

UNIVERSITE DE LILLE I

THESE EN COTUTELLE INTERNATIONALE

présentée par

Michel YETNA N'JOCK

pour l'obtention du titre de :

DOCTEUR EN MECANIQUE, ENERGETIQUE ET MATERIAUX DE
L'UNIVERSITE DE LILLE I

ET

DOCTEUR EN MECANIQUE ET MATERIAUX OPTIONS SCIENCES
DES MATERIAUX DE L'UNIVERSITE DE YAOUNDE 1

Sur le thème :

Développement des méthodes d'analyse en indentation instrumentée

Soutenue le **20 novembre 2014** devant le jury composé de :

Directeurs: **Didier CHICOT**, Professeur, Université de Lille I
Jean-Marie NDJAKA, Professeur, Université de Yaoundé I (Cameroun)

Rapporteurs: **Younes BENARIOUA**, Professeur, Université de M'Sila (Algérie)
Eric LE BOURHIS, Professeur, Université de Poitiers

Membres: **Olivier BARTIER**, Maître de Conférences, Université de Rennes I
Germain Hubert BEN-BOLIE, Maître de Conférences, Université de Yaoundé I (Cameroun)
Jacky LESAGE, Professeur, Université de Lille I
Mariana STAIA, Professeur, UCV (Caracas)

Laboratoire :

Laboratoire de Mécanique de Lille, LML UMR 8107.

Boulevard Paul Langevin

59655 Villeneuve d'Ascq Cedex

Résumé :

La détermination des propriétés mécaniques des matériaux est souvent réalisée par indentation instrumentée. Cette technique présente l'avantage d'être locale et de déterminer de nombreuses propriétés mécaniques. Toutefois, l'obtention de valeurs fiables nécessite à la fois la connaissance du mode de déformation autour de l'empreinte et une valeur précise de l'aire de contact entre indenteur et matériau.

Dans ce travail, nous proposons de considérer le rapport entre la profondeur résiduelle et la profondeur maximale d'indentation pour connaître le mode de déformation. Il y a formation de bourrelets ou déflexion des faces de l'empreinte selon que ce rapport soit supérieur ou inférieur à 0,86. Ensuite, nous calculons la dureté à partir du travail d'indentation en prenant en compte le défaut de pointe dans le calcul du volume de l'empreinte ce qui fait disparaître l'effet de taille. Nous proposons aussi d'estimer le module d'élasticité à partir de différentes profondeurs de pénétration. En nanoindentation, le modèle d'Oliver et Pharr est souvent et, à juste titre, utilisé pour calculer l'aire de contact. Malheureusement, il nécessite le mode de mesure de la rigidité en continue, mode qui n'est pas disponible sur tous les instruments de mesure. C'est pourquoi nous proposons une nouvelle fonction d'aire qui ne nécessite que la connaissance du défaut de pointe pris comme étant la longueur de la troncature du sommet de l'indenteur.

Finalement, ce travail de thèse propose une méthodologie d'analyse pour l'obtention de propriétés fiables et représentatives du comportement mécanique du matériau.

Mots clés:

Indentation, propriétés mécaniques, modélisation, défaut de pointe, pile-up, sink-in, énergie

Title:

Development of methodologies of analyzing in instrumented indentation

Abstract:

The determination of the mechanical properties of materials is often performed by instrumented indentation. This technique is local and allows determining many mechanical properties. However, obtaining reliable values requires the knowledge of the deformation mode around the indent and an exact value of the contact area between the indenter and the material.

In this work, we propose to consider the ratio between the residual depth and the maximum depth to predict the deformation mode. For a ratio higher than 0.86, piling-up appears whereas sinking-in is present for lower ratios. Afterwards, we calculate the hardness from the indentation work by taking into account the tip defect in the calculation of the volume of the indent which allows eliminating the indentation size effect. We also suggest the estimation of the elastic modulus by considering only the data related to the different indentation depths. In nanoindentation, the model of Oliver and Pharr is often and rightly employed to calculate the contact area. Unfortunately, it requires the CSM mode to be validly employed, which is not available on all the indentation instruments. That is why we propose a new contact area function which only requires the knowledge of the tip defect equivalent to the length between the rounded and the ideal tips.

Finally, this thesis work proposes a methodology for analyzing indentation data in order to obtain consistent and representative mechanical properties of the material.

Keywords:

Instrumented indentation, mechanical properties, modeling, tip defect, piling-up, sinking-in, energy

- Remerciements -

Je ne saurais commencer sans dire merci au Dieu tout puissant qui m'a accordé l'humilité, l'obéissance, la patience, la persévérance, l'intelligence et la volonté au cours de la réalisation de cette thèse.

Ce mémoire de thèse est le résultat d'un travail réalisé au sein du Laboratoire de Mécanique de Lille (LML), équipe de recherche « Freinage Contact surface », sous la direction du Professeur Didier CHICOT. Professeur, je tiens à te faire part de ma profonde reconnaissance pour m'avoir accueilli au sein du Laboratoire et pour la confiance que tu as su me témoigner dans mes initiatives personnelles. En plus des compétences que tu m'as transmises, je garde de toi le souvenir d'un homme passionné, tout comme moi, par l'indentation des matériaux sujet qui te tient particulièrement à cœur. Tu as toujours fait preuve d'une grande disponibilité et lors de nos échanges tu as à chaque fois été compréhensif et tu as su m'encourager dans mes prises de décision. Sincèrement, je garde un excellent souvenir de toutes ces années passées à tes côtés.

Je remercie également le Professeur Jean-Marie Bienvenue NDJAKA codirecteur de cette thèse. Il a toujours cru en mes qualités de chercheur et son expérience a été d'un grand soutien pour moi. Il n'a pas cessé de me conseiller, de m'orienter et de m'encourager dans mes travaux.

J'exprime ma sincère gratitude au Professeur Jacky LESAGE, pour les nombreuses discussions échangées et les précieux conseils qu'il a bien voulu me donner au long de ces trois années.

