

Ministère de l'enseignement supérieur et de la recherche scientifique

Université Ahmed ZABANA de Relizane



Faculté des sciences et technologies
Département de génie mécanique

Intitulé du Polycopié de cours:

**Caractérisation des matériaux:
Mise en œuvre de méthodologie d'indentation
instrumentée**

Présenté par :

Docteur HABIBI Samir

Maitre de conférences de classe -A-

Enseignant-Chercheur à l'université de Relizane

Année: 2021/2022

Table des matières

<i>Préambule et Motivation de l'auteur</i>	6
<i>Introduction generale</i>	7
Première partie Caractérisation des matériaux	
I.1. Introduction	12
I.2. Recensement des types de caractérisation des matériaux	13
I.2.1. Caractérisation par essais non destructifs (CND).....	14
I.2.1.1. Caractériser par examen visuel (VT)	14
I.2.1.2. Caractériser par ressuage (PT)	14
I.2.1.3. Caractériser par ultrasons (UT)	14
I.2.2. Caractérisation par analyse physico-chimiques :	15
I.2.2.1. Métallographie	15
I.2.2.2. Radiocristallographie.....	16
I.2.2.3. La spectrométrie d'étincelage.....	17
I.2.2.4. Chromatographie.....	17
I.2.3. Caractérisation par l'analyse thermique :	18
I.2.3.1. Calorimètre différentiel à balayage	18
I.2.3.2. Thermogravimétrie	19
I.2.3.3. Thermomécanique	20
I.2.4. Caractérisation par électro - magnétique:.....	20
I.2.4.1. Types de caractérisation qui utilise un rayonnement incident électromagnétique	21
I.2.4.1.1. Spectroscopie Infrarouge (par Infrarouge IR).....	21
I.2.4.1.2. Le balayage par Laser	22
I.2.4.1.3. Diffusion des rayons X.....	22
I.2.4.1.4. Spectrométrie d'absorption des rayons X	23
I.3.5. Types de caractérisation qui exploite un rayonnement particulière :.....	23

I.3.5.1. Microscopie électronique à transmission	23
I.2.5.2. Microscopie électronique à balayage :.....	24
I.2.5.3. Caractérisation par sonde ionique focalisée:	25
I.2.6. Caractérisation mécanique	26
I.2.6.1. Essai de traction	26
I.2.6.2. Essai Hopkinson	30
I.2.6.3. Essai de Fluage	32
I.2.6.4. Essai de dureté	35
I.2.6.5. Essai de résilience	36
I.2.6.6. Essai de fatigue	37
I.2.6.7. Analyse mécanique dynamique (DMA)	40
I.2.7. Conclusion.....	40

Deuxième partie Nanoindentation: Etat de l'art et Méthodologie de mise en œuvre

A/ Etat de l'art.....	42
II.1. Introduction.....	43
II.2. Principe de similarité géométrique.....	43
II.3. Historique de la mesure de la dureté et premiers essais d'indentation	44
II.4. De l'essai d'indentation à la nano-indentation instrumentée.....	48
II.5. Caractérisation mécanique des matériaux métalliques par nanoindentation	49
II.6. Mesures obtenues par nano-indentation.....	50
II.7. Expression des propriétés mécaniques mesurées par nano indentation	52
II.7.1. Expression de la dureté	52
II.7.2. Expression du module d'élasticité	54
II.7.3. Détermination de la raideur de contact et de de l'aire de contact projetée.....	55
II.7.3.1. Détermination de la raideur de contact.....	55

II.7.3.1.1. Méthode statique	56
II.7.3.1.2. Méthode CSM (Continuous Stiffness Measurement)	58
II.7.3.2. Calcul de l'aire de contact projetée	59
II.7.3.2.1. Approche d'Oliver et Pharr	60
II.7.3.2.2. Approche de Loubet	62
II.8. Prise en compte des erreurs systématiques	65
B/ Mise en œuvre de la méthodologie de caractérisation par indentation.....	74
II.9.1. L'analyse des courbes d'indentation	74
II.9.2. Le calcul du module d'élasticité réduit et la dureté instrumentée	76
II.9.3. Détermination de l'aire de contact projetée pour les trois échelles (macro- micro-nano).....	77
II.9.4. Les corrections imposées par l'influence de l'instrument et la pointe émoussée	80
II.9.5.1. Correction due à l'influence de la complaisance de l'instrument.....	82
II.9.5.2. Correction imposée par l'influence du défaut de pointe de l'indenteur sur l'aire de contact.....	90
II.10. Conclusion	96
Conclusion général	97
Références	98

PREAMBULE ET MOTIVATION DE L'AUTEUR

L'intitulé de ce cours « Caractérisation des matériaux » a fait l'objet de modules que j'ai enseignés aux étudiants de licence et de master. Comme il a figuré aussi comme partie substantielle dans plusieurs modules que j'ai enseignés dans les trois paliers du L.M.D durant mon parcours universitaire. Le caractère pluridisciplinaire de ce module et/ou chapitre attribue une priorité primordiale à son intégration dans les différents programmes et parcours pédagogiques vu qu'il est indispensable à la formation de base de l'étudiant universitaire en L.M.D.

Vu l'avantage de l'indentation instrumentée et son large exploitation qui deviennent de plus en plus répandue dans les universités, les laboratoires et dans l'industrie depuis une vingtaine d'années.

Nous avons choisis de répondre à beaucoup d'interrogations et de problématiques qui suscitent l'intérêt et la curiosité intellectuelle de nos étudiants et doctorants des trois paliers académiques à savoir la licence, le master et le doctorat. Ainsi que nos collègues dans les centres de recherches et l'industrie qui appréhendent une attention particulière à la technique et à la méthodologie d'indentation instrumentée multi-échelles.

Ses modalités d'exploitation dans le domaine de la caractérisation et le développement des matériaux et notamment les composites, revêtus, couches minces, la maintenance industrielle des installations stratégiques et sensibles qui nécessitent des essais non destructifs sur des spécimens en miniature représentent le point fort de cette technique novatrice.

Le présent manuscrit est destiné à la présentation de méthodologie d'indentation aux lecteurs a fin de leurs offrir les mesures d'accompagnements pour l'exploitation d'un outil de caractérisation différent à la traction, appréhender son cheminement méthodologique avec plus d'aisance, exploiter ses potentielles ressources des résultats, ainsi que l'apprentissage de méthode d'analyse et d'interprétation des courbes caractéristiques par indentation instrumentée.

La méthodologie mise en œuvre en deuxième partie est la résultante de plusieurs stages de perfectionnement à l'étranger ainsi que la participation aux nombreuses manifestations scientifiques nationales et internationales sur les domaines d'application de l'indentation et les conditions de sa mise en œuvre.

Ce manuscrit est dédié à nos étudiants des trois paliers L.M.D. Espérant que leurs sera utile pour la réalisation de leurs projets de fins d'études dans les trois cycles de formation académique.

Introduction générale

La caractérisation des matériaux constitue un segment prépondérant de la filière des sciences et technologies qui se focalise sur le choix des matériaux pour une application industrielle donnée. Donc exige une connaissance et une maîtrise de leurs différentes propriétés extraites à partir de différentes techniques de caractérisation selon le champ d'intervention. Et souvent la caractérisation des matériaux est dite complète car elle fait intervenir dans le domaine de la recherche et développement des essais de caractérisation de type pluridisciplinaire. Afin d'établir une fiche technique générique des propriétés physico-chimiques, électromagnétiques, mécaniques,...etc. du matériau qui fait l'objet d'une caractérisation complète.

Il est indispensable pour étudier et appréhender un matériau de procéder par sa caractérisation complète, afin d'en analyser ses différentes propriétés à l'aide des techniques de caractérisation appropriées aux matériaux. Soit, destructives, c'est-à-dire qui endommagent le matériau. Soit, non destructives, qui n'endommagent pas le matériau comme la technique d'indentation instrumentée répertoriée dans le type de caractérisation mécanique et qui fait l'objet d'étude dans le présent manuscrit de cours.

La caractérisation mécanique usuelle est indispensable pour les calculs de structures et de dimensionnement des pièces mécaniques en vue de prédire leur aptitude de résistances aux différentes sollicitations mécaniques imposées en service. On s'y adresse, donc, à décrire les techniques expérimentales associées permettant la caractérisation mécanique des matériaux: soient leur résistance à la déformation évaluée par les essais de traction et/ou les essais d'indentation instrumentée ainsi que leur résistance au choc mécanique évalué par un essai de résilience. Pour cela, on recourt à un certain nombre d'essais normalisés. Ces derniers, permettent de déterminer les grandeurs physiques caractérisant le comportement mécanique des matériaux testés.

Depuis les travaux de Tabor [1], il est communément admis qu'il existe une relation entre l'essai d'indentation et un essai de caractérisation mécanique uniaxial de type traction, compression ou cisaillement. Pourtant, cette relation si pratique est loin d'être évidente. En effet, contrairement à l'essai de traction, l'essai de dureté est triaxial.

Comment peut-on alors aussi simplement réduire cet essai de manière à retrouver les résultats d'un essai de traction? Hill [2] et Tabor [1] expliquent que dans le cadre de l'indentation de solides élastoplastiques homogènes, il existe des

géométries d'indenteurs permettant de respecter le principe de similarité géométrique. Celui-ci s'énonce :

Quelle que soit la valeur de la pénétration de l'indenteur, les champs de contraintes et de déformations sont géométriquement similaires. Il est nécessaire que les conditions aux limites en chargement satisfassent la condition de similarité géométrique.

Concernant les métaux, la technique d'indentation a connu une grande évolution technologique depuis le premier essai de dureté reconnu est celui inventé par Brinell au début du 20^{ème} siècle [3] permettant de définir la notion de dureté, jusqu'à aujourd'hui où la technique d'indentation nous permet de déterminer, à l'échelle du nanomètre les propriétés élastiques et plastiques des matériaux [4-7]. A partir des années 80, l'indentation instrumentée apparaît et conduit à l'essor de ces techniques de caractérisation mécanique des surfaces [8-12].

En raison de son atout de mise en œuvre et de sa nature non destructive, l'essai expérimental d'indentation est parfaitement adapté. Il permet la mesure des propriétés mécaniques des matériaux en surface, de l'échelle du micromètre à celle du nanomètre [13-14].

Les propriétés mécaniques les plus couramment mesurées sont le module d'Young et la dureté du matériau. Pour identifier ces propriétés, il est impérativement exigé de déterminer avec précision l'aire de contact entre l'indent et le spécimen, celle-ci étant reliée à la pénétration de l'indent dans la matrice du spécimen mesuré pendant l'essai de microindentation. Toutefois, la relation entre la pénétration de l'indent et l'aire de contact projetée n'est pas seulement une expression géométrique mais de nombreuses sources d'erreurs sont susceptibles d'influencer la précision des résultats telles que la détection du contact, le défaut de l'indent, la dérive thermique, les modes d'écoulements sous indenteurs (burrelet plastique ou affaissement), et notamment pour les petites pénétrations de la pointe [5-8].

En général, les essais conventionnels de dureté se basent sur l'application d'une force statique simple avec un temps de maintien à la force ultime, par l'exploitation d'une pointe à indentée avec une géométrie définie. Après avoir enfoncé le bout de la pointe dans le spécimen, nous estimons l'aire de l'empreinte résiduelle après le déchargement. Ce type d'essai demeure aveugle dans la mesure où l'analyse est effectuée après suppression de la charge. Paradoxalement, à l'indentation instrumentée dans laquelle le chargement est appliqué progressivement d'une manière continue tandis que l'appréciation de la profondeur se fait continuellement.

Vu l'atout de l'indentation instrumentée et son large domaine d'exploitation qui devient de plus en plus répandu dans les universités et les laboratoires de recherche. Nous nous sommes préoccupés par un certains nombres de questionnements soulevés qui suscitent l'intérêt scientifique de nos étudiants et doctorants des trois paliers académiques à savoir la licence, le master et le doctorat. Ainsi que nos collègues dans les centres de recherches et de l'industrie qui apprêtent une attention particulière à la technique et la méthodologie d'indentation instrumentée multi-échelles et ses modalités d'exploitation dans le domaine de la caractérisation et le développement des matériaux métalliques et notamment dans les installations stratégiques et sensibles qui nécessitent la maintenance industrielle (essais non destructifs sur des spécimens en miniature).

La problématique

➤ Le choix des matériaux pour une application industrielle donnée exige une connaissance et une maîtrise de ses caractéristiques mécaniques à l'aide de mise en œuvre d'essais normalisés. La problématique de caractérisation multi-échelles suscite l'intérêt scientifique et la curiosité intellectuelle de nombreux auteurs et de plusieurs chercheurs. Cette caractérisation exige une connaissance approfondie de l'essai d'indentation qui est susceptible d'explorer les propriétés micromécaniques voir nanomécaniques des matériaux tels que la dureté instrumentée et le module d'élasticité. Les investigations menées sur les méthodes utilisées en indentation ont fait l'objet de confrontation des auteurs sur leurs domaines d'application et notamment en passage d'échelles.

Les hypothèses

➤ Lorsqu'on entame des essais d'indentation, il devient difficile, pour des raisons d'échelle, d'accéder directement à des paramètres clés. On ne peut en fait accéder directement qu'à trois paramètres expérimentaux. Deux d'entre eux sont évidents : il s'agit de la force d'indentation appliquée P et de la pénétration h . La troisième est la raideur du contact S . Ce sont ces trois grandeurs observables escomptées par le dispositif de microindentation instrumentée.

➤ Il est possible de déterminer le module réduit du matériau à partir de la courbe charge/déplacement, à condition que celui-ci reste élastique. Ce dernier point constitue une limitation conséquente à l'application expérimentale de la méthode d'Oliver et Pharr.

➤ Pour obtenir la pénétration à partir des données de déplacement, il faut pouvoir déterminer la position initiale de la surface de l'échantillon, de façon à pouvoir obtenir une courbe d'indentation exploitable. Pour ce faire, on fixe un seuil en raideur de contact qui, lorsqu'il est dépassé, indique que la pointe a atteint la surface de l'échantillon.

Les objectifs du présent cours en line

Le présent support documentaire a pour objectif d'étudier la variabilité des propriétés mécaniques sur la dureté de contact. A travers une modélisation mathématique et un traitement statistique on tente de cerner les variables agissants sur le concept de dureté afin d'optimiser les modalités de son calcul à l'échelle de microindentation. En analysant les facteurs clés qui régissent l'exploitation de l'indentation instrumentée, comme suit :

- Etat de l'art de l'indentation à travers une synthèse bibliographique,
- Décrire le protocole expérimental d'indentation instrumentée,
- Mise en œuvre de méthodologie pour explorer les micro-nanopropriétés mécanique,

- Analyse de la courbe caractéristique d'indentation charge-déplacement afin de déterminer les paramètres clés de cette caractérisation :
 - la profondeur de contact, h_c ,
 - la rigidité de contact, R,
 - les propriétés mécaniques du matériau examiné, et notamment le module de Young et la dureté de contact instrumentée,

- Etude de l'effet paramétrique sur le concept de dureté d'indentation, comme suit :
 - Impact des niveaux de chargements par indentation sur la dureté de contact, à savoir l'effet de taille en indentation (ISE)
 - Relation entre les profondeurs d'indentation et la dureté instrumentée du matériau étudié,
 - Défaut de pointe de l'indenteur, résultant de l'émoussement de la pointe, en particulier les indents pyramidaux tels que la géométrie Vickers et Berkovich.
 - Effet du type de mode de déformation sous indenteur, tels que le bourrelet et l'affaissement sur l'estimation de la profondeur de contact et son effet sur la précision des aires de contacts et leurs impact sur le module d'élasticité réduit et la dureté d'Oliver et Pharr.

La structuration et l'organisation de la recherche

Le présent travail de recherche est scindé en deux parties;

- La première partie est réservée au recensement des méthodes de caractérisation complètes qualifiées de *pluridisciplinaires* pour l'examen des matériaux métalliques massifs. La catégorie de caractérisation mécanique est prépondérante dans la mesure où elle permet d'extraire la courbe rationnelle du matériau et sa loi de comportement. Dont l'indentation instrumentée est une technique appartenant à cette catégorie de caractérisation.

➤ La seconde partie traite l'état de l'art de la nanoindentation en abordant l'historique de la mesure de la dureté et premiers essais d'indentation à savoir le passage qualitatif de l'essai d'indentation à la nano-indentation instrumentée. Cette technique non destructive élaborée sur un volume de matière en miniature permet la détermination des expressions des propriétés mécaniques tels que l'expression de dureté, le module d'élasticité, la raideur de contact (méthode statique, méthode CSM (Continuous Stiffness Measurement) et l'aire de contact projetée (approche d'Oliver et Pharr et celle de Loubet). En fin une méthodologie basée sur l'indentation instrumentée est mise en œuvre pour faciliter aux étudiants l'exploitation de cette technique à fin d'améliorer la compréhension des matériaux et s'inscrire dans la tendance internationale qui vise le développement de la performance de cette instrument de caractérisation.

Première partie

Caractérisation des matériaux

I.1. Introduction

- La première partie est réservée au recensement des méthodes de caractérisation complètes qualifiées de *pluridisciplinaires* pour l'examen des matériaux métalliques massifs. Pour cela, on recourt à un certain nombre d'essais normalisés. Ces derniers, permettent de déterminer les grandeurs physiques caractérisant le comportement mécanique des matériaux testés.
- La catégorie de caractérisation mécanique est prépondérante dans la mesure où elle permet d'extraire la courbe rationnelle du matériau et sa loi de comportement. Dont l'indentation instrumentée est une technique appartenant à cette catégorie de caractérisation.

I.2. Recensement des types de caractérisation des matériaux

Les techniques de caractérisation des propriétés des matériaux sont recensées selon la typologie du domaine et le champ d'intervention de celui qui caractérise le matériau:

- Caractérisation par essais non destructifs.
- Caractérisation par analyse physico-chimique.
- Caractérisation par analyse thermique.
- Caractérisation par électromagnétique.
- Caractérisation par essais mécaniques (par indentation).

Ces techniques de caractérisation tirent profits de la science des matériaux et contribuent à son développement.

I.2.1. Caractérisation par essais non destructifs (CND)

Qui permettent de caractériser l'état d'intégrité des matériaux, sans les dégrader et sans déformer le spécimen. Ce qui peut être bénéfique dans le sens d'un contrôle qualité, les principaux types issus de cette méthode sont :

I.2.1.1. Caractériser par examen visuel (VT)

La caractérisation visuelle est une technique importante lorsqu'il s'agit du contrôle non destructif. L'apparence extérieure d'une pièce peut donner des informations pertinentes sur l'état de cette pièce: des défauts évidents (comme fissures ouvertes, des cassures, de l'usure, de la corrosion). Un contrôle visuel doit être appliqué dans des conditions favorables pour refléter une appréciation satisfaisante.

I.2.1.2. Caractériser par ressuage (PT)

Cette méthode consiste à révéler l'éventualité de discontinuités ouvertes en surface de pièces métalliques, et notamment en céramique. Elle est destinée à badigeonner l'objectif avec un liquide fluorescent ou coloré en rouge, qui pénètre dans les discontinuités. Après nettoyage de l'objectif, un révélateur est effectué et, en faisant « ressuer » le liquide résiduel dans les fissures, va les révéler [15]. Cette méthode est facile à appliquer et elle est sensible éventuellement aux discontinuités ouvertes.

I.2.1.3. Caractériser par ultrasons (UT)

La caractérisation par ultrasons se focalise sur la transmission, la réflexion et l'absorption d'une onde ultrasonore se propageant dans la pièce à contrôler. Le train d'onde émis se réfléchit sur les défauts puis revient vers le traducteur (qui joue souvent le rôle d'émetteur et de récepteur). L'interprétation des signaux permet de positionner le défaut et de définir ses dimensions relatives. Cette méthode présente une résolution spatiale élevée et la possibilité d'identifier les défauts autant sur le volume de la matière qu'en surface. L'étape d'inversion est simple, concernant des géométries des pièces simples. Cette méthode consiste à

mettre en œuvre un balayage mécanique exhaustif de la pièce. Il est obligé de contrôler plusieurs surfaces de la pièce afin de mettre en place une représentation spatiale des défauts, (Fig. 1).



Fig. 1. Dispositif de contrôle par ultrasons [16]

I.2.2. Caractérisation par analyse physico-chimiques

I.2.2.1. Métallographie

A l'aide de l'observation par un microscope optique on identifie la typologie de la structure d'un métal afin de désigner la métallographie. D'après le cas d'étude on examine :

- La taille et la forme des cristallites (ou grains).
- La répartition des phases.
- La direction des lignes de glissement, dans le cas d'un spécimen déformé.

L'observation simple d'un objet métallique ne donne pas de renseignement particulier hormis l'état de surface (aspérités, fissures).

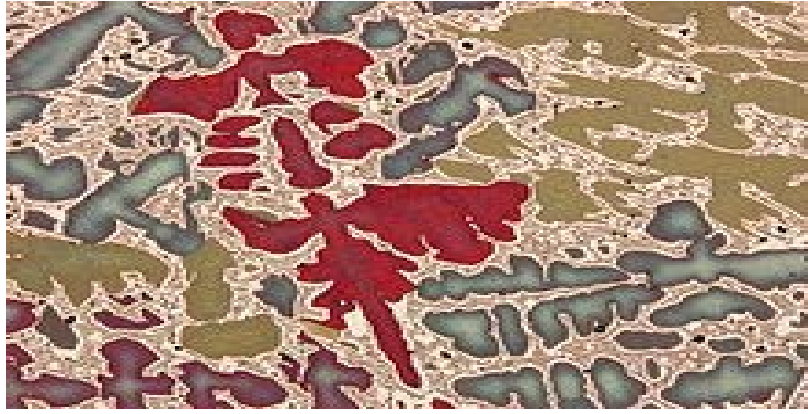


Fig. 2. Métallographie d'un bronze avec une structure dendritique [17]

I.2.2.2. Radiocristallographie

La cristallographie aux rayons X, radiocristallographie ou diffractométrie de rayons X (**DRX**, on utilise aussi souvent l'abréviation anglaise **XRD** pour X-ray diffraction) est une technique d'analyse basée sur la diffraction des rayons X par la matière, notamment lorsque celle-ci est cristalline.

La diffraction des rayons X est une diffusion élastique, c'est-à-dire sans perte d'énergie des photons (longueurs d'onde invariables), qui donne lieu à des interférences d'autant plus marquées que la matière est ordonnée. Pour les matériaux non cristallins, on parle de diffusion. Cette méthode utilise un faisceau de rayons X qui, rencontrant un cristal, est renvoyé dans des directions spécifiques déterminées par la longueur d'onde des rayons X et par les dimensions et l'orientation du réseau cristallin.

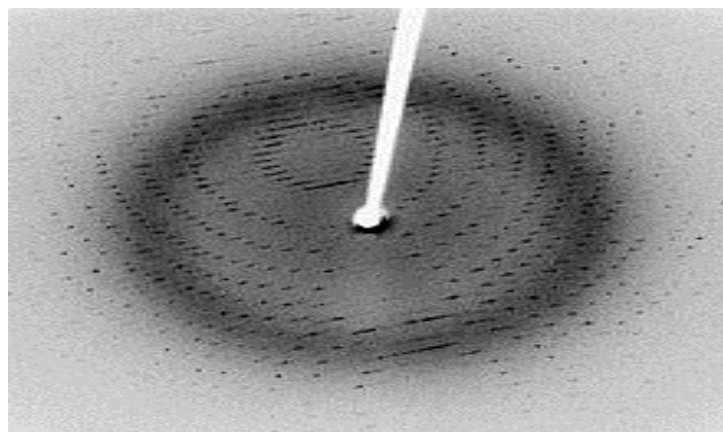


Fig. 3. Diffraction de la protéase virale 3CLpro cristallisée [18]

I.2.2.3. La spectrométrie d'étincelage

La spectrométrie d'étincelage est une modalité d'appréciation exploitée qui a pour objectif de cerner la composition chimique d'un métal. Une étincelle se fait entre l'échantillon et l'électrode de tungstène, ce qui chauffe à une température élevée les atomes qui le composent. Les atomes excités émettent ainsi de la lumière à une longueur d'onde caractéristique. Cette lumière est ensuite examinée [19].

I.2.2.4. Chromatographie

La chromatographie est une méthode physico-chimique qui sert à séparer les différentes substances présentes dans un mélange (échantillon en phase homogène liquide ou gazeuse) Collecteur de fractions et d'échantillons automatiques pour la chromatographie.

L'appareil utilisé pour effectuer certaines chromatographies se nomme chromatographe. Le diagramme résultant par chromatographie est appelé chromatogramme. Lorsqu'on utilise un chromatographe et un logiciel de chromatographie, le chromatogramme prend généralement la forme d'un graphique qui traduit la variation d'un paramètre relié à la concentration du soluté en sortie de colonne, en fonction du temps (ou du volume) d'élution.



Fig. 4. Collecteur de fractions et de spécimens automatiques pour la chromatographie [20]

I.2.3. Caractérisation par l'analyse thermique

Elle est tributaire des types suivants :

I.2.3.1. Calorimètre différentiel à balayage

La calorimétrie différentielle à balayage (DSC) désigne la technique d'analyse thermique. Elle apprécie les différences des échanges de chaleur entre un spécimen à examiner et une référence. Elle vise à déterminer les transitions de phase :

- La température de transition vitreuse (T_g) des polymères, des verres métalliques et des liquides ioniques.
- Les températures de fusion et de cristallisation.
- Les enthalpies de réaction, pour connaître les taux de réticulation de certains polymères.

Les analyses sont réalisées sous balayage d'un gaz inerte (par exemple, l'azote ou l'argon) pour éviter toute réaction du matériau à étudier avec l'atmosphère du four.

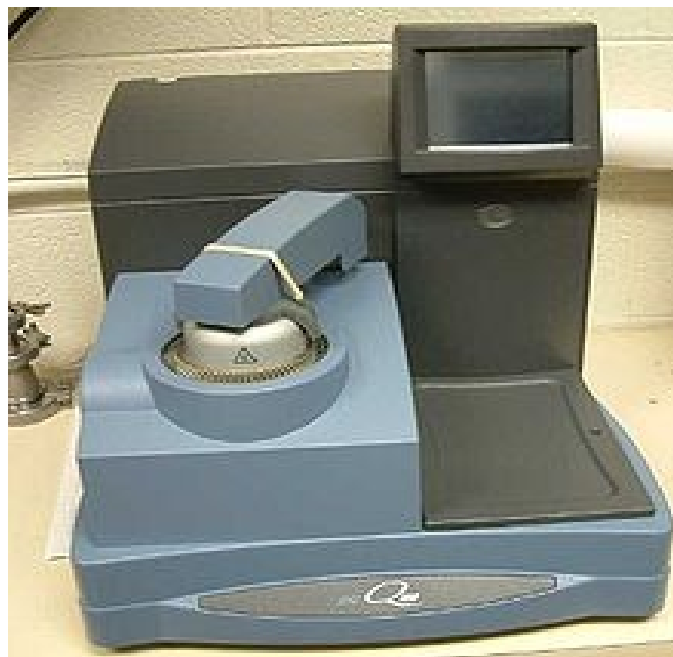


Fig. 5. Un calorimètre différentiel à balayage [21]

I.2.3.2. Thermogravimétrie

La thermogravimétrie (ATG), est une technique d'analyse et caractérisation des matériaux thermiquement qui sert à mesurer la variation de masse d'un spécimen en fonction du temps, pour une température ou un profil de température donné [22].

