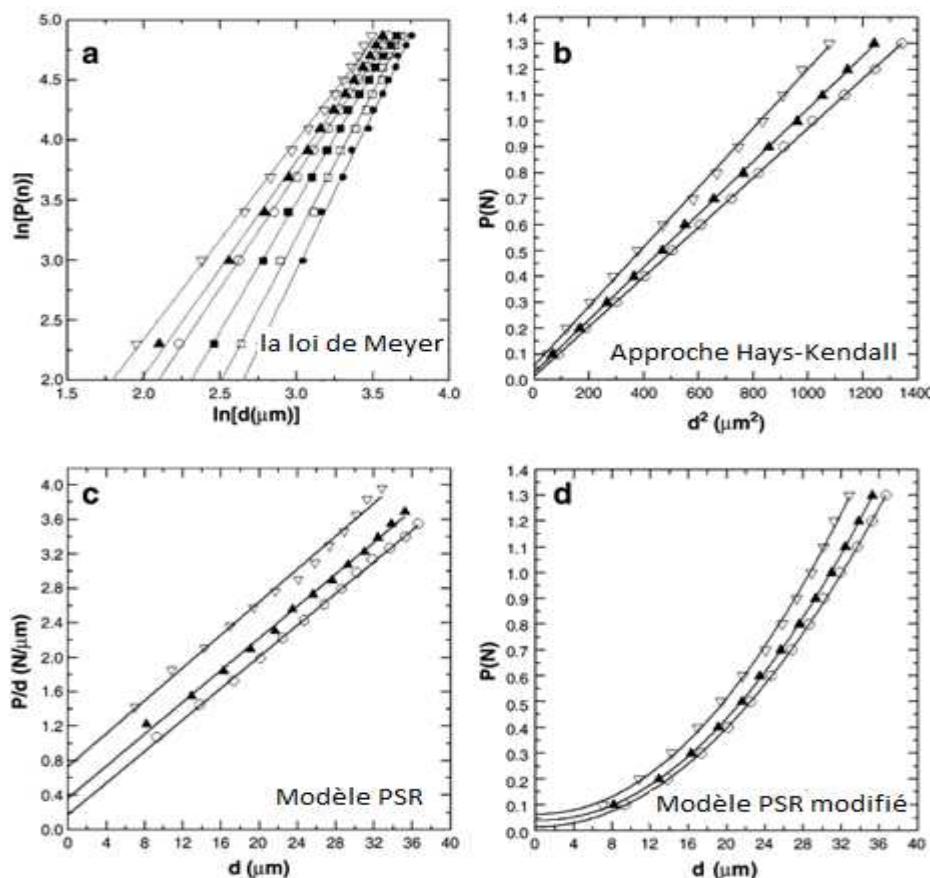
Par analogie avec le modèle PSR, le modèle MPSR permet également d'exprimer le nombre de dureté comme une fonction de la profondeur d'indentation. Cette relation prend la forme d'un polynôme du second degré en  $(1/h)$ , dont l'expression est la suivante :

$$H = \frac{A_2}{\Delta} + \left( \frac{A_1}{\Delta} \cdot \frac{1}{h} \right) + \left( \frac{A_0}{\Delta} \cdot \frac{1}{h^2} \right) \quad (\text{I.14})$$

Où  $A_2/\Delta$  représente également la dureté vraie.

Les travaux de Quinn et Quinn [83] démontrent la supériorité du modèle MPSR (Modified Proportional Specimen Resistance) par rapport au modèle PSR dans la caractérisation du comportement des matériaux sous indentation. Dans leur analyse, ils proposent une correspondance entre le paramètre  $A_o$  de la relation (I.13) et la charge

critique  $W$  introduite par Hays et Kendall [33]. Néanmoins, cette hypothèse d'équivalence a été contestée par les recherches ultérieures de Peng et al. [27], qui mettent en évidence un écart notable entre ces deux paramètres. Cette divergence remet en question la possibilité d'associer une interprétation physique concrète aux coefficients impliqués. Les modèles sont ainsi principalement employés dans une optique descriptive, leurs coefficients servant d'indicateurs plutôt que de grandeurs physiques fondamentales. Face à un effet de taille en indentation lors de l'analyse d'échantillons, les chercheurs privilégiennent généralement une approche comparative en appliquant l'ensemble de ces modèles, comme l'illustrent les travaux de Kavouras et al. [84] sur le GaN.



**Fig.I.21.** Résultats de microindentation Knoop analysés avec (a) la loi de Meyer, (b) l'approche de Hays et Kendall, (c) le modèle PSR et (d) le modèle PSR modifié [84].

L'examen de la figure I.21 soulève un paradoxe intéressant, l'ensemble des modèles polynomiaux présentés, pourtant parmi les plus utilisés dans la littérature, parviennent tous à décrire de manière satisfaisante l'évolution des points expérimentaux. Cette concordance multiple entre différents modèles et les données expérimentales peut sembler déconcertante pour le lecteur, car elle soulève la question de la pertinence du choix d'un modèle par rapport à un autre.

Les modèles de lissage classiques, bien qu'utiles pour décrire mathématiquement les courbes contrainte-déformation, présentent une limitation fondamentale, leurs coefficients, bien que numériquement précis, manquent souvent de signification physique directe. Cette abstraction mathématique rend difficile l'interprétation des mécanismes réels de déformation du matériau.

L'approche alternative, basée sur la théorie des dislocations de Taylor [85], offre un cadre plus fondamental. Elle s'appuie sur des phénomènes physiques observables et quantifiables au niveau microscopique. La théorie de Taylor a été révolutionnaire car elle a établi pour la première fois un lien direct entre la déformation plastique macroscopique et le comportement des dislocations à l'échelle atomique.

## I.5 Conclusion

L'effet de taille en indentation se manifeste par la variation du nombre de dureté en fonction de la charge appliquée, un phénomène qui s'amplifie à mesure que l'échelle de mesure diminue. Les premières observations de cet effet remontent à la fin du 19<sup>ème</sup> et au début du 20<sup>ème</sup> siècle, avec les travaux pionniers de Kick (1885) et Meyer (1908). Cependant, il a fallu attendre près de 70 ans pour que des études plus approfondies soient menées sur le sujet.

Les contributions majeures à ce domaine incluent les travaux de Bückle (1973), Hays-Kendall (1973), Bull (1989), et Li et Bradt (1993). Ces chercheurs se sont attachés à décrire mathématiquement, à l'aide de modèles polynomiaux, la relation entre la charge appliquée et les paramètres géométriques caractérisant la taille de l'empreinte.

Cependant, l'interprétation physique des coefficients de ces expressions mathématiques reste souvent problématique. C'est cette difficulté qui a conduit Nix et Gao (1998) à développer une approche alternative, fondée sur la théorie des dislocations de Taylor (1935). Cette théorie offre un cadre explicatif de la déformation plastique des matériaux en s'appuyant sur le concept fondamental des dislocations.

Nix et Gao développent la théorie du gradient de plasticité, qui prend en compte les dislocations géométriquement nécessaires au maintien de la continuité de la déformation à l'échelle locale. Cette approche s'avère particulièrement pertinente car elle permet de modéliser avec précision l'évolution de la dureté en fonction de la profondeur d'empreinte. Toutefois, bien que le modèle démontre son efficacité en microindentation, il perd sa cohérence lorsqu'il est appliqué au domaine de la nanoindentation.

## Références du chapitre I :

- [1] W.C. Oliver, G.M. Pharr, An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation measurements, *Journal of Materials Research* 7(6) (1992) 1564–1583.
- [2] C.B. Ponton, R.D. Rawlings, Vickers indentation fracture toughness test, part 1: review of literature and formulation of standardized indentation toughness equation, *Materials Science and Technology* 5 (1989) 865–872.
- [3] C.B. Ponton, R.D. Rawlings, Vickers indentation fracture toughness test, part 2: application and critical evaluation of standardized indentation toughness equation, *Materials Science and Technology* 5 (1989) 961–976.
- [4] M. Laugier, The development of the scratch test technique for the determination of the adhesion of coatings, *Thin Solid Films* 76(3) (1981) 289–294.
- [5] D. Chicot, P. Démaréaux, J. Lesage, Apparent interface toughness of substrate and coating couples from indentation tests, *Thin Solid Films* 283 (1996) 151–157.
- [6] P. Araujo, D. Chicot, M.H. Staia, J. Lesage, Residual stresses and adhesion of thermal spray coatings, *Surface Engineering* 21(1) (2005) 35–40.
- [7] SubsTech, Schéma de la dureté Brinell, Substances Technologies — Materials Engineering. Available at: [http://www.substech.com/full\\_index\\_of\\_articles\\_on\\_metals](http://www.substech.com/full_index_of_articles_on_metals)

- [8] Struers, Schéma de la dureté Brinell. Available at: <http://www.struers.com/resources/elements/7/250353l.jpg>
- [9] Schéma de la dureté Rockwell. Available at: [http://upload.wikimedia.org/wikipedia/commons/b/b2/Durete\\_rockwell.png](http://upload.wikimedia.org/wikipedia/commons/b/b2/Durete_rockwell.png)
- [10] Instron, Dureté Vickers. Available at: [http://www.instrons.us/wa/applications/test\\_types/harness/vickers](http://www.instrons.us/wa/applications/test_types/harness/vickers)
- [11] APISC, Dureté Vickers. Available at: [http://www.apisc.com/pic/knoop\\_vickers.jpg](http://www.apisc.com/pic/knoop_vickers.jpg)
- [12] O. Uzun, T. Karaaslan, M. Gogebakan, M. Keskin, Hardness and microstructural characteristics of rapidly solidified Al-8-16 wt.% Si alloys, *Journal of Alloys and Compounds* 376 (2004) 149–157.
- [13] J. Gong, H. Miao, Z. Zhao, Z. Guan, Load-dependence of the measured hardness of Ti(C,N)-based cermets, *Materials Science and Engineering A* 303 (2001) 179–186.
- [14] K. Sangwall, B. Surowska, P. Blaziak, Relationship between indentation size effect and material properties in the microhardness measurement of some cobalt-based alloys, *Materials Chemistry and Physics* 80 (2003) 428–437.
- [15] O. Sahin, O. Uzun, U. Kölemen, B. Duzgun, N. Ucar, Indentation size effect and microhardness study of  $\beta$ -Sn single crystals, *Chemical Physics Letters* 22 (2005) 3137–3140.

- [16] R.S. Lima, S.E. Kruger, B.R. Marple, Towards engineering isotropic behaviour of mechanical properties in thermally sprayed ceramic coatings, *Surface and Coatings Technology* 202(15) (2008) 3643–3652.
- [17] Indian Institute of Technology Kanpur, Dureté Knoop. Available at:  
<http://home.iitk.ac.in/~kamalkk/image15.gif>
- [18] Struers, Dureté Knoop. Available at:  
<http://www.struers.com/resources/elements/7/2503521.jpg>
- [19] D. Chicot, D. Mercier, F. Roudet, K. Silva, M.H. Staia, J. Lesage, Comparison of instrumented Knoop and Vickers hardness measurements on various soft materials and hard ceramics, *Journal of the European Ceramic Society* 27(4) (2007) 1905–1911.
- [20] C. Ullner, A. Germak, H. Le Doussal, R. Morrell, T. Reich, X. Vandermeulen, Hardness testing on advanced technical ceramics, *Journal of the European Ceramic Society* 21(4) (2001) 439–451.
- [21] C. Ullner, J. Beckmann, R. Morrell, Instrumented indentation test for advanced technical ceramics, *Journal of the European Ceramic Society* 22(8) (2002) 1183–1189.
- [22] J. Gong, J. Wang, Z. Guan, A comparison between Knoop and Vickers hardness of silicon nitride ceramics, *Materials Letters* 56(6) (2002) 941–944.
- [23] H. Bückle, In: J.H. Westbrook, H. Conrad (Eds.), *Science*

- of Hardness Testing and Its Research Applications, ASM Publications, Metals Park (1973) p. 453.
- [24] Y.T. Cheng, C.M. Cheng, Scaling, dimensional analysis, and indentation measurements, Materials Science and Engineering R 44(4-5) (2004) 91-149.
- [25] O. Uzun, U. Kölemen, S. Çelebi, N. Güçlü, Modulus and hardness evaluation of polycrystalline superconductors by dynamic microindentation technique, Journal of the European Ceramic Society 25(6) (2005) 969-977.
- [26] U. Kölemen, S. Çelebi, Y. Yoshino, A. Öztürk, Mechanical properties of YBCO and YBCO + ZnO polycrystalline superconductors using Vickers hardness test at cryogenic temperatures, Physica C 406 (2004) 20-26.
- [27] Z. Peng, J. Gong, H. Miao, On the description of indentation size effect in hardness testing for ceramics: analysis of the nanoindentation data, Journal of the European Ceramic Society 24 (2004) 2193-2201.
- [28] A.A. Elmustafa, D.S. Stone, Nanoindentation and the indentation size effect: kinetics of deformation and strain gradient plasticity, Journal of the Mechanics and Physics of Solids 51(2) (2003) 357-381.
- [29] D. Newey, M.A. Wilkins, H.M. Pollock, An ultra-low load penetration hardness tester, Journal of Physics E: Scientific Instruments 15 (1982) 119-122.
- [30] J.B. Pethica, R. Hutchings, W.C. Oliver, Hardness measurement at penetration depths as small as 20 nm, Philosophical Magazine A 48(4) (1983) 593-606.

- [31] J. Loubet, J. Georges, G. Meille, Vickers indentation curves of elastoplastic materials, in: P.J. Blau, B.R. Lawn (Eds.), *Microindentation Techniques in Materials Science and Engineering*, ASTM STP 889, American Society for Testing and Materials, Philadelphia, PA (1986) 72–89.
- [32] M.F. Doerner, W.D. Nix, A method for interpreting the data from depth-sensing indentation instruments, *Journal of Materials Research* 1(4) (1986) 601–609.
- [33] C. Hays, E.G. Kendall, An analysis of Knoop microhardness, *Metallography* 6 (1973) 275–282.
- [34] J. Gong, H. Miao, Z. Peng, Analysis of the nanoindentation data measured with a Berkovich indenter for brittle materials: effect of the residual contact stress, *Acta Materialia* 52(3) (2004) 785–793.
- [35] G. Kermouche, E. Barthel, D. Vandembroucq, Ph. Dubujet, Mechanical modelling of indentation-induced densification in amorphous silica, *Acta Materialia* 56(13) (2008) 3222–3228.
- [36] J. Chen, S.J. Bull, The investigation of creep of electroplated Sn and Ni–Sn coating on copper at room temperature by nanoindentation, *Surface and Coatings Technology* 203(12) (2009) 1609–1617.
- [37] X. Li, B. Bhushan, A review of nanoindentation continuous stiffness measurement technique and its applications, *Materials Characterization* 48 (2002) 11–36.
- [38] T. Saraswati, T. Sritharan, S. Mhaisalkar, C.D. Breach, F. Wulff, Cyclic loading as an extended nanoindentation technique, *Materials Science and Engineering A* 423(1-2) (2006) 14–18.

- [39] A.C. Fischer-Cripps, Critical review of analysis and interpretation of nanoindentation test data, *Surface and Coatings Technology* 200 (2006) 4153–4165.
- [40] M. Troyon, L. Huang, Correction factor for contact area in nanoindentation measurements, *Journal of Materials Research* 20 (2005) 610–617.
- [41] A. Krell, S. Schädlich, Nanoindentation hardness of submicrometer alumina ceramics, *Materials Science and Engineering A* 307 (2001) 172–181.
- [42] O. Sahin, O. Uzun, U. Kölemen, N. Uçar, Analysis of ISE in dynamic hardness measurements of  $\beta$ -Sn single crystals using a depth-sensing indentation technique, *Materials Characterization* 59 (2008) 729–736.
- [43] M.R. VanLandingham, Review of instrumented indentation, *Journal of Research of the National Institute of Standards and Technology* 108 (2003) 249–265.
- [44] D.J. Shuman, A.L.M. Costa, M.S. Andrade, Calculating the elastic modulus from nanoindentation and microindentation reload curves, *Materials Characterization* 58(4) (2007) 380–389.
- [45] J.M. Antunes, L.F. Menezes, J.V. Fernandes, Influence of Vickers tip imperfection on depth sensing indentation tests, *International Journal of Solids and Structures* 44(9) (2007) 2732–2747.
- [46] D. Chicot, F. Roudet, V. Lepingle, G. Louis, Strain gradient plasticity to study hardness behavior of magnetite ( $Fe_3O_4$ ) under multicyclic indentation, *Journal of Materials Research* 24(3) (2009) 749–759.

- [47] I.N. Sneddon, The relationship between load and penetration in the axisymmetric Boussinesq problem for a punch of arbitrary profile, *International Journal of Engineering Science* 3 (1965) 47–57.
- [48] G.M. Pharr, A. Bolshakov, Understanding nanoindentation unloading curves, *Journal of Materials Research* 17(10) (2002) 2660–2671.
- [49] H. Hertz, On the contact of elastic solids, *Miscellaneous Papers*, Macmillan, London, Chapter 5 (1896) 146–183.
- [50] S.I. Bulychev, V.P. Alekhin, M.Kh. Shorshorov, A.P. Ternovskii, G.D. Shnyrev, Determining Young's modulus from the indenter penetration diagram, *Zavodskaya Laboratoriya* 39 (1973) 1137–1142.
- [51] K. Herrmann, N.M. Jennett, W. Wegener, J. Meneve, K. Hasche, R. Seemann, Progress in determination of the area function of indenters used for nanoindentation, *Thin Solid Films* 377–378 (2000) 394–400.
- [52] D. Chicot, D. Mercier, Improvement in depth-sensing indentation to calculate the universal hardness on the entire loading curve, *Mechanics of Materials* 40(4–5) (2008) 171–182.
- [53] R.B. King, Elastic analysis of some punch problems for layered medium, *International Journal of Solids and Structures* 23(12) (1987) 1657–1664.
- [54] M. Dao, N. Chollacoop, K.J. Van Vliet, T.A. Venkatesh, S. Suresh, Computational modeling of the forward and reverse problems in instrumented sharp indentation, *Acta Materialia* 49(19) (2001) 3899–3918.

- [55] J.M. Antunes, L.F. Menezes, J.V. Fernandes, Three-dimensional numerical simulation of Vickers indentation tests, *International Journal of Solids and Structures* 43 (2006) 784–806.
- [56] J.C. Hay, A. Bolshakov, G.M. Pharr, A critical examination of the fundamental relations used in the analysis of nanoindentation data, *Journal of Materials Research* 14(6) (1999) 2296–2305.
- [57] R.G. Veprek, D.M. Parks, A.S. Argon, S. Veprek, Non-linear finite element constitutive modeling of mechanical properties of hard and superhard materials studied by indentation, *Materials Science and Engineering A* 422 (2006) 205–217.
- [58] M. Troyon, L. Huang, Comparison of different analysis methods in nanoindentation and influence on the correction factor for contact area, *Surface and Coatings Technology* 201(3–4) (2006) 1613–1619.
- [59] J.L. Meneve, J.F. Smith, N.M. Jennett, S.R.J. Saunders, Surface mechanical property testing by depth sensing indentation, *Applied Surface Science* 100–101 (1996) 64–68.
- [60] J. Woigard, J.-C. Dargent, C. Tromas, V. Audurier, A new technology for nanohardness measurements: principle and applications, *Surface and Coatings Technology* 100–101 (1998) 103–109.
- [61] R. Hill, *The Mathematical Theory of Plasticity*, Clarendon Press, Oxford (1950).
- [62] D. Tabor, *The Hardness of Metals*, Oxford University Press, Oxford (1951).

- [63] N. Gane, J.M. Cox, The micro-hardness of metals at very low loads, *Philosophical Magazine* 22 (1970) 881.
- [64] P.J. Blau, A comparison of four microindentation hardness test methods using copper, 52100 steel, and an amorphous Pd–Cu–Si alloy, *Metallurgia* 16 (1983) 1–18.
- [65] D.B. Marshall, B.R. Lawn, in: P.J. Blau, B.R. Lawn (Eds.), *Microindentation Techniques in Materials Science and Engineering*, ASTM, Philadelphia, PA (1986) 26.
- [66] S.J. Bull, T.F. Page, E.H. Yoffe, An explanation of the indentation size effect in ceramics, *Philosophical Magazine Letters* 59 (1989) 281–288.
- [67] G.P. Upit, S.A. Varchenya, Microhardness of alkali halide crystals, *Physica Status Solidi* 17 (1966) 831–835.
- [68] G.P. Upit, S.A. Varchenya, in: J.H. Westbrook, H. Conrad (Eds.), *The Science of Hardness Testing and its Research Applications*, ASM, Metals Park, OH (1973) 135.
- [69] Q. Ma, D.R. Clarke, Size dependent hardness of silver single crystals, *Journal of Materials Research* 10(4) (1995) 853–863.
- [70] H. Li, R.C. Bradt, The microhardness indentation load/size effect in rutile and cassiterite single crystals, *Journal of Materials Science* 28 (1993) 917–926.
- [71] H. Li, Y.H. Han, R.C. Bradt, Knoop microhardness of single crystal sulphur, *Journal of Materials Science* 29 (1994) 5641–5645.