Je suis sensible à l'honneur que m'ont fait Messieurs Eric LE BOURHIS (Professeur, Université de Poitiers) et Younes BENARIOUA (Professeur, Université de M'Sila) pour avoir accepté d'être rapporteur de mes travaux de thèse auprès de l'Université de Lille 1.

Je remercie également les Professeurs Olivier BARTIER (Maître de Conférences, Université de Rennes I), Germain Hubert BEN-BOLIE (Maître de Conférences, Université de Yaoundé I), Jacky LESAGE (Professeur, Université de Lille I), Mariana STAIA (Professeur, Université de Caracas) qui ont accepté l'invitation qui leur a été adressée, de se joindre à ce jury de thèse afin d'examiner mes travaux.

Je ne peux, bien entendu, pas oublier de remercier le Professeur Olivier COUTIER DELGOSHA, directeur du Laboratoire de Mécanique de Lille (LML), de m'avoir accepté dans son laboratoire et de m'avoir accordé un soutien financier. Merci également à l'école doctorale « Sciences Pour l'Ingénieur (SPI) » de m'avoir permis de m'approfondir en anglais à travers les différentes formations qu'ils m'ont offert.

Mes vifs remerciements aux enseignants de l'IUT A, en particulier les Professeurs Xavier DECOOPMAN, Francine ROUDET, Ion Cosmin GRUESCU et Nouredine BENSEDDIQ pour les

Développement des méthodes d'analyse en indentation instrumentée.
conseils et l'accompagnement qu'ils m'ont apporté durant ces trois années de thèse.

Je remercie également le laboratoire de mécanique et matériaux option sciences des matériaux de l'Université de Yaoundé 1.

Je tiens à remercier aussi l'organisme Campus France, qui a financé en partie ma thèse.

Un merci spécial à la famille WARZECHA et la famille TANKHO qui m'ont reçu comme un fils et qui ont facilité mon intégration en France, sans oublier Madame Béatrice DELPOUVE qui a été plus qu'une amie pour moi. Béatrice, tu as toujours été là quand j'avais besoin de toi pendant les moments de joie ou de tristesse. Ton engagement et ta motivation dans tout ce que tu fais, m'ont donné la force de continuer.

Je remercie également les membres du Groupe d'Etudiants Camerounais de Lille (GECLI) avec lesquels s'est établie une véritable dynamique d'entraide et d'échange.

J'apprécie particulièrement l'aide moral et spirituel que j'ai reçu de la part de mes frères en Christ. Vous m'avez toujours soutenu par vos conseils et vos prières, en particulier, Le couple BELL, Véronique RUCAR, Laurence MUREZ et Léa TRIPPICHIO.

Un tout grand merci à ma famille en particulier Merciel, Roche, Michée, Marriette et Nicolas. Sans oublier celle qui m'a mise au monde, ma chère et tendre maman qui plus que tout le monde s'est toujours sacrifiée pour moi.

Enfin merci à ceux qui partagent ma vie, ma précieuse épouse Yetna Nathalie et ma fille Yetna Yohanna sept. Votre amour, votre patience et votre soutien sont indéfectibles.

- Liste des abréviations -

- P : Force appliquée (mN).
- P_{\max} : Force maximale appliquée (mN).
- h : Profondeur de pénétration (nm).
- h_{\max} : Profondeur de pénétration maximale (nm).
- h_f : Profondeur de pénétration résiduelle (nm).
- A : Aire de contact réelle ou aire de contact projetée (n^2m^2).
- α : Demi-angle équivalent d'un indenteur pyramidale ($^\circ$).
- ψ : Demi-angle entre une arête et la hauteur d'un indenteur pyramidale ($^\circ$).
- θ : Demi-angle entre les faces opposées d'un indenteur pyramidale ($^\circ$).
- θ_1 : Angle entre arêtes de l'indenteur Knoop ($^\circ$).
- θ_2 : Angle entre arêtes de l'indenteur Berkovich ($^\circ$).
- H : Dureté (GPa).
- HV : Nombre de dureté Vickers (GPa).
- HB : Nombre de dureté Brinell (GPa).
- HK : Nombre de dureté Knoop (GPa).
- HRC : Nombre de dureté Rockwell(GPa).
- d : Diagonale de l'empreinte (nm).
- E : Module d'élasticité ou module d'Young (GPa).
- E^* : Module réduit (GPa).
- E^*_{OP} : Module réduit Oliver et Pharr (GPa).
- E^*_{LA} : Module réduit Loubet et al(GPa).
- E^*_{th} : Module réduit théorique (GPa).
- E^*_n : Module réduit déterminé par énergie (GPa).
- E^*_C : Module réduit composite (GPa).
- E^*_F : Module réduit du film (GPa).
- E^*_S : Module réduit du substrat (GPa).
- ν : Coefficient de poisson ($^\circ$).
- ζ : Facteur de géométrie de contact ($^\circ$).
- h_{CS} : Profondeur de contact sinking-in (nm).
- h_{CP} : Profondeur de contact piling-up (nm).
- h_C : Profondeur de contact piling-up (nm).
- S : Pente au déchargement ($\mu m/N^{-1}$).
- V_P : Volume plastique résiduelle de l'empreinte (nm^3).
- V_f : Volume élastoplastique résiduelle de l'empreinte (nm^3).
- W_P : Travail plastique (nJ).
- W_E : Travail élastique (nJ).
- W_T : Travail total (nJ).
- H_T : Dureté de Tuck (GPa).