Ce type d'analyse suppose une bonne précision pour les trois mesures : masse, température et variation de température. Comme les courbes de variations de masse sont souvent similaires, il faut souvent procéder à des traitements des représentations graphiques pour faciliter leurs interprétations. La dérivée de ces courbes montre à quels points ces variations représentent des pics.

L'ATG est exploité dans les investigations scientifiques et les tests pour identifier les propriétés des matériaux tels que les polymères, pour déterminer la cinétique d'oxydation en corrosion à haute température, pour déterminer les températures de dégradation, l'humidité absorbée par le matériau, la quantité en composés organiques et inorganiques d'un matériau, le point de décomposition d'un explosif et des résidus de solvants.

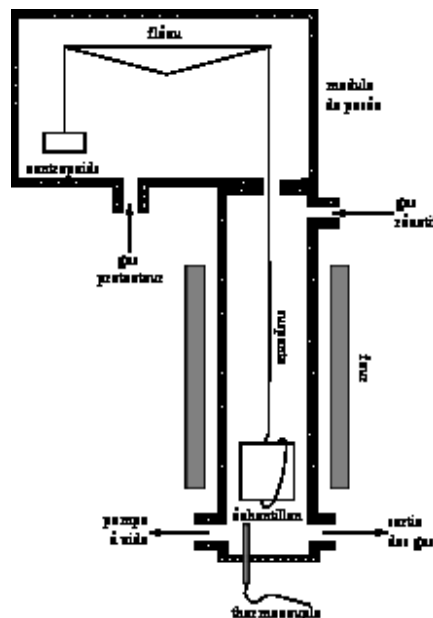


Fig. 6. Représentation schématique d'une ATG [23]

I.2.3.3. Thermomécanique

L'analyse thermomécanique en abrégé ATM est une technique d'analyse de caractérisation à usage thermique. L'analyse thermique est une série de techniques qui mesure les propriétés physiques ou chimiques d'un matériau en fonction de la température, du temps et de l'atmosphère. L'analyse thermomécanique mesure de façon précise les changements dimensionnels d'un spécimen en fonction de la température, du temps, et de la force constante appliquée.

Les transitions probables d'une substance peuvent être détectées. Les plastiques amorphes admettent plusieurs transitions. Les appareils d'ATM enregistrent en continu la déformation d'une substance, sous charge fixe, lors d'un programme de température contrôlé. Le schéma de principe d'un analyseur thermomécanique est représenté comme suit:

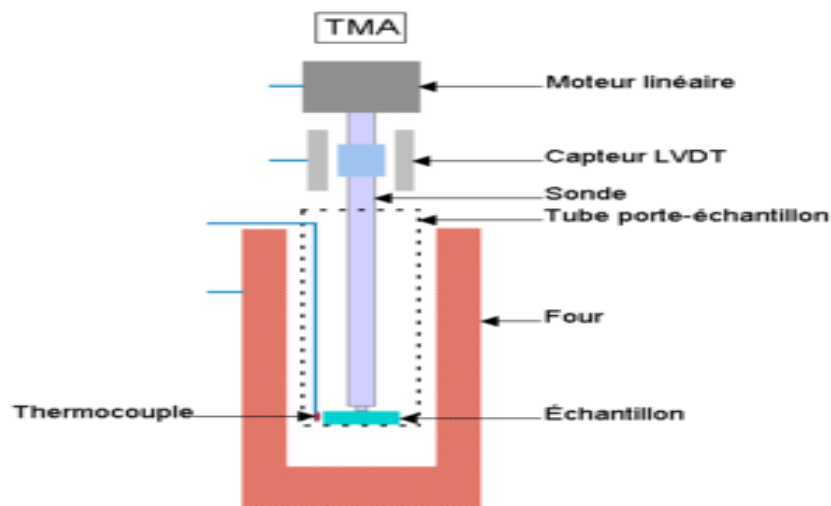


Fig. 7. Dispositif ATM [24]

I.2.4. Caractérisation par électro - magnétique

Les interactions rayonnement-matière décrivent l'impact d'un rayonnement sur un atome. Le terme « rayonnement » est appréhendé dans son sens quantique :

- Des types de caractérisation utilisant un rayonnement incident électromagnétique.

- Des types de caractérisation utilisant un rayonnement incident particulière.

Ces rayonnements sont utilisés pour caractériser la matière. En l'occurrence, les atomes sont trop petits pour être visibles, on ne peut donc les identifier que par la méthode indirecte ; on observe la façon dont ils perturbent un rayonnement résultant [25].

I.2.4.1. Types de caractérisation qui utilise un rayonnement incident électromagnétique

I.2.4.1.1. Spectroscopie Infrarouge (par Infrarouge IR)

La spectrométrie infrarouge est l'un des outils les plus usuels pour la caractérisation et l'identification des molécules d'un matériau. La spectrométrie IR est une méthode de caractérisation rapide et sensible de la majorité des molécules existantes. Son utilisation est simple et le coût de son instrumentation en fait un outil accessible à la plupart des laboratoires, donc en peu dire que l'**IR** est une technique de caractérisation des matériaux exploités pour générer le spectre d'absorption, d'émission, la photoconductivité ou la diffusion Raman dans l'infrarouge d'un spécimen à caractériser de différents états solide, liquide ou gazeux. Un spectromètre **IR** a pour objectif de collecter simultanément les données spectrales sur un spectre important. Ceci lui confère un réel avantage sur les spectromètres à dispersion qui ne peuvent apprécier l'intensité que dans une gamme réduite de longueurs d'onde à un instant donné. Le terme « spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier » vient du fait qu'il est nécessaire de passer par une transformation de Fourier pour convertir les données brutes en réel résultat spectral. Pour d'autres utilisations de ce genre d'outil, voir la spectroscopie par transformée de Fourier. La technique la plus répandue pour cette usage est bien la « spectroscopie dispersive », qui consiste à illuminer le spécimen avec un faisceau de lumière monochromatique de longueur d'onde désigné, mesurer l'ampleur de lumière absorbée.

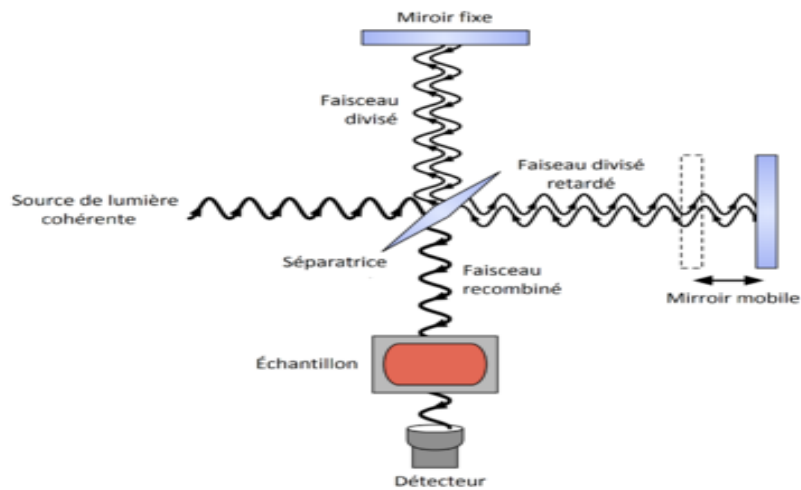


Fig. 8. Représentation schématique de l'interféromètre [26]

1.2.4.1.2. Le balayage par Laser

Le balayage par Laser sert à caractériser des propriétés d'un matériau, désigné par le terme **microscope mono focal**, une technique à réaliser des images de très faibles profondeurs de champs appelées « sections optiques » [27]. En positionnant le plan focal de l'objectif à différents niveaux de profondeurs dans l'échantillon, il est possible de réaliser des séries d'images à partir desquelles on peut obtenir une représentation tridimensionnelle de l'objet. L'objet n'est donc pas directement observé par l'utilisateur ; celui-ci voit une image recomposée par ordinateur. Le microscope confocale fonctionne en lumière réfléchie ou en fluorescence. La plupart du temps, on utilise un laser comme source de lumière. On parle alors de microscope confocale à balayage laser — MCBL.

1.2.4.1.3. Diffusion des rayons X

La diffusion des rayons X est une technique d'analyse focalisée sur la diffusion des ondes de rayons X par un matériau. En l'occurrence, la diffraction des rayons X est utilisée exclusivement avec des substances cristallines. La diffusion des rayons X est basée sur l'interaction des rayons X avec les électrons des atomes [28]. La diffusion des rayons X fournit des informations sur la forme, la taille et l'orientation de matières ayant des dimensions ne dépassant pas l'échelle du micromètre.

1.2.4.1.4. Spectrométrie d'absorption des rayons X

La spectrométrie d'absorption des rayons X aide à déterminer la structure d'un matériau. Elle a l'avantage d'être sélective quant à l'espèce atomique observée. La méthode directe consiste à mesurer le flux émis à travers le spécimen mais elle ne concerne que les énergies importantes. Pour les énergies plus faibles on mesure éventuellement la fluorescence ou le courant des électrons éjectés du matériau [28].

1.2.5. Types de caractérisation qui exploite un rayonnement particulaire

1.2.5.1. Microscopie électronique à transmission

Le bombardement électronique à transmission (MET), est une technique de caractérisation qui bombarde à l'aide d'un faisceau d'électrons un échantillon pour en obtenir la représentation de caractérisation de diffraction. L'impact d'interaction entre les électrons et le spécimen crée une image dont la résolution peut atteindre 0,08 nanomètre. Les images résultantes ne sont généralement pas explicites, et doivent être interprétées par le biais d'un support théorique. L'utilité de ce microscope consiste à combiner cette grande résolution avec les informations de l'espace de Fourier, c'est-à-dire la diffraction. Il est aussi possible d'étudier la composition chimique de l'échantillon en étudiant le rayonnement X issu du faisceau électronique. Contrairement aux microscopes optiques, la résolution n'est pas limitée par la longueur d'onde des électrons, mais par les aberrations dues aux lentilles magnétiques. Le principe est qu'elle consiste à placer un spécimen mince sous un faisceau d'électrons, et à exploiter un système de lentilles magnétiques pour projeter l'image électronique de l'éprouvette sur un écran phosphorescent qui la transforme en image optique. Pour les échantillons cristallins, un autre mode d'utilisation consiste à visualiser le cliché de diffraction du spécimen.

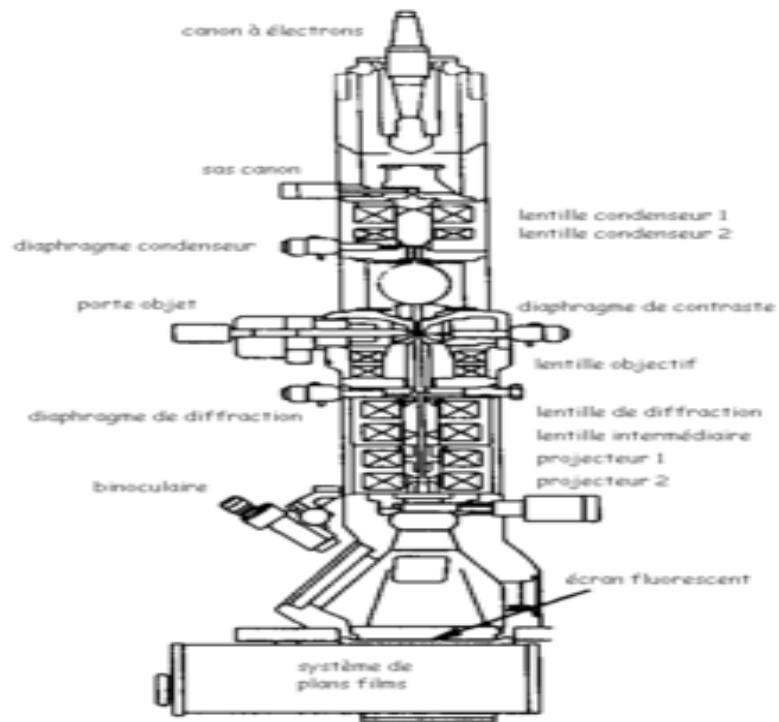


Fig. 9. Représentation graphique d'un MET [29]

I.2.5.2. Microscopie électronique à balayage

La microscopie électronique à balayage (MEB) est une technique de microscopie électronique apte à générer des images en haute résolution de la surface d'une éprouvette pour caractériser en utilisant le principe des interactions électrons-matière. La MEB consiste en un faisceau d'électrons balayant la surface du spécimen à analyser certaines particules par différents détecteurs qui permettent de reconstruire une image spatiale de la surface.



Fig. 10. Microscope électronique à balayage [30]

I.2.5.3. Caractérisation par sonde ionique focalisée

L'effet de sonde ionique focalisée désigné par **FIB**, qui est une technique scientifique qui ressemble au microscope électronique à balayage (MEB). Mais la "FIB" utilise un faisceau d'ions focalisés, généralement du gallium. Il est en effet facile de construire une source à métal liquide. Contrairement aux MEB, les FIB sont destructives. Par conséquent, leur domaine d'applications est plus la micro fabrication que la microscopie. Les principaux domaines d'applications sont les domaines des semi-conducteurs et des circuits intégrés.



Fig. 11. Une sonde FIB [31]

I.2.6. Caractérisation mécanique

Les essais mécaniques sont l'étape indispensable pour accéder aux grandeurs caractéristiques des matériaux, du module d'Young à la limite d'élasticité, en passant par la ténacité ou la résistance à la fatigue, et ce dans des conditions variables, par exemple de température ou de vitesse de sollicitation. Les techniques mécaniques usuelles sont: les essais uni-axiaux (quasi-statiques et dynamiques), les essais multiaxiaux, les mesures d'indentation, les essais de fatigue et les techniques gravitant autour du phénomène de rupture. Il s'agit ici de citer brièvement les techniques abordées, sans entrer dans les détails, chacune d'entre elles pouvant faire l'objet d'un ou de plusieurs ouvrages à elle toute seule.

Les essais mécaniques sont les plus couramment utilisés en production car ils permettent d'avoir des données sur les propriétés mécaniques, rapidement avec des appareils de mesure relativement simples. Les principaux essais mécaniques sont :

1.2.6.1 Essai de traction

on sollicite une éprouvette en traction uni-axiale jusqu'à la rupture pour en déterminer des caractéristiques mécaniques telles que le module de Young E , l'allongement à la rupture $A\%$, la limite d'élasticité R_e ou σ_y et la résistance à la traction R_m .

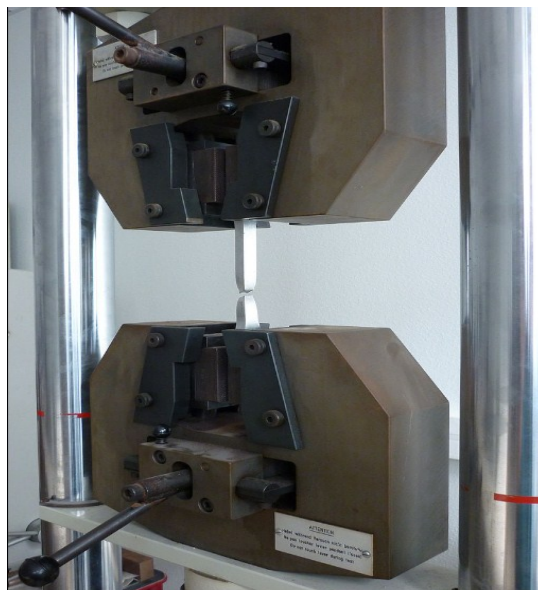


Fig.12. Essai de traction achevé

Cet essai ou expérience consiste à placer une petite barre du matériau à étudier entre les mâchoires d'une machine de traction qui tire sur la barre jusqu'à sa rupture. On enregistre l'allongement et la force appliquée, que l'on convertit ensuite en déformation et contrainte. Une variante moderne des essais de traction consiste à utiliser la force centrifuge sur un assemblage pour générer une contrainte de traction. Lorsque la valeur limite de résistance à la traction (exprimée en MPa ou N) d'un assemblage ou d'un collage est égale à la force centrifuge appliquée, on génère la rupture de ceux-ci et enregistre la limite de rupture. L'avantage consiste à réaliser des tests en batterie sur plusieurs éprouvettes soumises à une contrainte strictement identique lors de l'essai.

Nous donnons ici tout d'abord la description générale d'une machine de traction, puis des éléments concernant les éprouvettes, les mesures de déformation et de charge appliquée.

1.2.6.1.1 Description générale d'une machine de traction

Une machine de traction est constituée d'un bâti portant une traverse mobile. L'éprouvette de traction, vissée ou enserrée entre des mors, selon sa géométrie, est amarrée à sa partie inférieure à la base de la machine et à sa partie supérieure à la traverse mobile (dans le cas d'une machine mécanique) ou au vérin de traction (dans le cas d'une machine hydraulique). Le déplacement de la traverse vers le haut réalise la traction. Une machine de traction comporte une cellule de charge, qui permet de mesurer l'effort appliqué à l'éprouvette et le déplacement de l'éprouvette peut être suivi de diverses façons. Les dispositifs expérimentaux sont généralement asservis et peuvent être pilotés à vitesse de montée en charge, à charge constante, à vitesse de déformation constante, etc. selon ce qui peut être proposé par le système de pilotage.

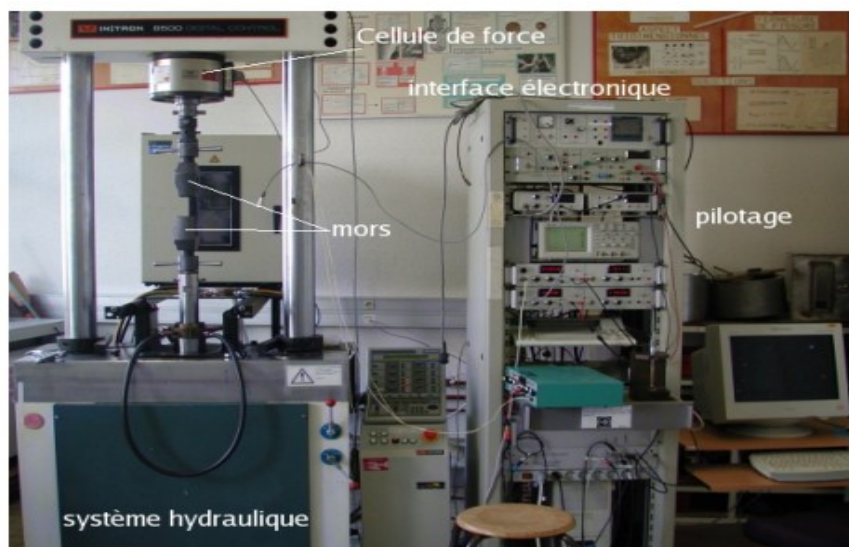


Fig. 12. Dispositif de traction [31]

1.2.6.1.2 Spécimens

Les éprouvettes de traction adoptent deux géométries : cylindrique ou plate. La section doit être constante sur une longueur suffisante pour obtenir un état de contrainte homogène pendant l'essai. Aux deux extrémités sont usinées des têtes d'amarrage avec des rayons de courbures suffisamment grands pour éviter des concentrations de contrainte excessives. Dans le cas des éprouvettes plates, le centrage de l'éprouvette peut devenir problématique si des trous calibrés ne sont pas percés dans les têtes.

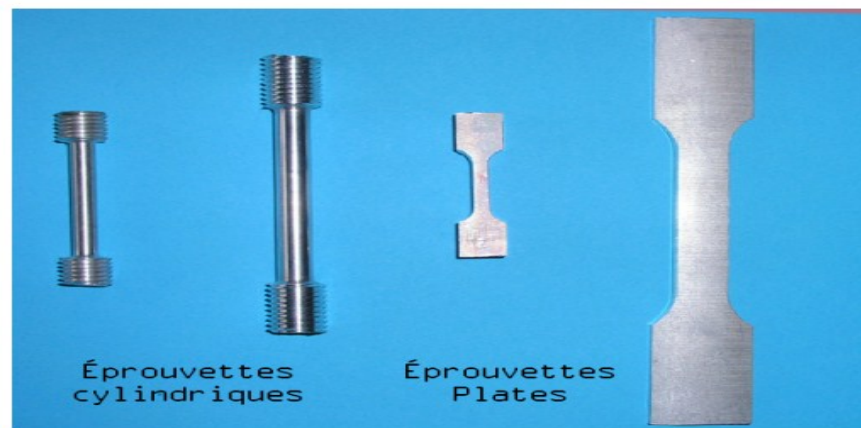


Fig. 13. Image de gauche : éprouvettes de traction plates et cylindriques ; les extrémités sont plus épaisses pour moins se déformer, elles se raccordent à la section utile (plus étroite et longue pour obtenir un état de contrainte réellement uniaxial) par des congés usinés de façon à éviter de trop fortes concentrations de contraintes (donc avec un rayon de courbure aussi grand que possible).

1.2.6.1.3 Mesure du déplacement

La mesure du déplacement peut se faire de deux façons : soit en mesurant le déplacement de la traverse, soit en plaçant un dispositif de mesure sur la section utile de l'éprouvette. Les mesures peuvent atteindre une précision d'environ 1 à 0,1 μm avec les dispositifs les plus sensibles, hors mesures de champs. Cette méthode de mesure implique l'ensemble de l'éprouvette, et donc des zones où l'uniaxialité de la contrainte n'est pas vérifiée, ce qui introduit une erreur dans la mesure. En outre, lorsque le déplacement est évalué directement grâce à celui de la traverse, la raideur de la machine intervient dans les résultats de déformation obtenus : elle se comporte comme un ressort de raideur K (N/m) en série avec l'éprouvette.

1.2.6.1.4 Extensométrie

Un extensomètre est un dispositif permettant de mesurer le déplacement directement sur la partie utile de l'éprouvette (i.e. où l'état de contrainte est

homogène). Cela permet de s'affranchir de la raideur de la machine et des effets de triaxialité, et d'obtenir une mesure plus précise que par la mesure du déplacement de la traverse. Il existe deux types d'extensométrie : avec ou sans contact ; on choisira l'une ou l'autre selon les conditions expérimentales. L'extensométrie est présentée dans l'annexe A. Il est possible également de mesurer la variation de section d'une éprouvette pour évaluer l'effet de Poisson.

1.2.6.1.5 Traction grande vitesse

Les essais de traction "grande vitesse" se distinguent des essais quasi-statiques, d'une part par la nécessité d'obtenir des vitesses de vérin très élevées (jusqu'à 25 m/s), et d'autre part par la mise en œuvre de techniques de mesure spécifiques que ce soit pour la mesure de la charge ou pour la mesure de l'allongement de l'éprouvette. Pour cette dernière, l'extensométrie sans contact est une des techniques les plus utilisées.

1.2.6.1.5.1 Déplacement et échantillon

Pour atteindre des vitesses de déplacement élevées (de l'ordre de 20 m/s), il est nécessaire d'utiliser des systèmes servo-hydrauliques ; en outre, an d'obtenir des vitesses de déformation aussi constantes que possible, il est nécessaire de démarrer le déplacement de la partie mobile sans entraîner l'éprouvette avant que la vitesse désirée ait été atteinte, que ce soit par des systèmes qui permettent de serrer les mors "à la volée" ou bien par un dispositif qui entraîne la traverse avec un retard suffisant.

1.2.6.1.5.2 Mesure de contrainte et de déformation

A de telles vitesses de déformation, il s'avère nécessaire de disposer de systèmes d'acquisition travaillant à des fréquences très élevées, de l'ordre de quelques MHz. En outre, la cellule de force montée sur le bâti va recevoir un signal fortement bruité par les ondes mécaniques se propageant dans le dispositif, ce qui peut nécessiter de réaliser les mesures de contrainte directement sur l'éprouvette, à l'aide de jauges de déformation appliquées sur les parties de l'éprouvette déformées de manière purement élastique (hors de la section utile, donc).

Les mesures de déformation doivent également être effectuées directement sur l'éprouvette, par un système d'extensométrie adapté. Les extensomètres laser à effet Doppler peuvent être utilisés dans ce cas.

Le principe de cette méthode est d'éclairer la surface de l'échantillon par deux faisceaux lasers issues de la même source qui interfèrent sur la surface de l'échantillon, formant ainsi des franges dont la distance dépend de la longueur d'onde du faisceau et de l'angle que forment les lasers entre eux. Lorsque la surface de l'éprouvette se déplace dans le volume d'interférence des deux faisceaux, la

rugosité procure une population naturelle de sources de diffusion qui diffuseront la lumière avec une intensité modulée par le contraste d'intensité local.

La fréquence de modulation est alors proportionnelle à la vitesse de déplacement de la surface. En mesurant simultanément deux points de la surface, leur mouvement relatif peut être déduit ce qui permet de remonter à la déformation.

La figure 14 présente le dispositif de traction à grande vitesse du Centre des Matériaux (CdM) de l'Ecole des Mines de Paris.



Fig. 14. Dispositif de traction grande vitesse (TGV) du CdM. 1) Cellules laser à effet Doppler pour la mesure de déformation 2) Dispositif de mors enserrant l'éprouvette "à la volée" lorsque la vitesse de déplacement désirée est atteinte. La vitesse de déplacement maximale de la traverse est de 25 m/s, la charge maximale de 80 kN, l'énergie d'environ 6 kJ ; il est possible de réaliser des essais en température, entre -135 et +250 °C. [Centre des Matériaux (CdM) de l'Ecole des Mines de Paris].

1.2.6.2 Essais Hopkinson

1.2.6.2.1 Principe

Les essais Hopkinson consistent à placer l'échantillon entre deux barres à haute limite élastique. Un projectile vient heurter la barre d'entrée (propulsé par un canon à air comprimé constitué d'un compresseur et d'une électro-vanne) ce qui génère un train d'ondes se propageant dans toute la chaîne mécanique, provoquant la compression de l'échantillon, les mesures étant effectuées sur le corps des deux barres. On préfère utiliser des barres longues qui permettent l'approximation élastique unidimensionnelle car la situation devient trop complexe pour être exploitable dans le cas 2D. Pour les essais Hopkinson,

l'hypothèse d'homogénéité de la contrainte n'est pas toujours tenable - surtout aux plus hautes vitesses - et il s'avère nécessaire de prendre en compte la propagation des ondes dans l'échantillon lorsque l'on traite des régimes transitoires.

Une jauge de déformation est collée au milieu de chacune des barres (d'entrée et de sortie). Ces jauges permettent d'enregistrer les déformations longitudinales associées aux ondes mécaniques se propageant dans les barres. Les mesures faites au niveau des jauges doivent être transportées virtuellement aux faces des barres pour déduire les efforts et déplacements au niveau des faces de l'échantillon, par intégration des vitesses.

1.2.6.2 Aspects pratiques

Les dimensions types utilisées en pratique sont des barres de 3 m de long pour 20 mm de diamètre [19], pour un échantillon millimétrique. Les temps de mesure sont très faibles, inférieurs à la seconde, car elle ne peut être effectuée que sur des ondes se propageant dans une seule direction. Lorsque les ondes réfléchies et incidentes se mélangent, il devient impossible d'utiliser la proportionnalité entre les grandeurs mécaniques associées à une onde. Tout ceci impose des contraintes fortes sur le dispositif électronique d'acquisition des données qui doit travailler à haute fréquence afin de permettre d'enregistrer un nombre significatif de points de mesure.