- [72] U. Kölemen, Analysis of ISE in microhardness measurements of bulk MgB<sub>2</sub> superconductors using different models, *Journal of Alloys and Compounds* 425 (2006) 429–435.
- [73] B.D. Michels, G.H. Frischat, Microhardness of chalcogenide glasses of the system Se-Ge-As, *Journal of Materials Science* 17 (1982) 329.
- [74] A.K. Mokhopadhyay, S.K. Datta, D. Chakraborty, On the microhardness of silicon nitride and sialon ceramics, *Journal of the European Ceramic Society* 6 (1990) 303–311.
- [75] M. Atkinson, Calculation of characteristic macro-hardness from low-load indentation tests, *Materials Science and Engineering A* 197 (1995) 165.
- [76] D. Geetha, D. Arivuoli, G. Mangamma, AFM studies of microindented GaN and InGaN, *Materials Letters* 63(5) (2009) 515–518.
- [77] O. Sahin, O. Uzun, U. Kölemen, N. Ucar, Dynamic hardness and reduced modulus determination on the (001) face of β-Sn single crystals by a depth sensing indentation technique, *Journal of Physics: Condensed Matter* 19(30) (2007) 306001.
- [78] A.C. Fischer-Cripps, *Nanoindentation*, Springer, New York (2004).
- [79] S. Karan, S.P. Sen Gupta, Vickers microhardness studies on solution-grown single crystals of magnesium sulphate hepta-hydrate, *Materials Science and Engineering A* 398(1-2) (2005) 198–203.

- [80] G.P. Upit, S.A. Varchenya, in: J.H. Westbrook, H. Conrad (Eds.), *The Science of Hardness Testing and its Research Applications*, ASM, Metals Park, OH (1974) 135.
- [81] J. Gong, On the energy balance model for conventional Vickers microhardness testing of brittle ceramics, *Journal of Materials Science Letters* 19 (2000) 515–517.
- [82] J. Gong, J. Wu, Z. Guan, Examination of the indentation size effect in low-load Vickers hardness testing of ceramics, *Journal of the European Ceramic Society* 19(15) (1999) 2625–2631.
- [83] J.B. Quinn, G.D. Quinn, Indentation brittleness of ceramics: a fresh approach, *Journal of Materials Science* 32 (1997) 4331–4346.

# **Chapitre II**

## **Analyse des réponses mécaniques en indentation**

## **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 réponses mécaniques**

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.

*Chapitre II*  
*Analyse des réponses mécaniques en indentation*

---

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. La dureté se distingue des autres caractéristiques mécaniques car elle ne constitue pas une propriété fondamentale du matériau. Elle représente en réalité une combinaison complexe de plusieurs propriétés mécaniques intrinsèques, incluant la déformation élastique, la limite d'élasticité, l'écrouissage et la ductilité. Cette nature composite en fait un paramètre particulièrement riche en information mais également plus complexe à interpréter. 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

*Chapitre II*  
*Analyse des réponses mécaniques en indentation*

---

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.Réponse 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, 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 réponse mécanique**

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 élastoplastiques. Enfin, après avoir analysé les courbes charge-déplacement d'indentations obtenues sur une grande variété de matériaux, Hainsworth et al. [6] ont proposé d'exprimer le facteur K en

*Chapitre II*  
*Analyse des réponses mécaniques en indentation*

---

fonction des propriétés élastoplastiques 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

*Chapitre II*  
*Analyse des réponses mécaniques en indentation*

---

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 (II.1) a été trouvée pour décrire le déplacement du pénétrateur, La profondeur de pénétration ( $h$ ) est analysée en relation directe avec la charge appliquée ( $P$ ) lors du processus d'indentation. Pour chaque matériau testé, le coefficient de résistance à la pénétration ( $K$ ) peut être déterminé de manière prédictive en se basant sur deux propriétés mécaniques fondamentales, le module d'Young (E), qui caractérise l'élasticité du matériau, et la dureté (H), qui reflète sa résistance à la déformation permanente.

Cette méthode offre un avantage pratique significatif, la connaissance d'un seul des paramètres, soit le module d'Young (E) soit la dureté (H), permet de calculer l'autre paramètre à partir de la courbe de chargement expérimentale. Cette approche présente une alternative particulièrement intéressante à la modélisation par éléments finis, notamment par sa simplicité de mise en œuvre. Elle s'avère particulièrement utile dans les situations où l'analyse des courbes de déchargement n'est pas réalisable, offrant ainsi une solution pratique pour la caractérisation des propriétés mécaniques des matériaux dans des conditions expérimentales contraignantes.

#### **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

*Chapitre II*  
*Analyse des réponses mécaniques en indentation*

---

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 fondu, le tungstène et l'aluminium. De manière générale, nous suivons l'approche utilisée par Loubet et al. [7] et décomposer la déformation totale en parties en plastique et en élastique. 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  $\gamma_1$  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,  $\gamma_1$  pourrait être calculé par des méthodes d'éléments finis, mais dans cet article, nous l'introduisons comme une constante empirique. Cela conduit à:

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

*Chapitre II*  
*Analyse des réponses mécaniques en indentation*

---

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

$$e = \gamma_2 \cdot \frac{P}{Ea} \quad (\text{II.5})$$

où E est le module de Young et  $\gamma_2$  est une autre constante empirique.

Substitution à partir de l'équation (II.5) pour a et en additionnant les contributions élastique et plastique pour donner la profondeur totale de l'indentation h résulte de l'équation :

$$h = \gamma_1 \sqrt{\frac{P}{H}} + \gamma_2 \cdot \frac{P}{E} \sqrt{\frac{H}{P}} \quad (\text{II.6})$$

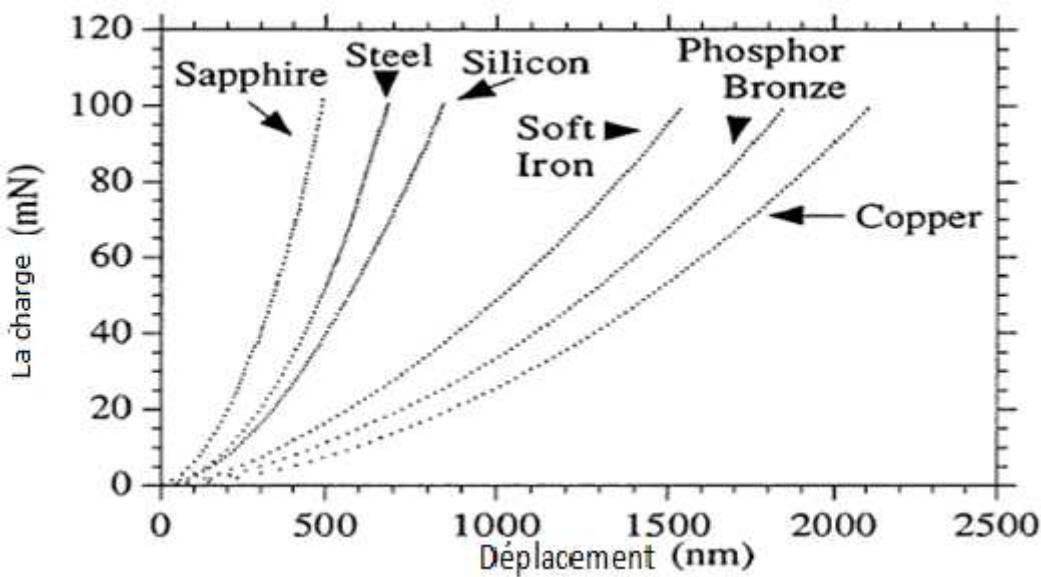
La manipulation de l'expression (II.6) donne la relation suivante:

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

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:

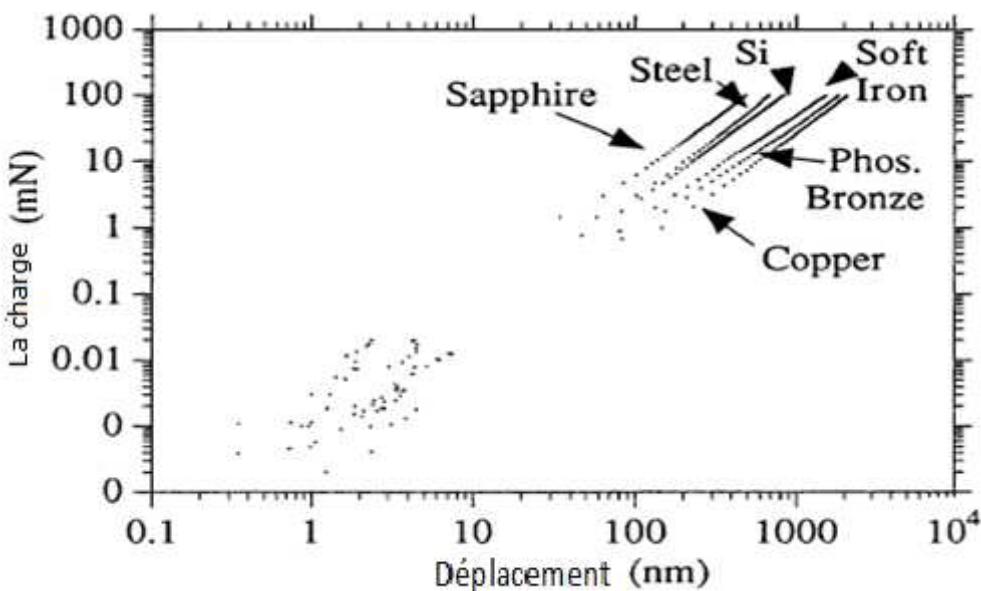
$$P = C \cdot h^n \quad (\text{II.8})$$

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



**Fig. II.1.** Une large gamme de valeurs  $h_m$  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.2).



**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 II.1. (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 [7].

Material	C	n	R
Copper <sup>i</sup>	0.00047319	1.5858	0.99831
Phosphor bronze <sup>ii</sup>	0.00019398	1.7483	0.99982
Sapphire <sup>iii</sup>	0.0033566	1.6500	0.99835
Silicon <sup>iv</sup>	0.00040093	1.8500	0.99979
Soft iron <sup>v</sup>	0.00092939	1.5734	0.99983
Steel <sup>vi</sup>	0.0017780	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 écroutées 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

*Chapitre II*  
*Analyse des réponses mécaniques en indentation*

---

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  $\gamma_1$  et  $\gamma_1$  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  $\gamma_1=0,930$ .

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.

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

Les valeurs obtenues pour les matériaux représentés sur les Fig. II.2. et dans le tableau II.1 sont indiqués dans le tableau II.2 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

*Chapitre II*  
*Analyse des réponses mécaniques en indentation*

---

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 élastoplastique" 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 prédition 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.

*Chapitre II*  
*Analyse des réponses mécaniques en indentation*

---

(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 élastoplastiques 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.

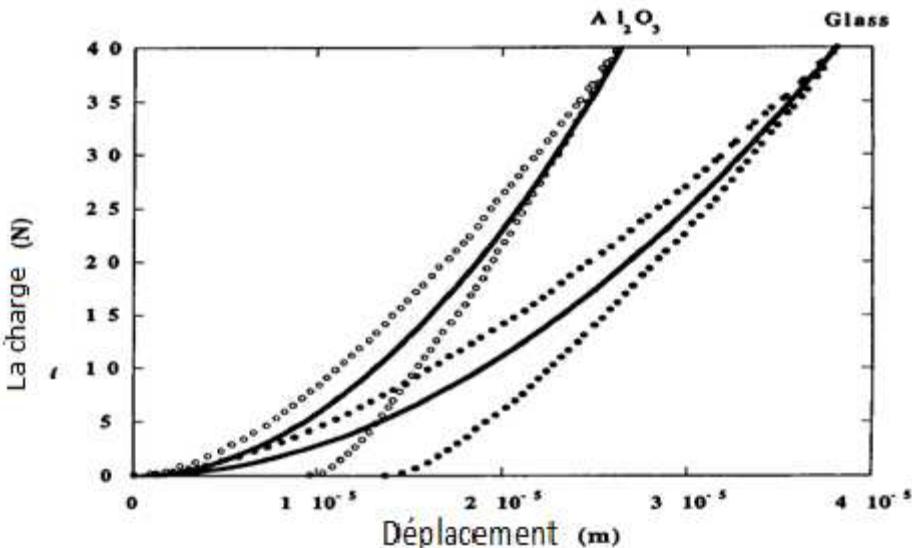
(7) En tant qu'observation générale, comparant le comportement de matériaux de dureté égale mais d'élasticité différente le module entraîne le déplacement des courbes de charge vers des plus petits déplacements maximaux à mesure que le module augmente. Dans ces cas, l'augmentation du module agit de manière 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**

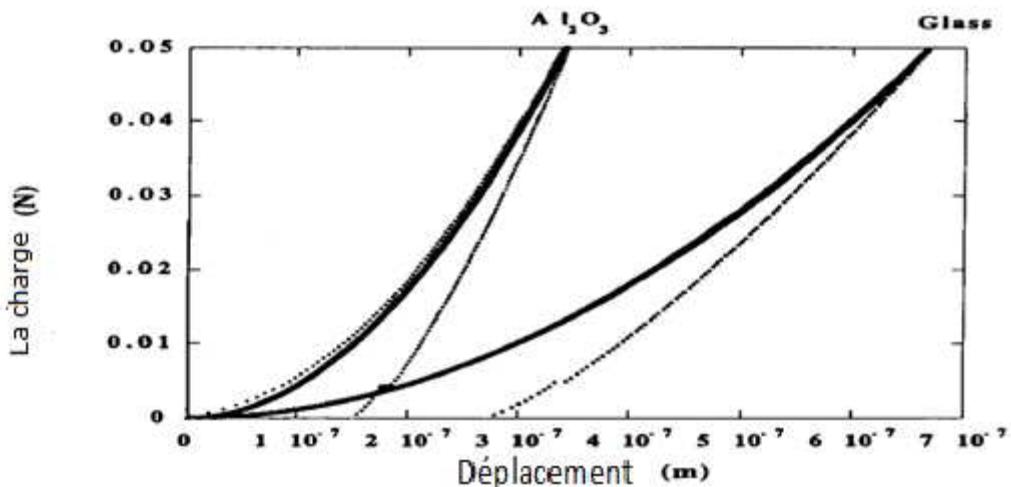
Les courbes de pénétration de la charge d'indentation à partir d'indentations nettes (indentation Vickers et nanoindentation) sur plusieurs matériaux céramiques ont été analysées [8] à l'aide de nouveaux modèles numériques tridimensionnels éléments finis basés sur des calculs

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'écrouissage, 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 (0,  $\Theta$ ) et courbes de charge calculées à partir du modèle FEM pour le verre sodocalcique et Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> [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 , Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> [8].

Ici,  $P_m$  et  $h_m$  sont la charge maximale et la profondeur de pénétration totale respectivement à la fin du chargement,  $f(v)$  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

*Chapitre II*  
*Analyse des réponses mécaniques en indentation*

---

valeur de 0,25 pour le coefficient de Poisson. Le module de Young peut alors être exprimé par (à  $h = h_m$ ) :

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

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.

**Tableau II. 2** Liste des matériaux, modules de Young, ratios d'H/E, et des informations des tests d'indentation Vickers [8].

Materials	H (GPa)	E (GPa)	H/E	$\beta$	$\sigma_y$ (GPa)	$\sigma_u/\sigma_y$	E/ $\sigma_y$	$E_u$ (GPa)	D
Soda-lime glass	5.1	70	0.073	4.53	2.45	2.0	28.6	30.0	0.57
Fine-grained Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	13.2	380	0.035	5.68	6.34	1.3	58.8	190.0	0.50
B <sub>4</sub> C	25.0	450	0.056	7.52	12.00	1.7	37.1	253.0	0.44
TiB <sub>2</sub>	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
Hot-pressed Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub>	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

*Chapitre II*  
*Analyse des réponses mécaniques en indentation*

---

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 s'est imposée comme une technique particulièrement efficace pour la caractérisation des propriétés mécaniques des matériaux fragiles. Cette méthode présente des avantages pratiques significatifs, notamment la possibilité d'utiliser des échantillons de petite taille et la simplicité de mise en œuvre du protocole expérimental. L'un des aspects les plus remarquables de cette technique réside dans les courbes de pénétration de la charge obtenues lors d'une indentation contrôlée. Ces courbes constituent une source riche d'informations, permettant d'accéder simultanément aux propriétés élastiques du matériau ainsi qu'à ses caractéristiques de compression plastique. Cette double caractérisation en fait un outil particulièrement précieux pour l'étude des matériaux.

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 échancrée 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

*Chapitre II*  
*Analyse des réponses mécaniques en indentation*

---

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**

L'étude du travail effectué pendant l'indentation s'appuie sur deux approches complémentaires, une analyse dimensionnelle et des calculs par éléments finis. Ces méthodes sont appliquées spécifiquement au cas de l'indentation conique dans des matériaux élastiques-plastiques présentant un phénomène d'écrouissage. Cette analyse approfondie permet d'examiner en détail le comportement mécanique du matériau pendant le processus d'indentation.

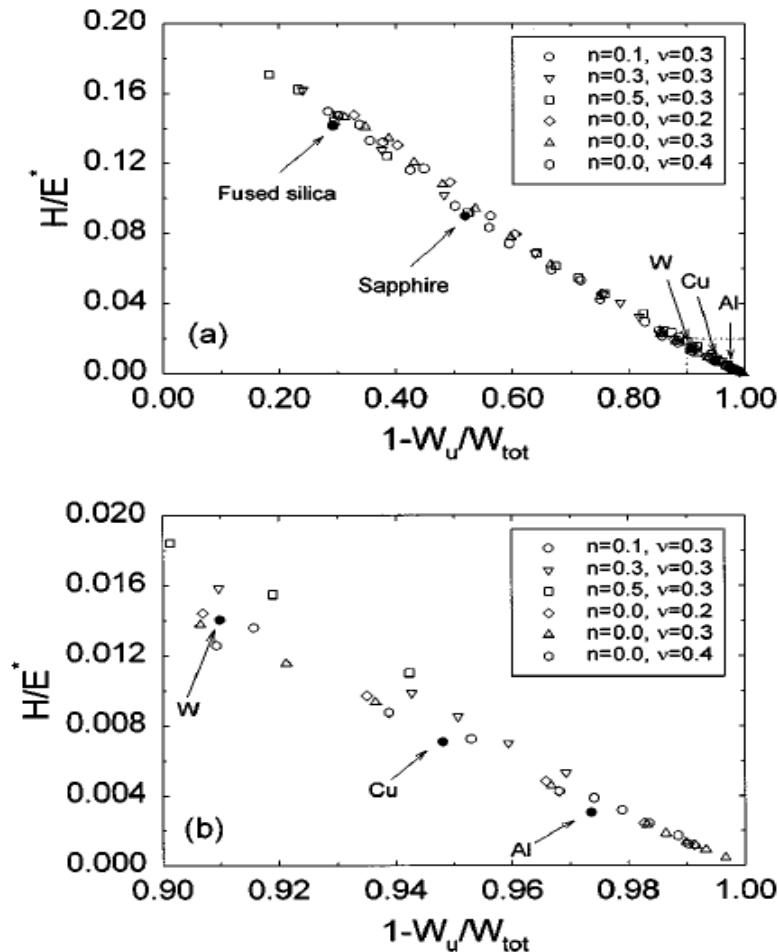
Les résultats de cette étude révèlent une relation approximative significative entre deux rapports importants : le rapport dureté/module d'élasticité d'une part, et le rapport travail irréversible/travail total d'indentation d'autre part. Cette découverte présente un intérêt pratique considérable car elle permet de déterminer directement le rapport dureté/module d'élasticité à partir d'une simple mesure du

*Chapitre II*  
*Analyse des réponses mécaniques en indentation*

---

travail d'indentation, simplifiant ainsi la caractérisation mécanique des matériaux. 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. 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:

$$\frac{H}{E^*} \approx II_0 \left( \frac{W_{tot} - W_u}{W_{tot}} \right) \quad (\text{II.11})$$



**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 [9].

(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 (II.11) a d'abord été dérivée pour l'indentation en solides élastiques [21,23] De plus, nous avons montré analytiquement que Eq. (II.11) valable même pour les matériaux avec écrouissage et contrainte initiale.). Utilisation de l'éq. (II.11) et la définition de la dureté à pleine charge, on obtient:

$$H = \frac{\pi}{4} II_\theta^2 \left( \frac{W_{\text{tot}} - W_u}{W_{\text{tot}}} \right) \frac{\left( \frac{dF}{dh} \right)^2}{F}$$

$$E^* = \frac{\pi}{4} II_\theta \left( \frac{W_{\text{tot}} - W_u}{W_{\text{tot}}} \right) \frac{\left( \frac{dF}{dh} \right)^2}{F} \quad (\text{II.12})$$

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].