- H_P : Dureté plastique selon Tuck (GPa).
- H_{ME} : Dureté Meyer (GPa).
- H_M : Dureté Martens (GPa).
- γ : Facteur de correction.
- a : rayon de l'empreinte (nm).
- β : Facteur de forme géométrique.
- h_b : Défaut de pointe (nm).
- h_r : Profondeur plastique (nm).
- H_0 : Dureté absolue à charge infinie (GPa).
- h^* : Longueur caractéristique de l'effet de taille (nm).
- h' : Profondeur de pénétration corrigée (nm).
- h_{mes} : Profondeur de pénétration mesurée par la machine (nm).
- C_f : Complaisance de la machine ($\mu\text{m}/\text{N}$).
- S' : Pente au déchargement corrigée ($\mu\text{m}/\text{N}^{-1}$).
- AC_{LA} : Aire de contact piling-up (nm^2).
- AC_{OP} : Aire de contact sinking-in (nm^2).
- H_W : Dureté par énergie selon Stiwell et Tabor (GPa).
- H_S : Dureté par énergie de Sakai (GPa).
- b : Volume plastique (nm^3).
- H_{W0} : Macro dureté par énergie selon Stiwell et Tabor (GPa).
- X : Rapport géométrique de profondeur.
- ϕ : Paramètre de Gao.
- t : Epaisseur du film (nm).

- Liste des figures -

Figure I-1 Représentation d'une courbe (p-h) en indentation instrumentée.....	22
Figure I-2 Représentation des indenteurs de type : (a) sphérique, (b) Vickers, (c) Berkovich, (d) Knoop et (d) conique.....	23
Figure I-3 Processus de décharge d'un poinçon plat de rayon a.....	26
Figure I-4 Profondeur de contact par la méthode de Doerner et Nix	27
Figure I-5 Courbe d'indentation pour : (a) aluminium pur montrant une variation linéaire au déchargement , (b)le silicium montrant une variation linéaire égale au tiers de la charge maximale.....	27
Figure I-6 Schématisation de la profondeur de contact d'après Oliver et Pharr.....	32
Figure I-7 Représentation du travail d'indentation sur une courbe force-déplacement	34
Figure I-8 Dureté calculée à partir du travail d'indentation par la méthode de Sakai	37
Figure I-9 Modélisation en 2-D d'un essai d'indentation instrumentée.....	42
Figure I-10 Comparaison entre courbe p-h du silicium obtenue expérimentalement et celle obtenue par modélisation numérique	43
Figure I-11 Développement de la zone plastique en fonction de la profondeur de pénétration dans le cas de la modélisation 2-D du silicium.....	45
Figure I-12 Complaisance totale en fonction de l'inverse de la racine carrée de l'aire de contact.....	47
Figure I-13 Mise en évidence de l'influence de la complaisance sur l'allure de la courbe d'indentation.....	48
Figure I-14 Rigidité de contact en fonction de la profondeur plastique pour un polymère CR29 et la silice fondue (identification du défaut de pointe)	51
Figure I-15 Représentation des modes de déformation piling-up et du sinking-in survenant au cours d'un essai d'indentation avec un pénétrateur pyramidal.....	52
Figure II-1 Forme des éprouvettes en matériaux à usage courant	60
Figure II-2 Photographie du béta tri calcium de phosphore dense obtenu par frittage	61
Figure II-3 Section d'un film transversale de TiHfCN après polissage.....	62
Figure II-4 Polisseuse mécanique labopol	63
Figure II-5 Machine d'électro-polissage électropol-5.....	64
Figure II-6 Dispositif expérimental d'indentation instrumentée CSME-107 de CSM instrument.....	66
Figure A-1 Courbes charge-profondeur obtenues par essai de microindentation instrumentée effectué sur l'aluminium 6061-T6 en utilisant des charges maximales allant de 0,05 à 15N.....	73
Figure A-2 Evaluation de la taille du défaut de pointe pour les pénétrateurs Vickers, Berkovich à l'aide d'un microscope à balayage électronique.....	74
Figure A-3 Complaisance totale en fonction de l'inverse de la racine carrée de l'aire de contact pour les pénétrateurs Vickers (a,b) et Berkovich (c,d) selon les méthodologies d'Oliver et Pharr (1992) et Loubet al.(1993).....	77

Figure A-4 Exemple de correction d'une courbe d'indentation obtenue par indentation instrumentée de l'acier inoxydable référencé SS.....	79
Figure A-5 Aires de contact AC_{LA} en fonction de AC_{OP} pour tous les matériaux étudiés.....	81
Figure A-6 Représentation graphique d'un comportement simultané de piling-up et sinking-in.....	82
Figure A-7 Aires de contact calculées selon les methodologies d'Oliver et Pharr et de Loubet et al en fonction de l'aire définie selon Alcalá et al. pour l'acier inoxydable SS.	84
Figure B-1 Dureté Meyer représentée selon le modèle de Li et Bradt en prenant en compte ou non le défaut de pointe pour les matériaux : a) TiB_2 -60%B ₄ C, b) Beta-TCP, c)acier doux, d)aluminium e)cuivre, f)laiton, g)acier SS et h) acier RPSS.....	93
Figure B-2 Comparaison des énergies plastiques	96
Figure B-3 Variation de la dureté, H_w , en fonction de la charge pour les matériaux étudiés.....	101
Figure B-4 Schéma des volumes de l'empreinte selon que l'on considère ou non l'émoussement de la pointe.....	102
Figure B-5 Variation de la dureté, H_w' , calculée avec la nouvelle expression de volume de l'empreinte en fonction de la charge d'indentation pour tous les matériaux.....	107
Figure B-6 Détermination de la dureté avec l'approche de Sakai.....	108
Figure B-7 Représentation de la dureté Mzyer obtenue par la méthode classique en fonction de la dureté obtenue par la méthode d'énergie selon la méthode Stiwell et Tabor et celle de Sakai.....	109
Figure B-8 Rapport entre le travail plastique et le travail total d'indentation pour les matériaux étudiés.....	110
Figure B-9 Représentation schématique du travail par indentation et de l'aire A_E liée au retour élastique de l'indenteur.....	111
Figure B-10 Représentation du travail élastique en fonction du paramètre géométrique X	113
Figure B-11 Comparaison entre le module réduit obtenu à partir de la nouvelle approche énergétique et celui obtenu par la méthode classique.....	114
Figure C-1 Module réduit de la silice fondue calculée à partir de l'expression de l'aire de contact d'Oliver et Pharr en fonction du déplacement de l'indenteur	118
Figure C-2 Représentation de la racine carrée de l'aire de contact théorique calculée selon la méthodologie d'Oliver et Pharr en fonction de la profondeur de contact pour la silice fondue.....	119
Figure C-3 Représentation de la racine carrée théorique de l'aire de contact calculée selon le nouveau modèle en fonction de la profondeur de de contact sur la silice fondue.....	121
Figure C-4 Estimation de la taille du défaut de pointe de l'indenteur Berkovich par microscopie électronique à balayage à haute résolution en utilisant un faisceau d'électrons secondaires de tension d'accélération égale à 20 Kv, un grossissement de x80K et 51μA de courant.....	122
Figure C-5 Module réduit de la silice fondue en fonction du déplacement de l'indenteur en utilisant la nouvelle fonction d'aire de contact.....	123