Un autre élément auquel il faut prêter attention est la lubrification des contacts barres-échantillons afin d'éviter des frottements qui gêneraient l'expansion radiale de l'éprouvette au cours de l'essai. Les effets mesurés pouvant être extrêmement faibles, il peut s'avérer important de disposer de jauges de déformation à semi-conducteur pour effectuer les mesures. Les jauges sont montées en pont, deux jauges longitudinales diamétralement opposées et deux transversales sensibles à l'effet Poisson, également diamétralement opposées.



Fig. 15. Dispositif expérimental d'essai Hopkinson, NTNU, Trondheim (Norvège)

La figure 15 présente un enregistrement de mesures réalisées et des courbes contraintes déformations et vitesse de déformation-déformation qui peuvent en être déduites dans le cas d'un alliage d'aluminium.

1.2.6.3 Fluage

Le fluage d'un matériau se produit à haute température et correspond à un régime de déformation lente, sous charge constante, la contrainte étant potentiellement inférieure à la limite d'élasticité. Ces essais intéressent donc les domaines où les matériaux sont soumis à des températures élevées, tels que l'aéronautique ou le nucléaire.

Les essais de fluage nécessitent l'usage d'une machine de mise en charge, d'un four et d'un extensomètre. Dans le cas des métaux, les essais de fluage sont le plus souvent effectués en traction, quoique des essais de compression sont également possibles pour des matériaux fragiles, le risque d'endommagement étant plus limité dans ce mode (les fissures perpendiculaires à l'axe de sollicitation ne pouvant pas se développer).

1.2.6.3.1 Eprouvettes

Les éprouvettes de fluage sont analogues à celles utilisées en pour les essais de traction uniaxiale ordinaires : éprouvettes cylindriques ou plates, encore que d'autres géométries peuvent être utilisées selon la disponibilité du matériau ou les contraintes géométriques. Il est préférable, toutefois, étant donnée la faible vitesse de déformation, de disposer d'éprouvettes relativement longues pour augmenter la précision de la mesure du déplacement.

1.2.6.3.2 Dispositif d'application de la charge

Lors d'une expérience de fluage, il est plus courant de travailler à charge qu'à contrainte constante, toutefois il est possible d'effectuer des essais à contrainte constante, ce qui implique de faire varier la charge appliquée au fur et à mesure de la déformation de l'échantillon. Les dispositifs de fluage sont généralement composés d'un poids et d'un bras de levier relié à un mors sur lequel l'éprouvette est fixée (cf. figure 2.2 pour une photo d'un montage de fluage type). Il peut être nécessaire, pour conserver l'équilibre de cette balance, de disposer d'un moteur qui compense l'élongation de l'éprouvette, les dispositifs correctement conçus pouvant tout de même assurer une précision satisfaisant les normes pour des angles du bras de levier de l'ordre de 10 °.

Il faut porter une attention particulière à l'alignement des têtes d'amarrage, an de limiter les moments de flexion imposés à l'éprouvette (la norme ASTM

recommande une déformation en flexion inférieure à 10 % de la déformation axiale).

Une étape sensible de l'essai de fluage est la mise en charge qui doit être accomplie de façon soignée pour éviter de perturber l'essai. L'éprouvette doit déjà être à la température de l'essai pour cette opération.

La mise en charge peut être réalisée soit de manière "instantanée" pour s'approcher de la courbe théorique de fluage, mais cela peut entraîner une perturbation du dispositif de mesure de la déformation ou un effet de choc sur l'éprouvette qui entraîne l'apparition d'un transitoire. Autrement, on peut procéder à un chargement progressif qui a l'avantage d'être reproductible, soit par paliers discontinus (ajout de masses), soit en augmentant continûment la charge, typiquement à l'aide de petites billes de plomb.

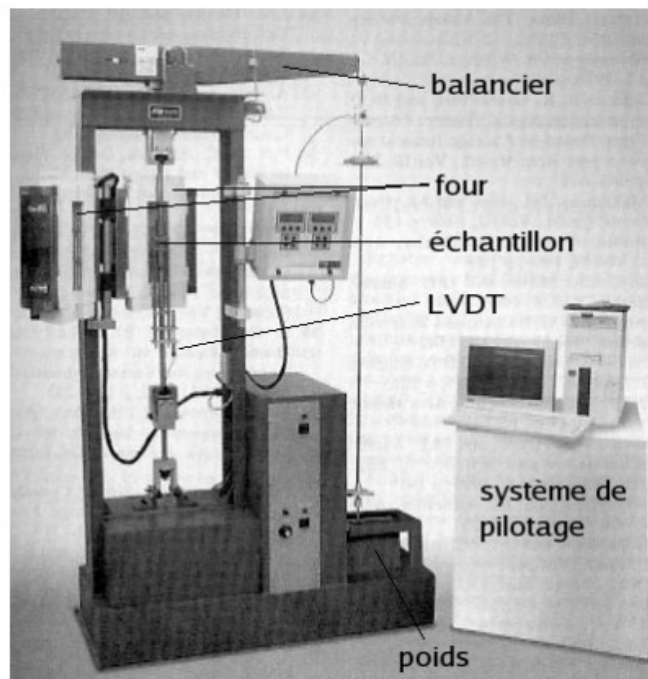


Fig. 16. Dispositif d'essai de fluage [31]

1.2.6.3.3 Four

Les fours utilisés sont en général des fours tubulaires à résistance électrique qui chauffe par radiation. Les variations de température ayant un impact fort sur les résultats de fluage, il est important d'assurer un contrôle précis de la température (la norme fixe une variation maximale de $\pm 1,7$ °C au-dessous de 980 °C et $\pm 2,8$ °C au-dessus. La montée en température à elle seule peut durer plusieurs heures pour éviter de dépasser la température d'essai, ce qui invaliderait les résultats. La mesure de température est généralement effectuée par un thermocouple fixé sur

l'échantillon. Les éprouvettes longues peuvent imposer d'utiliser plusieurs thermocouples afin de s'assurer de l'homogénéité de la température.

1.2.6.3.4 Mesure du déplacement

La mesure du déplacement est effectuée par extensométrie. Dans le cas des essais de fluage, la température élevée interdit le plus souvent de placer l'extensomètre directement dans le four et on utilise un système de tiges capables de supporter la température d'essai, transférant la déformation à un LVDT comme présenté sur la figure 17. Il est aussi possible de faire appel à de l'extensométrie sans contact, ce qui implique de disposer d'une fenêtre dans le four pour suivre le déplacement des points de la surface pris comme repères.

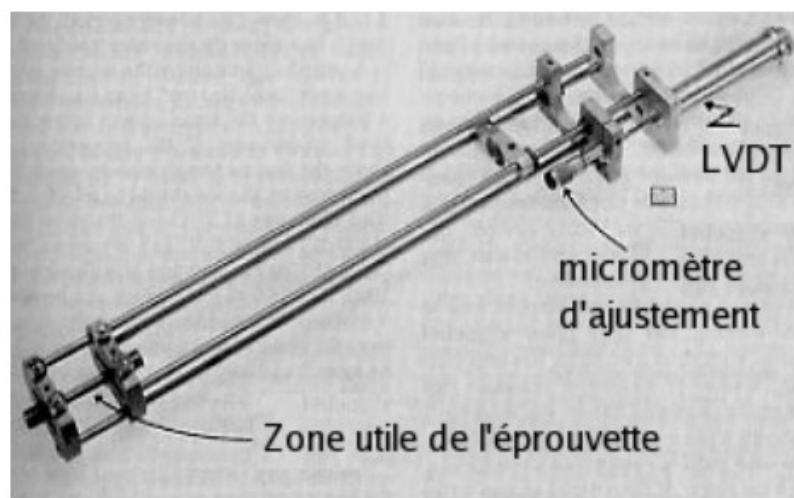


Fig. 17. Dispositif de mesure de la déformation pour essai de fluage [31]

1.2.6.3.5 Résultats types

Typiquement, le fluage des matériaux présente trois phases : le fluage primaire, pendant lequel la vitesse de déformation décroît continûment, le fluage secondaire, à vitesse de déformation minimum, et enfin le fluage tertiaire pendant lequel la vitesse de déformation augmente jusqu'à la rupture de l'échantillon. La figure 18 présente une courbe type d'essai de fluage.

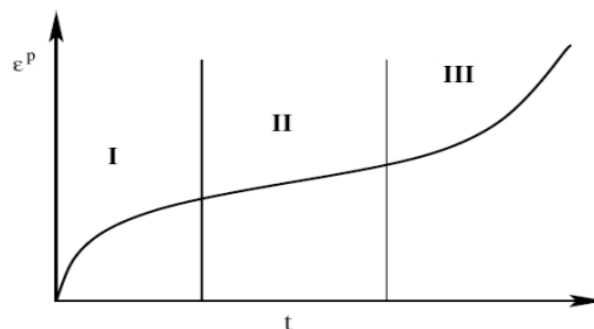


Fig. 18. Courbe type de fluage

1.2.6.4 Essai de dureté

La dureté d'un matériau est définie comme la résistance mécanique qu'un matériau oppose à la pénétration.

Pour mesurer la dureté d'un matériau, un pénétrateur de faible déformabilité (cône ou sphère en diamant, carbure de tungstène lié au cobalt ou acier extra-dur) est enfoncé à la surface du matériau à tester avec une force connue pendant un temps donné. Plus l'empreinte laissée est petite, plus le matériau est dur. La dureté se mesure sur différentes échelles selon le type de matériau considéré.

Il existe une grande variété d'essais de dureté possibles, les plus courants et les plus familiers sont les essais de pénétration ou de rebondissement pour caractériser la dureté des métaux, des matières plastiques et des élastomères, mais les essais par rayage peuvent dans certains cas offrir des possibilités intéressantes pour caractériser la dureté des minéraux. Ces essais ont l'avantage d'être plus simples à réaliser, rapides et généralement non destructifs. Par ailleurs, ils permettent d'apprécier et d'estimer dans certaines mesures la résistance mécanique des matériaux, leur rigidité, la résistance des corps fragiles, etc



Fig. 19. Duromètre

Il existe plusieurs essais selon le type de dureté désirée (Meyer, Brinell, Rockwell, Vickers et Shore).

1.2.6.5 Essai de résilience

La résilience est la capacité d'un matériau à absorber l'énergie d'un choc en se déformant (déformation rapide). On distingue les matériaux fragiles (céramiques,

certains aciers et plastiques), des matériaux ductiles (beaucoup de métaux et de plastiques).

Les matériaux fragiles, comme le verre, peuvent avoir un domaine élastique (déformation réversible) plus ou moins important, mais pas de domaine plastique (déformation permanente). Beaucoup de matériaux (mais pas les céramiques) possèdent un domaine élastique et un domaine plastique. Il en est ainsi des aciers de construction (bâtiment, machines, appareils à pression) qui sont normalement exploités dans leur domaine élastique mais peuvent se déformer au maximum jusqu'à 20 % (aciers de charpentes) ou 30 % (cas des aciers inoxydables austénitiques) avant de se rompre. D'autres aciers spéciaux utilisés en mécanique n'ont pas de domaine plastique et cassent « comme du verre » dès que leur limite d'élasticité est atteinte. L'étendue de ces domaines est très fortement liée aux conditions de température, tel un caramel selon qu'il sort du congélateur ou qu'il a chauffé sur un radiateur. Un acier donné n'aura pas la même résilience à 50 °C qu'à -50 °C. Ainsi, on associe toujours une valeur de résilience (on parle plus précisément de résistance à la flexion par choc) à une température donnée (ex. : 27 J à -20 °C).

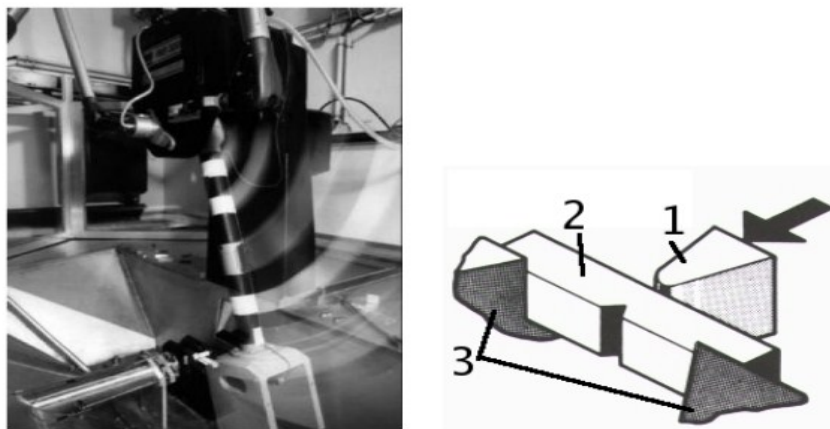


Fig. 20. Figure de gauche : dispositif pour essais Charpy en fonctionnement [32]. Figure de droite : schéma de fonctionnement : 1) couteau 2) éprouvette KV 3) appuis

Dans le cas des matériaux fragiles, la résilience est caractérisée par l'énergie nécessaire pour déformer et rompre le matériau lors d'un choc par un objet percuteur. Dans le cas des matériaux élastomères, l'éprouvette n'est pas rompue, la résilience est caractérisée par la proportion d'énergie restituée à l'objet percuteur qui rebondit à la suite du choc.

1.2.6.6 Essai de fatigue

La fatigue est un endommagement structural, progressif et localisé qui se produit quand un matériau est sollicité cycliquement à des niveaux de contrainte inférieurs voire bien inférieurs à sa contrainte à rupture quasi statique.

La figure 21 présente un faciès type de rupture en fatigue où l'on peut distinguer la zone d'initiation de la fissure, la zone de propagation en fatigue (zone lisse) et la rupture finale catastrophique (zone à grain cristallin ou à nerf).



Fig. 21. Fracture d'un tirant d'assemblage de rotor d'alternateur amorcé (à droite) au niveau de la flèche par une fissure de fatigue ayant amené la rupture fragile, caractérisée par l'aspect de chevrons (à gauche) [33]

Les essais de fatigue caractérisent la capacité d'un matériau à résister à une sollicitation cyclique. Si le nombre de cycles est petit, on parlera de fatigue oligocyclique. Il existe plusieurs modes de sollicitations possibles : flexion, efforts axiaux (traction et/ou compression) et torsion, et des modes combinés, statiques et dynamiques (torsion/ flexion, tension/torsion, etc.).

On fait subir un nombre important de cycles de flexion sur des éprouvettes normalisées. En considérant le moment où ces éprouvettes rompent, on détermine la limite de rupture en fatigue σ_d ;

La fatigue est l'endommagement local d'une pièce sous l'effet d'efforts variables : forces appliquées, vibrations, rafales de vent, etc. Alors que la pièce est conçue pour résister à des efforts donnés, la variation de l'effort, même à des niveaux bien plus faibles que ceux pouvant provoquer sa rupture, peut à la longue provoquer sa rupture. Les essais de fatigue permettent de déterminer la résistance des matériaux à de telles faibles charges répétées.

À titre d'exemple, si une vis de diamètre 6 mm peut tenir un objet d'une tonne¹, elle va en revanche casser si on lui suspend un objet de 100 kg un million de fois de suite.

La fatigue est un processus (succession de mécanismes) qui sous l'action de contraintes ou déformations variables dans le temps modifie les propriétés locales d'un matériau.

Ces dernières peuvent entraîner la formation de fissures et éventuellement la rupture de la structure. La fatigue est notamment caractérisée par une étendue de variation de contrainte qui peut être bien inférieure à la limite d'élasticité du matériau. Les étapes principales de la ruine par fatigue d'un assemblage sont l'amorçage de fissures (si des défauts ne sont pas déjà présents dans le matériau), la propagation de fissures et la rupture finale.

Les paramètres souvent utilisés pour prédire le comportement en fatigue et ainsi le nombre de cycles à la rupture d'une structure sont : l'amplitude de la sollicitation (chargement ou déformation imposée), sa valeur moyenne, l'état de surface et le milieu dans lequel la structure sera utilisée. Même si l'étude de la fatigue s'appuie sur des considérations théoriques (en particulier mécanique de la rupture), c'est essentiellement un domaine expérimental. La caractérisation d'un matériau, d'une pièce, d'un ensemble, d'une structure... nécessite de nombreux essais et mesures.

1.2.6.6.1 Eprouvettes et essais

Les éprouvettes peuvent être de géométries variées, en fonction de ce que l'on cherche à caractériser. Classiquement, elles peuvent être à section circulaire ou parallélépipédique, et d'épaisseur constante ou variable. Les plus générales sont les éprouvettes toroïdales, à section circulaire variable, comme celle présentée sur l'image de gauche de la figure 5.2. Enfin, les éprouvettes peuvent être lisses ou entaillées. L'état de surface doit être particulièrement soigné et répétitif, et l'usinage ne doit pas introduire de contraintes résiduelles importantes.

L'étalonnage dynamique des dispositifs de fatigue est crucial, les efforts indiqués en essai quasi-statique ou dynamique pouvant différer sensiblement pour une même indication du dynamomètre. La coaxialité des têtes d'amarrage est également un paramètre essentiel pour obtenir une répartition homogène des contraintes dans les éprouvettes.

Il est possible d'effectuer différents types de sollicitations cycliques, par exemple en alternant uniquement de la traction, ou uniquement de la compression, ou bien encore en faisant intervenir de la traction et de la compression, comme le présente l'image de droite de la figure 22. En outre, comme cela a déjà été signalé, ces modes de sollicitations peuvent être combinés avec de la torsion ou de la flexion.

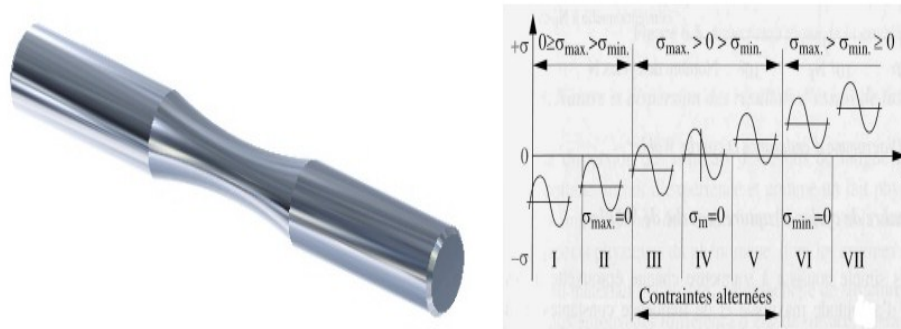


Fig. 22. Image de gauche : éprouvette toroïdale de fatigue. Comme on peut le voir, la surface de l'éprouvette est parfaitement polie pour retarder au maximum la rupture par fatigue, celle-ci s'initiant la plupart du temps en surface [21]. Image de droite : Différents types de sollicitations appliquées en fatigue : I) contrainte ondulée de compression II) contrainte répétée de compression III) contrainte alternée dissymétrique IV) contrainte purement alternée V) contrainte alternée dissymétrique VI) contrainte répétée de traction VII) contrainte ondulée de traction [34]

1.2.6.7 Analyse mécanique dynamique (DMA)

On sollicite par exemple la matière en traction-compression à une fréquence donnée. Grâce à une modélisation du diagramme contrainte-déformation, on obtient le module de Young complexe, le facteur d'amortissement et dans certains cas le coefficient de Poisson ν . Cela est particulièrement nécessaire pour l'étude des polymères (soumis au vieillissement) et suivant leur état d'utilisation (vitreux, caoutchouteux ou amorphe).

L'analyse mécanique dynamique (AMD) ou spectrométrie mécanique dynamique (en anglais: dynamic mechanical analysis, DMA) est une méthode de mesure de la viscoélasticité. Cette méthode d'analyse thermique permet l'étude et la caractérisation des propriétés mécaniques de matériaux viscoélastiques, tels les polymères.

Un instrument d'AMD permet de déterminer les grandeurs physiques intrinsèques suivantes:

- Modules complexes de Young (noté E^*) et de Coulomb (G^*), et la viscosité complexe (η^*);
- Facteur d'amortissement aussi appelé facteur de perte, tangente delta ($\tan \delta$);

- Température de transition vitreuse (T_v) qui dépend de la fréquence. La DMA est plus sensible que d'autres techniques d'analyse thermique pour la détermination de T_v et la détection de transitions dans les composites.

En analyse mécanique dynamique, un échantillon est soumis à une contrainte ou à une déformation oscillatoire (sinusoïdale). La grandeur complémentaire est mesurée. Les expériences de viscoélasticité sont réalisées dans le domaine du comportement linéaire. En régime dynamique, les propriétés mécaniques d'un matériau dépendent de la déformation, de la fréquence d'excitation et de la température ; ces paramètres sont contrôlés par l'instrument de DMA.

Le type de sollicitation, tel la traction-compression, le cisaillement ou la flexion, dépend du porte-échantillon choisi et des dimensions de l'échantillon. Le montage est disposé dans une enceinte thermo régulée. Un logiciel de calcul approprié est utilisé.

Contrairement aux métaux et aux matériaux structuraux rigides, les polymères thermoplastiques et les élastomères présentent des modules d'élasticité et des facteurs de perte qui varient fortement avec la température et la fréquence. Par ailleurs, ces propriétés dynamiques dépendent beaucoup de leur composition et du procédé de fabrication¹. La technique DMA permet donc de caractériser finement un échantillon de matériau viscoélastique. Elle représente un outil d'évaluation bien adapté aux polymères et s'intègre à l'ensemble des méthodes d'analyse thermique (DSC, TGA, TMA, thermodilatométrie, etc.).

Les applications de la DMA sont nombreuses et concernent différents secteurs d'activité: acoustique (produits insonorisants) ; industries textile, papetière, agroalimentaire ; transports (pneumatiques, sièges, adhésifs, composites, etc.) ; R&D, etc.

I.2.8. Conclusion

Le premier chapitre est destiné au recensement des principaux types de caractérisations appréhendés dans le domaine des sciences et technologies. Ils sont répertoriés selon la nature et le domaine de la caractérisation. Les outils de caractérisation sont tributaires du progrès scientifique et du développement

technologique. Ce chapitre est méthodologiquement illustratif pour cerner l'objet de la caractérisation mécanique « indentation » dans son champ conceptuel de l'ensemble des types de caractérisations.

La caractérisation mécanique des matériaux nécessite la connaissance de leurs propriétés locales que ce soit mécaniques et thermique. En raison de sa facilité de mise en œuvre et de son caractère non destructif, l'essai de nano-indentation est donc parfaitement adapté. Il permet la mesure des propriétés élastiques et plastiques de matériaux, de l'échelle du micron à celle du nanomètre. Les propriétés principalement mesurées sont la dureté et le module d'élasticité du matériau. Le second chapitre a tendance à se focaliser sur l'état de l'art de la nanoindentation pour mettre la lumière sur l'évolution de son processus et les facteurs clés qui le régisse ainsi que les avantages de cet outil de caractérisation qui est devenu une discipline à part entière.

Deuxième partie

La nanoindentation : Etat de l'art et Méthodologie de Mise en œuvre

II.1 Introduction

L'objectif de cette partie est de rappeler brièvement les notions de dureté, puis de présenter l'évolution de la technique de mesure de dureté jusqu'à la nano-indentation instrumentée actuelle. Dans la première partie de ce chapitre est rappelé brièvement l'historique du mot dureté avec la description des premiers tests réalisés. Ensuite, le dispositif de nano-indentation instrumentée est présenté, montrant les caractéristiques globales d'un nanoindenteur et les propriétés mécaniques mesurées avec ce dispositif.

Dans la deuxième partie, nous commençons par présenter la détermination de la raideur de contact. Elle peut être obtenue, soit par une méthode dite quasi-statique, reposant sur l'expression de la courbe de décharge, soit par une méthode dynamique, en superposant au signal de force ou de déplacement une oscillation de faible amplitude à une fréquence donnée. En deuxième partie, nous présentons comment calculer l'aire de contact projetée avec deux modèles différents.

II.2 Le principe de similarité géométrique

Depuis les travaux de Tabor [1], il est communément admis qu'il existe une relation entre l'essai d'indentation et un essai de caractérisation mécanique uniaxial de type traction, compression ou cisaillement. Pourtant, cette relation si pratique est loin d'être évidente. En effet, contrairement à l'essai de traction, l'essai de dureté est triaxial. Comment peut-on alors aussi simplement réduire cet essai de manière à retrouver les résultats d'un essai de traction? Hill [2] et Tabor [1] expliquent que dans le cadre de l'indentation de solides élastoplastiques homogènes, il existe des géométries d'indenteurs permettant de respecter le principe de similarité géométrique.

Celui-ci s'énonce: Quelle que soit la valeur de la pénétration de l'indenteur, les champs de contraintes et de déformations sont géométriquement similaires.

Il est nécessaire que les conditions aux limites en chargement satisfassent la condition de similarité géométrique. En d'autres termes, l'indenteur doit être autosimilaire (voir figure 25).

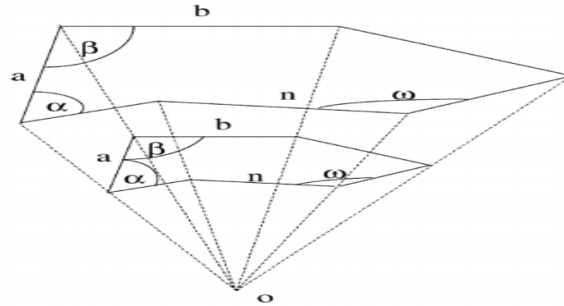


Fig. 25. Forme d'indenteur permettant de respecter le principe de similarité géométrique [3]

Les indenteurs de type pyramidaux, coniques et diédriques respectent cette condition, contrairement aux indenteurs sphériques ou cylindriques. De plus, le premier contact doit se faire en un point (pointe de l'indenteur dans le cas du cône) ou une ligne (dièdre). Le solide indenté doit être homogène isotrope semi-infini. Dans la pratique, l'utilisation d'indenteur de type Berkovich, Vickers ou Cube Corner est préférée. Pour chacun de ces indenteurs, il est possible de déterminer un cône équivalent en recherchant l'angle de cône ϕ donnant le même volume de matière déformée.

II.3 Historique de la mesure de la dureté et premiers essais d'indentation

II.3.1 La notion de dureté

L'analyse des essais de dureté est un des sujets les plus étudiés depuis que l'on s'intéresse aux propriétés mécaniques de surfaces des matériaux. Le principe de cet essai de dureté est le suivant: un pénétrateur supposé indéformable laisse une empreinte dans le matériau à tester sous une charge donnée. Cette empreinte est ensuite mesurée pour calculer la dureté définie comme la charge appliquée divisée par la taille de l'empreinte (voir figure 26).