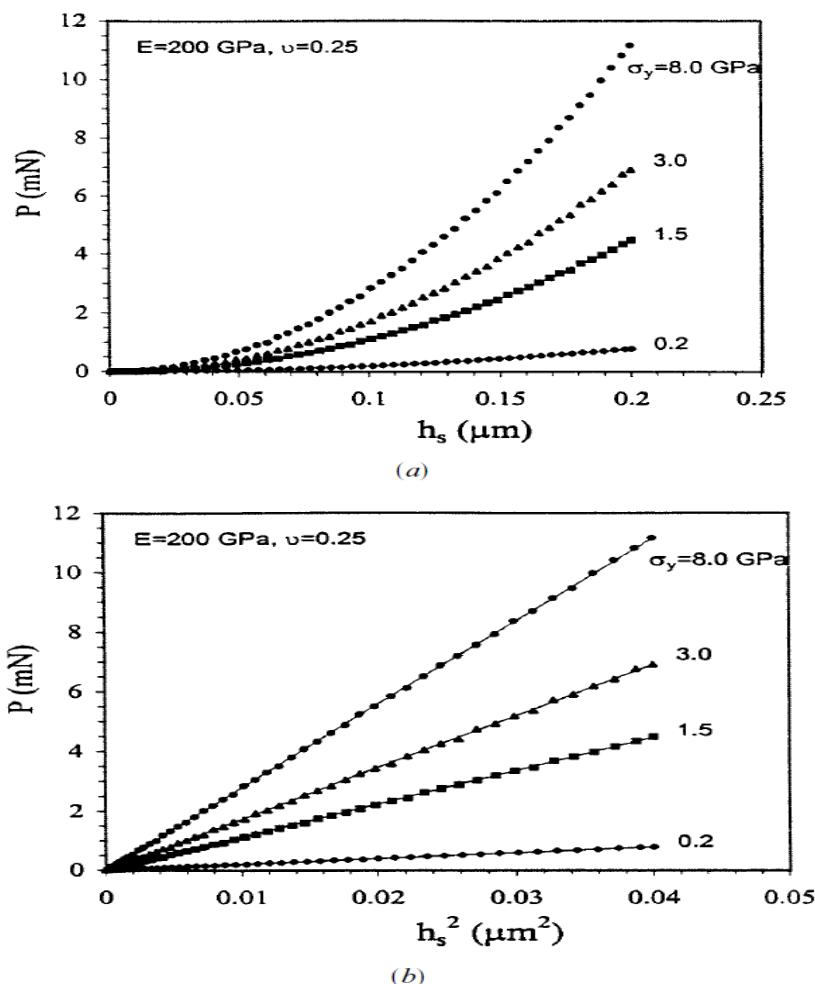
#### **II.4.4. Les travaux de y. Sun, y. Zheng, t. Bell et j. Smith [5] en 1999**

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

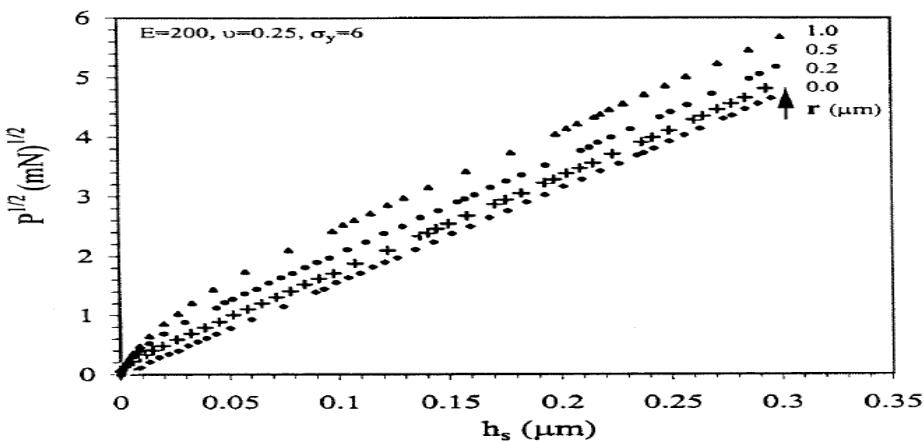
*Chapitre II*  
*Analyse des réponses mécaniques en indentation*

---

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 fondu 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 FE pour des matériaux élastiques parfaitement plastiques avec différentes limites d'élasticité  $\sigma_y$ ; (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  $F_E$  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  $F_E$  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.

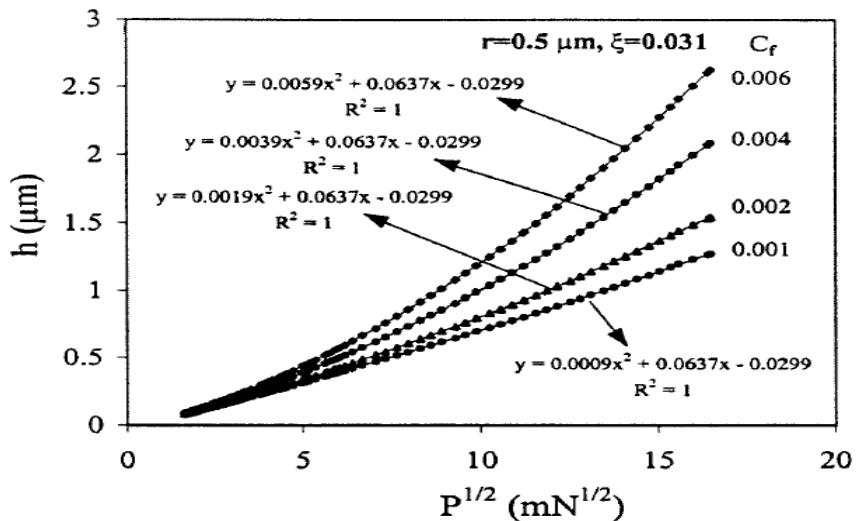
$$h = C_f P + K^{-\frac{1}{2}} P^{\frac{1}{2}} \quad (\text{II.13})$$

Les résultats prometteurs de l'analyse ci-dessus des courbes de chargement générées par les calculs  $F_E$  ont conduit à la proposition d'une technique expérimentale pour l'étalonnage de la conformité du

*Chapitre II*  
*Analyse des réponses mécaniques en indentation*

---

cadre de charge et du rayon de la pointe du pénétrateur à l'aide de la courbe de chargement.



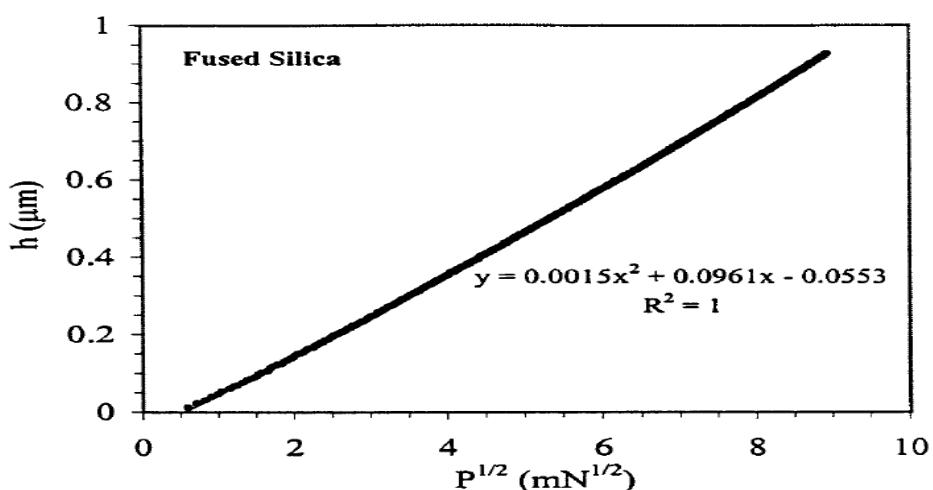
**Fig. II.7.** Tracés de  $h$  en fonction de  $P^{1/2}$  [5]

Pour les courbes de chargement générées par le calcul de  $F_E$  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 nanoindentation 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

*Chapitre II*  
*Analyse des réponses mécaniques en indentation*

---

valeurs  $C_r$  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 fondu. Des expériences de nanoindentation sur silice fondu 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.8.** Tracés de  $h$  contre  $P^{1/2}$ .

Tracés pour les données de chargement mesurées expérimentalement pour la silice fondu [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 (II.13)). 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

*Chapitre II*  
*Analyse des réponses mécaniques en indentation*

---

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. Hypothèses implicites**

Diverses hypothèses implicites [11] ont été formulées dans la dérivation de l'équation (II.13). 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'écrouissage, 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 peuvent aider à déterminer si des effets secondaires se produisent.

#### **II.4.5.2. Formulation d'expression analytique**

Une expression analytique est dérivée 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'écrouissage sur la relation  $P-h^2$  dans l'indentation. L'équation (II.14) fournit une expression analytique qui peut être utilisée 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

*Chapitre II*  
*Analyse des réponses mécaniques en indentation*

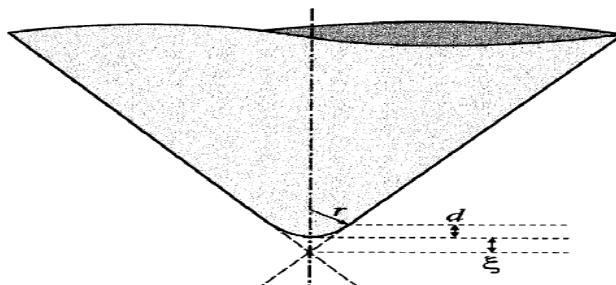
---

connu. De plus, E ou H peuvent être déterminés si l'un ou l'autre est connu.

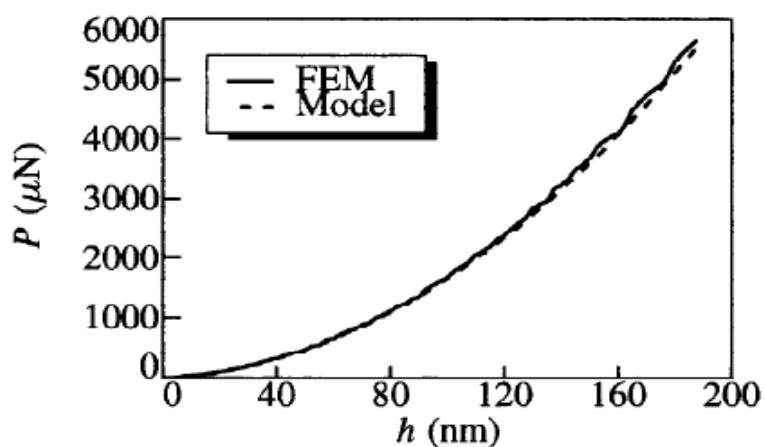
Notez que l'éq. (II.14) n'est valable que pour  $h_c > d$ . En pratique, un bon pénétrateur a un rayon de pointe d'environ 100 nm, ce qui correspond à un  $d$  inférieur à 6 nm lorsque C est en Eq. (II.15) est égal à 24,5.

$$A_c = C(h_c + \varepsilon)^2 \quad (\text{II.15})$$

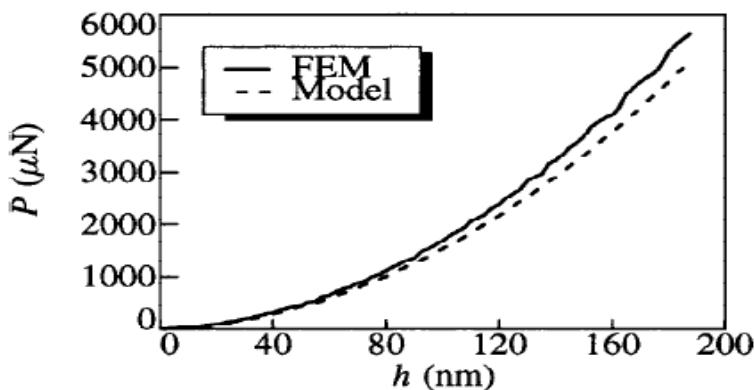
Presque toujours, les empreintes seront plus profondes en pratique, de sorte que la condition  $h_c > d$  n'est pas restrictive dans les situations pratiques.



**Fig. II.9.** Diagramme schématique montrant la géométrie d'une pointe de pénétrateur arrondie [11].



**Fig. II.10.** Comportement de déplacement de charge d'indentation calculé à partir de FEM et prédit par le modèle donné par Eq. (II.13) avec les valeurs appropriées substituées à toutes les quantités [11].



**Fig. II.11.** Le comportement de déplacement de la charge d'indentation tel que calculé à partir de FEM et celui prévu 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.

D'autres travaux ont été mis en œuvre pour exprimer les réponses mécaniques  $P-h^2$  pour un mode de déformation sous indenteur noté le pile-up ou le bourrelet pour un indenteur Vickers et sphérique respectivement [26-27]. Et cette réponse a été formulée par la suite en fonction d'un critère qui a tendance à distinguer les deux modes de déformation en sink-in ou en pile-up [28].

## II.4. Conclusion

L'indentation instrumentée, également connue sous le nom « depth sensing indentation», est utilisée pour évaluer la réponse mécanique du matériau examiné. Contrairement aux duromètres traditionnels, les systèmes d'indentation instrumentée permettent l'application d'une force sur l'indenteur en fonction de son déplacement (pénétration), de telle sorte que la force «  $P$  » et le déplacement «  $h$  » sont commandés et/ou mesurées simultanément et en continu pendant un cycle complet de

*Chapitre II*  
*Analyse des réponses mécaniques en indentation*

---

chargement et de décharge. Il existe deux types d'indentations instrumentées, la méthode statique et la méthode dynamique. La méthode statique comporte un cycle de charge/décharge ce qui correspond aux déformations élastique et plastique, qui sont superposées pendant le chargement. La réponse élastique disparaît pendant le déchargement. La méthode de mesure dynamique permet de déterminer plusieurs propriétés mécaniques essentielles des matériaux. Elle donne accès à des paramètres fondamentaux tels que la raideur de contact, l'aire de contact, la dureté ainsi que le module élastique. Ces caractéristiques sont cruciales pour comprendre le comportement mécanique des matériaux sous contrainte.

Le principe fondamental de cette méthode repose sur la combinaison simultanée de deux types de sollicitations : un chargement statique et un mouvement oscillant à fréquence fixe de faible amplitude. L'un des avantages majeurs de cette approche dynamique est qu'elle permet de s'affranchir du phénomène de fluage, offrant ainsi une mesure plus précise des modules élastiques des matériaux testés.

## Référence du chapitres II

- [1] C.J. McHargue, Surface mechanical properties using nanoindentation, in: B. Bhushan (Ed.), *Micro/Nanotribology and its applications*, NATO ASI Series, vol. 330, Springer, Dordrecht (1997) 509–528.
- [2] T.F. Page, S.V. Hainsworth, Using nanoindentation techniques for the characterization of coated systems: a critique, *Surface and Coatings Technology* 61(1–3) (1993 Dec 3) 201–208.
- [3] D. Tabor, *The Hardness of Metals*, Clarendon Press, Oxford (1951).
- [4] L.E. Samuels, Microindentations in metals, in: P.J. Blau, B.R. Lawn (Eds.), *Microindentation Techniques in Materials Science and Engineering*, American Society for Testing and Materials, Philadelphia, PA (1986) 5–25.
- [5] R.F. Bishop, R. Hill, N.F. Mott, The theory of indentation and hardness tests, *Proceedings of the Physical Society* 57(3) (1945) 147.
- [6] S.V. Hainsworth, H.W. Chandler, T.F. Page, Analysis of nanoindentation load-displacement loading curves, *Journal of Materials Research* 11(8) (1996).
- [7] J.-L. Loubet, J.-M. Georges, G. Meille, in: P.J. Blau, B.R. Lawn (Eds.), *Microindentation Techniques in Materials Science and Engineering*, American Society for Testing and Materials, Philadelphia (1986) 72–89.

[8] K. Zeng, D. Rowcliffe, Analysis of penetration curves produced by sharp indentations on ceramic materials, *Philosophical Magazine A* 74(5) (1996) 1107–1116. doi:10.1080/01418619608239711.

[9] Y.-T. Cheng, C.-M. Cheng, Relationships between hardness, elastic modulus, and the work of indentation, *Applied Physics Letters* 73(5) (1998) 614–616.

[10] Y. Sun, Y. Zheng, T. Bell, J. Smith, Indenter tip radius and load frame compliance calibration using nanoindentation loading curves, *Philosophical Magazine Letters* 79(9) (1999) 649–658.

[11] J. Malzbender, G. de With, J. den Toonder, The  $P-h^2$  relationship in indentation, *Journal of Materials Research* 15(5) (2000) 1453–1458.

[12] T.F. Page, S.V. Hainsworth, Using nanoindentation techniques for the characterization of coated systems: a critique, *Surface and Coatings Technology* 68–69 (1994) 571–575.

[13] M.R. McGurk, H.W. Chandler, P.C. Twigg, T.F. Page, Using nanoindentation techniques for the characterization of coated systems: a critique, *Surface and Coatings Technology* 68–69 (1994) 576–581.

[14] M.F. Doerner, W.D. Nix, A method for interpreting the data from depth-sensing indentation instruments, *Journal of Materials Research* 1 (1986) 601–609.

[15] W.C. Oliver, G.M. Pharr, An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments, *Journal of Materials Research* 7 (1992) 1564–1583.

[16] G.M. Pharr, T.Y. Tsui, A. Bolshakov, W.C. Oliver, in: P. Børgesen, J.C. Coburn, J.E. Sanchez Jr., K.P. Rodbell, W.F. Filter (Eds.), *Materials Reliability in Microelectronics IV*, Mater. Res. Soc. Symp. Proc. 338, Materials Research Society, Pittsburgh, PA (1994) 127–134.

[17] M.V. Swain, J. Menčík, *Thin Solid Films* 253 (1994) 204–211.

[18] S.V. Hainsworth, A.J. Whitehead, T.F. Page, Plastic deformation of ceramics, in: R.C. Bradt, C.A. Brookes, J.L. Routbort (Eds.), *Proceedings of the International Conference, Snowbird, Utah, 7–12 August 1994*, Plenum Publishing Corporation, New York (1995) 173–184.

[19] T.F. Page, W.C. Oliver, C.J. McHargue, A study of the effects of different indentation test methods on measured mechanical properties, *Journal of Materials Research* 7 (1992) 450–472.

[20] S.V. Hainsworth, T.F. Page, A study of the mechanical properties of coated systems using nanoindentation, *Journal of Materials Science* 29 (1994) 5529–5540.

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

[22] G.M. Pharr, W.C. Oliver, F.R. Brotzen, Measurement of thin film mechanical properties using nanoindentation, *Journal of Materials Research* 7 (1992) 613.

[23] A. Bolshakov, G.M. Pharr, Measurement of hardness and elastic modulus by instrumented indentation: advances in understanding and refinements to methodology, *Journal of Materials Research* 13 (1998) 1049.

[24] A.J. Whitehead, T.F. Page, *Thin Solid Films* 220 (1992) 277.

[25] C.W. Shih, M. Yang, J.C.M. Li, *Journal of Materials Research* 6 (1991) 2623.

[26] S. Habibi, D. Chicot, A. Mejias, B. Boutabout, E. Zareb, D. Semsoum, S. Benaissa, A. Mezough, H. Merzouk, The P-h<sub>2</sub> relationship on load-displacement curve considering pile-up deformation mode in instrumented indentation, *Journal of Materials Research* 36 (2021) 3074–3085.

[27] S. Habibi, F. Redouane, K. Batool, S. Batool, S.S.P. Mohamed Isa, A. Abd-Elmonem, N. Alhubieshi, The methodology refinement through the predominant case of the pile-up to estimate the mechanical response by spherical indentation, *Scientific Reports* 14 (2024) 29149.

[28] S. Habibi, The P-h<sub>2</sub> relationship as a function of (hf/hm) in indentation, *Fracture and Structural Integrity* 16(62) (2022) 613–623.

**CHAPITRE III**

**MISE EN ŒUVRE DE**

**METHODOLOGIE DE**

**CARACTERISATION PAR**

**INDENTATION**

### **III.1. Introduction**

La quatrième partie expose les deux propriétés fondamentales déterminées par nanoindentation. Nous détaillons ensuite les méthodes permettant d'obtenir la raideur de contact et l'aire de contact projetée, paramètres indispensables à la caractérisation des propriétés mécaniques. La dernière section traite de l'identification et de la correction des erreurs systématiques, étape cruciale pour garantir la fiabilité des mesures de nanoindentation.

Le chapitre III 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.

- Caractérisation du PMMA à différentes forces d'indentation maximales d'où il s'agit de caractérisation conventionnelle en mode statique par interpolation des résultats.
- Caractérisation du PMMA en intégrant le mode de mesure de raideur en continue (M.R.C) d'où il s'agit de caractérisation en mode dynamique.
- Interprétation et analyse des courbes caractéristiques issues des tests d'indentation instrumentée sur l'étude du biomatériau examiné.

- Confrontation des résultats issus des deux méthodes exploitées pour caractériser le matériau examiné à savoir mettre en exergue les éléments de réponses issus de la comparaison des résultats des deux méthodes performantes appréhendées pour l'examen nanomécanique du biomatériau par le recours à la méthode classique usuelle de nanoindentation instrumentée et celle munie d'un mode M.R.C qui demeure peu disponible même dans les laboratoires les plus prestigieuses pour des raisons de couts financiers très élevés.

### **III.2.DIFFERENTES ECHELLES D'INDENTATION**

La norme ISO 14577 définit trois domaines d'application de l'essai d'indentation, caractérisés par la profondeur de pénétration ( $h$ ) et la force appliquée ( $P$ ) sur l'indenteur. Les améliorations apportées sont :

$$\begin{cases} \text{Nano si } h \leq 0,2 \mu\text{m} \\ \text{Micro si } 2N > P, h > 0,2 \mu\text{m} \\ \text{Macro si } 2N \leq P \leq 30 \text{ kN} \end{cases}$$

La méthodologie d'analyse des données permettant d'extraire les propriétés mécaniques reste identique quelle que soit l'échelle considérée. La distinction majeure réside dans la sélection de la fonction d'aire permettant d'évaluer l'aire de contact.