Figure C-6 Détermination de la dureté du film mince de TiHfCN en utilisant (a) l'équation (C.8) pour calculer la dureté et (b) l'équation (C.7) du modèle de Troyon125

Figure C-7 Variation de la dureté obtenue sur la silice fondue, en utilisant la nouvelle fonction d'aire de contact de l'équation (C.7).....126

Figure C-8 Variation du module réduit obtenue sur la silice fondue, en utilisant la nouvelle fonction d'aire de contact de l'équation (C.8).....127

Figure C-9 Modèle d'Antunes et al représentant l'inverse du module réduit en fonction du paramètre Phi de Gao et al. appliqué aux données de nanoindentation obtenues sur le film mince de TiHfCN.....129

Figure C-10 Schématisation du modèle d'Antunes et al représentant l'inverse du module réduit en fonction du paramètre Phi de Gao et al130

- Sommaire -

	Page
INTRODUCTION GENERALE	14
Chapitre I – SYNTHÈSE BIBLIOGRAPHIQUE	20
I. INTRODUCTION	21
II. LA COURBE FORCE-DEPLACEMENT	21
III. ANALYSE D'UNE COURBE FORCE-DEPLACEMENT	23
<i>III.1 La méthode de Doerner et Nix [10]</i>	26
<i>III.2 La méthode d'Oliver et Pharr [17]</i>	29
IV. TRAVAIL D'INDENTATION	33
<i>IV.1 L'approche de Fischer-Cripps [26]</i>	35
<i>IV.2 L'approche de Tuck et al. [31]</i>	38
<i>IV.3 L'approche de Xiang et al. [32]</i>	39
<i>IV.4 L'approche de Gubicza et al. [33]</i>	40
V. ANALYSE NUMÉRIQUE	42
VI. CORRECTIONS DES DONNÉES D'INDENTATION	46
<i>VI.1 Complaisance de la machine</i>	46
<i>VI.1 Défaut de pointe</i>	49
<i>VI.3 Déformation de l'empreinte d'indentation</i>	51
VII. EFFET DE TAILLE	51
VIII. CONCLUSIONS	56
Chapitre II – MATÉRIAUX ET EXPÉRIMENTATION	58
I. INTRODUCTION	59
II. MATÉRIAUX	60
<i>II.1 Préparation</i>	60
<i>II.2 Polissage</i>	63
III. EXPÉRIMENTATION	65
<i>III.1 Principe de l'essai d'indentation</i>	65
<i>III.2 Le dispositif expérimental de l'indentation instrumentée</i>	66
<i>III.3 La procédure expérimentale</i>	67

Chapitre III – RESULTATS ET DISCUSSIONS	69
Avant-propos	69
PARTIE A : IDENTIFICATION DES MODES DE DEFORMATION AUTOUR D'UNE EMPREINTE D'INDENTATION	72
A-I. INTRODUCTION	72
A-II. RESULTATS ET MODE DE TRAITEMENT DES DONNEES BRUTES	72
A-III. INFLUENCE DU MODE DE DEFORMATION SUR LE MODULE D'ELASTICITE	79
A-IV. CONCLUSIONS	85
PARTIE B : PROPRIETES MECANIQUES A PARTIR DU TRAVAIL D'INDENTATION	87
B-I. INTRODUCTION	87
B-II. CALCUL DE LA DURETE	87
<i>B-II.1 La voie classique</i>	87
<i>B-II.2 Calcul de la dureté avec l'énergie d'indentation</i>	94
B-III. DETERMINATION DU MODULE D'ELASTICITE PAR ENERGIE D'INDENTATION	111
B-IV. CONCLUSIONS	115
PARTIE C : AIRE DE CONTACT EN NANOINDENTATION	116
C-I. INTRODUCTION	116
C-II. MODELES DE CALCUL DE L'AIRE DE CONTACT	116
C-III. NOUVEAU MODELE D'AIRE DE CONTACT	121
<i>C-III.1 Estimation du défaut de pointe</i>	121
<i>C-III.2 Application au cas de la silice</i>	123
<i>C-III.3 Application à l'étude du film mince TiHfCN</i>	124
C-IV. CONCLUSIONS	130
CONCLUSION GENERALE	132
REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES	135

INTRODUCTION GENERALE

Ces dernières années, l'indentation instrumentée a occupé une place privilégiée dans la caractérisation mécanique des matériaux. C'est sans doute grâce à sa simplicité de mise en œuvre mais aussi aux nombreuses propriétés mécaniques et lois de comportement qu'il permet d'étudier. Par contre, on s'aperçoit que son analyse n'est pas aussi simple. Si on se remémore l'indentation classique qui consistait à observer l'empreinte dans un objectif une fois que celle-ci avait été réalisée après l'application d'une charge donnée, on observait des phénomènes que l'on n'expliquait pas ou peu de manière explicite comme l'effet de taille en indentation. Pour cela, de nombreux modèles ont été développés avec plus ou moins de succès. Avec l'indentation instrumentée, on a pu prendre en compte la déformation autour de l'empreinte et l'aire réelle du contact entre le matériau et l'indenteur pour calculer les propriétés mécaniques. Malgré toutes ces améliorations, l'effet de taille est toujours présent. Par contre, des modèles plus physiquement fondés que purement descriptifs ont vu le jour comme celui de Nix et Gao qui ont proposé le modèle à gradient de déformation. Malgré tout, la caractérisation par indentation reste encore sujette à caution sur différents aspects. Dans tous les cas, une discussion approfondie des résultats d'indentation nécessite une mesure extrêmement précise des données d'indentation. Une priorité est donc donnée sur les corrections à apporter dans le but d'obtenir ces données fiables.