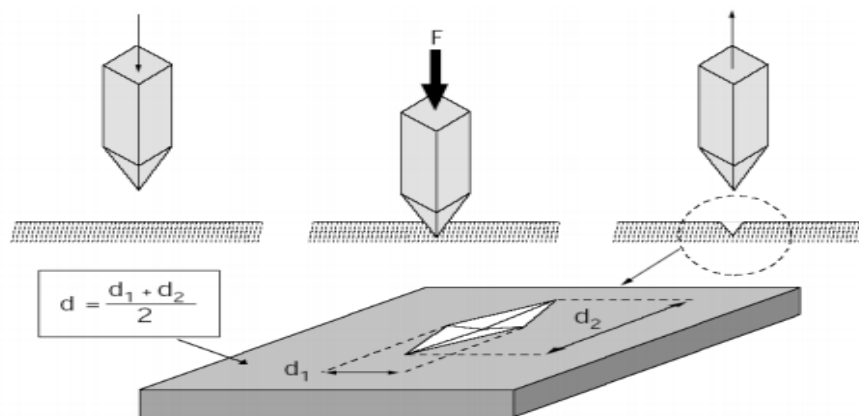


Fig. 26. Essai de dureté par un indenteur à pointe pyramidale [3]

Cette notion de dureté, dite par pénétration, a été introduite par Brinell [3]. Ce dernier l'a développée pour vérifier la qualité de deux séries de lingots de fer. Pour cela, il prit des lingots de chaque type, les écrasa avec une sphère en imposant la même charge et mesura la taille de l'empreinte. Il s'avéra alors que les deux empreintes n'avaient pas la même taille ce qui signifiait que la qualité des lingots n'était pas similaire pour les deux séries. Il existe différents essais de dureté correspondant à différentes géométries de pénétrateurs 1. Les plus connus sont les essais Vickers, Brinell, ... (voir figure 27).

Ce n'est qu'à partir du 18^{ième} siècle qu'on chercha à mesurer la dureté de métaux, la mesure étant effectuée par rayage avec différents matériaux répertoriés dans [35], et observation à l'effet de la taille de la rayure. Au 19^{ième} siècle, Mohs établit une classification des minéraux suivant leur dureté, celle-ci étant obtenue par rayage [36].

Cette classification est encore utilisée aujourd'hui dans le domaine scientifique en raison de sa simplicité. Elle est présentée dans le tableau 1.

Tab. 1. Echelle de Mohs d'après [36]

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

Concernant les métaux, le premier essai de dureté reconnu est celui inventé par Brinell au début du 20^{ème} siècle [37]. L'essai consiste à appuyer une sphère de géométrie connue, appelée indenteur, sur un métal de surface plane avec une force contrôlée, et à mesurer de façon optique la surface hémisphérique de l'empreinte après essai. La dureté du matériau testé est ensuite calculée en faisant le rapport de la force appliquée sur la surface mesurée. Cette mesure est appelée dureté Brinell (ou dureté H_B).

En 1922, Rockwell établit aussi un test portant son nom en faisant varier la charge et le diamètre de l'empreinte. Un indenteur conique (dureté H_{RC}) ou sphérique (dureté H_{RB}) peuvent être utilisés.

On peut noter aussi la dureté Knoop utilisant un indenteur de forme pyramidale avec pour base un losange, et l'essai Vickers qui utilise un indenteur pyramidal à base carrée nommé indenteur Vickers.

Quelques tests de dureté sont résumés sur la figure 27. Pour identifier les valeurs de dureté obtenues avec les différents essais, la norme ISO a introduit des unités spécifiques pour chaque essai (par exemple, Brinell: H_B , Vickers: H_V) [38].

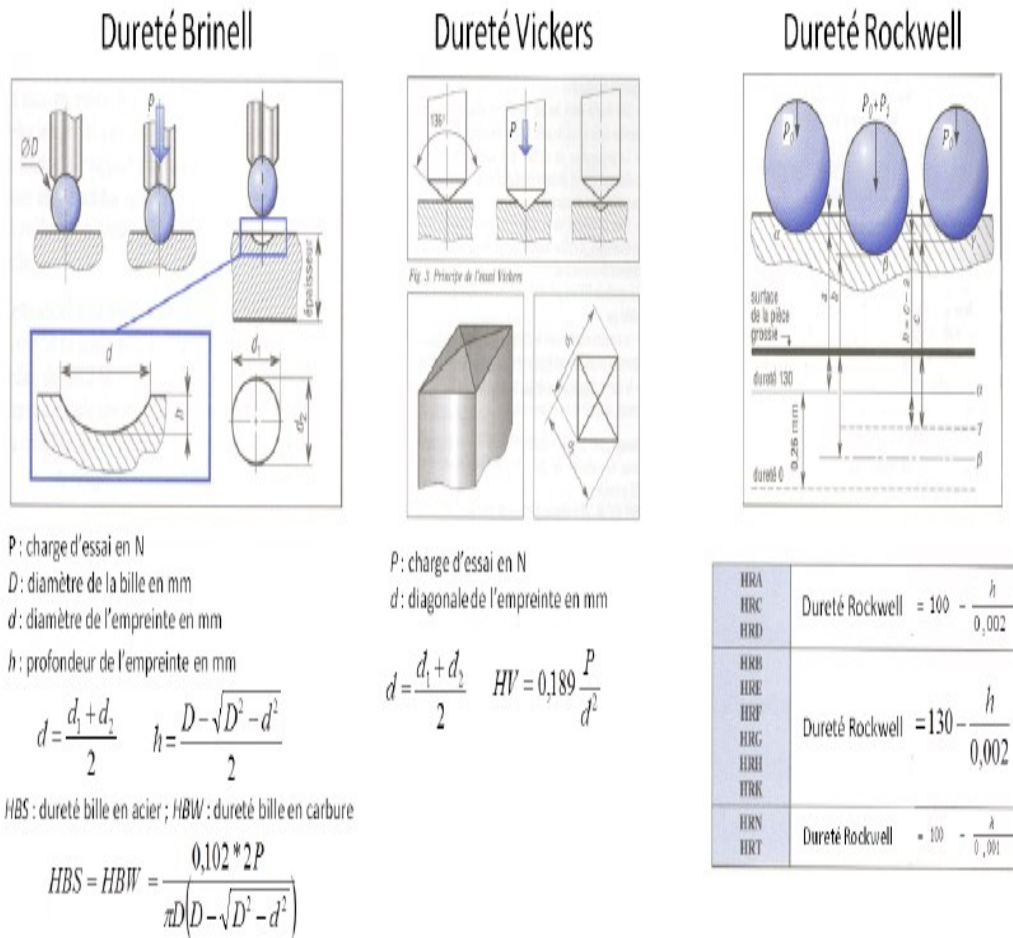


Fig. 27. Présentation d'essais de dureté classiques, d'après [38]

Actuellement, les différents essais présentés sont utilisables sur des machines expérimentales. Elles représentent les premiers appareils d'indentation. Ces essais d'indentation nécessitent la maîtrise de la force appliquée sur un indenteur de géométrie connue, et la mesure optique après test de la surface de l'empreinte, cette surface étant définie par le type d'essai utilisé. En calculant le rapport de la charge appliquée sur la surface mesurée, nous obtenons la dureté du matériau.

Ces essais sont très utilisés pour une caractérisation mécanique à l'échelle du millimètre, voire du micron.

II.4 De l'essai d'indentation à la nano-indentation instrumentée

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

Cependant, une empreinte de quelques microns de largeur est plus difficile à mesurer de façon optique. De plus, il devient nécessaire de mesurer la dureté non pas post test, mais directement lors de l'essai lui-même, afin de déterminer les propriétés du matériau sous charge [39].

En effet, si on indente un caoutchouc qui est supposé très mou, l'empreinte après test disparaît. Par définition, la dureté du caoutchouc serait donc infinie, ce qui n'a pas de sens physique. C'est pour ces deux raisons que de nouvelles machines ont été créées il y a 40 ans. Avec ces appareils, la force verticale appliquée sur l'indenteur son déplacement sont mesurés en continu lors de l'essai. Le déplacement est ensuite utilisé pour calculer la surface de l'empreinte sous charge. Cette technique est nommée indentation instrumentée. Les résolutions des capteurs de force et de déplacement étant de l'ordre du micromètre, du nanomètre, voire du picomètre, il est donc possible de mesurer la dureté du matériau testé à ces échelles. On parlera alors de microindentation instrumentée ou de nano-indentation. Dans la suite de ce manuscrit, nous étudierons le cas de la nanoindentation. Cette technique s'est développée dans les années 70 - 80 [39-42].

II.5 Caractérisation mécanique des matériaux métalliques par nanoindentation

L'essai d'indentation consiste, comme dans le cas de la mesure de dureté, à faire pénétrer une pointe supposée indéformable et de géométrie connue dans un matériau pour en déduire des propriétés mécaniques. L'évolution de la force appliquée sur la pointe d'indentation et son enfoncement dans le matériau sont mesurés en continu. Comme le montre la figure 28 :

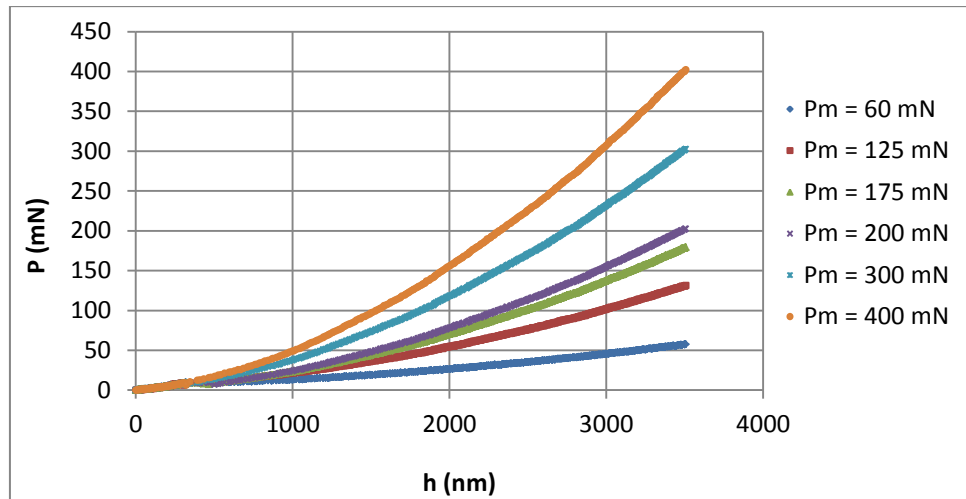


Fig. 28. Exemple de courbe caractéristique de chargement d'indentation du Bronze à plusieurs forces ultimes allant de 60 à 400 mN

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

Face à la nécessité de caractériser des zones localisées et à l'utilisation croissante de films minces, l'analyse des propriétés mécaniques à des profondeurs d'enfoncement faibles devient de plus en plus indispensable.

La solution existe grâce aux progrès réalisés ces dernières années dans le domaine de l'indentation instrumentée. Celle-ci permet d'appliquer des forces de l'ordre de la dizaine de micronewtons à quelques centaines de millinewtons pour des profondeurs comprises entre quelques dizaines de nanomètres et quelques micromètres. Dans ce cas, le terme de nanoindentation est communément employé [38].

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

La nanoindentation offre une large gamme d'applications pour la caractérisation mécanique des matériaux: dureté, module de Young, transformation de phase, fluage, adhésion etc. La dureté et le module de Young sont les propriétés les plus étudiées [38, 39].

II.6 Mesures obtenues par nanoindentation

Sur la figure 29, nous présentons un exemple schématique du dispositif expérimental de nanoindentation.

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

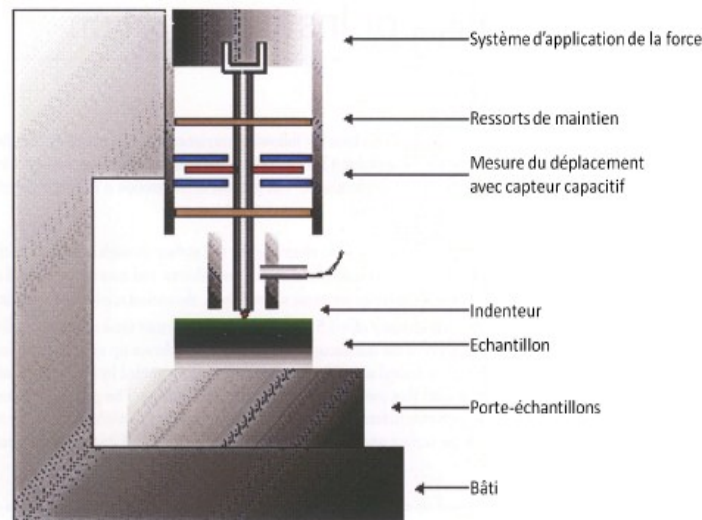


Fig. 29. Représentation schématique du dispositif expérimental de nano-indentation

L'indenteur servant à la caractérisation mécanique est fixé sur une colonne. L'indenteur utilisé est, dans la majorité des cas, en diamant, mais d'autres matériaux tels que le saphir peuvent être utilisés. Il est en général pyramidal.

Le plus utilisé est la pointe Berkovich (L'indenteur Berkovich est une pointe pyramidale à base triangulaire (voir figure 30). C'est l'indenteur le plus utilisé sur les machines de nano-indentation.), mais des poinçons cylindriques à base plane ou des indenteurs sphériques sont également utilisés. Nous présentons quelques indenteurs sur la figure 30.

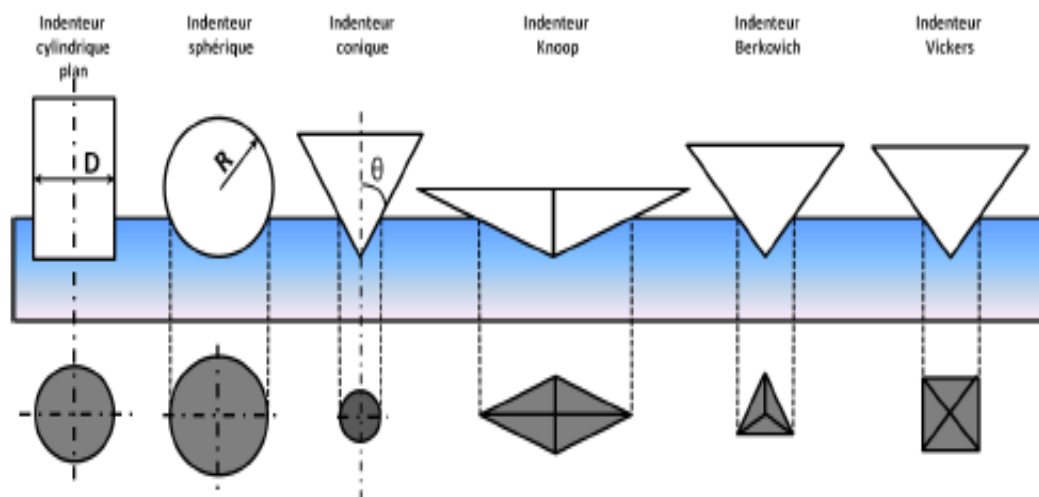


Fig. 30. Schéma de différents types de pointes [41]

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

Nous obtenons ainsi les données brutes en force et en déplacement. Pour obtenir la valeur de la pénétration h , il est nécessaire d'identifier le point de contact, que nous appelons h_{in} . Après essai, nous pouvons tracer une courbe force-pénétration, ou courbe d'indentation, dont un exemple est présenté sur la figure 31.

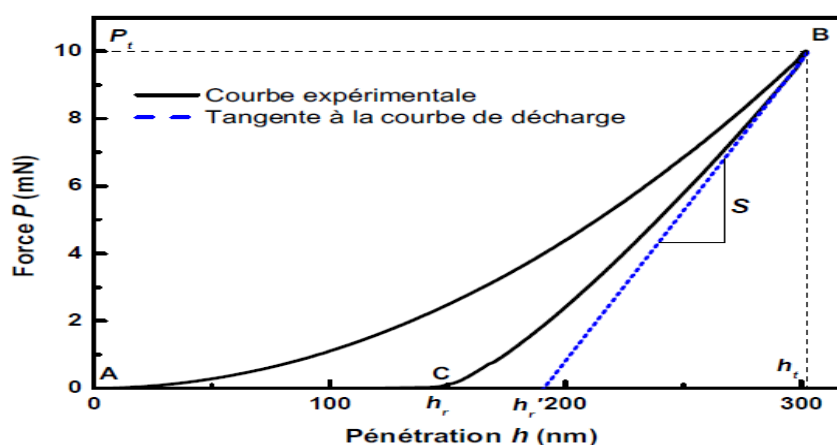


Fig. 31. Courbe force-pénétration obtenue par un essai de nano-indentation. La partie (AB) correspond à la charge et la partie (BC) correspond à la courbe de décharge

Cette courbe possède deux parties distinctes : la première partie (AB) est la courbe de charge correspondant à la pénétration de l'indenteur. La courbe de charge peut être représentée mathématiquement par l'équation suivante [43] :

$$P = K \cdot h^n \quad (1)$$

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

La deuxième partie (BC) représente la courbe de décharge. Elle correspond au retrait de l'indenteur, Au point (C), h_r représente la profondeur résiduelle de l'indent dans l'échantillon.

En traçant la tangente à la courbe de décharge au point de charge maximum P_t , et en considérant l'intersection de cette tangente avec l'axe des abscisses, nous pouvons obtenir l'enfoncement plastique h^n . Cet enfoncement sera utilisé à partir de la tangente de la courbe de décharge, nous pouvons aussi déterminer la raideur de contact S entre l'indenteur et l'échantillon.

Ce calcul est possible car le contact entre l'indenteur et l'échantillon est considéré comme purement élastique lors de la décharge.

La raideur de contact permet de calculer le module d'élasticité du matériau indenté. Par conséquent, à partir de la courbe d'indentation, il est possible de déterminer les propriétés élastiques et plastiques du matériau testé.

Nous présentons ces propriétés dans le paragraphe suivant.

II.7 Expression des propriétés mécaniques mesurées par nano indentation

II.7.1. Expression de la dureté

Nous pouvons obtenir différentes valeurs de dureté. Ceci est dû, soit à la géométrie de l'indenteur, soit à la procédure expérimentale utilisée. Dans le cadre

de la nano-indentation, du fait de la mesure en continu du déplacement de l'indenteur, nous mesurons la dureté ou pression moyenne de contact, ce qui signifie que la dureté est mesurée sous charge.

L'expression de la dureté, que nous appellerons par la suite H , est définie comme le rapport entre la force appliquée P sur l'indenteur et l'aire de contact sous charge projetée A_c . Elle est définie par l'équation suivante [44] :

$$H = \frac{P_{max}}{A_c} \quad (2)$$

La valeur de la dureté, ou pression moyenne de contact n'est pas une propriété intrinsèque du matériau, parce qu'elle dépend de la géométrie de l'indenteur, et des paramètres d'essai.

Certains auteurs ont montré qu'il est possible de relier la dureté mesurée à la loi de comportement du matériau.

Tabor et Johnson ont proposé [1], à partir d'une étude sur des matériaux métalliques, dans le cas d'indenteurs respectant le principe de similarité géométrique une expression de la contrainte représentative ε_r et de la déformation représentative σ_r de l'essai d'indentation en fonction de paramètres liés à l'essai [16] :

$$\sigma_r = (H/3). \varepsilon_r = 0,2.cot(\theta) \quad (3)$$

Avec θ le demi-angle au sommet du cône équivalent représentant l'indenteur (L'angle θ est le demi-angle au sommet d'un indenteur conique. Pour les indenteurs pyramidaux, l'angle θ correspond au demi-angle au sommet d'un cône équivalent, c'est à dire ayant une surface de contact identique à celle de l'indenteur pyramidal. Par exemple, pour l'indenteur Berkovich, $\theta = 70,32^\circ$).

Cette définition est une bonne approximation lorsque les matériaux peuvent être considérés comme rigides plastiques (avec ou sans écrouissage) et lorsque θ est suffisamment grand.

On constate avec l'équation (3) qu'à partir d'un essai de nano-indentation, il est possible d'obtenir un couple de points $(\sigma_r, \varepsilon_r)$ de la loi de comportement du

matériau testé, pour une géométrie d'indenteur donnée. D'autres modèles permettent de calculer les contraintes et déformations représentatives mais ne sont pas mentionnés dans ce manuscrit.

II.7.2. Expression du module d'élasticité

Il est possible de déterminer le module d'élasticité réduit de contact entre l'indenteur et l'échantillon $E_c'^*$ partir de données issues de la courbe de décharge.

En supposant que le début de la courbe de décharge est dominé par l'élasticité du matériau, nous pouvons calculer le module d'élasticité réduit de contact avec l'expression suivante [40, 43, 45] :

$$E_c'^* = \frac{S}{2} \sqrt{\frac{\pi}{Ac}} \quad (4)$$

Cette expression est obtenue à partir des équations de Sneddon qui a calculé, à partir des transformées de Hankel, les expressions de la force et de la pénétration d'indenteurs coniques, sphériques et cylindriques (Le détail des calculs de la force et de la pénétration peuvent être trouvés dans [46]) [51]. Pharr a montré que l'équation (4) est utilisable pour tout indenteur axisymétrique.

Cependant, les indenteurs du type tétraédrique ou quadratique ne sont pas axisymétriques. Afin d'en tenir compte, certains auteurs préconisent d'introduire un coefficient multiplicateur β dans l'équation (4).

Pour un tétraèdre, par exemple l'indenteur Berkovich, $\beta = 1; 034$, et pour un indenteur pyramidal à base carrée, par exemple l'indenteur Vickers, $\beta = 1; 012$ [56, 57]. Nous n'utiliserons pas ces coefficients dans ce manuscrit car l'erreur causée par la non-axisymétrie est inférieure à l'erreur de mesure. Etant donné que le module d'élasticité réduit de contact est une contribution de l'élasticité de l'échantillon et de l'indenteur, nous en déduisons le module d'Young du matériau E' à partir de la relation suivante :

$$\frac{1}{E'^*} = \frac{1-\nu^2}{E'} = \frac{1}{E_c'^*} - \frac{1-\nu_{ind}^2}{E'_{ind}} \quad (5)$$

Où E'^* est le module d'élasticité réduit du matériau testé, E'_{ind} est le module d'élasticité de l'indenteur, V et V_{ind} sont les coefficients de Poisson de l'échantillon testé et de l'indenteur respectivement.

Nous venons de présenter les deux propriétés mécaniques principales mesurées par la technique de nano-indentation :

le module d'élasticité E_0 et la dureté H . Pour les calculer, il est nécessaire de connaître la force P , la raideur de contact S , l'aire de contact projetée A_c et les propriétés élastiques de l'indenteur. La force est directement mesurée, et les propriétés élastiques de l'indenteur sont supposées connues. En revanche, la raideur de contact S et l'aire de contact projetée A_c ne sont pas obtenues directement.

Nous expliquons dans le paragraphe suivant comment les calculer.

II.7.3. Détermination de la raideur de contact et de l'aire de contact projetée

Dans cette partie, nous commençons par présenter la détermination de la raideur de contact.

Elle peut être obtenue, soit par une méthode dite quasi-statique, reposant sur l'expression de la courbe de décharge, soit par une méthode dynamique, en superposant au signal de force ou de déplacement une oscillation de faible amplitude à une fréquence donnée. En deuxième partie, nous présentons comment calculer l'aire de contact projetée avec deux modèles différents.

II.7.3.1. Détermination de la raideur de contact

La raideur de contact S peut être mesurée de deux manières. Soit elle est déterminée de façon quasi-statique, la raideur est alors calculée en un seul point de la courbe charge-décharge, à force *maximale*, P_t , soit la raideur de contact est calculée de manière dynamique, la raideur de contact est alors déterminée en continu au cours de l'essai. Nous expliquons en détail dans cette partie la détermination de la raideur de contact par ces deux méthodes.

II.7.3. 1.1. Méthode statique

La méthode quasi-statique consiste à calculer la raideur de contact à partir de la courbe de décharge. Ce calcul est possible car le début de la courbe de décharge est supposé élastique [14]. Doerner et Nix ont montré, pour un indenteur Berkovich, que le début de la décharge pouvait être considéré comme linéaire.

Le début de la courbe de décharge suit alors la loi du poinçon cylindrique plan établie par Sneddon [20] :

$$P = 2E_c'^* a(h - h_r) \quad (6)$$

Où a représente le rayon de contact du cylindre. Etant donné que ' a ' est constant, la charge P varie de façon linéaire en fonction de la pénétration h .

En dérivant l'équation (6) par rapport à h , pour un matériau homogène, nous obtenons la raideur de contact S :

$$S = 2E_c'^* a \quad (7)$$

En traçant la tangente à la courbe de décharge (Figure 4) au point de charge maximum P_t , il est donc possible d'obtenir la raideur de contact et par conséquent le module d'élasticité réduit de contact $E_c'^*$ avec l'équation (7). Loubet et al. ont effectué ce même travail dans le cas d'un indenteur Vickers [42].

Cependant, pour les indenteurs pyramidaux, la courbe de décharge n'est pas linéaire, mais suit plutôt une loi puissance [43]. Loubet et al.

Encadrent la courbe de décharge entre deux lois de décharge extrêmes (figure 5). La courbe de décharge est comprise entre la loi élastique du poinçon plan (cas c) et la loi élastique du poinçon conique (cas c). Loubet et al. ainsi qu'Oliver et Pharr proposent de décrire entièrement la courbe de décharge par une loi puissance dont l'équation est du type [14] :

$$P = \alpha (h - h_r)^m \quad (8)$$

Avec α et m des coefficients à déterminer.

On déduit de l'encadrement précédent que l'exposant m doit être compris entre 1 et 2. A partir de l'expression de la courbe de décharge, et en dérivant l'équation (32) par rapport à h , nous obtenons l'équation suivante :

$$S = \alpha m (h - h_r)^{m-1} \quad (9)$$

A $h = h_t$, nous obtenons ainsi la raideur de contact S , et avec l'équation (6), le module d'élasticité réduit de contact $E_c'^*$ peut être calculé. Loubet et al. Ainsi qu'Oliver et Pharr obtiennent des valeurs de module d'élasticité correctes avec cette méthode de calcul sur différents matériaux (Loubet et al: aluminium, acier 52100, Oliver et Pharr : aluminium, silice, quartz, saphir, tungstène, verre à vitre [43, 14]).

Cependant, ce type d'essai permet une mesure des propriétés mécaniques uniquement au point de charge maximum P_t . Pour déterminer ces propriétés en fonction de la pénétration de l'indenteur, il est nécessaire de réaliser une grande quantité d'essais, ce qui demande beaucoup de temps.

Nous présentons dans le paragraphe suivant une technique de mesure permettant la mesure des propriétés mécaniques d'un matériau en fonction de la pénétration, au cours d'un seul essai.

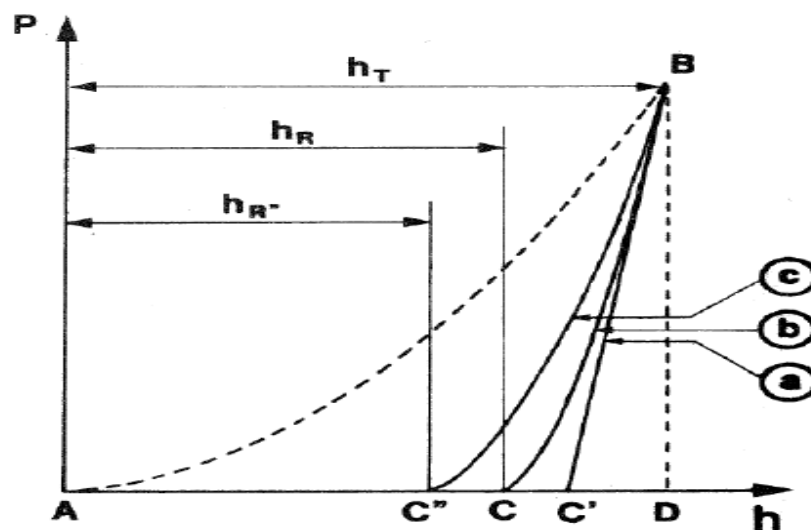


Fig.32. Comparaison d'une courbe de décharge expérimentale (B) aux deux situations théoriques extrêmes. A : loi du poinçon plan ; C : loi du poinçon conique (d'après [43])

II.7.3.1.2. Méthode CSM (Continuous Stiffness Measurement)

La méthode CSM consiste à superposer au signal de force P (pour un système contrôlé en force) une petite oscillation de faible amplitude à une fréquence donnée (figure 33) [48, 54, 55] :

$$P(t) = P_1 \exp(j\omega t) \quad (10)$$

Avec $P(t)$ la force harmonique, P_1 l'amplitude d'oscillation en force, ω la pulsation et le temps.