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

L'essai d'indentation instrumentée s'est imposé comme une technique de caractérisation majeure en raison de sa capacité à déterminer les propriétés mécaniques des matériaux à partir de l'analyse des courbes force-déplacement sur des volumes réduits de matière [1, 2]. Cette

méthode permet d'accéder principalement au module de Young et à la dureté, mais également à d'autres caractéristiques mécaniques telles que le coefficient d'écrouissage, la limite d'élasticité [3, 4] et la ténacité à la rupture [5, 6], déduites de l'exploitation des courbes force-déplacement. Cette technique offre la possibilité de caractériser les propriétés mécaniques des matériaux à différentes échelles d'investigation. Pour un matériau homogène, les essais de nano, micro ou macro indentation fournissent des résultats équivalents. En revanche, dans le cas des matériaux hétérogènes, la réponse mécanique est conditionnée par le volume de matière plastifiée sous l'indenteur [7].

### **III.3.1.ANALYSE DE COURBE CARACTERISTIQUE PAR INDENTATION**

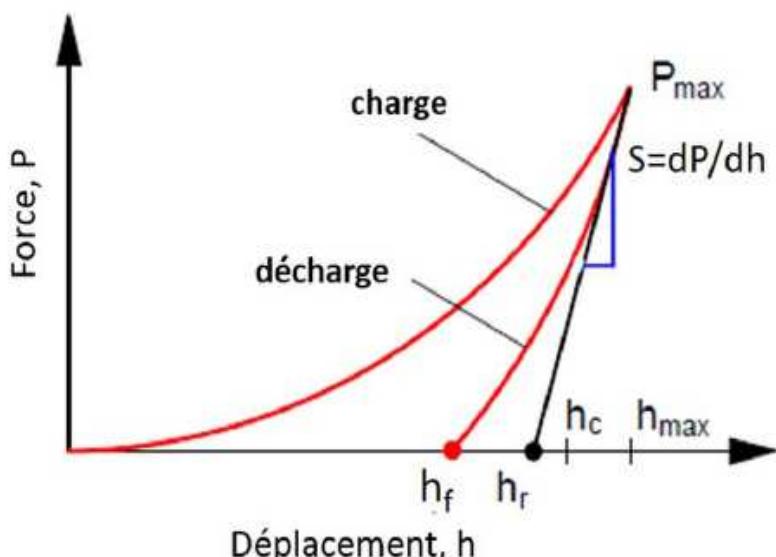
L'essai d'indentation, grâce aux techniques expérimentales les plus récentes, permet de déterminer deux propriétés mécaniques fondamentales, la dureté et le module d'élasticité du matériau. Cette caractérisation repose sur l'identification séquentielle de paramètres physiques clés permettant d'accéder aux propriétés mécaniques du matériau étudié.

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

L'indentation instrumentée trouve son fondement théorique dans l'étude du contact entre deux corps. Cette approche mécanique du contact a fait l'objet de nombreuses investigations théoriques. Contrairement aux méthodes conventionnelles de mesure de dureté qui nécessitent l'observation de l'empreinte résiduelle, l'indentation

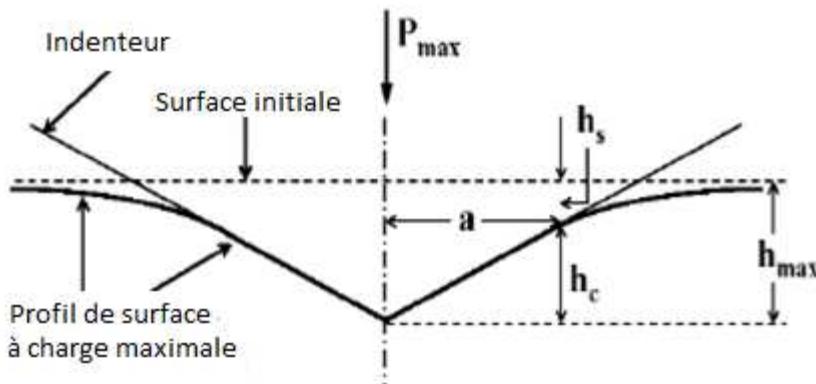
instrumentée (ou Depth Sensing Indentation - DSI) permet une caractérisation directe lors de l'essai.

Dans un essai d'indentation instrumentée, l'indenteur en diamant pénètre la surface de l'échantillon jusqu'à atteindre soit une charge maximale prédefinie, soit une profondeur spécifiée. Dans les deux cas, l'évolution simultanée de la charge appliquée et du déplacement de l'indenteur est enregistrée, comme illustré sur la Figure III.1. Cette représentation est particulièrement pertinente car elle met en évidence les différentes positions caractéristiques de l'indenteur au cours de l'essai.



**Fig.III.1.** Représentation schématique 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].

La figure présente plusieurs mesures de profondeur essentielles dans l'analyse d'indentation. La profondeur maximale atteinte lors de l'essai est notée  $h_{\max}$ . Après le retrait de l'indenteur, on observe une profondeur résiduelle, désignée par  $h_f$ . Un autre paramètre important est  $h_r$ , qui se détermine à partir de la pente de la courbe au déchargement. Il est à noter que cette même grandeur est appelée  $h_c$  lorsque le paramètre  $\varepsilon$  est égal à 1, comme illustré sur la Figure III.1. La profondeur de contact  $h_c$ , utilisée dans le calcul de la dureté selon la méthode d'Oliver et Pharr [8], présente une particularité, elle est décalée de la profondeur  $h_R$  d'une valeur qui varie en fonction du paramètre  $\varepsilon$ . Cette profondeur est calculée à partir de la valeur de  $h_r$ . Pour une meilleure compréhension de ces différentes grandeurs caractéristiques de l'indentation instrumentée, on peut se référer à la Figure III.2 qui les illustre de manière plus détaillée.

La méthode développée par Oliver et Pharr repose sur une relation mathématique spécifique. Cette relation établit le lien entre la charge appliquée et la profondeur d'indentation, en se concentrant particulièrement sur la portion de déchargement de la courbe d'essai :

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

Dans cette expression, plusieurs paramètres clés interviennent,  $P$  représente la charge appliquée durant l'essai, tandis que  $h$  correspond à la profondeur mesurée pendant l'indentation. La valeur de  $h_f$  est obtenue après avoir complètement retiré l'indenteur. Le terme  $h_s$  représente l'écart entre la profondeur maximale ( $h_{max}$ ) et la profondeur de contact ( $h_c$ ). Les coefficients  $B$  et  $m$  sont spécifiques au matériau testé et varient selon ses propriétés. Une amélioration notable a été apportée par les travaux récents de Chicot et al. [10], qui recommandent d'effectuer le lissage de la courbe dans une plage comprise entre 40% et 89% de la charge maximale  $P_{max}$ , ce qui permet d'obtenir des résultats plus précis.

La Figure III.1 illustre la méthode de calcul de  $h_r$  (qui équivaut à  $h_c$  lorsque  $\varepsilon=1$ ). Cette valeur est déterminée graphiquement au point où la tangente à la courbe de déchargement coupe l'axe des abscisses. Cette tangente, calculée au point de charge maximale  $P_{max}$ , représente la rigidité de contact, communément notée  $S$  :

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

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:

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

La profondeur de contact  $h_c$  est calculée à partir d'une équation qui dérive de la relation (2), mais avec une modification importante. Cette modification consiste en l'introduction d'un paramètre  $\varepsilon$  qui permet de tenir compte des déformations de l'empreinte, notamment la déflection

### *Chapitre III*

#### *Méthodologie de caractérisation mécanique des matériaux par indentation*

des faces (phénomène de "sink-in") comme l'ont montré Oliver et Pharr [8] :

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

Où la valeur de  $\varepsilon$  est fonction du type d'indenteur.

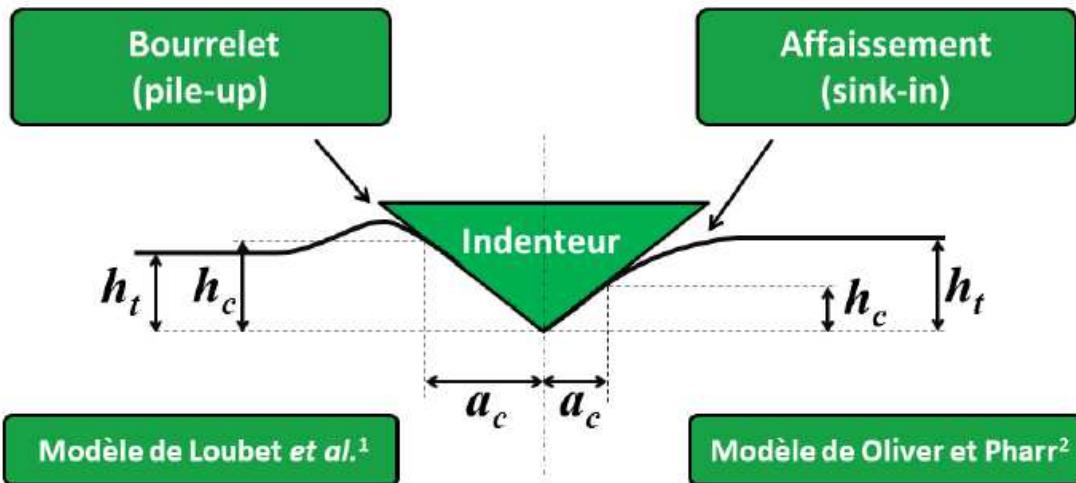
Il existe toutefois une limitation importante à l'application de cette équation. En effet, lorsque le matériau présente un reflux de matière (phénomène de "pile-up") autour de l'empreinte [11], l'équation perd sa validité. De plus, il est important de noter que le paramètre  $\varepsilon$  n'est pas une constante fixe, sa valeur varie en fonction de l'exposant  $m$  de la loi puissance, comme l'ont démontré Oliver et Pharr [8].

Les paramètres  $m$  et  $\varepsilon$  jouent un rôle crucial dans la caractérisation de l'indentation et leurs valeurs théoriques sont établies en fonction de la géométrie du contact. Oliver et Pharr [8] ont déterminé ces valeurs pour les trois géométries d'indenteur les plus couramment utilisées. Le paramètre  $m$  représente l'exposant de la loi puissance, tandis que  $\varepsilon$  est le facteur employé pour calculer la profondeur de contact. Dans la pratique, malgré l'existence de différentes valeurs théoriques, une valeur standard de  $\varepsilon = 0,75$  (correspondant à  $m = 1,5$ ) est adoptée de façon quasi universelle. Cette valeur est appliquée indifféremment pour tous les types d'indenteurs, qu'ils soient sphériques, coniques ou pyramidaux.

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

La profondeur de contact ( $h_c$ ) est un paramètre crucial en indentation qui varie selon le comportement mécanique dominant du

matériau lors de la déformation. Trois cas principaux peuvent être distingués :



**Fig.III.3.**Les modes de déformations sous indentateurs [7]

Deux méthodes principales permettent d'analyser l'empreinte de dureté selon le comportement du matériau. La méthode d'Oliver et Pharr [8] s'applique lorsque le matériau présente un phénomène de déflection des faces, communément appelé "sink-in", et se calcule selon l'équation (III.5). En revanche, la méthode de Loubet et al. [11] est employée quand un bourrelet ("pile-up") se forme autour de l'empreinte, et se calcule selon l'équation (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

Lors du calcul de la dureté, l'aire de contact entre l'indenteur et le matériau est un paramètre essentiel. Cette aire peut être évaluée de

deux manières distinctes, soit par l'aire projetée, observable directement à la surface de l'échantillon, soit par l'aire de contact réelle, qui tient compte de la surface des faces inclinées de l'empreinte, similairement aux mesures de dureté conventionnelle.

### **III.3.1.3.1. Pour la macroindentation**

Pour les indenteurs Berkovich (trois faces) et Vickers (quatre faces), lorsqu'ils sont géométriquement parfaits, la surface de contact projetée  $A_c$  suit une relation quadratique avec la profondeur de contact  $h_c$ . Cette relation s'explique par la géométrie pyramidale de ces indenteurs.

Pour un indenteur Berkovich idéal, la relation est :  $A_c = 24,56 h_c^2$

Pour un indenteur Vickers idéal, la relation est :  $A_c = 24,50 h_c^2$

Ces coefficients (24,56 et 24,50) sont des constantes géométriques qui dépendent de l'angle des faces de la pyramide par rapport à l'axe vertical. La similarité entre ces coefficients explique pourquoi ces deux types d'indenteurs donnent des résultats comparables malgré leur différence de géométrie.

Cette relation quadratique est fondamentale pour le calcul de la dureté et du module d'élasticité à partir des données d'indentation. Cependant, il est important de noter que cette relation n'est valable que pour des indenteurs parfaits - en pratique, les défauts de pointe nécessitent des corrections supplémentaires.

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

La macroindentation utilise une approximation simplifiée pour l'aire de contact. À cette échelle, avec des déplacements supérieurs à 5 µm, on peut considérer que l'indenteur forme une pyramide parfaite. Cette approximation est valide car le défaut de pointe de l'indenteur est négligeable comparé aux profondeurs de pénétration importantes. L'équation (III.7) décrivant l'aire de contact peut donc être appliquée directement.

### **III.3.1.3.2. Pour la microindentation**

L'équation (III.7) reste applicable au-delà de la macroindentation, notamment dans la gamme de la microindentation. Sa fiabilité est confirmée par la comparaison avec l'équation (III.8) de Troyon et al. [13] La relation de Troyon simplifie l'équation (III.7) en négligeant le terme exponentiel. Cette simplification n'affecte pas significativement les résultats, démontrant que les deux approches sont équivalentes pour ces échelles de mesure.

$$A_c = 24,5(h_c + h_b)^2 \quad (\text{III.8})$$

### **III.3.1.3.3. Pour la nanoindentation**

La fonction d'aire constitue un paramètre critique dans les techniques de nano et microindentation, particulièrement avec les indeneurs pyramidaux. Ces derniers présentent un défaut de pointe significatif par rapport aux profondeurs de pénétration, rendant le calcul précis de l'aire essentiel pour caractériser les propriétés

mécaniques des matériaux. En nanoindentation, la méthode développée par Oliver et Pharr [8] représente l'approche standard pour déterminer la

fonction d'aire. Cette méthode repose sur des coefficients  $C_n$ , obtenus par ajustement aux moindres carrés à partir des courbes de Mesure Continue de la Raideur de Contact (MCRC). Les données sont généralement calibrées en utilisant un matériau de référence aux propriétés bien connues, comme la silice fondu.

$$A_c = 24,5h_c^2 + C_1h_c^1 + C_2h_c^{1/2} + C_3h_c^{1/4} + \dots + C_8h_c^{1/128} \quad (\text{III.9})$$

La relation proposée par Chicot et al. [12] (Eq. (III.9)) offre une alternative pour estimer l'aire de contact lors de très faibles profondeurs ( $< 200$  nm), notamment lorsque la méthode CSM n'est pas disponible sur l'instrument d'analyse. Le défaut de pointe, noté  $h_b$ , peut être déterminé selon deux approches principales : par calibration sur un matériau de référence connu ou par estimation via Microscopie Electronique à Balayage (MEB), chaque méthode présentant ses propres avantages en termes de précision et de faisabilité.

$$A_c = 24,5 \left( h_c + h_b \left( 1 - \exp \left( \frac{2h_c}{h_b} \right) \right)^{3/2} \right)^2 \quad (\text{III.10})$$

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

La détermination du module d'élasticité repose sur l'analyse de la courbe de déchargement, où le retrait de l'indenteur dépend du retour élastique propre au matériau. La méthode, fondée sur les travaux de Hertz [14], Bulychec [15] et Sneddon [16], évalue le module d'élasticité à partir de la pente initiale de déchargement, en

### Chapitre III

#### *Méthodologie de caractérisation mécanique des matériaux par indentation*

---

fonction de l'aire de contact et du module réduit décrit par l'équation (III.10). Le module d'élasticité réduit  $E_R$  du matériau, calculé selon l'équation (III.11), est déterminé à partir de deux paramètres essentiels : La raideur  $S$  ( $dP/dh$ ) mesurée à la profondeur maximale de la courbe de décharge et L'aire de contact  $A_c$  à cette même profondeur :

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

avec

- $\beta$  : facteur géométrique dépendant du type d'indenteur
  - Berkovich :  $\beta = 1,034$
  - Vickers :  $\beta = 1,012$
- $\gamma$  : facteur proche de 1,07 pour les matériaux métalliques
  - Coefficients de Poisson et déplacement radial.[13,16].

La relation (III.11) lie  $E_R$  aux modules de Young et coefficients de Poisson :

- De l'indenteur :  $E_i = 1140 \text{ GPa}$ ,  $v_i = 0,07$  (diamant)
  - Du matériau testé :  $E$  et  $v$

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

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

Lors de la détermination des propriétés mécaniques par indentation instrumentée, la fiabilité des mesures de profondeur est cruciale. Des valeurs précises sont essentielles pour garantir l'exactitude de l'analyse des caractéristiques mécaniques du matériau étudié.

---

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

La dureté représente la résistance mécanique du matériau à la pénétration d'un indenteur. Elle se calcule par le rapport entre la charge d'indentation appliquée et l'aire représentative de l'empreinte. La formule générale permet de quantifier cette propriété mécanique intrinsèque du matériau. :

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

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

Méthodes de calcul basées sur la profondeur :

- Profondeur maximale
- Profondeur résiduelle
- Profondeur de contact

Options de calcul de l'aire :

- Aire projetée
- Aire de contact réelle

Chaque approche permet de déterminer la dureté en considérant différents paramètres de l'essai d'indentation.

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

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

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 présentent deux variantes principales :

Pour l'aire de contact projetée, les fonctions suivent des formes complexes définies par les Équations (III.15), intégrant les corrections liées aux imperfections géométriques de l'indenteur.

Pour l'aire de contact réelle, les mêmes fonctions sont utilisées avec deux modifications significatives, la substitution de la profondeur maximale  $h_{\max}$  par la profondeur de contact  $h_c$ , et le remplacement du coefficient 24,5 par 26,43, à l'exception de l'équation (III.15).

### **III.3.1.6 IMPACT DE LA COMPLAISANCE DU BATI**

La détermination de la complaisance du bâti  $C_f$  est un facteur crucial dans l'analyse de la courbe d'indentation, caractérisant la déformation intrinsèque de l'instrument.

La complaisance totale  $C_T$ , définie par l'équation (III.16), résulte de la sommation de deux composantes, la complaisance du bâti  $C_f$  et la complaisance du contact liée au matériau  $C_s$ . Elle est inversement proportionnelle à la raideur, mesurée par la pente de décharge.

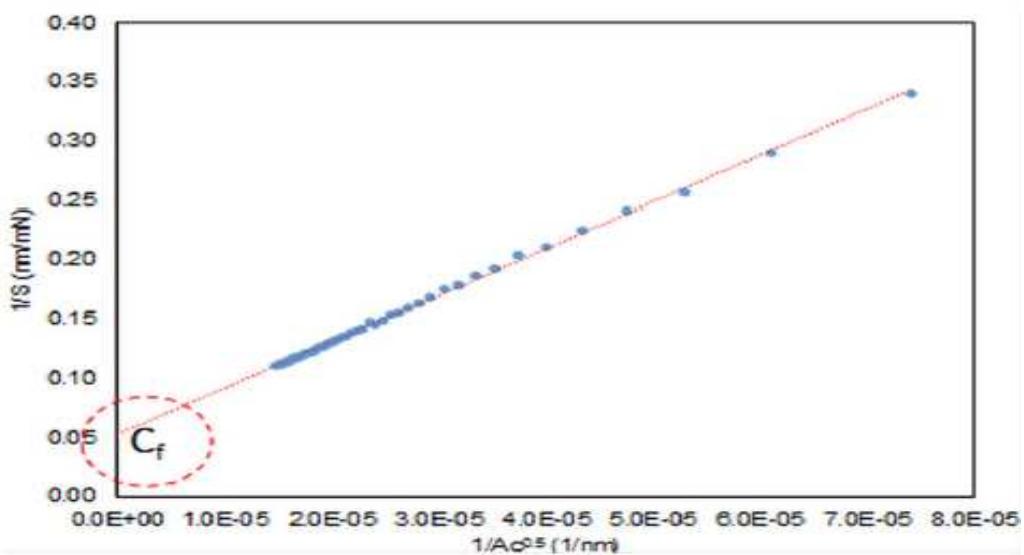
$$C_T = C_f + \frac{\sqrt{\pi}}{2} \frac{1}{\beta \gamma E_R \sqrt{A_c}} \quad (\text{III.16})$$

La correction de la complaisance est généralement intégrée dans le logiciel d'indentation, mais nécessite une vérification attentive. La norme ISO 14577-4 propose plusieurs processus de calibration.

Dans cette étude, la méthode 2 a été retenue, reposant sur trois hypothèses principales :

- Module de Young constant
- Fonction d'aire connue
- Dureté variable selon 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.

La valeur de la complaisance est déterminée par l'intersection de cette droite avec l'axe des ordonnées. Cette valeur permet ensuite d'appliquer les relations précédemment établies pour calculer le module de Young et la dureté du matériau. Notre étude adopte une approche multi-échelles en utilisant trois instruments d'indentation

instrumentée. Ces appareils opèrent à des échelles de force et de déplacement distinctes, allant respectivement du millinewton au kilonewton pour les forces, et du nanomètre au micromètre pour les

déplacements. Les propriétés mécaniques peuvent varier significativement entre nano, micro et macroindentation. Ces variations résultent de l'hétérogénéité structurale et de la présence de différentes phases au sein du matériau. Chaque échelle d'indentation révèle des informations distinctes sur les propriétés mécaniques locales et globales.

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

Le déplacement total mesuré inclut non seulement la déformation du matériau mais également celle de l'instrument lui-même. En effet, lors de l'application de la charge, celle-ci est transmise au bâti de l'appareil, produisant une flèche qui s'additionne à la mesure du déplacement réel dans le matériau.