D'un autre côté, pour mieux comprendre le comportement des nouveaux matériaux, dont la microstructure est rendue complexe soit par l'adjonction de plusieurs éléments ou de particules toujours de plus en plus fines, ou soit par une modification des propriétés de surface par traitements thermo-chimiques ou mécaniques ou par déposition d'un film ou d'un revêtement, l'analyse mécanique à différentes échelles se révèle nécessaire. Mais le changement d'échelles pose aussi quelques problèmes dont les origines ne sont pas encore bien maîtrisées. S'agit-il d'un réel problème d'échelle lié à l'arrangement des dislocations participant au processus de déformation ? S'agit-il d'approximations faites à certaines échelles et pas à d'autres comme la prise en compte ou non du défaut de pointe ? S'agit-il du passage d'un instrument à l'autre pour lesquels les corrections de complaisance ne sont pas les mêmes ? Ces questions restent à mon sens encore ouvertes.

Si en macroindentation, typiquement pour des niveaux de chargement supérieur au kilogramme, les phénomènes perturbant les mesures ont une influence fortement atténuée, en microindentation et surtout en nanoindentation, la prise en compte de phénomènes influençant les mesures est absolument nécessaire. On pense essentiellement au défaut de pointe de l'indenteur dû à son émoussement inévitable en fonction de son utilisation. On applique pour le calcul de l'aire de contact en nanoindentation le modèle d'Oliver et Pharr qui se présente sous la forme d'un polynôme complexe faisant intervenir un nombre de paramètres de lissage laissé à l'appréciation de l'utilisateur. L'aire de contact ainsi calculée est très précise dès les premiers nanomètres d'enfoncement de l'indenteur. Son calcul nécessite aussi la définition d'une profondeur dite de contact qui correspond à la profondeur le long de laquelle le matériau reste en contact avec l'indenteur. Bien évidemment, cette distance est intimement liée à la déformation autour de l'empreinte. La méthodologie d'Oliver et Pharr ne considère que la déflexion des faces de l'empreinte. C'est sans doute pourquoi la méthodologie d'Oliver et Pharr n'est pas applicable à l'étude de tous les matériaux. Elle donne par exemple de très bons résultats pour les céramiques mais elle s'écarte des valeurs théoriques attendues pour les alliages métalliques à forte écrouissabilité. Cet aspect n'est pourtant pas reconnu par tous alors que la méthodologie d'Oliver et Pharr est quasiment la seule à être employée, conduisant ainsi à quelques valeurs surprenantes des propriétés mécaniques de certains matériaux. Pourtant, Loubet et son équipe ont proposé une nouvelle relation pour calculer la profondeur de contact dans le cas de la formation du bourrelet de déformation. Une question se pose alors. En effet, dans quels cas et pour quels matériaux doit-on utiliser l'une ou l'autre de ces modèles. Une des possibilités est d'observer la surface indentée et de constater de visu lequel des deux modes de déformation prend part à l'indentation du matériau. Il faut avouer que cette méthodologie n'est pas des plus simples. On peut alors se reporter à une étude numérique qui a montré que le rapport, entre la profondeur résiduelle et la profondeur maximale, pouvait être valablement utilisé comme critère mais ceci reste à valider expérimentalement, c'est ce que nous proposons dans ce travail.

Un autre aspect de l'indentation nous a intéressé. En effet, si on considère la dureté comme étant simplement le rapport de la charge appliquée sur l'aire de contact indenteur/matériau, se pose alors la question de la définition de l'aire de contact. En effet, si l'indentation classique propose de considérer la profondeur maximale atteinte et soit la

Développement des méthodes d'analyse en indentation instrumentée. surface projetée (*dureté de Meyer*) ou la surface réelle de contact (*dureté Vickers*), l'indentation instrumentée propose un choix plus vaste de profondeurs. Pourquoi considérer la profondeur de contact plutôt que la profondeur résiduelle ou encore la profondeur maximale ?, est une question qui me semble opportune. Devant ce choix, l'utilisateur peut être perplexe. Dans tous cas, il devra absolument préciser la définition de la dureté dans le but de comparer avec d'autres valeurs qui seraient issues de la bibliographie. Pour tenter d'y voir plus clair, nous nous sommes intéressés à la définition de la dureté calculée à partir du travail d'indentation. Cette approche ne considère que les aires sous les courbes au chargement et au déchargement. Un des avantages, avant même toute analyse, est que ce calcul ne nécessite pas la connaissance préalable du mode de déformation autour de l'empreinte. Une autre interrogation est relative à l'effet de taille. La dureté calculée de cette manière est-elle aussi sensible à l'effet de taille ? Cette dureté se définit comme le rapport du travail plastique sur un volume indenté. Les auteurs considèrent le volume de l'empreinte calculé à la profondeur maximale d'indentation alors qu'on aurait pu s'attendre au volume déformé plastiquement mais son calcul reste complexe en l'absence des propriétés même du matériau que l'on cherche à caractériser.