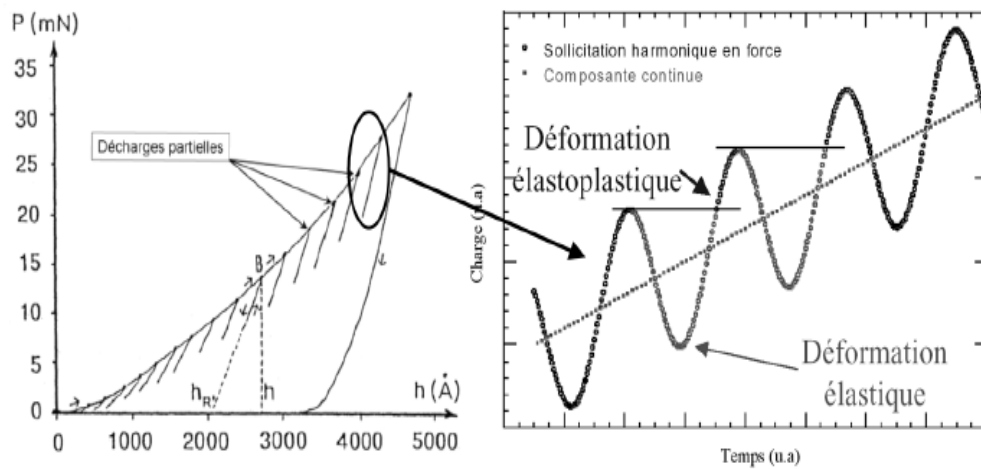


Fig. 33. Représentation graphique de l'oscillation ajoutée au signal de force lors de l'utilisation de la méthode CSM (d'après [52, 53])

Il en résulte un déplacement mesuré continu h auquel s'ajoute une petite oscillation h_1 déphasée d'un angle ϕ_1 par rapport à l'oscillation en force :

$$h(t) = h_1 \exp(j\omega t - \phi_1) \quad (11)$$

Avec $h(t)$ le déplacement harmonique.

La réponse en mouvement de l'indenteur est décrite par l'équation suivante :

$$m\ddot{h}(t) + C\dot{h} + Kh(t) = p_1 \exp(j\omega t) \quad (12)$$

Avec m , C et K , respectivement la masse, l'amortissement et la raideur du système. En injectant l'équation (11) dans l'équation (12), nous accédons à la fonction de transfert du système dynamique :

$$\frac{p_1}{h_1} \exp(-j\varphi_1) = k - \omega^2 m + jC\omega \quad (13)$$

Avec,
$$\tan\varphi_1 = \frac{C\omega}{k - \omega^2 m} \quad (14)$$

A travers l'analyse dynamique du système (voir figure 34), et la connaissance de la raideur et de l'amortissement des composants de la machine, il est possible de calculer la raideur de contact S et l'amortissement de contact C_s .

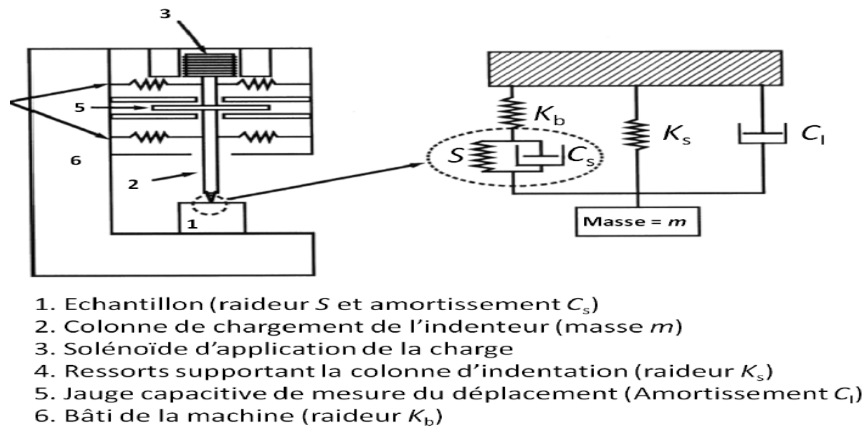


Fig. 34. Modèle rhéologique utilisé pour décrire l'indentation dynamique (d'après [53]).

En continu lors de l'essai. Nous reviendrons plus en détail sur la méthode CSM. A partir de la mesure en continu de ces deux grandeurs, nous pouvons ensuite déterminer le module de d'élasticité de contact $E_c'^*$ avec l'équation (4) ainsi que le module de perte $E_c''^*$. Cette technique est donc beaucoup plus performante que la méthode quasi-statique, car la raideur est mesurée

II.7.3.2. Calcul de l'aire de contact projetée

Le calcul de l'aire de contact projetée est sans doute le calcul le plus délicat. En effet, nous n'avons pas accès directement à l'aire de contact projetée A_c , mais à la pénétration h de l'indenteur. La relation entre h et A_c n'est pas simple, notamment parce que la pénétration ne tient pas compte de l'affaissement ou du bourrelet présent autour de l'indenteur (figure 35). Deux méthodes sont principalement utilisées pour établir cette relation et sont présentées ici.

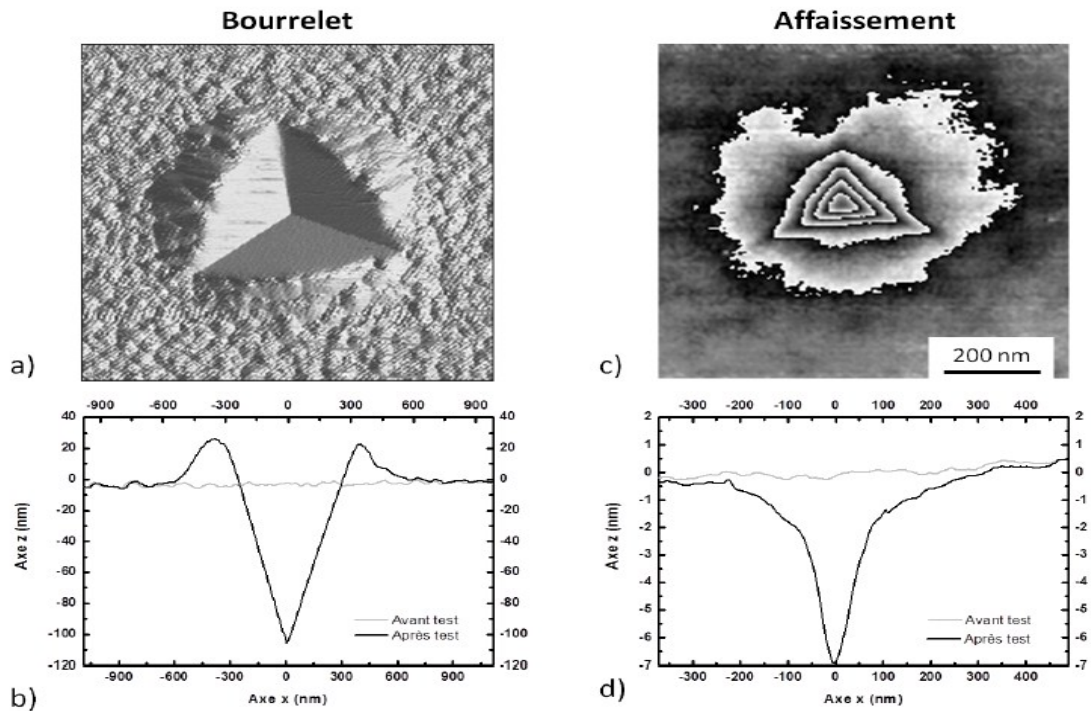


Fig. 35. Images d'indents présentant un bourrelet ou un affaissement. a) Image ombrée d'un indent réalisé sur une couche d'or déposée sur un substrat de silicium. b) Profil mesuré avant et après test sur le même indent (d'après [58]). c) Image en courbes de niveau d'une indent réalisé sur une couche DLC (Diamond Like Carbon) déposée sur un substrat de silicium ; l'écart entre chaque ligne noire est de 1,3 nm. d) Profil mesuré avant et après test sur la même indent (d'après [61])

Ces images ont été obtenues à l'aide d'une machine à force de surface. La pointe utilisée est un indenteur Berkovich.

II.7.3.2.1. Approche d'Oliver et Pharr

Pour Oliver et Pharr, la pénétration de l'indenteur h comprend la hauteur de contact h_c , entre l'indenteur et l'échantillon, et d'autre part, l'enfoncement h_s causé par la déflexion élastique à l'extérieur du contact [5, 14] :

$$h = h_c + h_s \quad (15)$$

La définition de la hauteur de contact selon Oliver et Pharr est illustrée sur la figure 36.

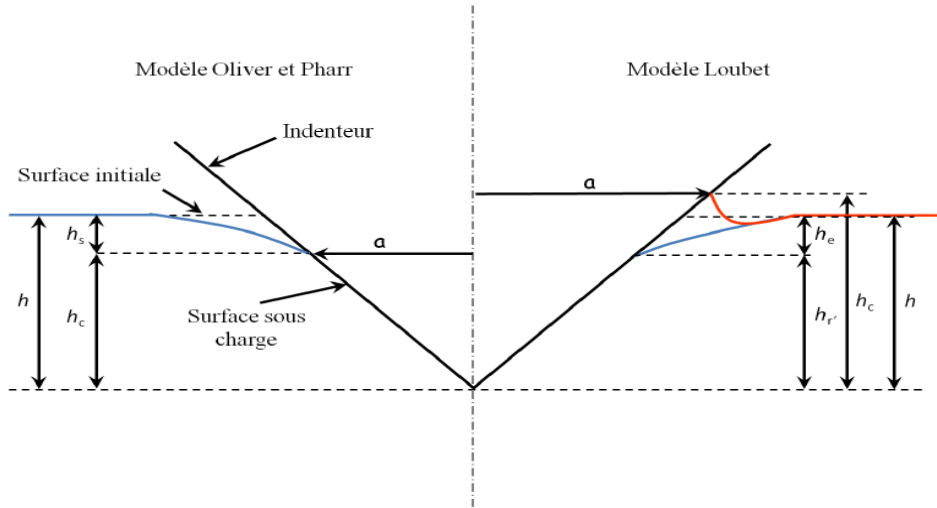


Fig. 36. Représentation schématique de la hauteur de contact selon les modèles de Loubet et al. Et d'Oliver et Pharr pour un indenteur parfaitement pointu [62]

La pénétration h est mesurée lors de l'essai. Il est donc nécessaire de déterminer h_s . Oliver et Pharr supposent que l'affaissement autour de l'indenteur est purement élastique. Ils utilisent donc les équations de Sneddon pour calculer l'enfoncement h_s [18].

Dans le cas d'un indenteur conique, ils obtiennent alors l'équation suivante :

$$h_s = \frac{\pi-2}{\pi} (h - h_r) \quad (16)$$

De plus, l'expression de la courbe force-pénétration pour un indenteur conique indentant un milieu élastique permet d'obtenir l'expression suivante :

$$h - h_r = \frac{p}{S} \quad (17)$$

En combinant les équations (16) et (17), nous obtenons l'expression suivante:

$$h_s = \frac{2(\pi-2)p}{\pi S} \quad (18)$$

En remplaçant h_s obtenu avec l'équation (18) dans l'équation (15) nous obtenons l'expression de la hauteur de contact d'après Oliver et Pharr :

$$h_c = h - \varepsilon \frac{p}{S} \quad (19)$$

Où $\varepsilon = 2(\pi - 2)/\pi = 0,727$ est une constante obtenue par la théorie du contact élastique.

Cette relation donne de bons résultats pour des matériaux très élastiques. En revanche pour des matériaux très plastiques, ou dans le cas de couches minces, un bourrelet d'écoulement plastique peut se former autour de l'indenteur, entraînant un accroissement de la hauteur de contact qui peut, dans certains cas, être supérieure au déplacement. Or dans l'équation (19), h_c ne peut pas être supérieur à h , donc ce modèle donnera des résultats moins précis sur des matériaux pour lesquels il se forme un bourrelet au cours de l'indentation. Pour relier la hauteur de contact h_c à l'aire de contact projetée, Oliver et Pharr proposent d'utiliser une fonction d'aire pour tenir compte de l'imperfection géométrique à l'extrémité de la pointe. La relation est la suivante [46, 55] :

$$A = 24.56h_c^2 + \sum_{i=0}^7 C_i h_c^{1/2^i} \quad (20)$$

Avec C_0 représentant la relation géométrique simple entre A_c et h_c et $C_{1:8}$ des coefficients pour tenir compte de l'imperfection de l'extrémité de la pointe. Pour déterminer ces coefficients, un essai de nano-indentation est réalisé sur un matériau homogène dont on connaît exactement le module d'élasticité (la silice en général), puis les coefficients sont calculés pour que le module d'élasticité calculé soit constant dès le contact.

II.7.3.2.2. Approche de Loubet

Loubet utilise une approche expérimentale pour établir la relation entre la hauteur de contact et la pénétration. Il utilise la relation suivante [6, 8] :

$$h_c = \alpha h_{r'} \quad (21)$$

Avec α est une constante et $h_{r'}$ représente la pénétration plastique du matériau. Elle est définie par l'équation suivante :

$$h_{r'} = h - \frac{P}{S} \quad (22)$$

Pour déterminer le coefficient α , des essais d'indentation ont été réalisés sur plusieurs matériaux, puis l'aire de contact projetée réelle post test a été mesurée par microscopie AFM.

En comparant l'aire de contact projetée mesurée après test avec l'aire de contact théorique, pour un indenteur Berkovich, la valeur obtenue est la suivante :

$\alpha = 1, 2$. Cette équation peut se vérifier de façon théorique dans les cas de contact avec un matériau purement élastique et purement plastique. En effet si on reprend les équations (21) et (22), en considérant un matériau purement élastique indenté par une pointe conique, selon les équations de Sneddon, la force P est proportionnelle au carré de la pénétration h . La tangente obtenue au point de charge maximum P_t nous donne alors l'égalité suivante [18] :

$$h_{r,r} = \frac{h}{2} \quad (23)$$

Le rapport théorique entre h_c et h dans le cas d'un contact purement élastique entre un cône et un plan est de [18] :

$$\frac{h_c}{h} = \frac{2}{\pi} \quad (24)$$

En insérant l'équation (24) dans l'équation (23), nous obtenons l'équation suivante :

$$h_c = \frac{4}{\pi} h_{r,r} = 1,28 h_{r,r} \quad (25)$$

Ce qui est très proche de la valeur de α déterminée par Loubet et al.

Dans le cas d'un matériau élastique parfaitement plastique, il n'y a aucun retour élastique à la décharge, la courbe de décharge est donc verticale, ce qui signifie que la raideur de contact S tend vers l'infini. En utilisant les équations (21) et (22), avec $\alpha = 1,2$, le modèle de Loubet et al. Nous donne l'égalité suivante :

$$h_c = 1.2 h \quad (26)$$

Nous avons simulé un essai d'indentation sur un matériau à comportement rigide plastique, en faisant varier le demi-angle au sommet du cône θ (Afin de gagner en temps de calcul, la simulation par éléments finis est réalisée avec un indenteur conique, ce qui permet de réaliser un modèle éléments finis axisymétrique. Le demi-angle au sommet du cône θ est calculé pour que l'aire de contact projetée A_c obtenue avec le cône soit égale à l'aire de contact projetée obtenue avec l'indenteur tétraédrique.).

Sur la figure 2.10 est présentée l'évolution du rapport h_c/h en fonction du demi-angle au sommet équivalent de l'indenteur. Le rapport entre h_c et h obtenu pour un indenteur conique équivalent à l'indenteur Berkovich est le suivant :

$$\alpha = 1,24 \quad (27)$$

Dans le cas de matériaux à comportement plastique, le coefficient établi par Loubet et al. Est proche de la valeur trouvée par éléments finis. Ce modèle fonctionne donc pour une large gamme de matériaux.

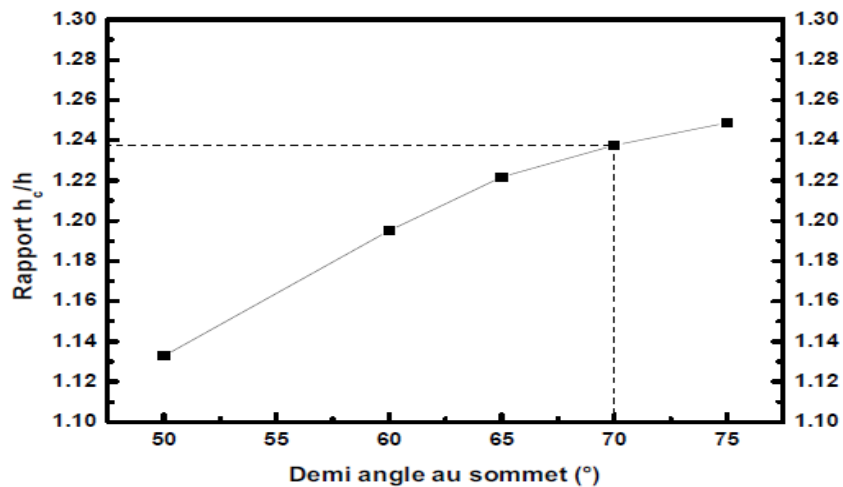


Fig. 37. Evolution du rapport h_c/h en fonction du demi-angle au sommet équivalent de l'indenteur. Ces valeurs sont obtenues par simulation numérique par éléments finis d'un indenteur conique indentant un matériau élastique, parfaitement plastique

Pour tenir compte de l'imperfection de l'extrémité de la pointe, Loubet et al. proposent une correction sur la hauteur de contact (voir figure 37). Elle consiste à ajouter une hauteur h_0 à la pénétration afin de tenir compte de la hauteur manquante due au fait que la pointe est émoussée [8, 62].

Pour déterminer cette hauteur, nous traçons l'évolution de la raideur de contact S en fonction de la pénétration plastique h_p , pour un matériau homogène connu (la silice par exemple). Cette méthode est présentée sur la figure 37. Comme le matériau est homogène, l'évolution entre la raideur de contact et la pénétration plastique est linéaire.

Sur la figure 37, la linéarité entre S et h_p est bien observée, excepté pour les très faibles pénétrations.

La courbure observée est principalement causée par l'imperfection géométrique de la pointe. Pour calculer la hauteur du défaut de pointe h_0 , Loubet et al. Proposent de prolonger la partie linéaire de la courbe de raideur de contact jusqu'à l'axe des abscisses. Nous en déduisons h_0 que nous pouvons ajouter à la pénétration plastique.

L'expression de la hauteur de contact par le modèle de Loubet et al. Est alors la suivante:

$$h_c = \alpha \left(h - \frac{P}{S} + h_0 \right) \quad (28)$$

Etant donné que le défaut de pointe est pris en compte dans l'équation (28), l'aire de contact s'obtient alors simplement à partir de la géométrie de l'indenteur :

$$A_c = \pi \tan^2(\theta) h_c^2 \quad (29)$$

La prise en compte de h_0 a pour effet une meilleure estimation de l'aire de contact projetée pour les petits enfoncements.

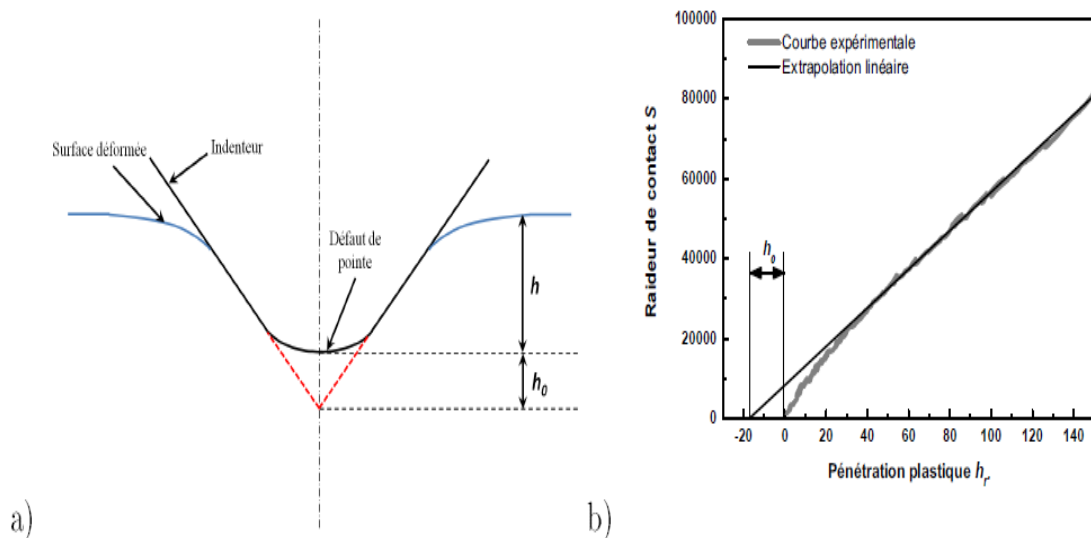


Fig. 38. Représentation schématique de la hauteur équivalente du défaut de pointe h_0 . b) Mesure du défaut de pointe à partir de la courbe $S = f(h_r)$ [62]

II.8. Prise en compte des erreurs systématiques

Les machines de nano-indentation permettent une mesure précise de la force, du déplacement et de la raideur de contact. Cependant, certaines incertitudes sont à prendre en compte. De plus, certains paramètres d'essais, tels que la vitesse de charge, doivent être adaptés au matériau testé.

Dans la première partie de ce paragraphe est expliquée la procédure à mettre en œuvre pour les matériaux dont les propriétés mécaniques dépendent du temps, puis en seconde partie sont présentées les différentes sources d'erreurs liées à la mesure du déplacement.

II.8.1. Vitesse de déformation constante pour les matériaux dont les propriétés dépendent du temps

Si on se réfère à toutes les méthodologies utilisées dans les essais de nanoindentation contrôlés en force, la plupart des expérimentations utilisent une montée en charge linéaire par rapport au temps (vitesse de charge constante).

Dans les lois de comportement traditionnelles, les propriétés mécaniques des matériaux dépendent généralement de plusieurs paramètres: la déformation, la température, la vitesse de déformation etc. Il peut donc être intéressant d'effectuer des essais d'indentation à vitesse de déformation constante afin de connaître les propriétés mécaniques du matériau considéré en fonction de la vitesse de déformation. Ceci est particulièrement vrai sur les matériaux polymères par exemple. Mayo et al. [30] ont montré que la vitesse de déformation $\dot{\epsilon}$ peut être définie par la relation suivante :

$$\dot{\epsilon} = \frac{\dot{h}}{h} \quad (30)$$

Avec $\dot{h} = dh/dt$ la vitesse de pénétration à l'instant t .

La plupart des nano-indentateurs sont asservis en force. La vitesse de déformation constante doit donc être liée à la charge appliquée. En reprenant l'équation (2.2) exprimant la dureté en fonction de la force, la dérivée par rapport au temps de la dureté permet d'exprimer le rapport $\dot{P}=P$, exprimé par l'équation suivante [32] :

$$\frac{\dot{P}}{P} = 2 \frac{\dot{a}}{a} + \frac{\dot{H}}{H} \quad (31)$$

Par conséquent, pour un essai contrôlé en force, il faut supposer avoir atteint un régime stationnaire d'écoulement plastique pour obtenir $\dot{\epsilon}$ constant. Ainsi la variation de dureté par rapport au temps est nulle et $\dot{P}=P$ est directement proportionnel au rapport $\dot{a}=a$. Pour un matériau homogène, le rapport entre le

rayon de contact et la pénétration étant constant, l'expression de la vitesse de déformation par rapport à la charge est la suivante :

$$\dot{\varepsilon} = \frac{\dot{h}}{h} = \frac{1}{2} \frac{\dot{P}}{P} \quad (32)$$

Pour obtenir $\dot{\varepsilon}$ constant, il faut donc que la charge varie de façon exponentielle. Lucas et al: ont comparé un essai réalisé à vitesse de charge constante avec un essai réalisé à vitesse de déformation constante réalisé sur de l'indium [32].

Ce matériau est en effet connu pour avoir un comportement viscoplastique à basse température. On observe sur la figure 3, dans le cas d'un essai à vitesse de charge constante, une baisse de la vitesse de déformation en fonction de la pénétration, ainsi qu'une baisse de la dureté en fonction de la pénétration. On constate de plus que plus la vitesse de charge est élevée, plus la dureté est élevée, ce qui est caractéristique d'un comportement viscoplastique.

Si maintenant l'essai est réalisé avec \dot{P}/P constant, la vitesse de déformation est constante, de même que la dureté, en fonction de la pénétration. On observe de plus que plus la vitesse de déformation n'est élevée, plus la dureté n'est élevée. Par conséquent, pour un matériau dont les propriétés dépendent du temps, il est nécessaire d'effectuer l'essai à vitesse de déformation constante.

Ce phénomène a aussi été démontré par analyse dimensionnelle expliquant que la pression moyenne de contact est seulement dépendante de l'angle de l'indenteur et de la vitesse de déformation [33, 34, 36, 37].