La déformation de l'instrument est linéairement proportionnelle à la charge appliquée, à l'instar d'un ressort linéaire [17]. La correction prend la forme d'un produit entre la valeur de complaisance  $C_f$  et la force  $P$ . Ce produit doit alors être soustrait des mesures enregistrées:

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

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

Le terme de complaisance  $C_f$  représente l'écart entre l'inverse de la rigidité de contact théorique et celle mesurée par l'instrument. La rigidité de contact est définie comme l'inverse de la pente au déchargement, soit l'inverse de  $S_u$ .

Ce qui signifie que  $C_f$  traduit la différence entre les comportements théorique et expérimental lors du contact et du déchargement. La

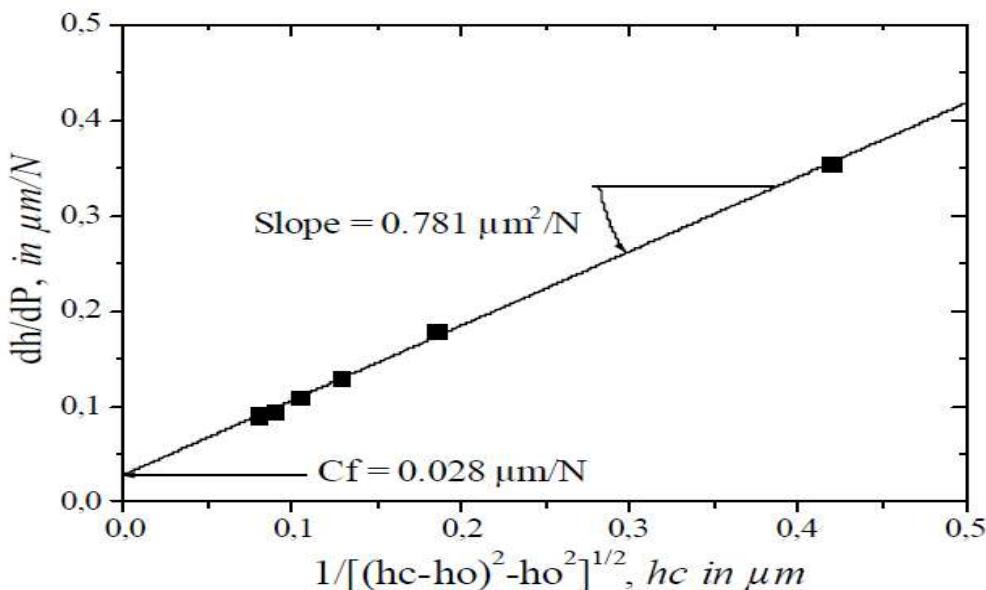
caractérisation précise de cette complaisance permet de corriger les mesures en tenant compte des imperfections de l'instrumentation :

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

L'inverse de la rigidité de contact est exprimé théoriquement par la relation (III.18). Pour appliquer cette théorie, il est nécessaire de tracer 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 réelle. Cette méthodologie d'analyse suit la relation établie notamment par 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 de  $1/h_c$  (relation (III.19)), la droite obtenue coupe l'axe des ordonnées à un point correspondant à la complaisance. La pente de cette droite permet de déterminer la valeur du module d'élasticité réduit. La figure (III.5) de Chicot [19] illustre parfaitement la linéarité de la relation (III.19) et démontre la méthode de détermination du terme de correction de complaisance,  $C_f$ . Cette représentation graphique permet de visualiser comment la complaisance est extraite de la courbe, en observant l'intersection avec l'axe des ordonnées.



**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]

Des corrections ont été apportées aux relations initiales. La relation (II.15), initialement établie pour un indenteur conique, a été étendue par Bulychev [15] aux indeneurs sphériques et cylindriques. Cette généralisation élargit l'applicabilité de la méthode d'analyse de l'indentation à différentes géométries d'indeneurs. Pour les indeneurs pyramidaux, Oliver et Pharr [8] ont proposé une correction en introduisant un facteur correctif  $\beta$  dans la relation originale. Ce facteur permet d'ajuster la méthode d'analyse pour les géométries pyramidales, améliorant ainsi la précision des mesures :

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

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

Le coefficient  $\beta$  est un facteur de forme géométrique pour les indeneurs Vickers :

- Oliver et Pharr :  $\beta = 1,012$
- King : Confirmation de 1,012 par éléments finis
- Dao et al. :  $\beta = 1,07$
- Antunes et al. :  $\beta \approx 1,05$ , pratiquement indépendant des propriétés mécaniques

Dans nos calculs, nous retiendrons la valeur de 1,05 proposée par Antunes et al. [3]

Partant des travaux d'Oliver et Pharr [8], Hay et al. [2] démontrent l'incohérence des hypothèses dans la solution de Sneddon [16], notamment concernant les conditions aux limites. La solution de Sneddon pour l'indentation d'un semi-espace élastique par un cône rigide révèle que des déplacements radiaux des points de 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  $\lambda$  dans l'équation de la rigidité (III.20). Ce facteur dépend uniquement du coefficient de Poisson. Les auteurs proposent une relation modifiée de la rigidité, intégrant ce nouveau facteur  $\lambda$  pour améliorer la précision des calculs :

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

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

L'angle  $\psi$  est égal à  $70,3^\circ$  et représente le demi-angle au sommet du cône équivalent ayant la même aire de contact qu'un indenteur Vickers [20]. Ce calcul utilise  $\xi = 68^\circ$  (demi-angle entre les faces opposées d'un indenteur pyramidal). Troyon et al. [16] suggèrent que les deux types de correction coexistent lorsque l'indenteur n'a pas une forme conique parfaite.

Troyon et al. [16] proposent d'utiliser un facteur de correction global  $\beta = \lambda$ , intégrant les deux effets. Cependant, ce coefficient n'est pas une valeur fixe unique pour tous les indenteurs. La correction dépend des caractéristiques spécifiques de l'indenteur utilisé, rendant sa détermination plus complexe. Il semble que vous ayez un extrait technique faisant référence à des travaux de recherche sur un modèle ou une équation (relation III.21).

Décris deux contributions distinctes de différents chercheurs :

1. Woigard et al. [23] :

- Ont proposé de prendre en compte le facteur  $\beta$  dans la relation (III.21)

2. Chicot et al. [10] :

- Suggèrent d'introduire le facteur  $\lambda$
- Recommandent de prendre en compte la correction du défaut de pointe
- Citent spécifiquement la correction de Krell et Schädlich [24] comme exemple

La phrase met en évidence une progression dans la modélisation, avec chaque groupe de chercheurs apportant des raffinements supplémentaires à l'approche initiale :

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

Dans le contexte de la microindentation instrumentée, où l'impact du défaut de pointe est moins significatif, il est possible de se concentrer

uniquement sur l'aire de contact projetée théorique. Cette approche simplifie l'équation (III.23) en réduisant le nombre de paramètres à prendre en compte. La simplification suggère que pour certaines configurations expérimentales spécifiques, on peut négliger certaines corrections complexes sans compromettre significativement la précision de la mesure :

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

Cette phrase indique que les bases théoriques nécessaires pour calculer deux propriétés mécaniques importantes des matériaux - la dureté et le module d'élasticité - sont maintenant établies grâce à la méthode d'indentation instrumentée.

#### **III.4. Expression de la réponse mécanique d'indentation en mode sink-in**

L'indentation instrumentée est une technique avancée de caractérisation des propriétés mécaniques des matériaux. Cette méthode consiste à enfoncer une pointe d'indenteur dans la surface du matériau tout en mesurant sa réponse mécanique en temps réel. L'analyse des données obtenues permet de déterminer plusieurs propriétés fondamentales du matériau, notamment sa dureté, son module d'élasticité et sa résistance à la déformation plastique. De nombreuses investigations scientifiques [27-31] démontrent que la courbe de charge obtenue par indentation et détection de profondeur peut être précisément décrite par une loi puissance :

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

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 (III.24) a été utilisée comme base pour un étalonnage du rayon de l'indent et de calibration de la complaisance (Sun et al., 1999) [31]. La valeur de la constante  $R$  dépend de la valeur de la constante  $R$  varie selon la géométrie de la pointe et les propriétés du matériau indenté. Malzbender et al. (2000) ont notamment proposé une relation spécifique pour déterminer cette constante :

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

La réponse mécanique peut être mathématiquement exprimée par l'équation (III.26), qui décrit probablement la relation entre la charge, la profondeur d'indentation, et d'autres paramètres mécaniques pertinents. Pour une compréhension précise, j'aurais besoin de voir l'équation ou son contexte détaillé:

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

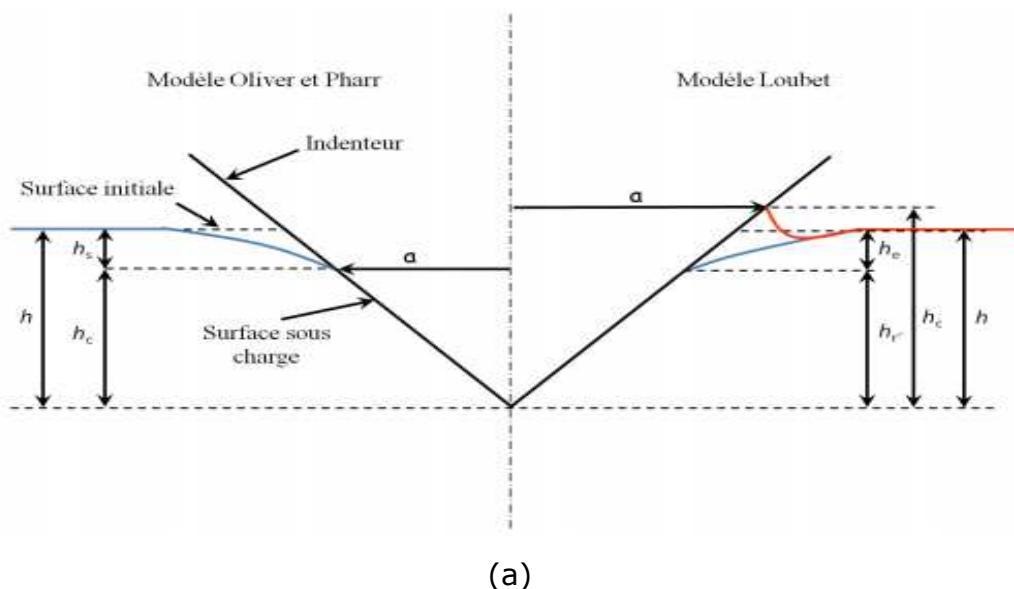
description souligne la complexité des modes de déformation lors de l'indentation. Les déformations dépendent de trois facteurs principaux:

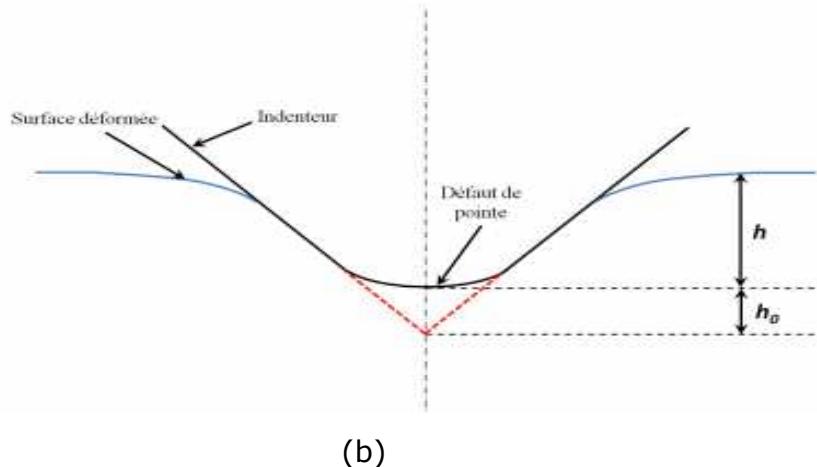
1. Nature du matériau
2. Caractéristiques de la surface indentée
3. Propriétés de l'indenteur (forme, nature)

Les travaux d'Oliver et Pharr [8], ainsi que ceux de Loubet [11], ont établi une méthodologie pour caractériser les aires de contact en fonction du

mode de déformation dominant. L'identification précise de ce mode est cruciale pour calculer l'aire de contact avec exactitude.

La pratique courante chez les chercheurs est de recourir par défaut au modèle d'Oliver et Pharr, souvent par manque de connaissance du modèle de Loubet. Ce choix méthodologique est pourtant crucial, car il influence significativement l'estimation du module et de la dureté du matériau. [35,8]. Conscients de cet enjeu, certains auteurs ont développé des critères de sélection du mode de déformation. La Figure III.6 illustre schématiquement les comportements du matériau selon ces différents modes de déformation.





**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].

La figure présente deux modes de déformation simultanés lors de l'indentation, le sink-in selon la méthodologie d'Oliver and Pharr (1992) [8] et le pile-up suivant l'approche de Loubet et al. (1993) [11]. Pour compenser l'imperfection de l'extrémité de la pointe, Loubet et al [7,11] et Chicot et al [36]. proposent une correction de la hauteur de contact. Cette correction consiste à ajouter une hauteur  $h_0$  à la pénétration, compensant la hauteur manquante due à l'émoussement de la pointe. L'intégration de  $h_0$  permet une estimation plus précise de l'aire de contact projetée, notamment pour les petits enfoncements. Nous proposons le modèle de  $P$  en fonction de  $h^2$  selon la loi puissance (III.26) exprimé sous la forme mathématique indiquée sur l'équation (III.27) comme suit :

$$P = \left( \frac{1}{\sqrt{c}} \frac{1}{\sqrt{H}} + \varepsilon \sqrt{\frac{\pi \sqrt{H}}{4 E_r}} \right)^{-2} (h + h_0)^2 \quad (\text{III.27})$$

La profondeur  $h$  corrigée est introduite dans l'approche analytique (éq. III.27) 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:

$$H_M = \frac{P_m}{A} = \frac{P_m}{26,43h_m^2} \quad (\text{III.28})$$

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

$$\frac{P_m}{S^2} = \frac{\pi}{4} \frac{H_{IT}}{E_r^2} \quad (\text{III.29})$$

$$\text{D'où,} \quad \frac{H_{IT}}{E_r^2} = \frac{4}{\pi} \frac{P_m}{S^2} \quad (\text{III.30})$$

Nous substituons les rapports de  $H_{IT}/E_r$  par celui de  $P/S$ , on obtient une nouvelle expression analytique qu'on propose pour le calcul de la réponse mécanique, selon le mode de déformation en sink-in.

$$\frac{P}{h^2} = \left( \frac{\sqrt{\pi}}{2\sqrt{c}} \frac{1}{\left(\frac{\sqrt{P_m}}{S}\right) E_r} + \epsilon \left( \frac{\sqrt{P_m}}{S} \right) \right)^{-2} \quad (\text{III.31})$$

### **III.5. Spécimens et protocole expérimentale**

L'essai d'indentation a été réalisé sur un échantillon de polyméthylmétacrylate, choisi pour sa surface plane et sa très faible rugosité. Le matériau présente l'avantage de maintenir des propriétés mécaniques constantes lors de l'indentation, notamment près de sa surface, éliminant tout effet de taille d'indentation. Pour garantir des conditions expérimentales précises, l'échantillon a été fixé sur un porte-échantillon en aluminium à l'aide de colle cyanoacrylate, puis nettoyé à

l'éthanol avant le test. Le Plexiglas, marque désormais entrée dans le langage courant, est un polymère du méthacrylate de méthyle, appartenant à la famille des résines acryliques. Ce matériau plastique, communément abrégé P.M.M.A., résulte d'un processus de fabrication particulièrement complexe impliquant de multiples réactions chimiques successives.

Sa production nécessite des étapes de synthèse élaborées, transformant progressivement les composés initiaux en ce matériau aux propriétés remarquables. Le méthacrylate polymérisé, ou Plexiglas, est un thermoplastique aux propriétés remarquables. Disponible en feuilles ou en poudre, il se met en forme par moulage, injection ou compression. Ses caractéristiques principales incluent, une légèreté remarquable (densité environ la moitié de celle du verre), une excellente résistance aux agents atmosphériques, une grande facilité d'usinage, et surtout une transparence supérieure au verre. Cette dernière propriété conditionne ses principales applications, notamment dans l'industrie des transports, vitres de voitures, de bateaux et d'avions. Chaque instrument d'analyse présente des limites spécifiques concernant la taille des échantillons. En nanoindentation, les dimensions sont restreintes à 30 mm de diamètre et 10 mm de hauteur, tout en permettant l'analyse d'échantillons de très faible épaisseur. Pour cette étude, des échantillons compatibles avec les exigences de la nanoindentation ont été sélectionnés, garantissant le bon déroulement de l'essai.

### **III.5.1.Caractéristiques du PMMA**

Propriétés des plaques de PMMA :

- Distingue par sa grande transparence, atteignant un taux de transmission lumineuse remarquable de 92%.
- Dureté élevée.

- 
- Résistance aux intempéries. Brillantes et incolores
  - Rigidité élevée.
  - Surface apte au polissage.
  - Résistance mécanique moyenne.
  - Peuvent être moulées
  - Peuvent être moulées

### **III.5.1.1.Essais de nanoindentation**

Les essais de nanoindentation ont été réalisés sur un nanoindenteur XP de MTS, équipé d'une tête DCM offrant une haute résolution en force et déplacement. L'équipement est installé dans une enceinte acoustique pour éliminer toute perturbation environnementale. L'indentation a été effectuée à l'aide d'un indenteur Berkovich en diamant (module élastique  $E=1140$  GPa, coefficient de Poisson  $\nu=0,3$ ), présentant un défaut de pointe minimal ( $\approx 20$  nm). Le nanoindenteur est monté sur une table à ressorts anti-vibrations pour éliminer les vibrations parasites. La force est appliquée par une bobine magnétique, et le déplacement mesuré par une méthode capacitive, avec une vitesse d'approche de la surface de 9 nm/s. La tête DCM du nanoindenteur XP de MTS intègre la méthode CSM, permettant la détermination des propriétés dynamiques des matériaux. Cette option permet la mesure continue du module d'élasticité et de la dureté par oscillations successives de la pointe pendant son déplacement, ce qui serait impossible sans ce module.

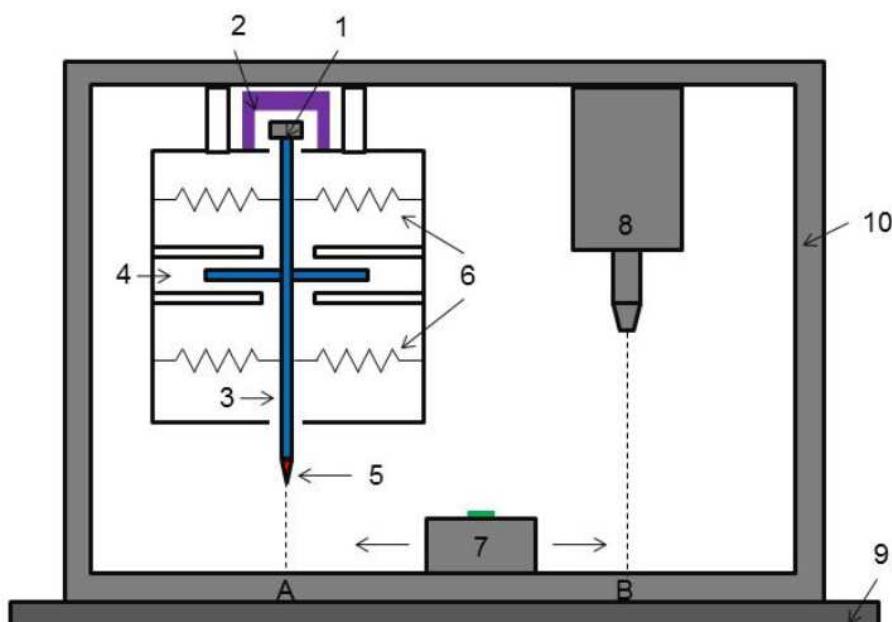
Les essais ont été réalisés sur un échantillon plan de polyméthylmétacrylate à très faible rugosité, fixé sur un porte-échantillon en aluminium à l'aide de colle cyanoacrylate et préalablement nettoyé à l'éthanol. Le PMMA (polyméthacrylate de méthyle) présente plusieurs propriétés remarquables. Il est particulièrement léger, avec une densité

environ deux fois moindre que celle du verre, et offre une transparence supérieure. Ce matériau possède également une bonne résistance aux agents atmosphériques et se révèle facile à usiner. Pour les essais de nanoindentation, les échantillons sont limités à un diamètre de 30 mm et une épaisseur maximale de 10 mm. Les détails spécifiques des types d'essais et des conditions opératoires sont présentés dans le tableau III.1:

**Tableau.III.1** Types d'essais et conditions opératoires.

Indentation device XP, TS	
Scale	Nano
Load range	1-650 mN
static mode	Constant time (30s loading / unloading); waiting time (15s);
dynamic mode	Strain rate ( $0.05\text{s}^{-1}$ ); harmonic shift (2 nm); frequency (45Hz);

### III.5.1.2.Principe du nanoindenteur MTS



**Fig.III.7.**Schéma de principe de la tête XP du nanoindenteur MTS

La configuration comprend une bobine (1) insérée dans un aimant (2), permettant de générer une force  $F_c$ . Le passage d'un courant électrique dans la bobine induit une force électromagnétique qui est transmise à l'axe de la colonne (3), provoquant son déplacement vertical  $h$ . Le contrôle du déplacement s'effectue indirectement via une boucle d'asservissement, tandis que la colonne est directement pilotée en force. Un capteur capacitif (4), composé de trois plaques parallèles soumises à un champ électrique, mesure le déplacement vertical. Caractérisation mécanique La mesure du déplacement et de la force à la décharge permet de calculer la raideur du contact  $S$ , qui caractérise les propriétés élastiques des matériaux en interaction. L'indenteur (5), généralement en diamant, possède une dureté élevée et une géométrie précise. Ses caractéristiques mécaniques sont  $E = 1141 \text{ GPa}$  et  $\nu = 0,07[1]$ . Placé à l'extrémité inférieure de la colonne, il est associé à des lames ressorts (6) de faible raideur verticale ( $\approx 100 \text{ N/m}$ ), calibrées à chaque changement d'indenteur. Les lames ressorts sont disposées autour de la colonne afin d'assurer son maintien et garantir un déplacement parfaitement vertical. Cette configuration permet de stabiliser l'axe et de minimiser les mouvements parasites pendant les essais de nanoindentation. L'échantillon est placé sur une platine motorisée (7) permettant le déplacement entre deux points : le point A sous la colonne pour les essais de nanoindentation, et le point B sous un microscope (8) pour la sélection des sites de mesure. La précision de positionnement est de  $1,5 \mu\text{m}$ . Système de stabilisation L'ensemble est monté sur un bâti (8) de très haute rigidité ( $\approx 107 \text{ N/m}$ ), installé sur une table anti-vibration (9) et placé dans un caisson d'isolation thermique et phonique (10). Un ordinateur, équipé d'un

logiciel de protocoles de mesure, pilote le nanoindenteur [19]. Un essai d'indentation se décompose en deux phases principales :

1. Étape de charge Le matériau subit une déformation élastoplastique sous l'effet de la force appliquée par l'indenteur.
2. Étape de décharge Le matériau effectue un retour élastique, correspondant à la relaxation de la charge initialement appliquée.