C'est à ces différents aspects que ce travail cherche à donner des éléments de réponse. Le mémoire s'articule autour de 3 chapitres. Le chapitre I fait un rappel bibliographique sur les aspects considérés dans notre étude. Le chapitre II présente les matériaux qui ont analysés et les techniques expérimentales employées. Le chapitre III intitulé « *Résultats et Discussions* » est quant à lui divisé en trois parties :

Partie A : Elle concerne l'étude de l'influence du mode de déformation sur la mesure des propriétés mécaniques. Nous étudions des matériaux métalliques usuels comme l'acier doux, l'aluminium et le cuivre ainsi que des céramiques comme le Béta-TCP et la céramique composite $TiB_2-60\%B_4C$ de manière à observer les deux modes de déformation, plutôt bourrelet de déformation pour les premiers et plutôt déflexion des faces de l'empreinte pour les derniers. Dans un premier temps, nous avons procédé aux corrections qui s'imposent dans le domaine de la microindentation, c'est-à-dire celles liées à la rigidité de l'instrument et au défaut de pointe. Pour la rigidité, il a en effet été montré que sa valeur changeait selon les conditions d'application de la charge et le montage de l'échantillon. C'est pourquoi nous rappelons la procédure, encore peu utilisée, qui consiste à déterminer la valeur de la complaisance pour chaque série d'essais. Pour ce qui concerne le défaut de

pointe et puisque nous sommes dans le domaine de la microindentation, la correction de Troyon qui consiste simplement à ajouter le défaut de pointe à la profondeur mesurée est appliquée. Ce n'est que dans ces seules conditions que nous pourrions valablement discuter d'un critère permettant de dire lequel des deux modes de déformation interviendra lors du processus d'indentation. Ce critère a été défini comme le rapport entre la profondeur résiduelle et la profondeur maximale. Au cours de notre étude, nous nous sommes aperçus que, pour un des matériaux, l'utilisation de l'une ou l'autre définition des aires de contact conduisait aux mêmes résultats. Il est donc raisonnable de penser que la valeur du critère obtenue pour ce matériau correspond à la valeur limite entre les deux modes de déformation.

Partie B : Dans cette partie, nous étudions la dureté calculée à partir de l'énergie d'indentation, et plus particulièrement le travail d'indentation plastique. Pour comparer les résultats obtenus avec ceux déduits de la méthodologie habituelle, nous avons calculé la dureté en considérant différents cas de figures, aires réelle et projetée, profondeurs de contact et maximale. Ensuite, nous avons montré l'influence de la prise en compte du défaut de pointe dans le calcul de la dureté. A partir des données corrigées, la dureté représentée en fonction de l'inverse du déplacement de l'indenteur montre une variation linéaire justifiant ainsi la présence de l'effet de taille. L'introduction du défaut de pointe selon la méthodologie de Troyon conduit à des valeurs de dureté plus faibles pour les charges d'indentation faibles. Il est surprenant de constater que l'effet de taille disparaît après correction. Il est donc clair que le défaut de pointe a une grande influence sur la mesure des propriétés mécaniques et, par conséquent, qu'il est absolument nécessaire de le prendre en compte. Pour ce qui concerne le calcul de la dureté à partir de l'énergie, les premiers résultats montrent une sensibilité à l'effet de taille. Nous nous sommes alors interrogés sur la prise en compte du défaut de pointe. Pour ce faire, nous proposons une autre expression du volume de l'empreinte en soustrayant au volume complet de l'empreinte idéale le volume du cône équivalent de la partie émoussée. Il est aussi remarquable dans ce cas que l'effet de taille est pratiquement inexistant, justifiant une nouvelle fois la nécessité d'introduire le défaut de pointe dans tous calculs par indentation. Il est aussi à noter que la dureté par énergie s'approche le plus de la dureté Meyer considérant l'aire de contact projetée calculée avec la profondeur maximale de pénétration.

Partie C : En nanoindentation, il est clair que l'influence du défaut de pointe est très importante. C'est pourquoi aucune aire de contact classique ne peut correctement prendre en compte ce défaut de pointe. Le modèle d'Oliver et Pharr est sans conteste le meilleur modèle. C'est sans doute lié au nombre de paramètres de lissage que l'on peut considérer. L'inconvénient que l'on peut lui trouver est que la détermination des coefficients nécessite un grand nombre de résultats pour qu'ils soient représentatifs. C'est pourquoi ce modèle d'aire de contact est principalement employé avec le mode de mesure de la rigidité en continu qui permet de représenter l'évolution des propriétés mécaniques en fonction du déplacement de l'indenteur. Malheureusement, certains instruments ne disposent pas de ce mode de mesure. D'autres modèles d'aire de contact tenant compte du défaut de pointe ont alors été proposés dans la littérature pour répondre à ce manque. C'est le cas du modèle de Troyon dont nous parlions avant mais il n'est valable que pour des profondeurs de pénétration supérieures à 200 nm environ. D'autres modèles existent mais ils font aussi intervenir des paramètres de lissage qu'il faut déterminer par calibration. Pour éviter une calibration tout en obtenant une bonne précision au tout début de l'enfoncement de l'indenteur, nous proposons un modèle qui donne des résultats très corrects dès une vingtaine de nanomètres de pénétration. Notre modèle présente l'avantage de ne faire intervenir qu'une seule donnée correspondant à la longueur de la troncation, cette longueur étant accessible par observation de la pointe avec un microscope électronique à balayage à de forts grossissements, mais une calibration avec un matériau de référence est toujours possible.

Pour conclure, nous proposons dans ce travail une méthodologie pour analyser valablement les données d'indentation. Nous suggérons de déterminer à chaque série d'essais la complaisance de l'instrument qui permettra de corriger la profondeur réellement atteinte pendant l'indentation. Nous proposons aussi de considérer le défaut de pointe dans le calcul des propriétés mécaniques que ce soit dans la définition de l'aire de contact en microindentation comme en nanoindentation, ou encore dans le calcul du volume de l'empreinte pour le calcul de la dureté à partir du travail plastique d'indentation.