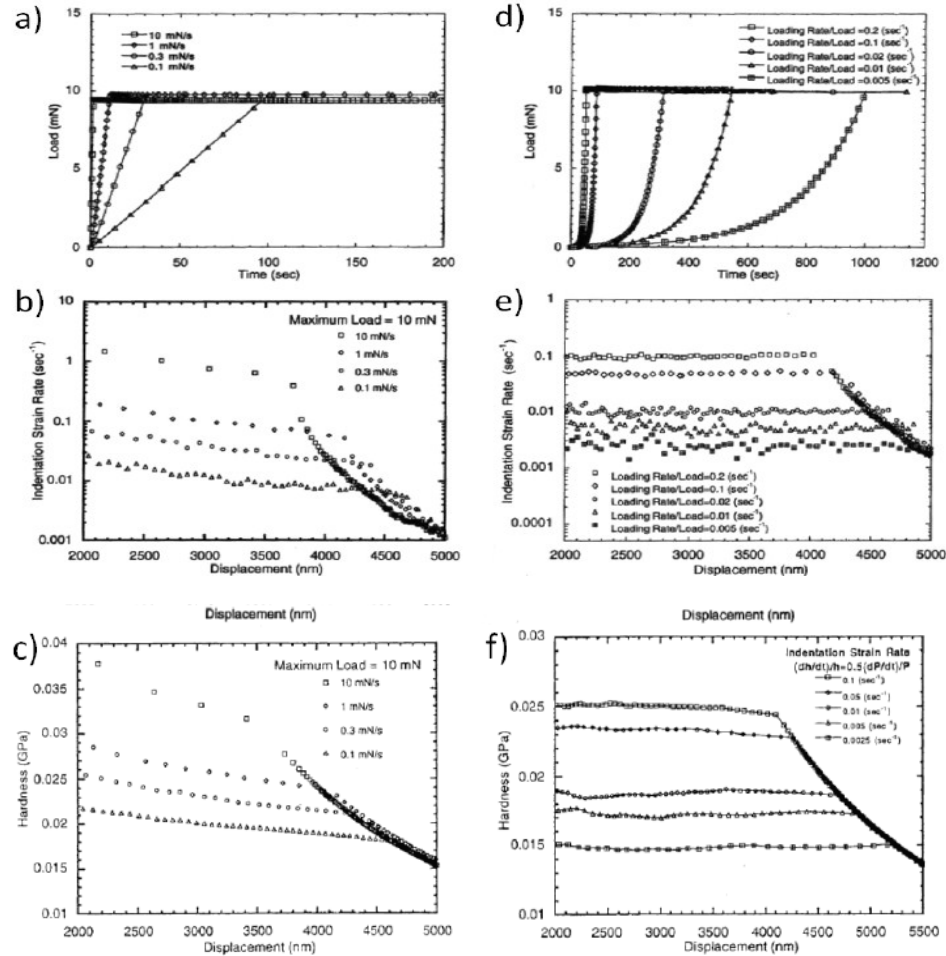


Fig. 39. Comparaison entre un essai à vitesse de charge constante (a) et un essai à monter en charge exponentielle (d). A vitesse de charge constante, on observe que la vitesse de déformation n'est pas constante (b), entraînant une baisse de la dureté (c). Avec une montée en charge exponentielle, la vitesse de déformation est constante (e), ainsi que la dureté (f). [32]

II.8.2. Incertitudes liées à la mesure du déplacement

Lors d'un essai de nano-indentation, la mesure du déplacement est certainement la mesure soumise au plus grand nombre d'incertitudes. Ce paragraphe a pour objectif de mettre en avant les principales sources d'erreurs liées à la mesure du déplacement. Nous expliquons en premier lieu l'erreur faite sur la détection du point de contact, puis nous montrons l'erreur causée par la dérive thermique. Enfin nous reviendrons plus en détail sur l'erreur liée au défaut de pointe.

II.8.2.1. Détermination du point de contact

En indentation quasi-statique, le contact est détecté lorsque la force normale devient supérieure à la limite de résolution de l'appareillage.

L'origine des enfoncements correspond alors à une force non nulle. Donc, à l'origine des enfoncements, l'indenteur a déjà pénétré dans l'échantillon, générant une sous-estimation de l'aire de contact, et donc une surestimation des propriétés mécaniques.

Les machines équipées de la technique CSM permettent une détection plus précise du contact. En effet, la détection du contact n'est plus réalisée avec une brusque augmentation de la force, mais une brusque augmentation de la raideur de contact. Nous définissons alors le point de contact h_{in} comme indiqué sur la figure 2.13.

Nous en déduisons alors le déplacement h par la formule suivante :

$$h = h_m - h_{in} \quad (33)$$

Avec h_m le déplacement mesuré.

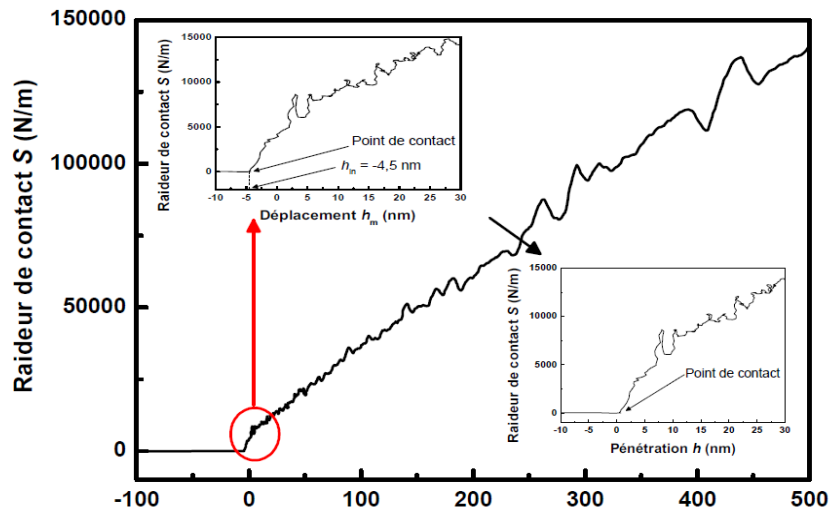


Fig. 40. Détermination du point de contact avec la méthode CSM sur un échantillon de silice. Le contact est détecté lorsqu'une brute augmentation de la raideur de contact est observée

Sur la figure 40, la détection du contact sur la silice est relativement facile à obtenir. Considérons maintenant la figure 40 représentant la raideur de contact S

mesurée sur un élastomère en fonction du déplacement brut h_m . Nous constatons qu'il est plus difficile de détecter le point de contact sur cet échantillon.

L'erreur commise sur la détection du contact peut atteindre 100 nm voire plus, ce qui est très problématique pour une caractérisation mécanique sur une profondeur de quelques centaines de nm. Par conséquent, pour un matériau très souple tel un élastomère, il est très difficile d'obtenir des propriétés mécaniques pour des enfoncements inférieurs au micron, du fait de la difficulté de détecter précisément le point de contact.

II.8.3. Estimation du défaut de pointe

Une deuxième source d'incertitude provient du défaut de pointe. En effet, l'indenteur n'est pas parfaitement pointu. Il faut donc tenir compte de cette imperfection géométrique dans les calculs.

Sur la figure 41 est présentée l'évolution de la dureté de la silice en fonction de la pénétration plastique h_r . Le défaut de pointe h_0 est calculé par la méthode de Loubet et al. [24]. La dureté est calculée avec la méthode de Loubet et al. Pour $h_0 = 15 \text{ nm} \pm 5 \text{ nm}$. Nous observons que l'erreur commise sur le calcul de la hauteur équivalente du défaut de pointe se répercute sur la dureté calculée. Par exemple, pour $h_r = 50 \text{ nm}$, la dureté obtenue peut varier de 40 % suivant la valeur de h_0 calculée. Pour cette gamme d'enfoncements, l'erreur sur le calcul du défaut de pointe n'est donc pas négligeable.

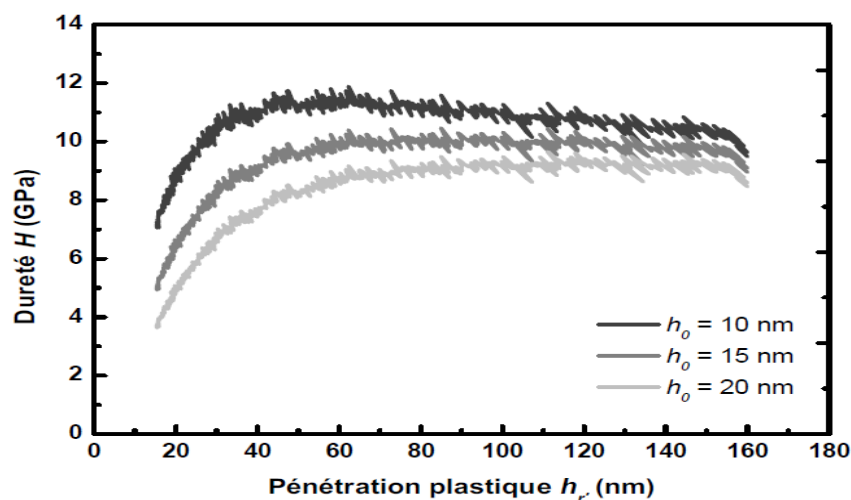


Fig. 41. Evolution de la dureté H de la silice en fonction de la pénétration plastique h_p . La dureté est calculée pour $h_0 = 15 \text{ nm} \pm 5 \text{ nm}$. L'erreur faite sur le calcul de h_0 affecte significativement les résultats obtenus pour des pénétrations inférieures à 100 nm

II.8.4. Correction de la dérive thermique sur la mesure du déplacement

Lors de l'essai d'indentation, la température varie au cours du temps. A température ambiante, celle-ci évolue, certes très faiblement, mais à l'échelle du nanomètre, cette faible fluctuation entraîne la contraction ou la dilatation de tous les composants du système, l'indenteur et l'échantillon lui-même.

Pour corriger le déplacement mesuré de cette dérive thermique, plusieurs méthodes sont utilisées. Pour les appareils asservis en force, une première méthode consiste à effectuer un maintien à la charge maximale P_t durant une durée déterminée t , et à mesurer l'évolution de la pénétration h lors de ce maintien à charge constante [13]. Cette technique est présentée sur la figure 42.

Ainsi le rapport $\Delta h = \Delta t$ permet d'estimer la vitesse de dérive thermique au cours de l'essai, qui est ensuite corrigée sur le signal de déplacement. Cette méthode présente deux inconvénients. D'une part cette mesure prend en compte l'enfoncement de l'indenteur causé par le fluage éventuel du matériau sollicité. D'autre part cette méthode suppose que la dérive thermique est constante tout au long de l'essai.

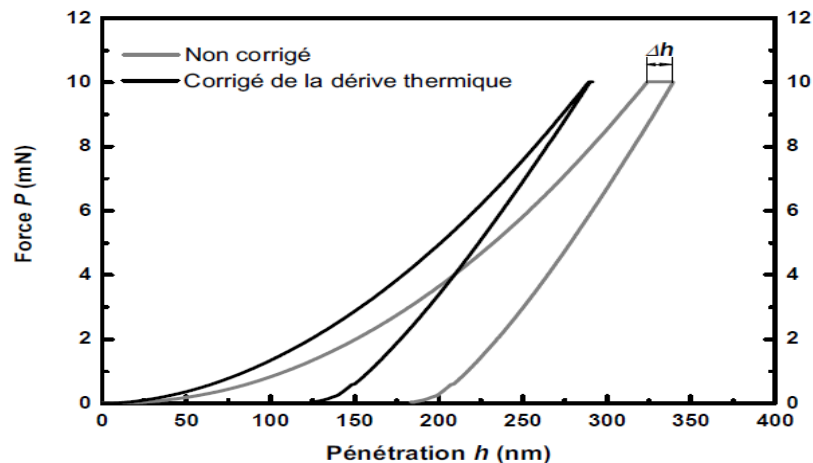


Fig. 42. Détermination de la dérive thermique à charge maximum sur un échantillon de silice

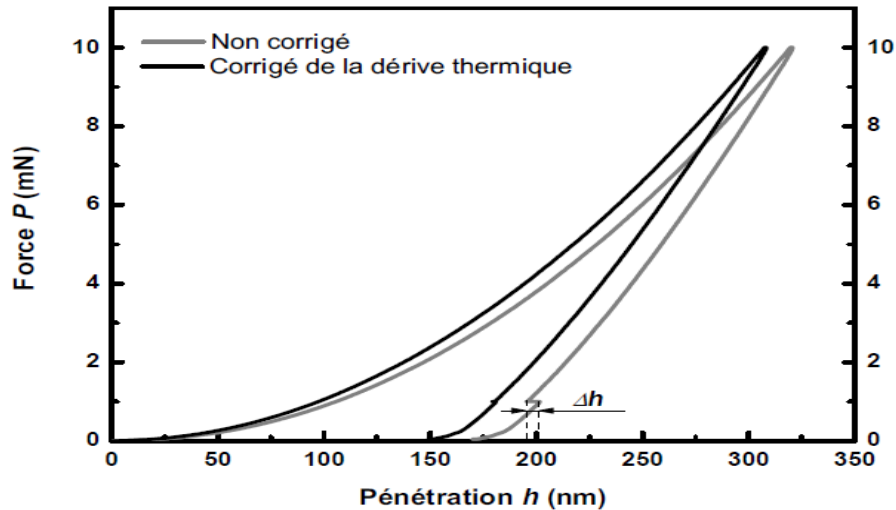


Fig. 43. Représentation d'une courbe d'indentation non corrigée de la dérive thermique et du maintien à charge constante à 90 % de la décharge pour obtenir la courbe corrigée.
Essai sur un échantillon de silice

Une seconde méthode, présentée sur la figure 43, consiste à effectuer le même type de mesure, mais cette fois-ci à 90 % de la décharge. Cela permet de diminuer l'effet du fluage. La dérive est supposée constante au cours de l'essai [17].

Une troisième méthode consiste à effectuer un cycle charge-décharge supplémentaire [29]. Dans le cas de matériaux élastoplastiques, considérant que la courbe de décharge correspond à la récupération des déformations élastiques générées au cours de la charge, la première et la seconde courbe de décharge doivent se superposer. Si ce n'est pas le cas, alors la différence d'enfoncement entre les deux décharges n'est pas un effet lié au matériau mais à l'appareillage.

La correction consiste à faire coïncider les deux courbes de décharge. Connaissant la variation de déplacement et de temps entre deux points à même charge, il est possible d'exprimer la vitesse de dérive thermique $\Delta h = \Delta t$ (figure 2.18).

Pour appliquer cette correction, on suppose la dérive thermique constante durant l'essai.

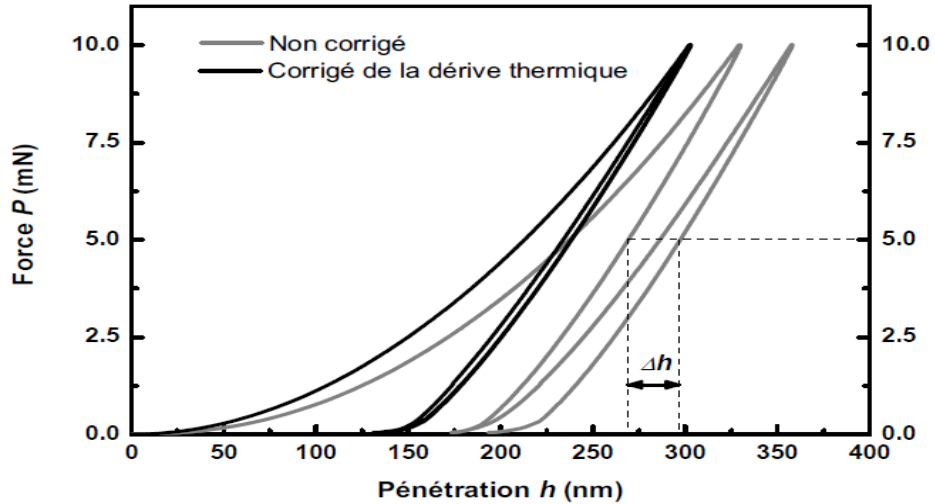


Fig. 44. Principe de correction de la dérive thermique avec le double cycle charge-décharge sur un échantillon de silice

A l'extrême surface du matériau testé, les incertitudes liées à la mesure du déplacement et le défaut de pointe ont une plus grande influence sur les résultats. Les procédures mises en place pour prendre en compte ces effets doivent donc être parfaitement maîtriser. De plus, il est nécessaire de maîtriser la vitesse de montée en charge. En effet, lors de tests sur des matériaux dont le comportement mécanique dépend du temps, la montée en charge doit être réglée pour que la vitesse de déformation soit constante. Ainsi, lors de tests sur des matériaux homogènes, les propriétés obtenues sont constantes en fonction de la pénétration.

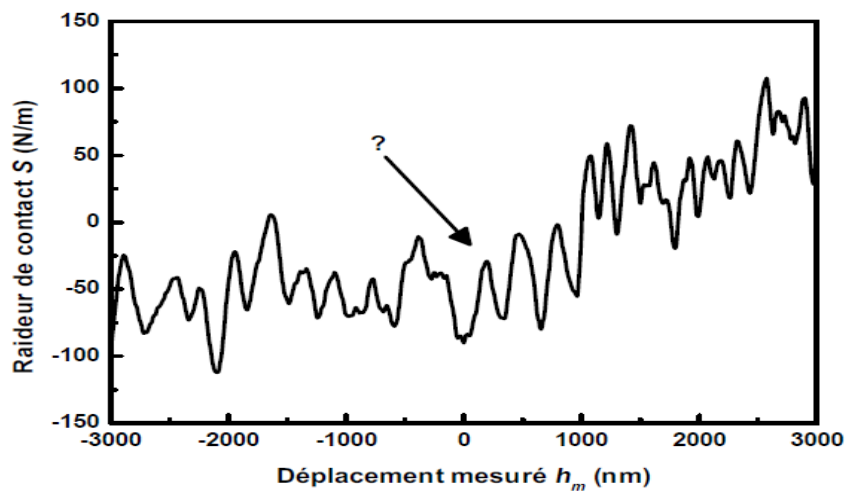


Fig. 45. Détection du point de contact pour un élastomère. A cause de sa forte souplesse, il est plus difficile de détecter correctement le point de contact

A l'extrême surface du matériau testé, les incertitudes liées à la mesure du déplacement et le défaut de pointe ont une plus grande influence sur les résultats. Les procédures mises en place pour prendre en compte ces effets doivent donc être parfaitement maîtriser. De plus, il est nécessaire de maîtriser la vitesse de montée en charge. En effet, lors de tests sur des matériaux dont le comportement mécanique dépend du temps, la montée en charge doit être réglée pour que la vitesse de déformation soit constante. Ainsi, lors de tests sur des matériaux homogènes, les propriétés obtenues sont constantes en fonction de la pénétration.

II.9. Mise en œuvre de méthodologie de caractérisation mécanique par indentation

L'essai d'indentation instrumentée a été largement utilisé et étudié en raison de la facilité qu'il procure pour estimer les propriétés mécaniques des matériaux à partir de la courbe force-déplacement sur de petits volumes de matière [64, 65]. Les principales propriétés qu'il permet d'obtenir sont le module de Young et la dureté, mais le coefficient d'érouissage, la limite d'élasticité [64–66] et la ténacité à la rupture [67,68] peuvent également être calculés à partir des courbes force-déplacement enregistrées.

Cette technique permet d'étudier les propriétés mécaniques des matériaux à différentes échelles. Un matériau homogène peut être testé indifféremment en nano, micro ou macro indentation; au contraire pour des matériaux hétérogènes, la réponse à l'indentation dépendra du volume plastifié sous l'indenteur [69].

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

$$\left\{ \begin{array}{l} \text{Nano si } h \leq 0,2 \mu\text{m} \\ \text{Micro si } 2N > P, h > 0,2 \mu\text{m} \\ \text{Macro si } 2N \leq P \leq 30 \text{ kN} \end{array} \right. \quad (33)$$

III.9.1. L'analyse des courbes d'indentation

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

La Figure 46 représente une courbe force-déplacement d'un essai d'indentation instrumentée classique, où sont identifiés les paramètres importants pour l'analyse.

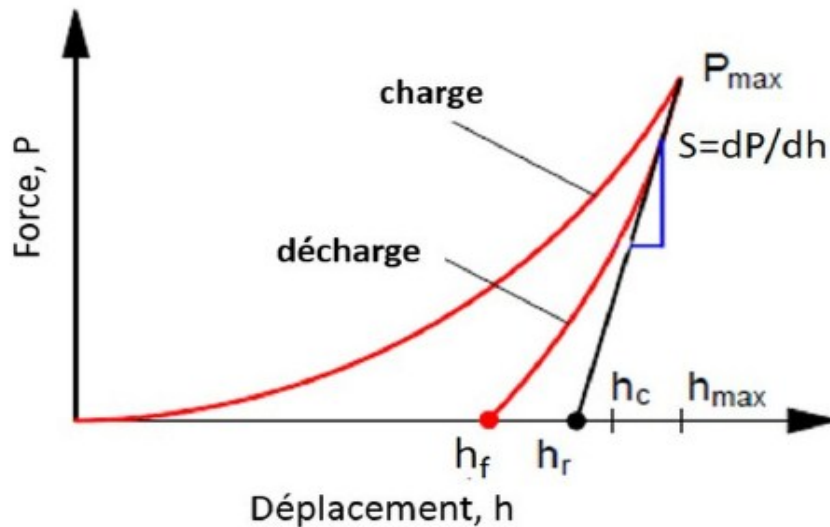


Fig. 46. Courbe force-déplacement d'un essai d'indentation instrumentée classique
 P_{max} : Force maximale, $h_{max} = h_m$: déplacement maximum, h_f : profondeur résiduelle, h_r : profondeur plastique, S : raideur, et h_c : profondeur de contact.

Aujourd'hui comme travaux de recherche de référence, Oliver et Pharr [5] et Loubet et al. [6] ont systématiquement décrit la détermination de la zone de contact en fonction de la profondeur de contact selon le mode de déformation, enfoncement et empilement, respectivement.

Les deux approches et les deux expressions correspondantes de la profondeur de contact sont assez différentes nécessitant donc de considérer préalablement l'un ou l'autre modèle pour déterminer les propriétés mécaniques. C'est-à-dire que le mode de déformation prédominant du matériau doit être préalablement identifié à l'essai pour calculer la surface de contact adéquate et par la suite les bonnes valeurs pour la dureté instrumentée et le module d'Young.

D'un point de vue général et indépendamment du mode de déformation réel, presque tous les auteurs appliquent le modèle proposé à l'origine par Oliver et Pharr [5], que ce soit par ignorance ou en négligeant le modèle de Loubet et al. [6].

En conséquence, il est clair que pour les matériaux présentant un empilement autour de l'empreinte, les propriétés mécaniques calculées à partir d'essais

d'empreinte instrumentés en appliquant le modèle d'Oliver et Pharr [5] ne sont pas du tout correct.

Cependant, pour aider les utilisateurs à estimer le mode de déformation, un critère simple basé sur le rapport entre la profondeur restante et la profondeur maximale atteinte par le pénétrateur sous la charge maximale peut être utilisé [70-71]. Pour des valeurs de ce rapport inférieures à une limite trouvée proche de 0,83, le mode de déformation est enfoncement alors qu'il est empilement pour des valeurs plus élevées.

II.9.2. Calcul de la dureté instrumentée et du module d'élasticité réduit

La méthodologie développée par Oliver et Pharr [5] pour déterminer la dureté instrumentée, HIT, et le module de Young, E, en nanoindentation est aujourd'hui bien connue et appliquée dans la quasi-totalité des travaux de recherche. Cependant, cette approche n'est pas valable pour les matériaux présentant un empilement comme mode de déformation [6].

C'est pourquoi il semble important d'expliquer brièvement comment sont calculés la dureté et le module d'Young dans les deux situations.

A partir de l'essai d'indentation instrumenté, la dureté définie comme la résistance plastique d'un matériau par un pénétrateur rigide est exprimée par le rapport entre la charge maximale appliquée et une surface de contact entre le pénétrateur et le matériau.

La dureté instrumentée, HIT, considère la surface de contact projetée :

$$\text{HIT} = \frac{P}{A_c} \quad (34)$$

Où P la charge appliquée et A_c la surface de contact projetée.

Sur la base de la théorie du contact, Oliver et Pharr [5] ont proposé de calculer le module de Young, plus précisément le module réduit E_R , à partir de la rigidité de contact comme suit :

$$E_R = \frac{S}{2} \sqrt{\frac{p}{A_c}} \quad (35)$$

Lorsque le module réduit est lié aux propriétés élastoplastiques du pénétrateur et du matériau testé comme mentionné dans l'Eq. (3).

De plus, le module réduit E_R est donné en fonction du module d'Young et du coefficient de Poisson du pénétrateur (E_i, ν_i) et du matériau (E_m, ν_m) comme suit:

$$\frac{1}{E_R} = \frac{1-\nu_i^2}{E_i} + \frac{1-\nu_m^2}{E_m} \quad (36)$$

S est la rigidité de contact correspondant à la pente de la courbe de déchargement calculée à la profondeur d'empreinte maximale comme suit :

$$S = \left. \frac{dP}{dh} \right|_{h=h_m} \quad (37)$$

Habituellement, la courbe de déchargement est ajustée par une loi de puissance reliant la charge d'indentation P à la différence entre la profondeur d'indentation, h, et la profondeur d'indentation finale, h_f, comme suit :

$$P = B(h - h_f)^m \quad (38)$$

où B, m et h_f sont des valeurs déterminées par une analyse de meilleur ajustement étape par étape. En pratique, seules les données d'indentation comprises entre 40 et 98 % de la charge maximale sont utilisées pour ce raccord.

III.9.3. Détermination de l'aire de contact projetée pour les trois échelles (macro-micro-nano)

Les équations (5) et (6) indiquent clairement que l'obtention de valeurs cohérentes des deux propriétés mécaniques résulte de la précision de la zone de contact entre le pénétrateur et le matériau testé.

En nanoindentation, Oliver et Pharr [14] ont proposé de calculer cette fonction d'aire de contact au moyen de 8 paramètres d'ajustement aux moindres carrés de la courbe obtenue à partir d'essais CSM (Continuous Stiffness Measurement) sur un matériau de propriétés connues, généralement la silice fondue :

$$A_c = 24,5h_c^2 + C_1 h_c^1 + C_2 h_c^{1/2} + C_3 h_c^{1/4} \dots + C_8 h_c^{1/128} \quad (39)$$

Afin de considérer l'influence du défaut de la pointe du pénétrateur.

La fonction de l'aire de contact est calibrée sur de la silice fondue dont le module d'Young est bien connu. Cette méthodologie est vraiment très cohérente même si, malheureusement, elle nécessite le Mode Rigidité Continue qui n'est pas souvent ou trop rarement disponible sur les instruments développés dans la gamme de la microindentation.

Dans ces conditions, une autre méthodologie doit être proposée pour estimer la zone de contact.

En microindentation, c'est-à-dire pour des profondeurs de pénétrateur supérieures à environ 1 micron, la plupart des chercheurs considèrent une géométrie de pénétrateur parfaite.

La relation d'enveloppée par Chicot et al. [71] (Eq. (42)) permet également d'estimer l'aire de contact pour des profondeurs très faibles (<200 nm) dans le cas où la méthode CSM n'est pas disponible sur l'instrument utilisé. Le défaut de pointe, h_b peut être soit déterminé par calibration sur un matériau connu, soit estimé par Microscopie Electronique à Balayage (MEB).

$$A_c = 24.5[h_c - h_b \left(1 - \exp\left(-\frac{2h_c}{h_b}\right)\right)^{\frac{3}{2}}]^2 \quad (40)$$

L'équation 40 est aussi valable pour des profondeurs plus élevées (gamme de la Microindentation) et donne des résultats comparables à ceux estimés par la relation de Troyon et al. [72] (Eq. (41)), qui revient à négliger le terme exponentiel de l'équation (15).

$$A_c = 24.5(h_c + h_b)^2 \quad (41)$$

Pour la macroindentation, l'aire de contact (Eq. (42)) est généralement considérée comme ayant la forme d'une pyramide parfaite car les déplacements (>5 μm) sont très importants par rapport au défaut de pointe possible de l'indenteur.

$$A_c = 24,56h_c^2 \quad (42)$$

Où le coefficient 24,56 provient de la considération du pénétrateur conique équivalent associé aux pointes de pénétrateur Vickers et Berkovich ayant un demi-angle au sommet de 70,3°.

Dans le cas des pénétrateurs pyramidaux, comme pour les pointes de pénétrateur Vickers et Berkovich, la surface de contact projetée est proportionnelle au carré de la profondeur de contact, h_c .