### **III.5.1.3.Essais de microindentation**

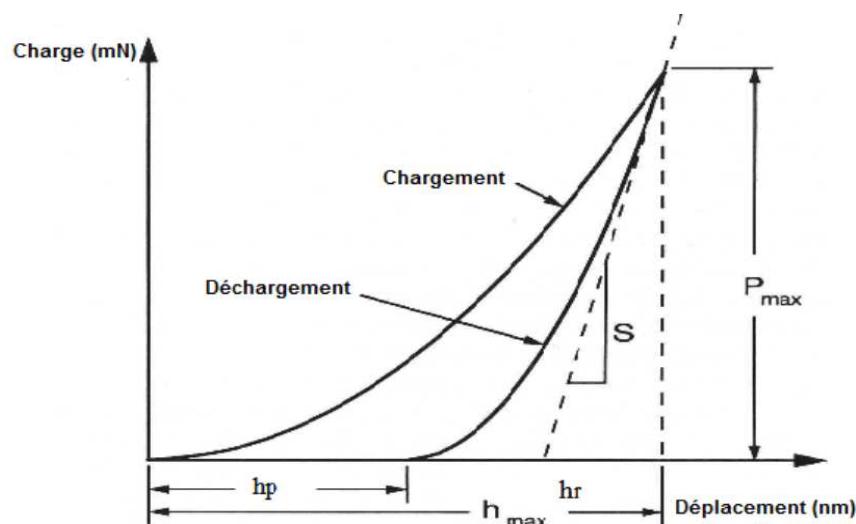
Des essais d'indentation instrumentés de l'ordre de 24 tests ont été réalisés pour chaque échantillon à l'aide d'un testeur de microdureté CSM 2-107 équipé d'un pénétrateur Vickers (Pour un pénétrateur en diamant,  $E_i=1140 \text{ GPa}$  et  $v_i=0,07$  [25]). La plage de charge disponible sur l'instrument 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.

Les vitesses de chargement et de déchargement sont déterminées selon la règle de Quinn et al[26]. Leur valeur est fixée à deux fois la charge maximale appliquée, exprimée en millinewtons par minute (mN/min). et un temps de maintien de 15 s a été imposé selon la procédure d'essai d'indentation standard ASTM E92 et E384-10e<sup>2</sup>. 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].

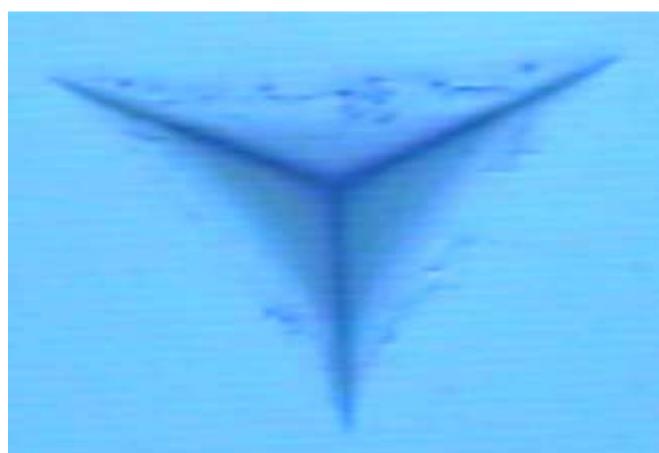
D'un point de vue mathématique ce facteur de correction  $C_f$  est obtenu à l'origine du tracé de l'inverse de la complaisance totale en fonction de la racine carrée de l'aire de contact. Par conséquent, les profondeurs d'indentation expérimentales sont corrigées selon la méthodologie

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. La méthode expérimentale consiste à enregistrer simultanément la charge et le déplacement de l'indenteur, comme illustré schématiquement dans la Figure III.8.

La Figure III.8 représente une courbe caractéristique typique force-déplacement d'un essai d'indentation instrumentée classique.



**Fig.III.8.**Courbe caractéristique force-déplacement d'un essai d'indentation instrumentée classique [16].



**Fig.III.9.**imagerie de la déformation en sink-in du spécimen de PMMA

### **III.6. Conclusion**

Des essais de microindentation ont été menés sur des échantillons de PMMA. Ainsi, que des essais de nanoindentation en mode statique et en mode dynamique (M.R.C) ont en été mis en œuvre. A fin d'apprécier l'effet de passage d'échelles. Une élaboration de méthodologie de caractérisation par indentation appliquée sur les échantillons de P.M.M.A est présentée pour sa mise en exécution dans le quatrième chapitre.

**Références du chapitre III :**

- [1] M.R. VanLandingham, Review of Instrumented Indentation, *J. Res. Natl. Inst. Stand. Technol.*, 108(4) (2003) 249–265. doi:10.6028/jres.108.024.
- [2] J. Hay, Introduction to Instrumented Indentation Testing, *Exp. Tech.*, 33(6) (2009) 66–72. doi:10.1111/j.1747-1567.2009.00541.x.
- [3] M. Dao, N. Chollacoop, K.J. Van Vliet, T.A. Venkatesh, S. Suresh, Computational modeling of the forward and reverse problems in instrumented sharp indentation, *Acta Mater.*, 49(19) (2001) 3899–3918. doi:10.1016/S1359-6454(01)00295-6.
- [4] J.M. Antunes, J.V. Fernandes, L.F. Menezes, B.M. Chaparro, A new approach for reverse analyses in depth-sensing indentation using numerical simulation, *Acta Mater.*, 54(15) (2006) 3833–3843. doi:10.1016/j.actamat.2006.08.019.
- [5] M. Mata, M. Anglada, J. Alcalá, Contact deformation regimes around sharp indentations and the concept of the characteristic strain, *J. Mater. Res.*, 17(4) (2002) 964–976. doi:10.1557/JMR.2002.0141.
- [6] F. Rickhey, K.P. Marimuthu, J.H. Lee, H. Lee, J.H. Hahn, Evaluation of the fracture toughness of brittle hardening materials by Vickers indentation, *Eng. Fract. Mech.*, 153 (2016) 1–13. doi:10.1016/j.engfracmech.2015.09.028.

### *Chapitre III*

#### *Méthodologie de caractérisation mécanique des matériaux par indentation*

---

[7] G. Guillonneau, Nouvelles techniques de nano-indentation pour des conditions expérimentales difficiles : très faibles enfoncements, surfaces rugueuses, température [thèse], Université de Lyon (Ecole Centrale de Lyon), Lyon (2013). Disponible sur: <https://theses.hal.science/tel-00800426>.

[8] W.C. Oliver, G.M. Pharr, An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments, *J. Mater. Res.*, 7(6) (1992) 1564–1583.

[9] W.C. Oliver, G.M. Pharr, Measurement of hardness and elastic modulus by instrumented indentation: advances in understanding and refinements to methodology, *J. Mater. Res.*, 19(1) (2004) 3–20.

[10] D. Chicot, P. de Baets, M.H. Staia, E.S. Puchi-Cabrera, G. Louis, Y. Perez Delgado, J. Vleugels, Influence of tip defect and indenter shape on the mechanical properties determination by indentation of a TiB<sub>2</sub>–60%B<sub>4</sub>C ceramic composite, *Int. J. Refract. Met. Hard Mater.*, 38 (2013) 44–50. doi:10.1016/j.ijrmhm.2013.01.006.

[11] L. Loubet, M. Bauer, A. Tonck, S. Bec, B. Gauthier-Manuel, Nanoindentation with a surface force apparatus, in: M. Nastasi et al. (Eds.), *Mechanical Properties and Deformation Behavior of Materials Having Ultra-Fine Microstructures*, Kluwer Academic Publishers, Dordrecht (1993) 429–447.

[12] D. Chicot, P. Démarçaux, J. Lesage, Apparent interface toughness of substrate and coating couples from indentation tests, *Mater. Sci. Eng. A*, 217(1) (1996) 1–9. doi:10.1016/S0040-6090(96)08763-9.

### *Chapitre III*

#### *Méthodologie de caractérisation mécanique des matériaux par indentation*

---

[13] M. Troyon, L. Huang, Comparison of different analysis methods in nanoindentation and influence on the correction factor for contact area, *Surf. Coat. Technol.*, 201(7) (2006) 3543–3549. doi:10.1016/j.surfcoat.2006.02.033.

[14] H. Hertz, D.E. Jones, G.A. Schott, *Miscellaneous Papers*, Macmillan, London (1896).

[15] S.I. Bulychev, V.P. Alekhin, M.K. Shorshorov, A.P. Ternovskii, G.D. Shnyrev, Determining Young modulus from the indenter penetration diagram, *Ind. Lab. (USSR)*, 41(9) (1975) 1409–1412.

[16] I.N. Sneddon, The relation between load and penetration in the axisymmetric Boussinesq problem for a punch of arbitrary profile, *Int. J. Eng. Sci.*, 3(1) (1965) 47–57.

[17] D. Chicot, M. Yetna N'Jock, E.S. Puchi-Cabrera, A. Iost, M.H. Staia, G. Louis, G. Bouscarrat, R. Aumaitre, A contact area function for Berkovich nanoindentation: application to hardness determination of a TiHfCN thin film, *Thin Solid Films*, 558 (2014) 259–266. doi:10.1016/j.tsf.2014.02.044. Disponible sur: <http://hdl.handle.net/10985/8559>.

[18] K. Herrmann, N.M. Jennett, W. Wegener, J. Meneve, K. Hasche, R. Seemann, Progress in determination of the area function of indenters used for nanoindentation, *Thin Solid Films*, 377–378 (2000) 394–400.

[19] A.C. Fischer-Cripps, Critical review of analysis and interpretation of nanoindentation test data, *Surf. Coat. Technol.*, 200(5–6) (2005) 1487–1495. doi:10.1016/j.surfcoat.2005.03.018.

*Chapitre III*

*Méthodologie de caractérisation mécanique des matériaux par indentation*

---

[20] J.L. Meneve, J.F. Smith, N.M. Jennett, S.R.J. Saunders, Surface mechanical property testing by depth sensing indentation, Mater. Sci. Eng. A, 217(1) (1996) 11–18. doi:10.1016/S0169-4332(96)00258-9.

[21] M.F. Doerner, W.D. Nix, A method for interpreting the data from depth-sensing indentation instruments, J. Mater. Res., 1(4) (1986) 601–609.

[22] J. Woigard, J.-C. Dargenton, C. Tromas, V. Audurier, A new technology for nanohardness measurements: principle and applications, Surf. Coat. Technol., 103–104 (1998) 207–212. doi:10.1016/S0257-8972(97)00597-5.

[23] A. Krell, S. Schädlich, Nanoindentation hardness of submicrometer alumina ceramics, Mater. Sci. Eng. A, 307(1–2) (2001) 172–181. doi:10.1016/S0921-5093(00)01818-9.

[24] C.B. Ponton, R.D. Rawlings, Vickers indentation fracture toughness test: Part 1 review of literature and formulation of standardized indentation toughness equation, Mater. Sci. Technol., 5 (1989) 865–872.

[25] G.D. Quinn, P.L. Patel, I. Lloyd, Effect of loading rate upon conventional ceramic microindentation hardness, J. Res. Natl. Inst. Stand. Technol., 107 (2002) 299–306.

[26] S.V. Hainsworth, H.W. Chandler, T.F. Page, Analysis of nanoindentation load-displacement loading curves, J. Mater. Res., 11(8) (1996).

*Chapitre III*

*Méthodologie de caractérisation mécanique des matériaux par indentation*

---

- [27] J.-L. Loubet, J.-M. Georges, J. Meille, in: P.J. Blau, B.R. Lawn (Eds.), *Microindentation Techniques in Materials Science and Engineering*, ASTM, Philadelphia (1986) 72–89.
- [28] K. Zeng, D. Rowcliffe, Analysis of penetration curves produced by sharp indentations on ceramic materials, *Philos. Mag. A*, 74(5) (1996) 1107–1116. doi:10.1080/01418619608239711.
- [29] Y.-T. Cheng, C.-M. Cheng, Relationships between hardness, elastic modulus, and the work of indentation, *Appl. Phys. Lett.*, 73(5) (1998) 614–616. doi:10.1063/1.129313.
- [30] Y. Sun, Y. Zheng, T. Bell, J. Smith, Indenter tip radius and load frame compliance calibration using nanoindentation loading curves, *Philos. Mag. Lett.*, 79(9) (1999) 649–658.
- [31] J. Malzbender, G. de With, J. den Toonder, The  $P-h^2$  relationship in indentation, *J. Mater. Res.*, 15(5) (2000) 1209–1212.
- [32] M. Yetna N'Jock, D. Chicot, J.M. Ndjaka, J. Lesage, X. Decoopman, F. Roudet, A. Mejias, A criterion to identify sinking-in and piling-up in indentation of materials, *Int. J. Mech. Sci.*, 90 (2015) 145–150.
- [33] G. Hochstetter, A. Jimenez, J.-L. Loubet, Strain-rate effects on hardness of glassy polymers in the nanoscale range. Comparison between quasi-static and continuous stiffness measurements, *J. Macromol. Sci. Phys.*, 38(5–6) (1999) 681–692. doi:10.1080/00222349908248131.

### *Chapitre III*

#### *Méthodologie de caractérisation mécanique des matériaux par indentation*

- 
- [34] S. Bec, A. Tonck, J.-M. Georges, E. Georges, J.-L. Loubet, Improvements in the indentation method with a surface force apparatus, *Philos. Mag. A*, 74(5) (1996) 1061–1072. doi:10.1080/01418619608239707.
- [35] D. Chicot, P. de Baets, M.H. Staia, E.S. Puchi-Cabrera, G. Louis, Y. Perez Delgado, J. Vleugels, Influence of tip defect and indenter shape on the mechanical properties determination by indentation of a TiB<sub>2</sub>–60% B<sub>4</sub>C ceramic composite, *Int. J. Refract. Met. Hard Mater.*, 38 (2013) 102–110. doi:10.1016/j.ijrmhm.2013.01.006.
- [36] D.L. Joslin, W.C. Oliver, A new method for analyzing data from continuous depth-sensing microindentation tests, *J. Mater. Res.*, 5 (1990). doi:10.1557/JMR.1990.0123.
- [37] S. Habibi, D. Chicot, A. Mejias, B. Boutabout, E. Zareb, D. Semsoum, S. Benaissa, A. Mezough, H. Merzouk, The P-h<sub>2</sub> relationship on load-displacement curve considering pile-up deformation mode in instrumented indentation, *J. Mater. Res.*, 36 (2021) 3074–3085.
- [38] S. Habibi, F. Redouane, K. Batool, S. Batool, S.S.P. Mohamed Isa, A. Abd-Elmonem, N. Alhubieshi, The methodology refinement through the predominant case of the pile-up to estimate the mechanical response by spherical indentation, *Sci. Rep.*, 14 (2024) 29149.
- [39] S. Habibi, The P-h<sub>2</sub> relationship as a function of (hf/hm) in indentation, *Fract. Struct. Integrity*, 16(62) (2022) 613–623.

# **Chapitre IV**

## **Résultats expérimentaux et analyses**

## IV.1. Introduction

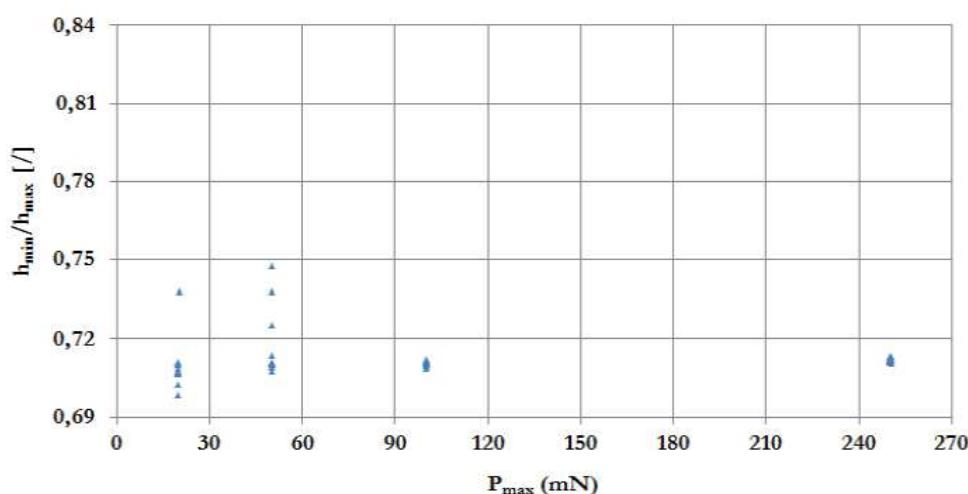
Dans le quatrième chapitre on analyse systématiquement les résultats expérimentaux des tests d'indentation appliqués au polymethyl-méthacrylate par le recours aux méthodes statique et dynamique respectivement. Pour le mode de déformation en affaissement, on évalue la variabilité des réponses mécaniques ainsi que les duretés.

## IV.2. Résultats et commentaires

La méthode inverse en indentation consiste à analyser ses courbes caractéristiques pour en déduire les propriétés physiques et calculer par le biais des formules inscrites dans la méthodologie de caractérisation décrites dans le chapitre IV les propriétés nanomécaniques du matériau examiné.

## IV.3. Prédire le mode de déformation

L'évaluation du rapport  $h_f/h_m$  pour prédire le mode de déformation, des 48 points caractéristiques montrés sur la figure 1 représentent les valeurs des rapports obtenus à l'échelle du nano par l'analyse des courbes d'indentation résultantes, comme est montré sur la figure 1:



**Fig.IV.1** mode de déformation vs.la force d'indentation pour prédire le mode de déformation.

Le rapport caractéristique du matériau détermine le type de déformation :

- Rapport > 0,83 : formation d'un pile-up en surface
- Rapport < 0,83 : apparition d'un sink-in

Pour le PMMA, on observe une déformation de type sink-in. La méthode d'Oliver et Pharr[15] est alors utilisée pour analyser la déflection des faces de l'empreinte de dureté, selon l'équation (III.8).