Ce travail a conduit à plusieurs travaux :

Publications dans des revues de rang A :

1. Chicot D, **Yetna N'Jock M**, Puchi-Cabrera ES, Iost A, Staia MH, Louis G, Bouscarrat G, Aumaitre R. Contact area function for Berkovich nanoindentation: Case study on TiHfCN thin film. Thin Solid Films, Volume 558, Pages 259-266, May 2014.
2. **Yetna N'Jock M**, Chicot D, Decoopman X, Lesage J, Ndjaka JM, Pertuz A. Mechanical tensile properties by conventional spherical indentation using a strain hardening exponent of indentation. International Journal of Mechanical Sciences, Volume 75, Pages 257-264, October 2013.
3. **Yetna N'Jock M**, Chicot D, Ndjaka JM, Lesage J, Decoopman X, Roudet F, Méjias A. A criterion to identify sinking-in and piling-up in indentation of materials. International Journal of Mechanical Sciences, volume 90, Pages 145-150, January 2015.

Communications à des congrès :

1. **Yetna N'Jock M**, Chicot D, Ndjaka JM, Lesage J, Decoopman X, Roudet F. Un critère simple d'identification du mode de déformation par indentation. Indentation 2014, 10-12 décembre 2014, INSTITUT CHARLES SADRON, Strasbourg -France.
2. **Yetna N'Jock M**, Chicot D, Iost A, Louis G, Bouscarrat G, Aumaitre R. Caractérisation mécanique par nanoindentation d'un film mince de TiHfCN pour application tribologique. Journées Internationales Francophone de Tribologie - JIFT 2014 - Matériaux et Tribologie, du 26 au 28 Mai 2014, Mulhouse-France.

CHAPITRE I

SYNTHESE BIBLIOGRAPHIQUE

I. INTRODUCTION

L'indentation conventionnelle est une technique de mesure des propriétés mécaniques, en particulier de la dureté et du module d'élasticité mais il peut être étendu à la détermination des propriétés mécaniques de traction ou à l'étude du comportement mécanique sous certaines sollicitations de fatigue et de fluage. Cette technique consiste à appliquer, sous l'action d'une force donnée, un indenteur considéré rigide (ou encore pénétrateur) dont la forme géométrique est simple. Elle peut être de forme sphérique, conique ou encore pyramidale à bases triangulaire, losange ou carrée. Contrairement à l'essai d'indentation conventionnelle pour lequel on observe et on mesure les dimensions de l'empreinte résiduelle pour remonter à la valeur de la dureté, l'essai d'indentation instrumentée (IIT) consiste à enregistrer en continu la force en fonction du déplacement. Le développement des instruments permet d'ailleurs d'appliquer la force sous un grand nombre de conditions de vitesse, de maintien et de cyclage ce qui vaut à cet outil d'être un des plus utilisés pour caractériser mécaniquement un matériau. Bien que, le premier appareil à avoir enregistré en continu la force appliquée et le déplacement d'un pénétrateur pendant un essai a été introduit par Martens [1], et plus tard développé par de nombreux chercheurs [2-5], l'essai IIT a été plus particulièrement développé dans les années 70 par Alechin et al [6] puis Fröhlich et al [7]. Leurs travaux ont participé au développement de modèles permettant de déterminer les propriétés élasto-plastiques des matériaux sous de très petites forces appliquées [8-10] particulièrement la dureté et le module d'élasticité, à partir des « simples » résultats de l'analyse d'une courbe force-déplacement. Après avoir décrit une courbe d'indentation, nous rappellerons les grandes lignes de la méthodologie utilisée pour l'analyse d'un essai d'indentation instrumentée.

II. LA COURBE FORCE-DEPLACEMENT

Le principal objectif d'un essai d'indentation instrumentée est de déterminer un nombre de dureté et la valeur du module d'élasticité d'un matériau à partir de simples données expérimentales qui pourront être extraites d'une courbe force-déplacement. De manière générale, les données provenant d'un cycle de chargement et de déchargement sont représentées schématiquement sur la **Figure 1-1**. Sur la **Figure 1-1**, le point A correspond à l'instant où l'indenteur entre en contact avec le matériau. La partie AB (dite de chargement) correspond à la pénétration en continu de l'indenteur dans l'échantillon jusqu'à la force

maximale appliquée, P_{max} . On peut noter qu'un maintien à la force maximale aurait conduit à un palier horizontal résultant du fait que l'indenteur continue à s'enfoncer sous l'application de la même force. Celui-ci sera d'autant plus marqué que le matériau indenté sera sensible au fluage. La partie BC (ou de déchargement) correspond au retrait de l'indenteur ou l'annulation progressive de la force. Pour un matériau parfaitement élastique, les parties AB et BC sont identiques. Dans les autres cas, la partie AC correspondra à la déformation permanente après retrait total du pénétrateur. Lorsque le matériau est parfaitement plastique, le parcours de la courbe de déchargement correspond à la portion BB' de la courbe.