En appliquant l'éq. (9), il apparaît que la dureté en microindentation varie en fonction de la charge appliquée, ce phénomène étant bien identifié comme l'Indentation Size Effect [73].

Ces dernières décennies, il a été montré que l'influence de la pointe émoussée du pénétrateur avait un impact considérable sur l'estimation de l'aire de contact, en particulier pour les valeurs de profondeur de pénétration de l'indentation les plus faibles. C'est pourquoi, même dans cette gamme de charges appliquées, la correction proposée par Gong et al. [74] et Troyon et Huang [72] est aujourd'hui fortement recommandée. Par rapport à d'autres modèles largement plus complexes collectés dans [75], la correction proposée par [72, 74] consiste uniquement à

ajouter une profondeur corrigée correspondant à la longueur de troncature mesurée entre la pointe idéale du pénétrateur et celle émoussée et prendre en compte l'échelle d'indentation considérée.

La détermination de la longueur de troncature peut se faire selon deux procédures:

i) En utilisant un échantillon calibré dont la dureté et/ou le module d'élasticité sont bien connus, comme la silice fondue en nanoindentation, et la valeur de h_0 est alors déterminée par une régression d'ajustement jusqu'à l'obtention d'une propriété mécanique constante ou bien,

ii) Par observation de la pointe du pénétrateur à l'aide d'un microscope électronique à balayage à fort grossissement tel qu'utilisé dans [76].

Il est important de noter que l'émoussage de la pointe du pénétrateur est progressif en fonction de sa fréquence d'utilisation. Dans ce travail, nous pouvons voir que le défaut de pointe du pénétrateur augmente en fonction de l'année à laquelle les tests d'indentation ont été effectués, c'est-à-dire avec le nombre d'utilisations (tableau 1).

Il est clair que des valeurs précieuses de la dureté instrumentée et du module de Young dépendront de la précision de la profondeur de contact et de l'estimation du défaut de la pointe du pénétrateur.

De plus, la profondeur de contact h_c dépend également du mode de déformation. Pour les matériaux présentant un enfoncement, le modèle le plus connu est celui proposé par Oliver et Pharr [5].

Mais dans le cas de l'empilement, ces auteurs confirment que leur méthode n'est pas applicable même si leur méthode est largement et à tort employée indépendamment sur le mode de déformation.

Néanmoins, pour les matériaux présentant une formation d'empilement, Loubet et al. [6] ont proposé une estimation de h_c qui peut même être supérieure à la profondeur d'indentation maximale, h_m , contrairement au mode d'enfoncement où Oliver et Pharr [5] estiment une valeur de h_c toujours inférieure à h_m .

Par conséquent, il est évident que pour un essai d'indentation donné, c'est-à-dire pour la même charge appliquée et la même profondeur de pénétrateur, la profondeur de contact définie par Loubet et al. [6] est supérieur à celui défini par Oliver et Pharr [5].

De ce fait, selon le mode de déformation considérée, une sous-estimation ou une surestimation de la profondeur de contact est inévitable conduisant ainsi, respectivement, à une surestimation ou sous-estimation à la fois pour la dureté instrumentée et le module d'Young.

Ainsi, il est évident que les deux approches ne peuvent pas converger simultanément sur le même test d'indentation, c'est pourquoi le mode de déformation doit être préalablement identifié.

Les deux zones de contact correspondantes selon les modes de déformation peuvent être calculées à partir de la profondeur de contact dans l'Eq. (10) en appliquant les relations suivantes où les indices c_s et c_p désignent respectivement le mode de déformation par enfoncement et empilement :

Pour l'affaissement [5]:

$$h_{cs} = h_m - \varepsilon \frac{P}{S} \quad (43)$$

Où h_m la profondeur d'indentation maximale, P la charge maximale appliquée, S la rigidité de contact et une constante égale à 0,75 pour les pénétrateurs Vickers et Berkovich.

Pour le bourrelet [6]:

$$h_{cp} = \alpha \left(h_m - \frac{P}{S} \right) \quad (44)$$

Où α est une constante égale à 1,2 basée sur la méthodologie citée précédemment pour le calcul de la profondeur de contact et les propriétés mécaniques.

II.9.4. Effet de la complaisance de l'instrument

Un autre facteur important dans l'analyse de la courbe d'indentation est la détermination de la complaisance du bâti C_f liée à la déformation de l'instrument. L'inverse de la raideur, mesurée par la pente à la décharge, correspond à la complaisance totale C_T du système décrit par l'équation (49) comme étant la somme de la complaisance du bâti ou de la machine C_f et de la complaisance du contact lié au matériau C_s , décrit par le deuxième terme.

$$C_T = C_f + \frac{\sqrt{\pi}}{2} \frac{1}{\beta \gamma E_R \sqrt{A_c}} \quad (45)$$

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

La norme ISO 14577-4 décrit dans son annexe A différents processus pour réaliser la calibration. Dans notre étude, nous avons utilisé la méthode 2, avec comme hypothèses un module de Young constant, une fonction d'aire connue et une dureté variable avec la profondeur indentée.

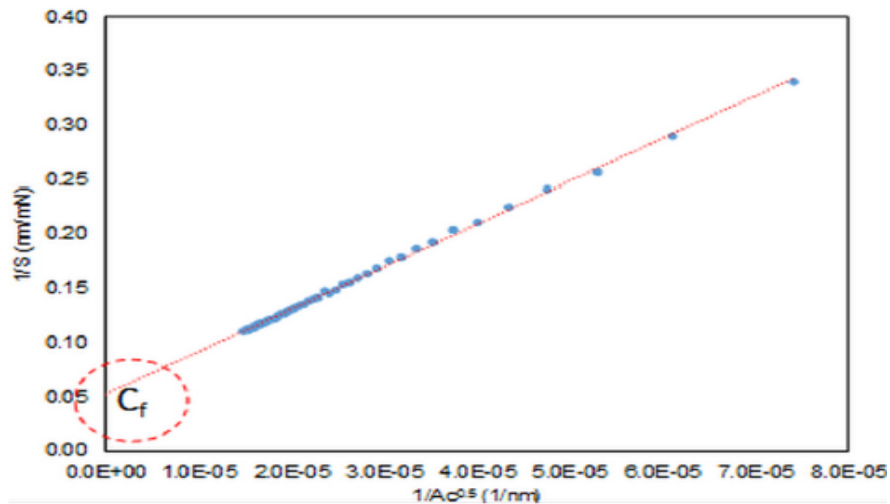


Fig. 47. Complaisance total mesurée à partir de l'inverse de la pente à la d'décharge en fonction de l'inverse de la racine carré de l'aire de contact supposée connue. L'interception de cette droite avec l'axe des ordonnées correspond à la valeur de la complaisance de la machine C_f

Par la suite, les relations montrées précédemment sont utilisées pour estimer le module de Young et la dureté.

Nous allons comparer et analyser les résultats d'indentation instrumentée dans une approche multi échelles ou nous travaillons avec trois instruments à différentes échelles de force (du mN au kN) et de déplacement (du nm au μm). L'information donnée à chaque échelle peut varier significativement pour les matériaux hétérogènes qui peuvent montrer des propriétés variables en nano, micro et macroindentation à cause de l'hétérogénéité de la structure et la présence de plusieurs phases.

II.9.5. Les corrections imposées par l'influence de l'instrument et la pointe émoussée

II.9.5.1. Correction due à l'influence de la complaisance de l'instrument

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

Cette déformation est linéairement proportionnelle à la charge appliquée comme dans le cas d'un ressort linéaire [77]. La correction prend donc la forme d'un produit entre la valeur de la complaisance C_f et de la force P . Ce produit doit alors être soustrait aux mesures enregistrées de la manière suivante :

$$h_c = h - C_f P \quad (46)$$

Où h_c est la profondeur après correction de la complaisance et h la profondeur enregistrée par l'instrument. Ce terme de complaisance représente en fait l'écart entre l'inverse de la rigidité de contact théorique et celle mesurée par l'instrument. Cette rigidité de contact est définie comme l'inverse de la pente au déchargement, donc comme l'inverse de S_u . Donc C_f est calculée par la relation :

$$C_f = \left(\frac{1}{S_u}\right)_{\text{mesuré}} - \left(\frac{1}{S_u}\right)_{\text{théorique}} \quad (47)$$

L'expression théorique de l'inverse de la rigidité de contact est donnée par la relation (48), il convient alors de représenter l'inverse de la pente mesurée au déchargement à la charge maximale en fonction de l'inverse de la racine carrée de l'aire de contact réel suivant la relation proposée entre autres Herrmann et al. [78]:

$$\left(\frac{1}{S_u}\right)_{m(h=h_{\max})} = (dh/dp)_{h=h_{\max}} = C_f + \frac{\sqrt{\pi}}{2E_r} \frac{1}{\sqrt{A_{CP}}} \quad (48)$$

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

Un exemple de courbe obtenue par Chicot et Mercier [73], présenté sur la figure 47, vérifie très bien la linéarité de la relation (48) et la manière dont est déterminé le terme de correction de complaisance C_f .

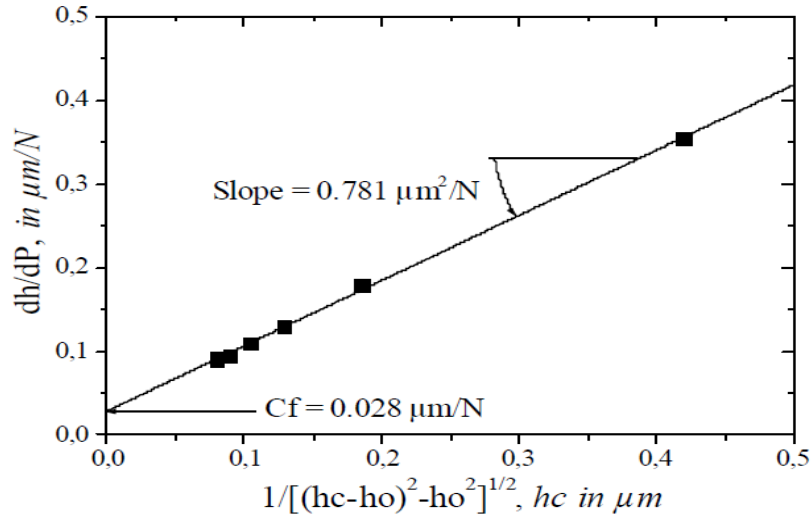


Fig. 48. Représentation de l'inverse de la rigidité, dh/dP , en fonction de la profondeur de contact, hc , obtenue dans une gamme de charges de 1 à 25 N avec un indenteur Vickers et en tenant compte de la correction h_o de Krell and Schädlich [101] par Chicot et al. [100]

Cependant, des corrections ont été apportées à ces différentes relations. En effet la relation (49) a été initialement établie pour un indenteur conique même si Bulychev [13] a montré que cette relation peut être aussi appliquée aux cas des indenteurs sphériques et cylindriques. Cependant, pour des indenteurs pyramidaux, il est nécessaire de lui apporter une correction. Cela a été proposé par Oliver et Pharr [14] qui introduisent dans cette relation un facteur correctif β :

$$S_u = \left(\frac{dP}{dh}\right)_{h=h_{\max}} = \frac{2}{\sqrt{\pi}} \beta E_R \sqrt{A_{CP}} \quad (49)$$

Le coefficient β est un facteur de forme purement géométrique, qui prend la valeur de 1,012 d'après les auteurs pour un indenteur Vickers. A l'aide d'un calcul par éléments finis, King [23] confirme la valeur de 1,012 alors que Dao et al. [64] trouvent une valeur de 1,07. Plus récemment, une étude menée par Antunes et al. [65] basée sur des résultats obtenus à partir d'une analyse à trois dimensions des empreintes Vickers réalisées sur plusieurs matériaux couvrant un large domaine de propriétés mécaniques (limite élastique, coefficient d'érouissage et module

d'élasticité) aboutit à un facteur proche de 1,05, pratiquement indépendant des propriétés mécaniques. C'est cette valeur qui sera retenue dans nos calculs.

Partant toutefois des travaux d'Oliver et Pharr [5] pour expliquer la surestimation du module élastique rencontrée lors d'analyse de points expérimentaux, Hay et al. [28] démontrent que les hypothèses dans la solution de Sneddon [18] ne sont pas cohérentes, surtout en ce qui concerne les conditions aux limites. En effet, la solution de Sneddon [18] pour l'indentation d'un semi-espace élastique par un cône rigide montre que des déplacements radiaux des points de la surface indentée pénètrent à l'intérieur du cercle de contact.

Pour prendre en considération ce phénomène, Hay et al. [28] introduisent un nouveau facteur correctif dans l'équation de la rigidité (4.13) qu'ils appellent λ et qui ne dépend que du coefficient de Poisson. La relation ainsi modifiée de la rigidité et le calcul de λ sont :

$$S_u = \left(\frac{dP}{dh}\right)_{h=h_{\max}} = \beta \frac{2}{\sqrt{\pi}} E_R \lambda \sqrt{A_C} \quad (50)$$

Avec,

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

(51)

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

$$\frac{dh}{dP} = C_f \frac{1}{2\beta\gamma E_R \tan \lambda \sqrt{[(h_c - h_0)^2 - h_0^2]}} \quad (56)$$

Dans le cas de la microindentation instrumentée pour laquelle le défaut de pointe a une moindre importance, on peut ne tenir compte que de l'aire de contact projetée théorique, ce qui réduit l'équation (57) à :

$$\frac{dh}{dP} = C_f + \left[\sqrt{\frac{\pi}{24.5}} \frac{1}{\beta \lambda} \frac{1}{2E_r} \right] \frac{1}{h_c} \quad (57)$$

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

Un exemple qu'on a élaboré sur le Cuivre, le Laiton et le Bronze.

Le modèle de Gao et Nix est exploité par la méthode d'Oliver et Pharr [5] pour la comparaison de ces trois matériaux.

Les courbes relatives aux 72 essais considérés montrent une bonne reproductibilité des essais. Suite à la régression linéaire, estimée par l'équation 58:

$$\frac{1}{S} = \alpha^* \frac{1}{\sqrt{A}} \quad (58)$$

Les valeurs des coefficients caractéristiques α et β sont montrées dans le tableau 2. Sachant que α est la pente, à savoir que $\alpha = \frac{d(\frac{1}{S})}{d(\frac{1}{\sqrt{A}})}$ tels que α est exprimé en (nm²/mN).

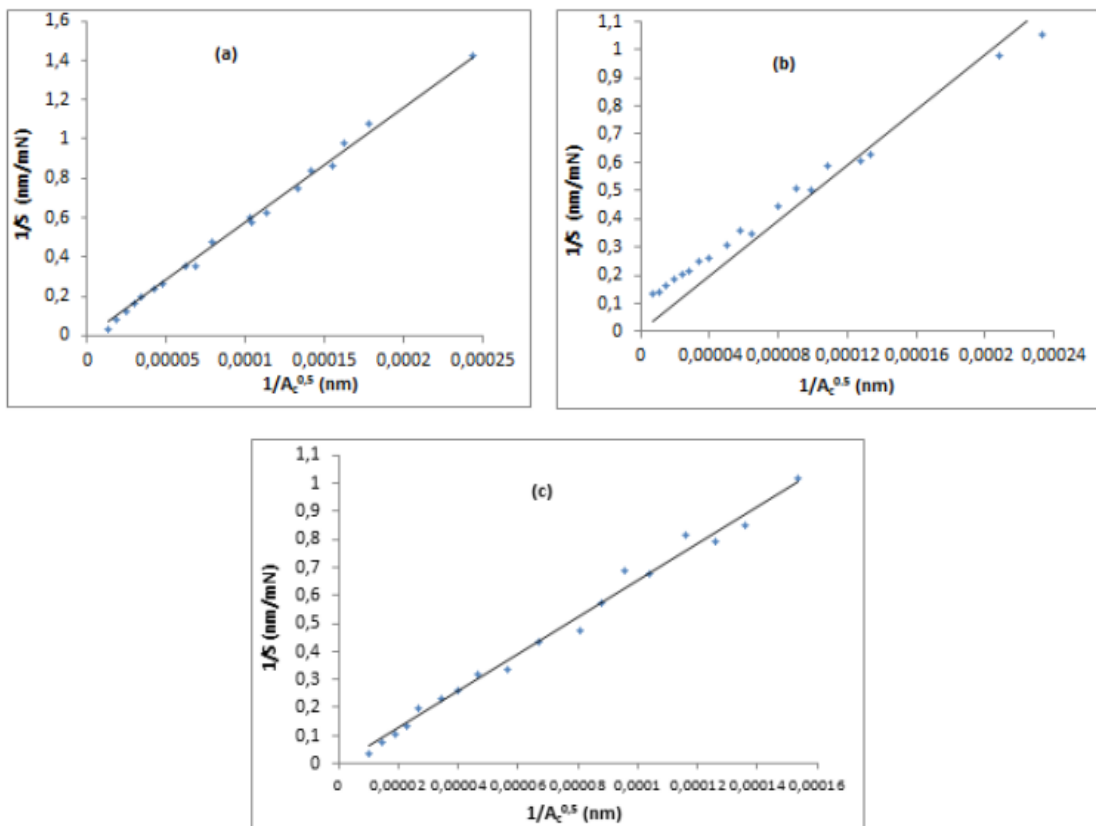


Fig. 49. Représentation de l'inverse de la raideur de contact en fonction de l'inverse de la racine carrée de l'aire de contact pour exprimer les modules de Young (E) par nanoindentation des matériaux a) Bronze, b) Cuivre et c) Laiton.

Donc, à partir des pentes expérimentales comme celle montrée sur la figure 2, il est possible de calculer le module d'élasticité du matériau. Les valeurs trouvées pour chaque échantillon sont regroupées dans le tableau 1. Ces résultats sont intéressants, dans la mesure où on peut constater que les valeurs des modules trouvées pour chaque échantillon est logique et compatible avec la théorie. Cela

confirme aussi que la méthodologie est reproductible et que l'on peut être confiant des valeurs moyennes trouvées du cuivre, bronze et laiton et qui sont respectivement 203GPa, 173GPa et 153GPa.

Table 2 - Valeurs du module d'élasticité déduites de la pente des courbes; (1/Su) vs (1/hc) pour chaque échantillon.

Référence	Matériaux	a	$R^2(\%)$	E ou $\frac{10^6}{a}$ (GPa)
a	Bronze (Cu + Sn)	5799,2	99,52 %	173
b	Cuivre (Cu)	4927	98,08 %	203
c	Laiton (Cu + Zn)	6531	99,01 %	153

Apport du facteur d'échelle en dureté HLSF

Le facteur d'échelle noté HLSF (Hardness Length-Scale Factor) correspond à la racine carrée de la pente, a savoir la profondeur caractéristique, qui est exprimé comme suit :

$$HLSF = H_0 \cdot \sqrt{h^*} \quad (59)$$

Qui s'exprime en MPa.m^{1/2}, cette unité étant équivalente à celle d'une ténacité.

La figure 50 ci-dessous, relative aux échantillons (50-(a,b,c)), montre que le modèle de Nix et Gao est parfaitement applicable à la méthode d'Oliver et Pharr [5]. Cette figure montre les modalités de calcul relatives à la dureté absolue par extrapolation à l'origine du carré de la dureté et aussi HLSF en prenant la racine carrée de la pente de ces droites.

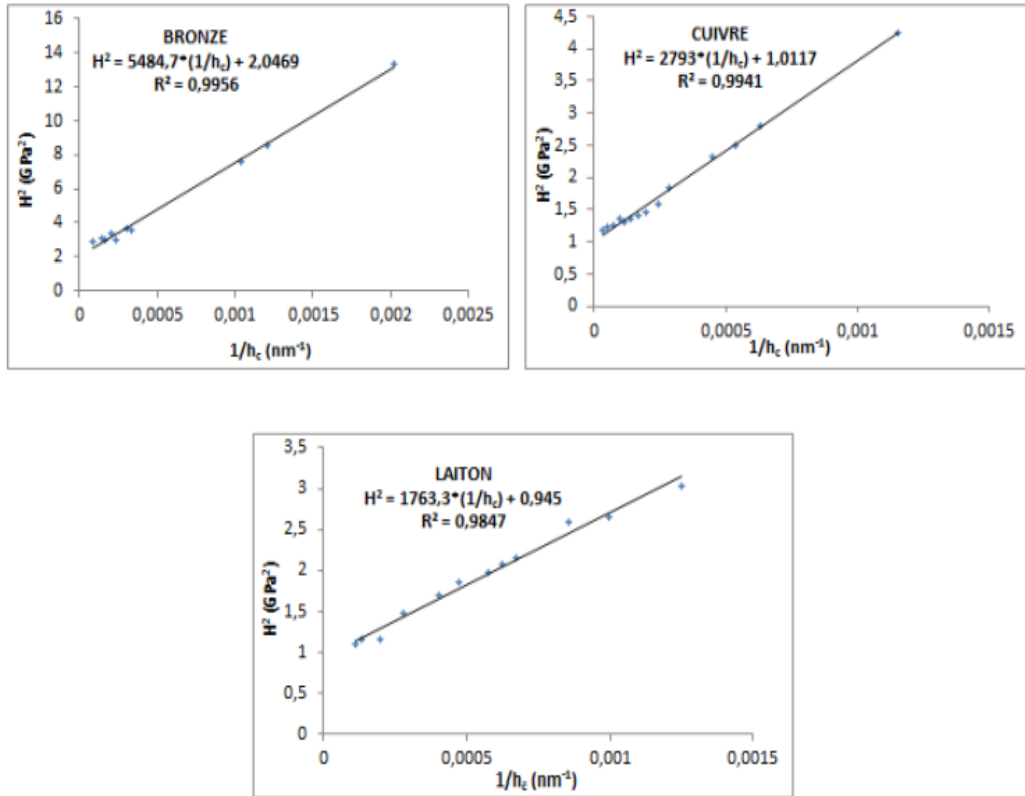


Fig. 50. Modèle de Nix et Gao appliqué aux duretés vs l'inverse de la profondeur des matériaux Bronze, Cuivre et Laiton [79].

Table 3. Valeurs de H_0 , h^* et HLSF pour chaque échantillon testé [79].

Echantillons	H_0 (GPa)	h^* (μm)	HLSF (MPa.m^{1/2})
(a) : Bronze	1,430699	5484,7	105,904
(b) : Cuivre	1,00583	2793	53,15536
(c) : Laiton	0,9721	1763,3	40,82

Au vu des résultats indiqués dans le tableau 3, la variation de la dureté absolue semble suivre logiquement ce qui est attendu pour ces types de matériaux $H_0(a) > H_0(b) > H_0(c)$.

La structure plus fine de l'échantillon semble conduire à une dureté plus élevée ce qui aurait pu être attendu du fait d'une densité plus élevée de dislocations localisées dans les joints de grains.

Concernant h^* la tendance semble suivre une évolution en rapport avec le type de microstructure. Les valeurs de HLSF, sont compatibles avec les H_0 .

Ceci pourrait signifier que la densité de dislocations participe au processus de déformation.

La capacité de déformation plastique serait donc dépendante de la microstructure. D'autre part, à partir de la valeur du HLSF, nous pouvons calculer le vecteur de Burgers, b , qui est lié au facteur d'échelle, HLSF, et au module de cisaillement, μ , qui vaut 42 GPa, 48GPa et 42GPa pour le Bronze, le cuivre et le Laiton respectivement, par la relation :

$$HLSF = 1,14\mu\sqrt{b} \quad (60)$$

Pour chaque échantillon, les valeurs du vecteur de Burgers ont été calculées et rassemblées dans le tableau 4:

Référence	Module de cisaillement (GPa)	Vecteur de Burgers b (\AA)
(a)	42	4,892
(b)	48	0,944
(c)	42	0,727

L'ordre de grandeur des valeurs des vecteurs de Burgers est cohérent et il confirme la pertinence des valeurs de dureté déduites de la méthodologie d'Oliver et Pharr.

Dans tous les cas, tout ceci ne constitue bien évidemment que des pistes de réflexion sur la conception de biomatériaux selon des exigences techniques spécifiques dans le cadre de faisabilité biomécanique.

II.9.5.2. Correction imposée par l'influence du défaut de pointe de l'indenteur sur l'aire de contact

L'aire de contact est directement proportionnelle au carré de la profondeur, dans le cas d'un indenteur parfait. Mais en pratique, la pointe de l'indenteur est émoussée de par son utilisation. Ainsi, la vraie aire de contact est modifiée et ne pas prendre en compte cet émoussement peut avoir un effet considérable sur la détermination des propriétés mécaniques, et ceci d'autant plus que l'échelle de mesure est petite.

En microindentation et pour des valeurs de pénétration de l'indenteur supérieures à environ 100-200 μm selon l'ampleur de l'émoussement, la relation proposée par Loubet [6] reprise par Troyon [72] est parfaitement adaptée.

Ils proposent d'ajouter le défaut de pointe h_b [72], pris comme la distance entre la pointe du cône parfait et le sommet de l'indenteur émoussé, à la profondeur mesurée dans l'expression de l'aire de contact (équation 61) lorsque les profondeurs sont supérieures à une valeur critique prise autour de 200 nm [72]:

$$A_c = 24.56(h_c + h_b)^2 \quad (61)$$

L'introduction des différentes profondeurs de contact selon les modèles d'Oliver et Pharr [5] et de Loubet et al. [6], équations (17) et (28) respectivement, dans l'équation (61) de l'aire de contact nous donne les expressions suivantes:

- Pour le sink-in

$$A_c = 24.56 \left(h_{max} - \varepsilon \frac{P_{max}}{S} + h_b \right)^2 \quad (62)$$

- Pour le pile-up

$$A_c = 24.56 \left[\alpha \left(h_{max} - \frac{P_{max}}{S} + h_b \right) \right]^2 \quad (63)$$

Le défaut de pointe peut s'obtenir soit par calibration soit par observation à fort grossissement.

Avant de calculer les propriétés mécaniques, il est nécessaire de faire les corrections qui s'imposent. Pour ce qui concerne le défaut de pointe, une calibration sur la silice fondue n'est pas possible dans le domaine de la microindentation du fait de sa fragilité et de sa fissuration sous quelques dizaines de grammes.

Nous avons donc observé à très fort grossissement la pointe émoussée des indenteurs. La longueur de la troncature est alors mesurée entre le sommet de la pointe émoussée et la reconstruction théorique du cône parfait à partir des flancs de l'indenteur (lignes blanches sur les photographies), comme le montre les Figures 48.a et 48.b, respectivement pour les indenteurs Berkovich et Vickers. Pour information, la mesure a été faite à un plus fort grandissement mais les photos des indenteurs sont présentées à un plus faible grossissement pour assurer une certaine qualité de la photo. Ainsi, comme on peut l'observer sur ces figures, un défaut de pointe de 50 nm est trouvé pour le pénétrateur Berkovich et de 150

nm pour le pénétrateur Vickers, cette différence étant à rapporter à la fréquence d'utilisation de ces deux indenteurs.

Comme prévu, les auteurs sont capables de calculer les propriétés mécaniques en appliquant les deux modèles, c'est-à-dire l'enfoncement et l'empilement, indépendamment du mode de déformation mais les valeurs diffèrent notablement. Sans aucune information supplémentaire sur le processus d'indentation, il est alors finalement facile de donner des valeurs erronées d'autant plus que la différence n'est pas si importante.