#### **IV.4. Détermination de l'aire de l'empreinte**

La fonction d'aire pour le PMMA est définie par l'équation (IV.1) [13], où les coefficients  $C_n$  sont déterminés par ajustement aux moindres carrés à partir des essais CSM (Continuous Stiffness Measurement) :

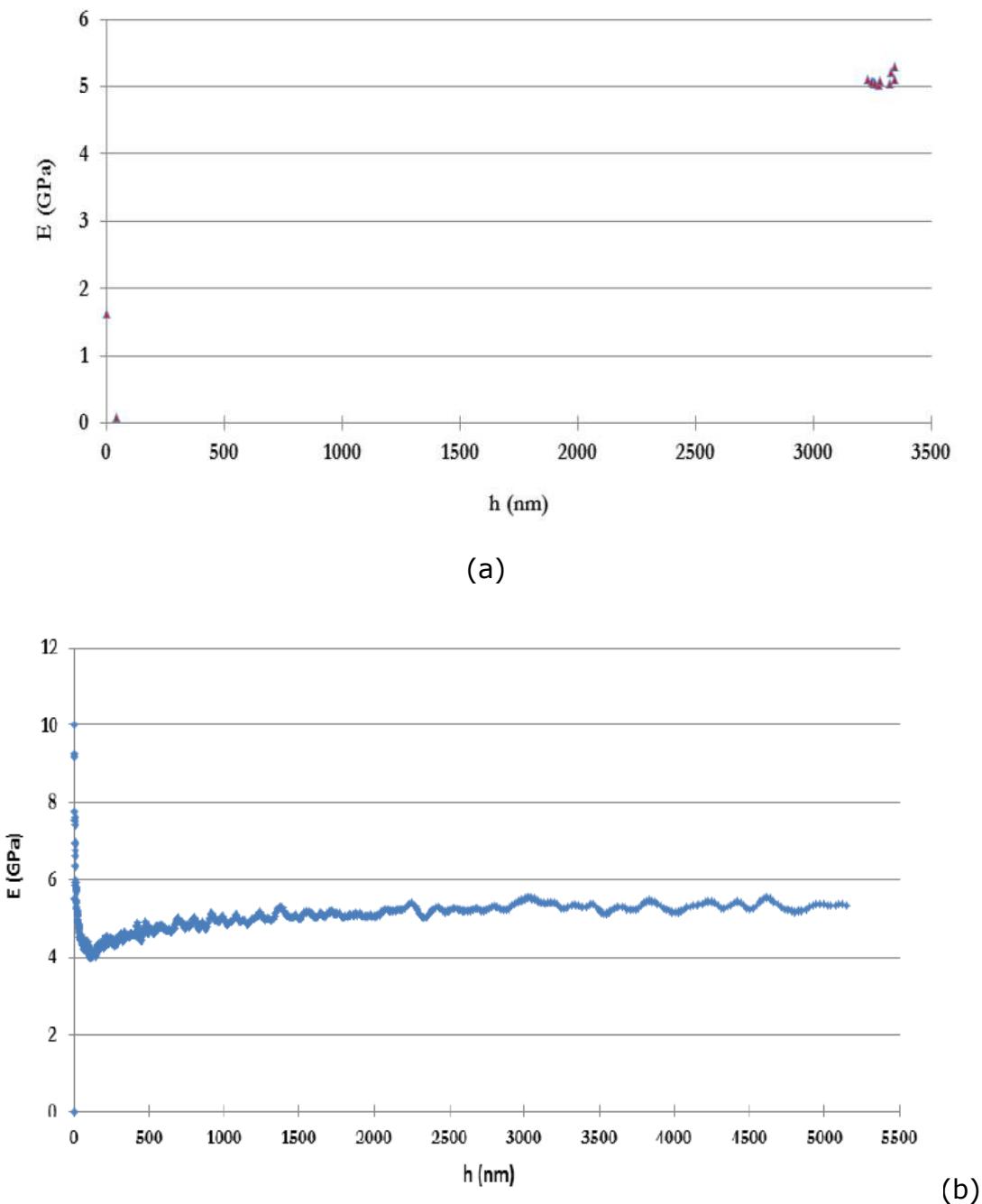
$$A_c = 24,4 \cdot h_c^2 + 974 \cdot h_c^{1/2} - 2390 \cdot h_c^{1/4} - 8950 \cdot h_c^{1/8} - 72,4 \cdot h_c^{1/16} + 438 \cdot h_c^{1/32} + 731 \cdot h_c^{1/64} + 888 \cdot h_c^{1/128} \quad (\text{IV.1})$$

#### **IV.5. Estimation des propriétés mécaniques**

L'exploitation de la nanoindentation conventionnelle par interpolation des résultats (a,b,c,d), (f,g,h,i). Afin de collecter la dureté et le module d'élasticité respectivement relatifs aux quatre gammes de chargements ultimes. A titre de comparaison, On trace également les graphiques représentants l'évolution de ces deux propriétés par l'exploitation de la méthode dynamique menu de M.R.C (e, j).

#### **IV.6. Evaluation du module d'élasticité en mode statique et dynamique**

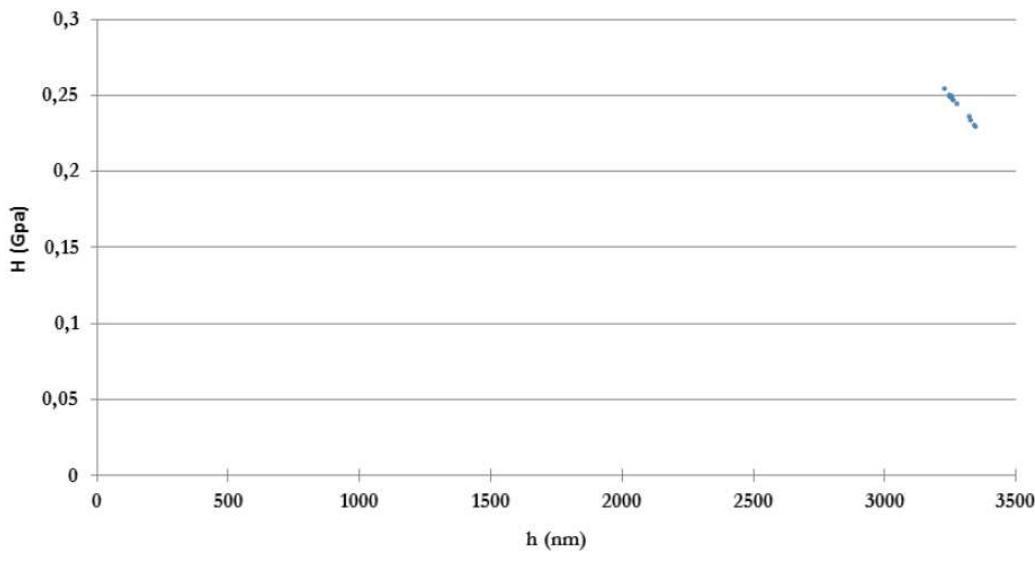
La représentation graphique indiquée sur la figure IV.2 reporte les mesures du module d'élasticité à des cascades de chargements en mode statique et celle indiquée sur la figure IV.3 indique l'évolution en continu du module par la méthode M.R.C.



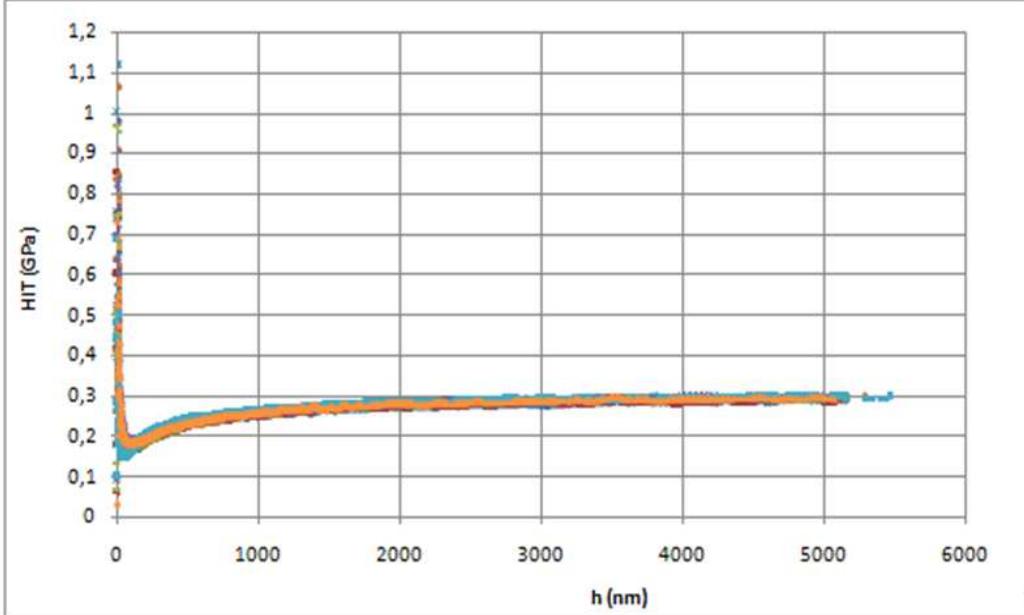
**Fig.IV.2.** Module d'élasticité vs. profondeur de pénétration: a) en mode statique b) en mode de MRC

#### IV.6.1. Evaluation de la dureté d'indentation en mode statique et dynamique

La figure IV.3 enregistre les mesures de dureté d'indentation à des chargements ultimes en mode statique et celle reportée sur la figure IV.4 indique l'évolution en continu de dureté par la méthode dite dynamique.



(c)

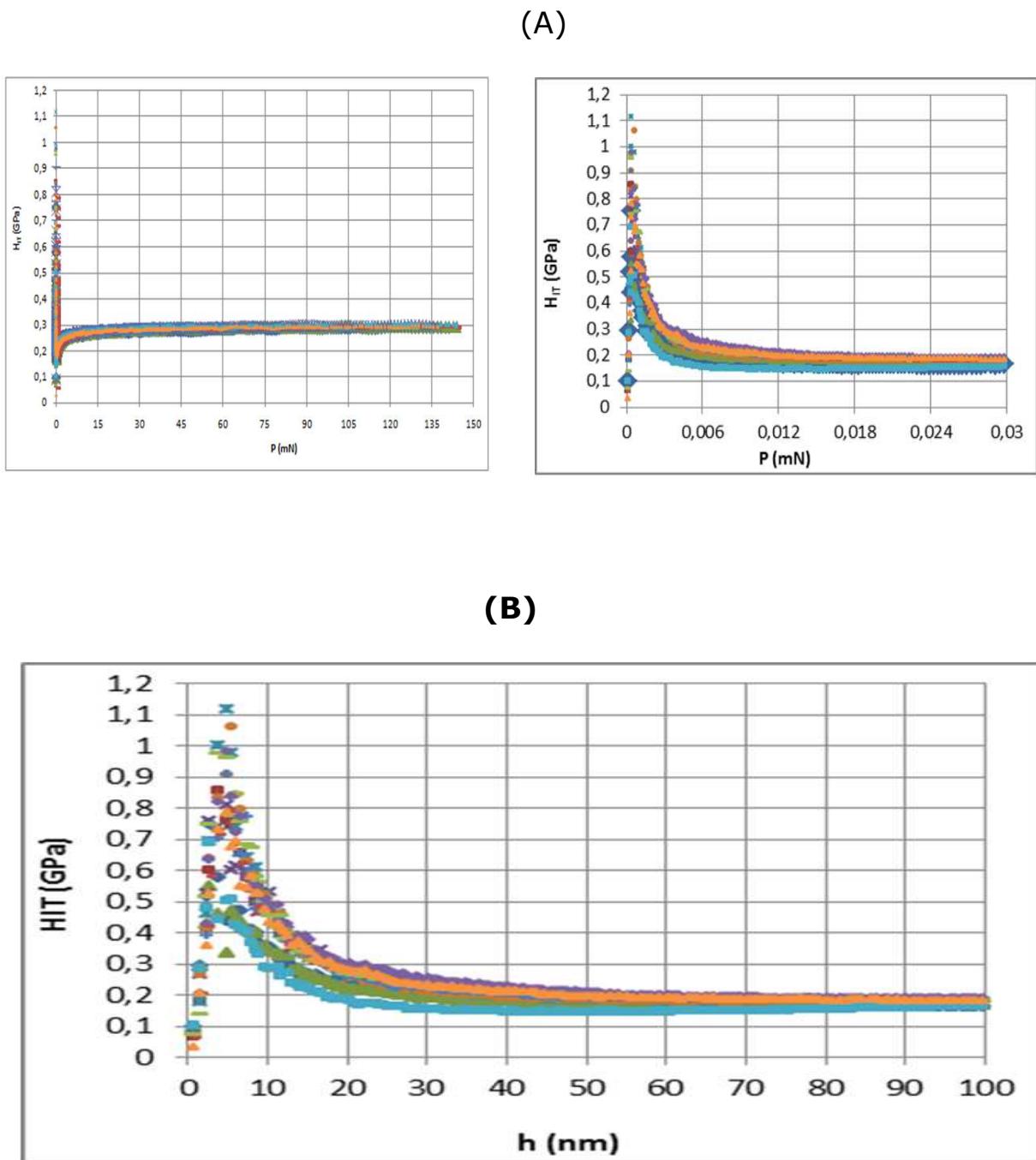


(d)

**Fig.IV.3.** Dureté de contact vs. profondeur de pénétration: c) en mode statique  
d) en mode de MRC

#### IV.7. Examen des profils de dureté d'indentation par MCR à des faibles forces et profondeurs d'indentation

Il est intéressant d'examiner l'évolution de dureté à des faibles valeurs de chargement d'indentation comme illustre la figure (A) et (B) à très basses pénétrations comme indiqué sur la figure IV.4 :



**Fig.IV.4.** Evolution de dureté à des faibles valeurs de chargement d'indentation (A) et à très basses pénétrations (B) par M.R.C.

#### IV.7.1. Traitement mathématique et statistique

Les résultats issus des tests d'indentation nécessitent l'analyse des courbes caractéristiques à chargements en cascade. En utilisant les outils mathématiques et statistiques pour l'estimation des propriétés mécaniques essentielles par le recours à la méthode inverse.

## IV.7.2. Estimation des propriétés nanomécaniques

Principalement, on détermine les caractéristiques mécaniques par deux méthodes distinctes. A fin d'apprécier la performance de l'approche appréhendée pour la caractérisation du matériau examiné en l'occurrence le P.M.M.A.

### a) Par la méthode Statique

Il s'agit d'une caractérisation ponctuelle à charges maximales progressives.

**Table. IV.1.** Résultats de caractérisation par la méthode statique

$P_{max}$ (mN)	50	100	250	650
$h_{max}$ (nm)	2100	3500	4700	7300
$E_{moy}$ (GPa)	5,095	5,068	5,056	5,079
$H_{moy}$ (GPa)	0,243	0,251	0,247	0,249

- Suite aux quatre gammes de charges d'indentation pour des pénétrations maximale entre [2000-7300] nm, on obtient une dureté moyenne de 0,247 GPa et un module de Young moyen estimé à 5,08 GPa. Du recours à la méthode statique découle la valeur majorée du module d'élasticité selon l'équation :

$$E_{IT} = (5,08 \pm 0,02) \text{ GPa à } 0,3\% \text{ près} \quad (\text{IV.2})$$

Et aussi l'estimation de la dureté d'indentation, comme l'indique l'équation :

$$H_{IT} = (0,247 \pm 0,003) \text{ GPa à } 1\% \text{ près} \quad (\text{IV.3})$$

**b) Par la méthode dynamique**

Il s'agit de caractérisation en continue à charges correspondantes aux profondeurs de contacts à chaque point caractéristique.

$$E_\epsilon \begin{cases} [6.3,10] \text{GPa si } h \in [0.8,11] \text{nm et } P_{\max} \in [0.0000983,0.00154] \text{mN} \\ [4.5,5.5] \text{GPa si } h \in [11,5146] \text{nm et } P_{\max} \in [0.00168,140.389] \text{mN} \end{cases}$$

$$H_\epsilon \begin{cases} [0.352,0.741] \text{GPa si } h \in [2.77,11] \text{nm et } P_{\max} \in [0.000427,0.00147] \text{mN} \\ [0.25,0.30] \text{GPa si } h \in [11,5146] \text{nm et } P_{\max} \in [0.00154,140.389] \text{mN} \end{cases}$$

- Suite à l'intégration du mode M.R.C, à la nanoindentation conventionnelle, on obtient une dureté moyenne de 0,2662 GPa et un module de Young estimé à 4,67 GPa (voir l'équation .....).

Il en découle la valeur majorée du module d'élasticité selon l'équation :

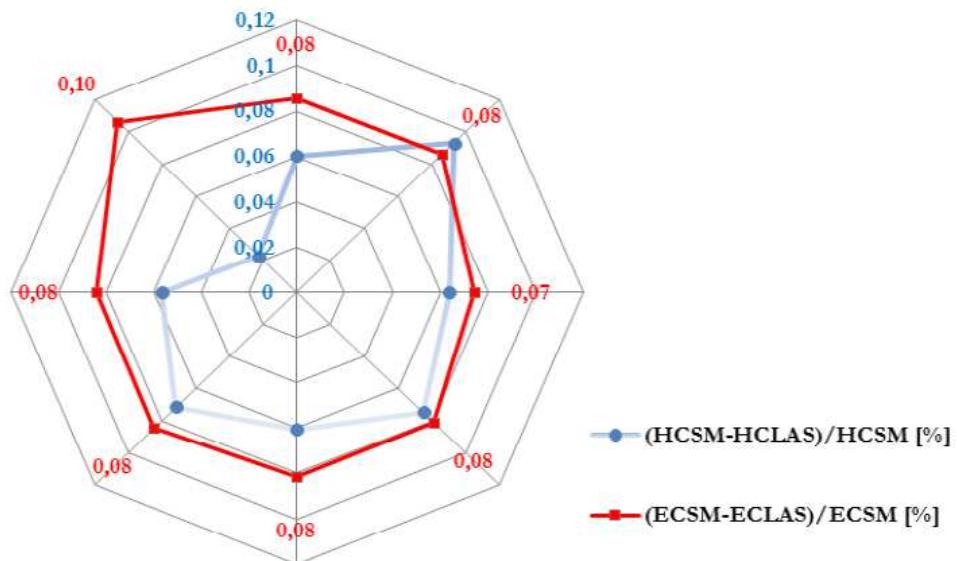
$$E_{IT} = (4,67 \pm 0,02) \text{ GPa à 0,4\% près} \quad (\text{IV.4})$$

Et aussi l'estimation de la dureté d'indentation, comme l'indique l'équation :

$$H_{IT} = (0,2662 \pm 0,0009) \text{ GPa à 0,3\% près} \quad (\text{IV.5})$$

#### **IV.7.3. Détermination de l'écart-type entre les deux méthodes**

Nous traitons les résultats obtenus par les deux méthodes en utilisant l'outil statistique dit écart-type pour estimer la précision de la tendance centrale par rapport à la moyenne de la dispersion des points caractéristiques.



**Fig.IV.5** Représentation graphique en Radar présentant: l'écart type des deux méthodes, estimant a) le module d'élasticité b) la dureté de contact

La confrontation des résultats consiste à déterminer l'écart entre les deux méthodes statique (MS) et dynamique (MD) comme le montre l'équation IV.6 et IV.7 de dureté et du module d'élasticité respectivement:

$$\Delta E\%_{(MS-MD)} = \frac{|E_{sup} - E_{inf}|}{E_{sup}} * 100 \quad (IV.6)$$

$$\Delta H\%_{(MS-MD)} = \frac{|H_{sup} - H_{inf}|}{H_{sup}} * 100 \quad (IV.7)$$

D'où,  $\Delta E\%_{(MS-MD)} = 8,46\%$  et  $\Delta H\%_{(MS-MD)} = 6,44\%$

On a tracé sur les Figs. IV.4 (a), (b) par M.R.C l'évolution du module de Young avec la profondeur et la charge. L'évolution du module enregistre une augmentation significative de E de (5,52 à 10) GPa pour h inférieure à 2,77nm et  $P_{max}$  inférieure à 0,00044mN. Eventuellement, cette augmentation du module d'Young avec la profondeur, dans la plage de faible profondeur, résulte d'un effet de vitesse de déformation comme l'indique la littérature [18]. Cette augmentation du module d'Young dans la plage de faible profondeur résulte d'une surestimation de la surface de contact, reflétant le fait que la qualité de la pointe en diamant n'est pas si

mauvaise, car le module de Young reste quasiment constant au-dessus de 20nm. Notons que ces résultats sont en accord avec les résultats obtenus [19] sur le PMMA. Puis une diminution de  $E$  jusqu'à 5,71 GPa pour  $h$  inférieure à 13,92 nm et  $P_{max}$  inférieure à 0,0021mN. Sachant que le module est une propriété intrinsèque du matériau et valide l'hypothèse faite que le module de Young est constant quelle que soit la charge appliquée [13]. Alors, cela nous conduit vers la piste qui suppose éventuellement que la complaisance du bâti est tributaire de la force appliquée, comme certains auteurs l'ont déjà constaté [20]. Le module de Young, propriété intrinsèque du matériau, reste constant quelle que soit la charge appliquée. Cette observation suggère que les variations constatées sont probablement liées à des erreurs expérimentales ou aux méthodes de calcul de la profondeur et de l'aire de contact. Certains auteurs ont déjà mis en évidence que la complaisance du bâti pourrait dépendre de la force appliquée, ce qui expliquerait ces écarts.

Cependant une convergence constatée de  $E$  vers une valeur moyenne constante pour  $h$  inférieure à 5200 nm et  $P_{max}$  inférieure à 146 mN.

L'évolution de la dureté enregistre une augmentation significative de  $H$  de (0,1 à 0,75) GPa pour  $h$  inférieure à 2,77nm et  $P_{max}$  inférieure à 0,00042mN [22]. Qui peut être expliqué par un écrouissage superficiel induit par la préparation de la surface du matériau (polissage mécanique brutal). On observe une diminution significative de  $H$  jusqu'à 0,34 GPa pour  $h$  inférieure à 9,71nm et  $P_{max}$  inférieure à 0,0013mN. L'effet de surface joue un rôle crucial pour des profondeurs de pénétration très faibles. Une profondeur critique de 9,71 nm marque un point de basculement où l'effet de surface domine la variation charge-pénétration. L'effet de taille d'indentation (ISE) induit une décroissance systématique de la dureté avec l'augmentation de la charge d'indentation. Cette

dynamique met en lumière la complexité des propriétés mécaniques aux échelles nanométriques, où les interactions de surface deviennent prédominantes.

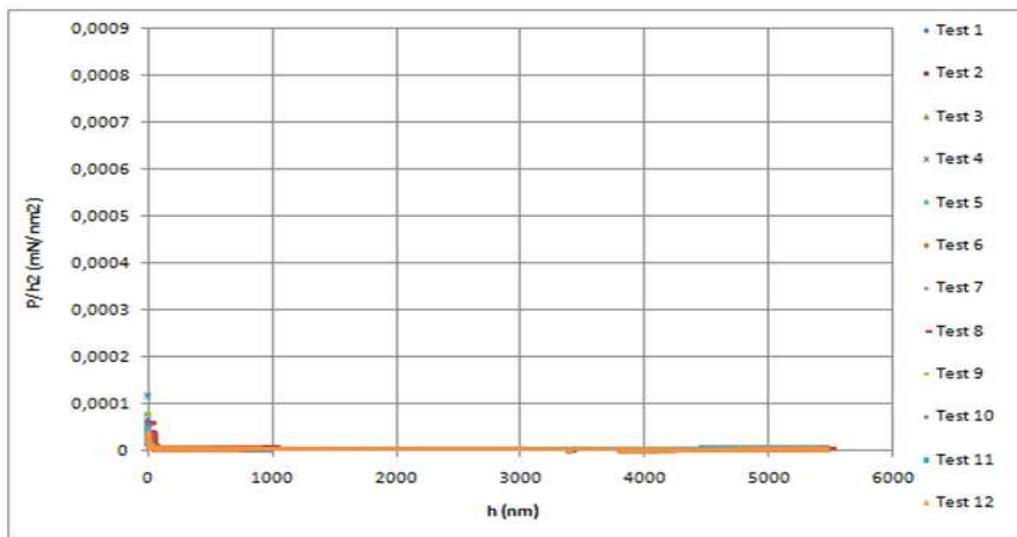
Cela confirme les travaux de Zhang et Xu [23]. Et d'autre part, à l'effet de la taille du contact qui est comparable à la taille des grains du matériau [24]. Cependant, les résultats obtenus montrent que  $H$  restent constants lorsque la profondeur d'indentation est inférieure à 5200 nm et  $P_{max}$  inférieure à 146mN. La théorie du Strain Gradient Plasticity (SGP) explique l'effet de taille par les dislocations géométriquement nécessaires pour accommoder la déformation plastique sous l'indenteur [25, 26].

On compare à présent les valeurs obtenues en mode dynamique à celles obtenues en mode statique et à celles issues de la littérature. L'estimation des incertitudes des valeurs du module de Young et de la dureté sont de l'ordre de 8,46 % et 6,44 % respectivement. Donc, on a tendance à négliger des écarts conséquents des évaluations des propriétés mécaniques mesurées et notamment une surestimation de 35 MPa en valeur du module d'élasticité et une sous-estimation de 1.23 MPa en dureté de contact. Ceci est susceptible d'affecter la précision escomptée à l'échelle nanométrique en indentation afin de déterminer les propriétés nanomécaniques du polymère étudié. Par conséquent, pour la pointe de Berkovich, on conclue que la surestimation est d'environ 5,23 % pour le PMMA à savoir (4670 contre 4426 MPa [18]).

À la suite de Briscoe et Sebastian [19], on peut interpréter ces résultats comme un effet de la haute pression hydrostatique existant sous le pénétrateur de Berkovich pour le PMMA.

#### IV.8. Expression de la réponse mécanique du PMMA

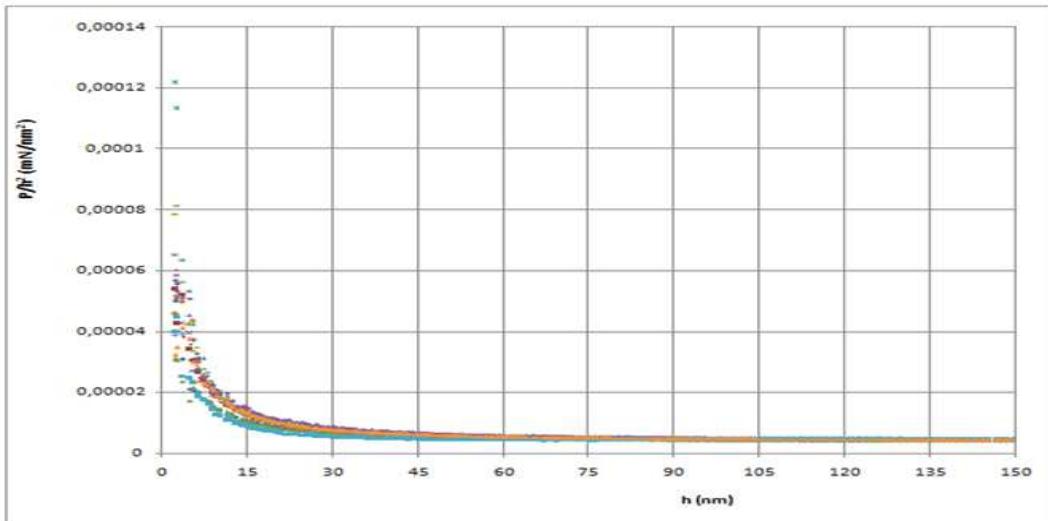
La réponse mécanique comme montré dans le chapitre précédent est exprimé sous la forme de chargement ultime sur le carré de la profondeur maximale de pénétration de la pointe dans la matrice du spécimen étudié.



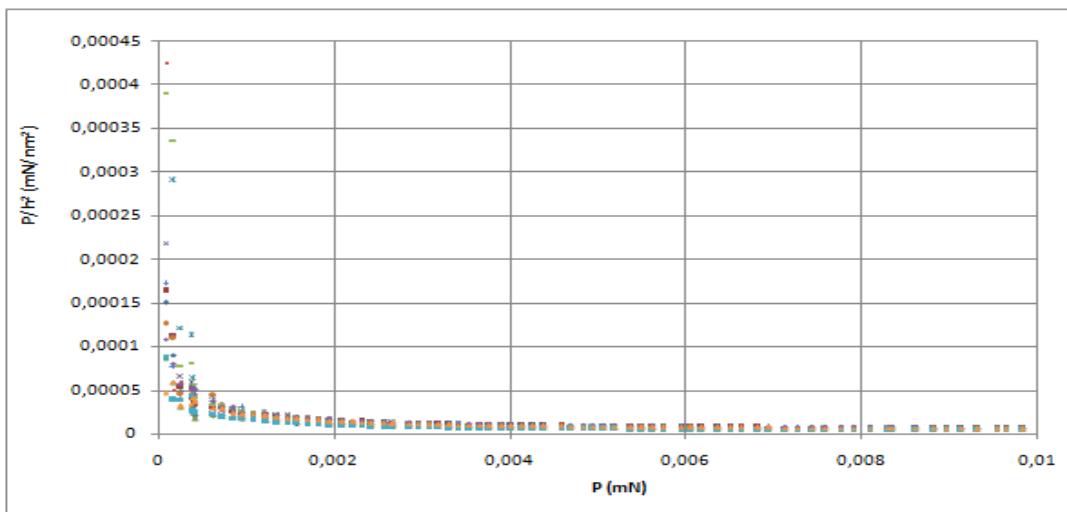
**Fig.IV.6** Variation de la réponse mécanique vs. profondeurs de pénétration.

L'étude de la variation de la réponse impose l'examen minutieux de cette variation à de faibles profondeurs (j) et de bas chargements (h), comme suit :

(j)



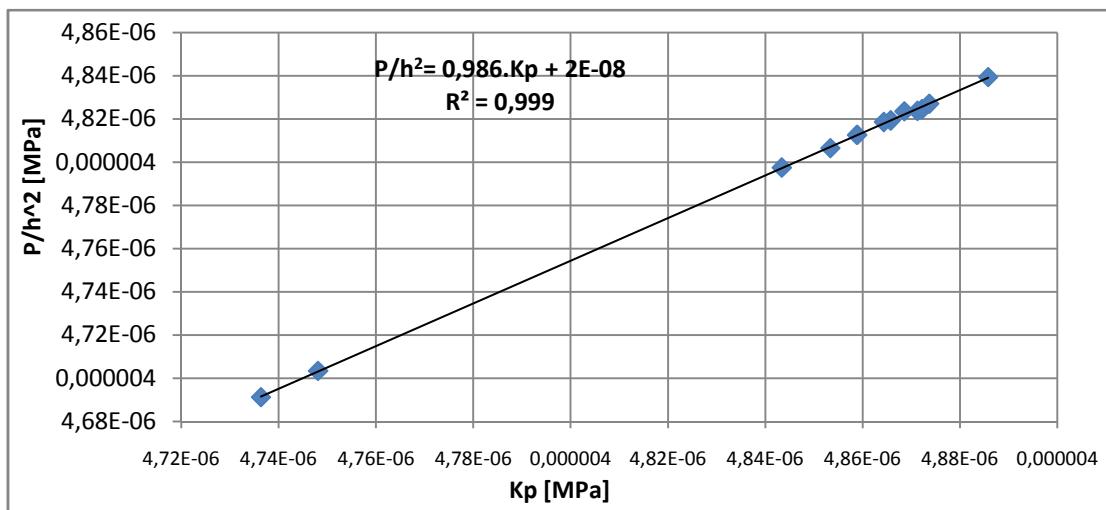
(h)



**Fig.IV.7** Evaluation de la réponse pour des très faibles valeurs de profondeurs (j) et de chargements (h).

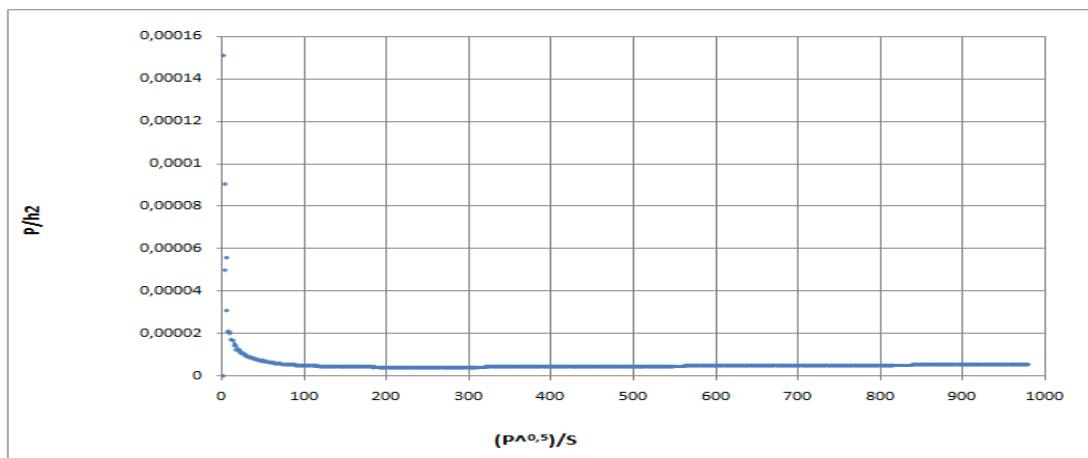
Selon l'équation III.27, la réponse ( $P/h^2$ ) en ordonnée de la figure IV.7 exprime les points caractéristiques relevés expérimentalement.

Tandis que le  $K_p$  en abscisse exprime la fonction analytique formulée en fonction de  $(H/E)^{1/2}$  dans l'équation III.27.



**Fig.IV.8.** Relation de  $(P/h^2)$  expérimentale vs. la réponse analytique

Comme on peut le constaté sur la figure IV.8, une collocation des points caractéristiques qui reflète une bonne corrélation entre ces deux paramètres avec un taux de reproductibilité de 99,90 %, étant en bon accord avec l'équation. (III.27). On tente à pousser la réflexion d'avantage a fin de mieux comprendre la variation de  $P/h^2$  expérimentale en fonction de  $K_p$  qui est exprimé à présent en fonction de  $P^{1/2}/S$  dit le critère de Joslin et Oliver (exprimé précédemment en fonction de  $(H/E)^{1/2}$ ).



**Fig.IV.9.** Représentation de l'évolution de  $P/h^2$  en fonction du critère de Joslin et Oliver

Expression de  $P/h^2$  en fonction du critère  $P^{0,5} \cdot S$  utilisé par Joslin et Oliver pour évaluer les propriétés mécaniques et utile pour déterminer la conformité du bâti de charge par indentation. De plus il ne dépend pas du mode de déformation sous indenteur que ce soit en pile-up ou en sink-in. Confirmation de la démonstration faite par ces auteurs sur la constance de leur critère avec la condition que  $E$  et  $H$  ne varient pas avec  $h$ . A l'exception des basses valeurs de profondeurs de pénétration en indentation. Ce qui apporte une critique au point de vue de l'auteur [Malzbender] qui considère que  $P/h^2$  est uniformément constant. D'après la représentation graphique (voir Fig. IV.9) on constate que le ratio  $P/S^2$  n'est pas constant pour des faibles valeurs de profondeurs et de forces d'indentation.

#### **IV.9. Conclusion**

- On a tendance à négliger les petites profondeurs pour des raisons d'imperfection des pointes des indenteurs (émoussées) par hypothèse avancée par les auteurs [Oliver et Pharr 2004]. Mais cela ne nous empêche pas à intégrer ces faibles pénétrations dans une formulation générale qui traite le phénomène d'évolution de la dureté le long du parcours étudié. A savoir que le segment des faibles valeurs de l'indenteur peut être révélateur d'indicateur pertinent dans l'analyse de la loi de comportement d'un biomatériau donné.
- Les modèles de Haisworth et Malzbender sont susceptibles d'exprimer l'évolution de  $P/h^2$  en fonction de (HIT, EIT) pour le mode sink-in.

- Cependant le modèle proposé est une tentative d'exprimer l'évolution de la réponse en fonction de ( $P_m$ ,  $S$ ) pour étudier éventuellement l'ISE et notamment au niveau du segment superficiel de l'épaisseur. Qui sera utile pour les composites et les revêtements.

**Références du chapitre IV:**

- [1] A. Kaddouri, B. Serier, K. Kaddouri, M. Belhouari, Experimental analysis of the physical degradation of polymers – the case of polymethyl methacrylate, *Frattura ed Integrità Strutturale* 53 (2020) 66–80. DOI: 10.3221/IGF-ESIS.53.06.
- [2] D. Ahmed, A. Benaoumeur, N. Belayachi, A. Talha, N. Benseddiq, Finite element modeling of the behavior of polymethyl-methacrylate (PMMA) during high pressure torsion process, *Frattura ed Integrità Strutturale* 52 (2020) 181–196. DOI: 10.3221/IGF-ESIS.52.15.
- [3] W. Wenhua, X. Zeyu, Y. Yuming, Y. Jun, L. Xiaodan, W. Huiqin, W. Shuang, X. Yufang, Y. Yunong, Aging behavior and lifetime prediction of PMMA under tensile stress and liquid scintillator conditions, *Advanced Industrial and Engineering Polymer Research* (2019). DOI: 10.1016/j.aiepr.2019.04.002.
- [4] Y. Bussi, S. Golan, C.G. Dosoretz, M.S. Eisen, Synthesis, characterization and performance of polystyrene/PMMA blend membranes for potential water treatment, *Desalination* 431 (2018) 35–46. DOI: 10.1016/j.desal.2017.12.024.
- [5] T.J.A.G. Münker, S.E.C.M. Van de Vijfeijken, C.S. Mulder, V. Vespasiano, A.G. Becking, C.J. Kleverlaan, et al., Effects of sterilization on the mechanical properties of poly(methyl methacrylate) based personalized medical devices, *Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials* 81 (2018) 168–172. DOI: 10.1016/j.jmbbm.2018.01.033.

- [6] J. Kowalonek, H. Kaczmarek, M. Kurzawa, Effect of UV-irradiation on fluorescence of poly(methyl methacrylate) films with photosensitive organic compounds, *Photochemistry and Photobiology A: Chemistry* 319–320 (2016) 18–24. DOI: 10.1016/j.jphotochem.2015.12.017.
- [7] H.C. Manjunatha, A study of gamma attenuation parameters in polymethyl methacrylate and Kapton, *Radiation Physics and Chemistry* 137 (2017) 254–259. DOI: 10.1016/j.radphyschem.2016.01.024.
- [8] Z.W. Zhong, Z.F. Wang, B.M.P. Zirajutheen, Chemical mechanical polishing of polycarbonate and polymethyl methacrylate substrates, *Microelectronic Engineering* 81 (2005) 117–124. DOI: 10.1016/j.mee.2005.04.005.
- [9] U. Ali, K.J.B.A. Karim, N.A. Buang, A review of the properties and applications of poly(methyl methacrylate) (PMMA), *Polymer Reviews* 55 (2015) 678–705. DOI: 10.1080/15583724.2015.1031377.
- [10] D. Tabor, *The Hardness of Metals*, Oxford University Press, 2000.
- [11] A.C. Fischer-Cripps, *Nanoindentation*, Springer-Verlag New York Inc., 2002.
- [12] G. Hochstetter, A. Jimenez, J.L. Loubet, *J. Macromol. Sci. Part B: Physics* 38 (1999) 681–692.

- [13] W.C. Oliver, G.M. Pharr, An improved technique for determining hardness and elastic-modulus using load and displacement sensing indentation experiments, *Journal of Materials Research* 7 (1992) 1564–1583.
- [14] J. Alcala, A.C. Barone, M. Anglada, *Acta Materialia* 49 (2001) 3451–3464.
- [15] W.C. Oliver, G.M. Pharr, Measurement of hardness and elastic modulus by instrumented indentation: advances and applications, *Journal of Materials Research* 19 (2004) 3–20.
- [16] J.L. Loubet, M. Bauer, A. Tonck, S. Bec, B. Gauthier-Manuel, Nano-indentation with a surface force apparatus, *NATO Advanced Study Institute Series E* (1993) 429–447.
- [17] W. Wei Hang, L. Libo, S. Jun, Y. Julong, A robust procedure of data analysis for micro/nano indentation, *Precision Engineering* 37 (2013) 408–413.
- [18] G. Hochstetter, A. Jimenez, J.P. Cano, E. Felder, An attempt to determine the true stress-strain curves of amorphous polymers by nanoindentation, *Tribology International* 36 (2003) 973–985.
- [19] B.J. Briscoe, K.S. Sebastian, The elastoplastic response of poly(methyl methacrylate) to indentation, *Proceedings of the Royal Society A* 452 (1996) 439–457.
- [20] M. Cabibbo, P. Ricci, R. Cecchini, Z. Rymuza, J. Sullivan, S. Dub, S. Cohen, *Micron* 43 (2012) 215–222.

[21] W.D. Nix, H. Gao, The strain gradient and size effects in crystal plasticity: implications for nanoindentation, *Journal of the Mechanics and Physics of Solids* 46 (1998) 411–425.

[22] S. Benaissa, S. Habibi, D. Semsoum, H. Merzouk, A. Mezough, B. Boutabout, A. Montagne, Exploitation of static and dynamic methods for the analysis of the mechanical nanoproperties of polymethyl methacrylate by indentation, *Fracture and Structural Integrity* 15(56) (2021) 46–55.

[23] A.A. Elmoustafa, D.S. Stone, Determination of constitutive behavior from indentation: analysis and inverse approaches, *Journal of the Mechanics and Physics of Solids* 51 (2003) 357–381.

[24] T.Y. Zhang, W.H. Xu, Surface effects on nanoindentation, *Journal of Materials Research* 17 (2002) 1715–1724.

[25] T.Y. Tsui, G.M. Pharr, Substrate effects on nanoindentation mechanical property measurement of soft films on hard substrates, *Journal of Materials Research* 14 (1999) 292–301.

[26] A.A. Elmoustafa, D.S. Stone, Determination of constitutive behavior from indentation: analysis and inverse approaches, *Journal of the Mechanics and Physics of Solids* 51 (2003) 357–381

# **CONCLUSION GÉNÉRALE**

## CONCLUSION GENERALE

- Concernant les essais d'indentation sur le PMMA, la méthode a montré l'existence d'un gradient de dureté en surface nommé Indentation Size Effect (ISE) observé aux très faibles enfoncements.
- La technique M.R.C. repose sur une mesure par référence extérieure dynamique, en évaluant la profondeur à partir de la surface de l'échantillon. Son principal atout réside dans l'analyse de la variation du déplacement plutôt que sa mesure directe. Cette approche permet de s'affranchir des contraintes de détection précise du contact et du calcul de la hauteur équivalente du défaut de pointe
- Expression de  $P/h^2$  en fonction du critère  $P^{0,5}.S$  utilisé par Joslin et Oliver pour évaluer les propriétés mécaniques est utile pour déterminer la conformité du bâti de charge par indentation. De plus il ne dépend pas du mode de déformation sous indenteur que ce soit en pile-up ou en sink-in. Confirmation de la démonstration faite par ces auteurs (Joslin et Oliver) sur la constance de leur critère avec la condition que E et H ne varient pas avec h. A l'exception des basses valeurs de profondeurs de pénétration en indentation. Ce qui apporte une critique au point de vue de l'auteur [Malzbender et al.] qui considère que  $P/h^2$  est uniformément constant. D'après ces investigations on constate que le ratio  $P/S^2$  n'est pas constant pour des faibles valeurs de profondeurs et de forces d'indentation.
- L'évaluation des propriétés mécaniques du PMMA a été effectuée par nanoindentation à l'échelle nanométrique. En utilisant la méthode d'Olivier et de Pharr, nous avons analysé son comportement pendant l'indentation et mesuré sa dureté et son module de Young. Les incertitudes de mesure sont de 8,46% pour le module d'élasticité et 6,44% pour la dureté d'indentation.
- La méthode dynamique M.R.C. offre une précision supérieure pour les très faibles chargements de notre polymère. Contrairement à la

## CONCLUSION GENERALE

technique classique, elle permet d'obtenir de manière fiable le module et la dureté à ces niveaux de charge, où les méthodes traditionnelles échouent.

- Le mode d'indentation M.R.C. révèle trois atouts essentiels pour la caractérisation mécanique des polymères. Sa haute précision métrologiques, associée à une technique de référence extérieure innovante, permet une optimisation significative de l'effort et du temps d'analyse, offrant ainsi une méthode d'investigation mécanique particulièrement performante et économique.