Cependant, une estimation du mode de déformation peut être facilement réalisée en comparant la valeur du rapport h_f/h_m à 0,83 séparant ainsi l'ensemble des matériaux en deux groupes. Un groupe concernait l'enfoncement lorsque ce ratio est inférieur à 0,83 et le second concerne l'accumulation pour les valeurs plus élevées [70].

Un exemple de représentation graphique que nous avons réalisé sur le bronze SAE 660 (SAE660) par indentation.

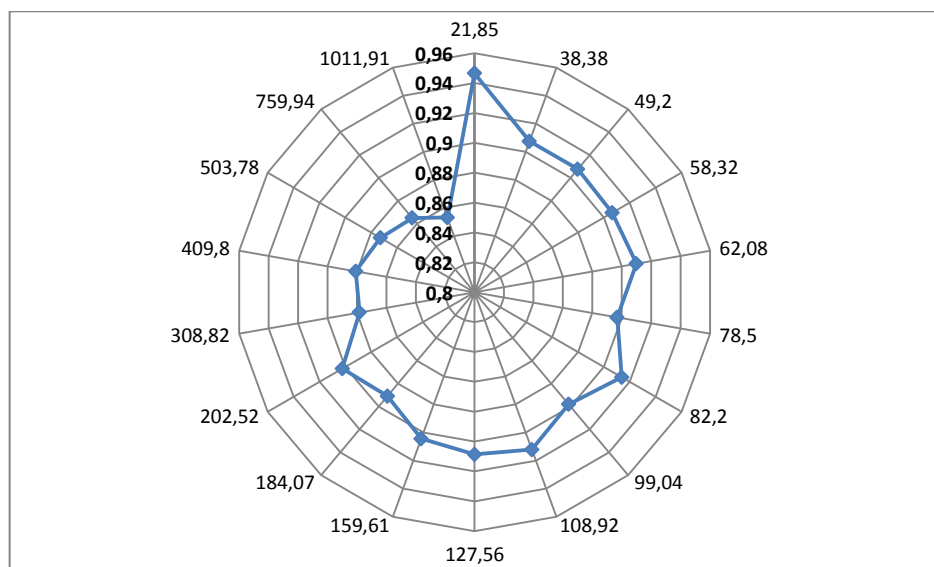


Fig. 3. Exemple de représentation graphique du radar exprimant le rapport h_{min}/h_{max} v.s. la force ultime d'indentation pour prédire le mode de déformation sous indenteur [79].

Les orbites de la représentation du radar expriment les rapports h_{min}/h_{max} dont la totalité des 23 points caractéristiques sont supérieures à 0,83 [70].

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

De plus, il est confirmé que la prise en compte du défaut de la pointe du pénétrateur est importante afin d'obtenir des valeurs constantes à la fois pour la dureté instrumentée et le module d'Young.

A titre d'exemple, le nitrure de silicium a été choisi pour représenter le mode d'enfoncement et le laiton C27200 pour représenter le mode d'empilement. La dureté instrumentée calculée sans tenir compte du défaut de la pointe (carrés noirs sur la figure 48) et en considérant le défaut de la pointe (carrés blancs sur la figure 48) sont tracées en fonction de la charge appliquée.

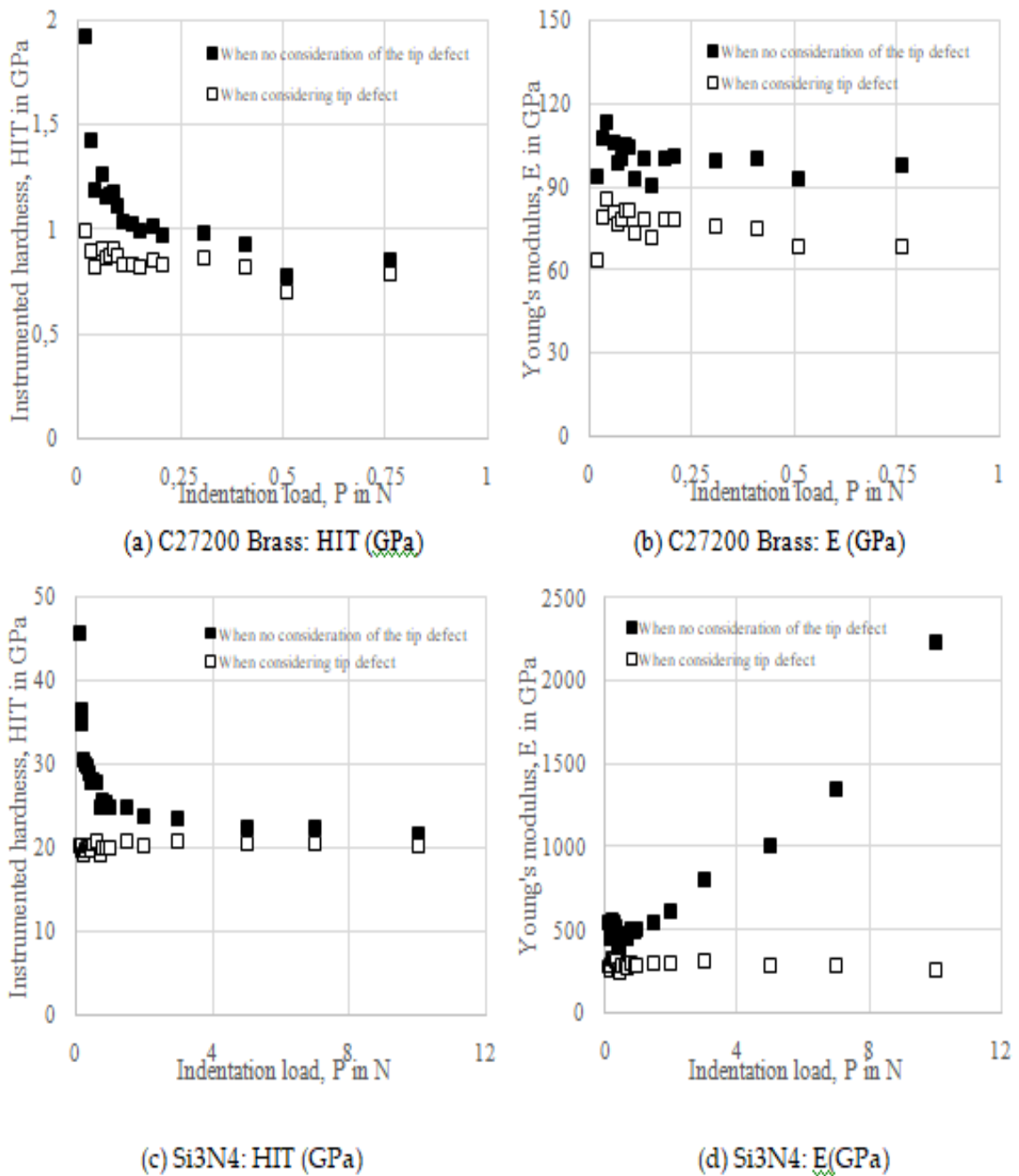


Figure 48. Valeurs des propriétés mécaniques exprimées en GPa en fonction de la charge pour deux matériaux sélectionnés, C27200 présentant un empilement (a) HIT et (b) E et Si3N4 présentant un enfoncement (c) HIT et (d) E, lorsque l'influence du défaut de pointe est prise en compte ou non [80].

Comme il est clairement démontré, on peut observer une grande influence du défaut de pointe sur la mesure de dureté et il peut atteindre le double de la valeur obtenue pour les charges d'indentation plus élevées pour lesquelles l'influence du défaut de pointe est moins prédominante en raison de l'amplitude de les profondeurs de pénétrateur atteintes à de telles charges par rapport à la valeur de

la longueur de troncature. Pour la mesure du module de Young, une variation est également observée et les valeurs obtenues sont clairement fausses.

Il est alors évident que le défaut de la pointe du pénétrateur doit être absolument pris en compte pour le calcul de la dureté instrumentée et du module d'Young. D'autre part, on a vu que le mode de déformation a également une influence sur les valeurs obtenues à la fois pour la dureté instrumentée et le module d'Young.

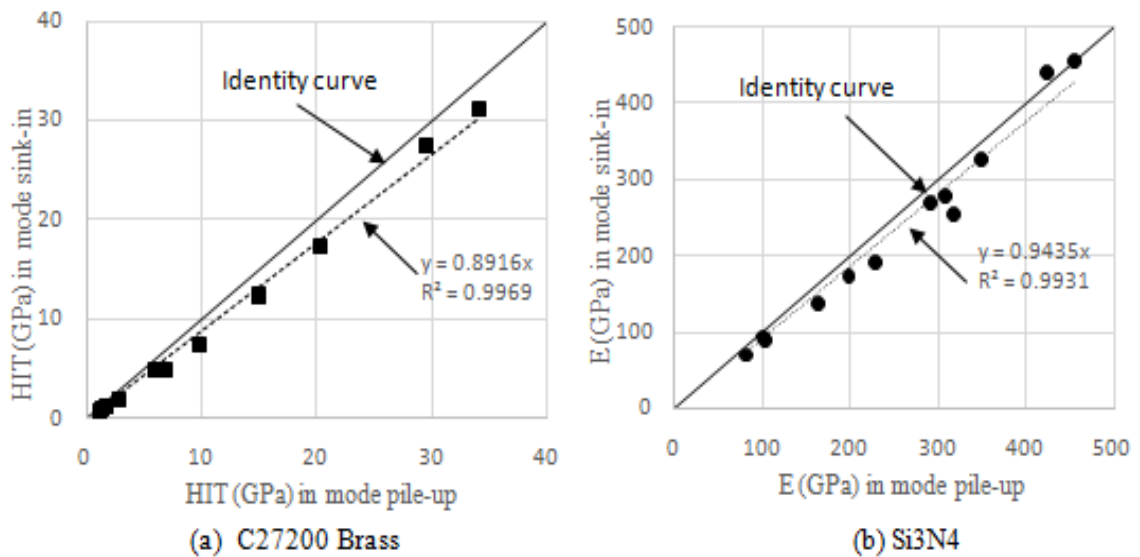


Figure 2. Dureté d'indentation et module de Young mesurés pour l'enfoncement en fonction des mêmes paramètres mesurés pour l'empilement pour (a) C27200 Laiton et (b) Si3N4 [80].

En conclusion, la figure 2 montre que les deux ensembles de valeurs sont remarquablement proches expliquant ainsi pourquoi la confusion entre les deux méthodes est souvent faite dans la littérature.

II.10. Conclusion

La présente méthodologie mise en œuvre sur la caractérisation des matériaux par indentation constitue une batterie d'outils indispensables à ceux qui sont sensés exploités cet outil pour les avantages qu'il offre en comparaison à la traction ou autres dans l'étude des revêtements des matériaux, ou la zone affectée thermiquement, ou des matériaux composites, ou carrément des spécimens en miniature pour assurer la maintenance des installations stratégiques ou sensibles (essais non destructifs).

Cette méthodologie consiste à faire la différence entre les trois échelles d'indentation. Par exemple les trois expressions analytiques utilisées pour l'estimation des aires de contact projetées relatives à chaque échelle macro-micro

et nano. Qui sont complètement différentes, et le choix arbitraires d'une expression au détriment de l'autre engendre des écarts de résultats des empreintes estimées et par conséquent l'affectation des précisions escomptées des propriétés nanomécaniques des principales caractéristiques tels que la dureté d'indentation instrumentée, le module de Young, le coefficient d'écroutissage,..., etc.

Conclusion générale

L'intention de ce document est de donner un "bon sens physique" aux futurs diplômés dans les trois paliers du L.M.D sur ce que l'on peut mesurer, comment et avec quelle précision, dans un temps relativement restreint, et de proposer éventuellement quelques pistes pour aller plus loin dans l'exploitation de l'outil d'indentation et de son développement. Et pourquoi pas l'amélioration de la compréhension et le développement de la méthode d'indentation à l'instar des universités mondiales qui s'investissent dans la performance de cet outil novateur pour des raisons de ses atouts incontournables en matière de caractérisation et de développement des matériaux.

Références

- [1] Tabor D., The hardness of solids, *Reviews of Physics in Technology*, vol. 1, no. 3, p.145-179, 1970.
- [2] R. Hill, E. H. Lee, and S. J. Tupper. Theory of wedge indentation of ductile metals. *Proceedings of the Royal Society*, A188(273) :162, 1947.
- [3] ASM Handbook. Mechanical testing and evaluation, volume 8, 1992.
- [4] W. C. Oliver et G. M. Pharr, An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments, *Journal of Materials Research*, vol. 7, no. 6, p. 1564-1583, 1992.
- [5] G. M. Pharr, W. C. Oliver, et F. R. Brotzen, On the generality of the relationship among contact stiffness, contact area, and elastic modulus during indentation, *Journal of Materials Research*, vol. 7, p. 613-617, 1992.
- [6] J.-L. Loubet, M. Bauer, A. Tonck, S. Bec, et B. Gauthier-Manuel, Nano-indentation with a surface force apparatus, *NATO Advanced study institute Series E. M. Natsi*, p. 429-447, 1993.
- [7] A. C. Fischer-Cripps, *Nanoindentation*. Springer-Verlag New York Inc., 2002.
- [8] S. Bec, A. Tonck, J.-M. Georges, E. Georges, et J.-L. Loubet, Improvements in the indentation method with a surface force apparatus, *Philosophical Magazine A*, vol. 74, no. 5, p.1061, 1996.
- [9] M. F. Doerner et W. D. Nix, A method for interpreting the data from depth-sensing indentation instruments, *Journal of Materials Research*, vol. 1, no. 4, p. 601-609, 1986.
- [10] J. B. Pethica, R. Hutchings, et W. C. Oliver, Hardness measurement at penetration depths as small as 20-nm, *Philosophical magazine A-Physics of condensed matter structure defects*, vol. 48, no. 4, p. 593-606, 1983.
- [11] J.-L. Loubet, J. M. Georges, O. Marchesini, et G. Meille, Vickers Indentation Curves of Magnesium-Oxide (MgO), *J. Tribol.-Trans. ASME*, vol. 106, no. 1, p. 43-48, 1984.
- [12] J.-L. Loubet, J. M. Georges, et G. Meille, Vickers indentation curves of elastoplastic materials, in *Microindentation techniques in materials science and engineering*. American Society for Testing and Materials, Philadelphia : Blau, PJ, Lawn BR, 1986, p. 72-89.
- [13] S. I. Bulychev, V. P. Alekhin, M. K. Shorshorov, A. P. Ternovskii, et G. D. Shnyrev, Determining Young modulus from the indenter penetration diagram, *Industrial Laboratory (USSR) (English translation of Zavodskaya Laboratoriya)*, vol. 41, no. 9, p. 1409-1412, 1975.
- [14] W. C. Oliver et G. M. Pharr, Measurement of hardness and elastic modulus by instrumented indentation: Advances in understanding and refinements to methodology, *Journal of Materials Research*, vol. 19, no. 1, p. 3-20, janv. 2004.
- [15] F.J. Lockett., Indentation of a rigid/plastic material by a conical indenter., *J.Mech. Phys. Solids.*, 11: p.16
- [16] K.M. Liang, G. Orange, G. Fantozzi., Evaluation by indentation of fracture toughness of ceramic materials., *J.Mater.Sci.*, 25 : p.207, 1990.

- [17] K.M. Liang, G. Orange, G. Fantozzi., Evaluation by indentation of fracture toughness of ceramic materials., *J.Mater.Sci.*, 25: p.207, 1990.
- [18] Y. Torres, D. Casellas, M. Anglada, L. Lianes., Fracture toughness evaluation of hardmetals: influence of testing procedure., *International Journal of Refractory Metals et Hard Materials.*, 19 : P.27, 2001.
- [19] N. Bouaouadja, D. Bouteghmes, M. Hamidouche, K. Loucif, H. Osmani., Etude comparative des formules de tenacité par indentation vickers dans le cas des cermets WC-CO., 3ème congrès de mécanique, 22-25 Avril, Tétouan, Maroc.
- [20] M. T. Laugier., Palmqvist indentation toughness in WC-Co composites., *J.Mater.Sci.Lett.*, 6: p.897, 1987.
- [21] G. R. Anstis, P. Chantikul, B. R. Lawn and D. B. Marshall., A critical evaluation of indentation techniques for measuring fracture toughness: I, Direct crack measurements., *J. Amer. Ceram. Soc.*, 64 (9) :p.533, 1981.
- [22] M.R. Vankandingham., Review of instrumented indentation., *J. Res. Natl. Inst. Stand. Technol.*, 108 : p.249, 2003.
- [23] J.L. Loubet, J.M. Georges, and G. Meille., Vickers indentation curves of elastoplastic materials., 'Microindentation techniques in Material Science and Engineering'. ASTM STP889, P.J. Blan and B.R. Lawn, Eds, Amer. Soc. Test et Mater, Philadelphia : p.72, 1986.
- [24] K.L. Johnson., *Contact Mechanics.*, Cambridge University Press., p.452, 1987.
- [25] P.Kaszinski., Indentation cyclique et déformation progressive, étude expérimentale et simulation des contacts internes à des implants chirurgicaux. PhD Thesis, ENS Cachan, 1999.
- [26] K. Zeng, E. Soderlund, A.E. Giannakopoulos, and D.J. Rowcliffe., Controlled indentation: A general approach to determine mechanical properties of brittle materials., *Acta mater.*, 44 (3): p.1127, 1996.
- [27] W.D. Nix, H. Gao., Indentation size effects in crystalline materials., *J. Mech. Phys. Solids.*, 46 (3): p.411, 1998
- [28] S.G. Corcoran, R.J. Colton, E.T. Lilleodden, W.W. Gerberich., Anomalous plastic deformation at surfaces: Nanoindentation of gold single crystals., *Phys. Rev.B* 55 (24): p.16057, 1997.
- [30] D.R. Clarke, R. Tandon., Factors affecting the fracture resistance of silicon- nitride ceramics., *Mater. Sci. Eng., A* 195: p.207, 1995.
- [31] ASM Handbook. Mechanical testing and evaluation, volume 8, 1992.
- [32] G. Gary. Comportement des métaux à grande vitesse de déformation. Modélisation. In *Techniques de l'Ingénieur, traité Génie Mécanique.*
- [33] B. Tanguy. Quelle(s) modélisation(s) de l'essai charpy pour une meilleure prédiction de la courbe de résilience. Séminaire, LMT, octobre 2005.
- [34] R. Cazaud, G. Pomey, P. Rabbe, and C. Janssen. *La fatigue des métaux.* Dunod, 1969.
- [35] R. A. F. de Reaumur, L'art de convertir le fer forgé en acier et l'art d'adoucir le fer fondu: ou de faire des ouvrages de fer fondu aussi fournis que de fer forgé. Michel Brunet, 1722.
- [36] F. Mohs, *Treatise on mineralogy : or, The natural history of the mineral kingdom.* A.Constable and co., 1825.
- [37] Tabor D., The hardness of solids, *Reviews of Physics in Technology*, vol. 1, no. 3, p.145-179, 1970.
- [38] J. Barralis et G. Maeder, *Précis de métallurgie.* Nathan, 2001.

- [39] Tabor D., The hardness of metals. Oxford : Oxford University Press, 2000.
- [40] M. F. Doerner et W. D. Nix, A method for interpreting the data from depth-sensing indentation instruments , Journal of Materials Research, vol. 1, no. 4, p. 601-609, 1986.
- [41] J. B. Pethica, R. Hutchings, et W. C. Oliver, Hardness measurement at penetration depths as small as 20-nm , Philosophical magazine A-Physics of condensed matter structure defects, vol. 48, no. 4, p. 593-606, 1983.
- [42] J.-L. Loubet, J. M. Georges, O. Marchesini, et G. Meille, Vickers Indentation Curves of Magnesium-Oxide (mgo) , J. Tribol.-Trans. ASME, vol. 106, no. 1, p. 43-48, 1984.
- [43] J.-L. Loubet, J. M. Georges, et G. Meille, Vickers indentation curves of elastoplastic materials, in Microindentation techniques in materials science and engineering. American Society for Testing and Materials, Philadelphia : Blau, PJ, Lawn BR, 1986, p. 72-89.
- [44] A. C. Fischer-Cripps, Nanoindentation. Springer-Verlag New York Inc., 2002.
- [45] S. I. Bulychev, V. P. Alekhin, M. K. Shorshorov, A. P. Ternovskii, et G. D. Shnyrev, Determining Young modulus from the indenter penetration diagram , Industrial Laboratory (USSR) (English translation of Zavodskaya Laboratoriya), vol. 41, no. 9, p. 14091412, 1975.
- [46] D. Maugis, Contact, Adhesion and Rupture of Elastic Solids, Illustrated edition. Springer Verlag Berlin and Heidelberg GmbH & Co. K, 1999.
- [47] K. L. Johnson, Contact Mechanics. Cambridge University Press, 1987
- [48] W. C. Oliver et G. M. Pharr, An improved technique for determining hardness and elasticmodulus using load and displacement sensing indentation experiments, Journal of Materials Research, vol. 7, no. 6, p. 15641583, 1992.
- [49] G. M. Pharr, W. C. Oliver, et F. R. Brotzen, On the generality of the relationship among contact stiness, contact area, and elastic modulus during indentation , Journal of Materials Research, vol. 7, p. 613617, 1992.
- [50] H. Hertz, D. E. Jones, et G. A. Schott, Miscellaneous Papers. London : Macmillan, Nabu Press, 1896.
- [51] I. N. Sneddon, The relation between load and penetration in the axisymmetric boussinesq problem for a punch of arbitrary prole , International Journal of Engineering Science, vol.3, no. 1, p. 4757, 1965.
- [52] J.-L. Loubet, Thèse Etude des courbes d'indentation - cas du poinçon cône et de la pyramide Vickers , Université Claude Bernard, N°1332, 91 p., 1983.
- [53] L. Odoni, Thèse Propriétés mécaniques et effets d'échelle , Université de Lyon, Ecole Centrale de Lyon, N° 99-17, 251 p., 1999.
- [55] S. A. S. Asif, K. J. Wahl, et R. J. Colton, Nanoindentation and contact stiness measurement using force modulation with a capacitive load-displacement transducer , Rev. Sci. Instrum., vol. 70, no. 5, p. 2408-2413, 1999.
- [56] R. B. King, Elastic analysis of some punch problems for a layered medium, International Journal of Solids and Structures, vol. 23, no. 12, p. 1657-1664, 1987.
- [57] G. Hochstetter, A. Jimenez, et J.-L. Loubet, Strain-rate eects on hardness of glassy polymers in the nanoscale range. Comparison between quasi-static and continuous stiness measurements, Journal of Macromolecular Science, Part B : Physics, vol. 38, no. 5, p. 681, 1999.

- [58] K. Demmou, Thèse Nanoindentation, viscoplasticité et piézo-mécanique de lms de dithiophosphate de zinc triboformes , Université de Lyon, Ecole Centrale de Lyon, N° 2007-31, 162 p., 2007.
- [59] M. J. Mayo et W. D. Nix, A micro-indentation study of superplasticity in Pb, Sn, and Sn-38 wt% Pb , *Acta Metallurgica*, vol. 36, no. 8, p. 2183-2192, 1988.
- [60] B. N. Lucas, W. C. Oliver, G. M. Pharr, et J.-L. Loubet, Time dependent deformation during indentation testing , in *Proceedings of the 1996 MRS Spring Meeting*, April 8, 1996 - April 12, 1996, San Francisco, CA, USA, 1996, vol. 436, p. 233.
- [61] Y.-T. Cheng et C.-M. Cheng, Scaling, dimensional analysis, and indentation measurements, *Materials Science and Engineering : R : Reports*, vol. 44, no. 4-5, p. 91-149, 2004.
- [62] G. Kermouche, Thèse Contribution à la modélisation théorique et numérique des essais d'indentation et de rayure , These, Université de Lyon, Ecole Centrale de Lyon, N°2005-42, 171 p., 2005.
- [63] S. Roche, Propriétés viscoélastiques et plastiques par nano-indentation de couches minces polymères solides : étude en température et en pression , Thèse, Université de Lyon – Ecole Centrale de Lyon, 175 p., 2004.
- [64] M. Dao, N. Chollacoop, K.J. Van Vliet, T.A. Venkatesh, S. Suresh, *Acta Mater.* 49 (2001) 3899-3918
- [65] J.M. Antunes, J.V. Fernandes, L.F. Menezes, B.M. Chaparro, *Acta Mater.* 55 (2007) 69-81
- [66] M. Mata, M. Anglada, J. Alcalá, *J. Mater. Res.* 17 (2002) 964-976.
- [67] F. Rickhey, K.P. Marimuthu, J.H. Lee, H. Lee, J.H. Hahn, *Eng. Fract. Mech.* 148 (2015) 134-144
- [68] Y. Feng, T. Zhang, *Acta Mech. Solida Sin.* 28 (2015) 221-234
- [69] E. Barthel, D. Chicot, J.P. Guin, E. Le Bourhis, G. Mauvoisin, L'indentation: un outil de caractérisation multi-échelle des matériaux, presented at the Commission thématique Indentation, SF2M Info, 2014, p. 13
- [70] Yetna N'Jock, M., Chicot, D., Ndjaka, J.-M., Lesage, J., Decoopman, X., Roudet, F., and Mejias, A.: A criterion to identify sinking-in and piling-up in indentation of materials. *Int. J. Mech. Sci.* 90, 145-150 (2015).
- [71] D. Chicot, M. Yetna, E.S Puchi-Cabrera, A. Iost, M. Staia, G. Louis, G. Bouscarrat, R. Aumaitre, *Thin Solid Films* 558 (2014) 259-266
- [72] M. Troyon, L. Huang, *Surf. Coat. Technol.* 201 (2006) 1613-1619
- [73] Chicot D., Mercier D., Improvement in depth-sensing indentation to calculate the universal hardness on the entire loading curve. *Mech. Mater.*, 40 (4-5), (2008) 171-182.
- [74] Gong, J., Miao, H., and Peng, Z.: On the contact area for nanoindentation tests with Berkovich indenter: case study on soda-lime glass, *Mater. Lett.*, 58, 1349–1353 (2004).
- [75] Field, J.-E. and Telling, R.-H.: The Young modulus and Poisson ratio of diamond, *Research Note*; Cambridge, Cavendish Laboratory (1999).
- [76] Chicot, D., De Baets, P., Staia, M.-H., Puchi-Cabrera, E.-S., Louis, G., Perez Delgado and Y, Vleugels, J.: Influence of tip defect and indenter shape on the mechanical properties determination by indentation of a TiB₂-60%B₄C ceramic composite. *Int. J. of Refractory Metals & Hard Materials*, 38, 102-110 (2013).

[77] Fischer-Cripps A.C., Critical review of analysis and interpretation of nanoindentation test data, *Surf. Coat. Techn.*, 200, (2006) 4153-4165.

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

[79] Habibi S., Mahmoudi N., Zaim A., Bouziane M. M., Nanoindentation applied to the study of biomaterials, *Recueil de mécanique*, vol. 3, N°001 (2018) 223-228.

[80] Habibi S., Chicot D., Mejias A., Boutabout B., Zareb E., Samsoum D.-E., Benaissa S., Mezough A., Merzouk H., The P-h² relationship on load-displacement curve considering pile-up deformation mode in instrumented indentation. *Journal of materials and research*, 36(15), 3074-3085 (2021). / DOI: 10.1557/s43578-021-00286-3.