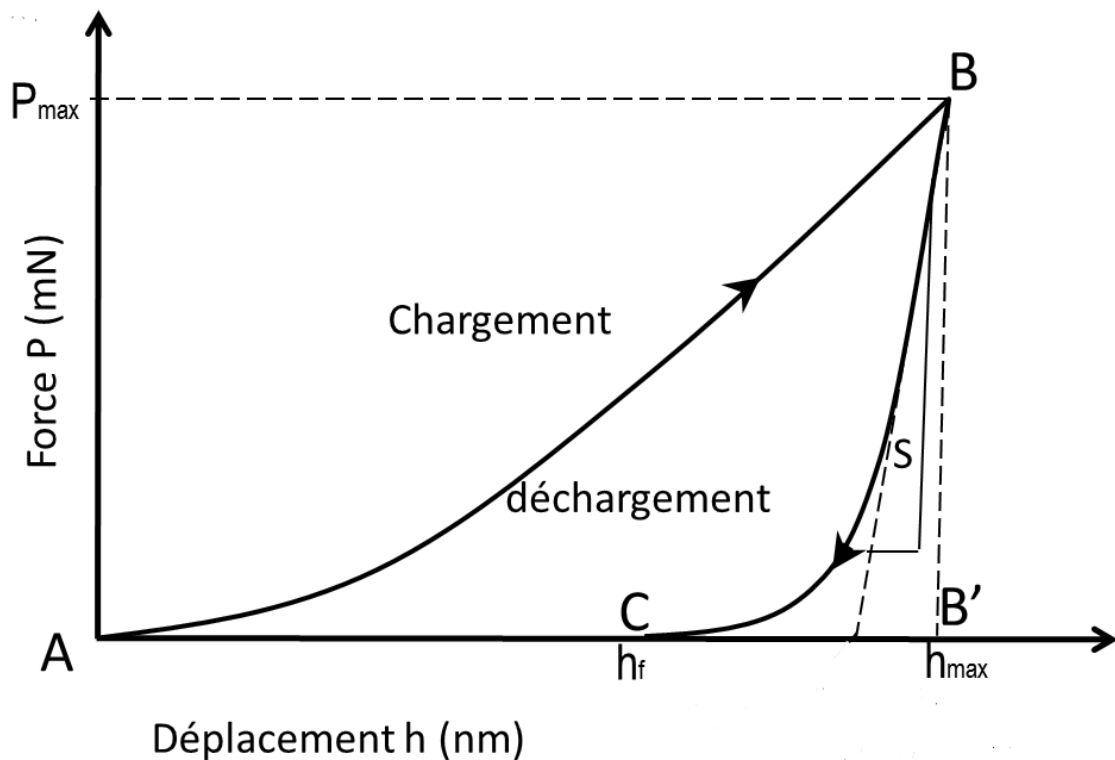


Figure 1-1. Représentation d'une courbe ($P-h$) en indentation instrumentée.

Sur cette figure, sont également indiquées la profondeur maximale atteinte par le poinçon h_{max} , ainsi que la profondeur résiduelle du fond d'empreinte obtenue après le retrait complet de l'indenteur h_f . Enfin, la pente au déchargement notée S sur la **Figure 1-1** représente la rigidité de contact au déchargement. Cette donnée est primordiale car elle dépend directement du comportement élasto-plastique du matériau. Par exemple, pour un matériau parfaitement plastique, sa valeur serait infinie puisqu'elle serait la pente de la portion BB' du graphe.

Enfin, en indentation instrumentée, les modèles utilisés pour l'analyse d'une courbe force-déplacement pour extraire les propriétés mécaniques d'un matériau dépendent

fortement des paramètres expérimentaux mentionnés plus haut et d'autres qui vont prendre en compte les déformations du matériau autour de l'empreinte. Ceci fera l'objet des chapitres suivants.

III. ANALYSE D'UNE COURBE FORCE-DEPLACEMENT

De manière générale, dureté et module d'élasticité sont reliés à l'aire de contact entre l'indenteur et le matériau. En effet, la dureté correspond à la résistance à l'enfoncement du matériau par un matériau beaucoup plus dur que lui. Le nombre de dureté, noté H , est donc défini comme le rapport entre la force appliquée, P , et une surface représentative du contact, A , après retrait de la charge :

$$H = \frac{P}{A} \quad (1.1)$$

Où l'aire A peut être considérée comme étant l'aire réelle de l'empreinte résiduelle ou l'aire projetée dans le plan de la surface indentée. Ceci dépend de la définition de la dureté.

Le module d'élasticité, quant à lui, est aussi relié à l'aire de contact à partir des équations de contact de Sneddon [11] et de Hertz [12] ainsi qu'à la pente au déchargement comme nous le verrons dans la suite. Dans tous les cas, la précision sur les valeurs de dureté et du module d'élasticité reposera entre autres sur la détermination de l'aire de contact le plus précisément possible. Il est également clair que son calcul sera étroitement lié à la forme géométrique des indenteurs utilisés. Les différentes géométries de pénétrateurs rencontrés en indentation instrumentée sont représentées sur la **Figure 1-2**.

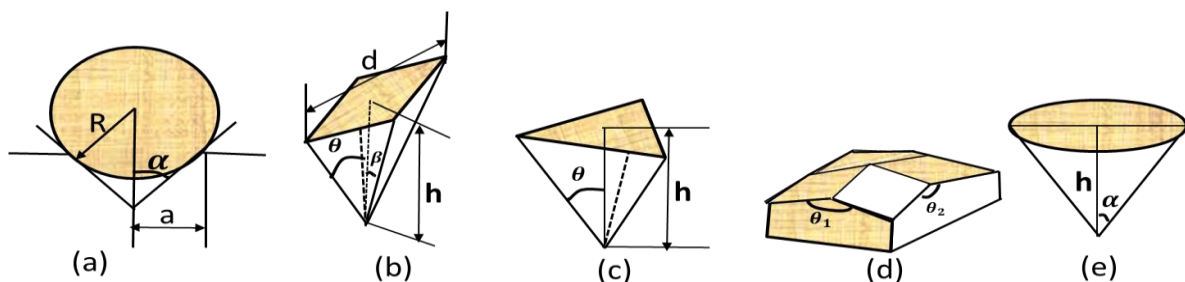


Figure 1-2. *Représentation des indenteurs de type: (a) sphérique, (b) Vickers, (c) Berkovich, (d) Knoop, et (e) conique.*

Les pénétrateurs de forme pyramidale (**Fig. 1-2(b,c)**) sont généralement utilisés pour déterminer les propriétés comme la dureté, la ténacité ou encore le module d'élasticité [13] tandis que le pénétrateur sphérique (**Fig. 1-2a**) est plus le souvent utilisé pour la

Développement des méthodes d'analyse en indentation instrumentée.
détermination des propriétés de traction [14]. Le plus connu des poinçons de forme pyramidale en microindentation instrumentée est sans aucun doute l'indenteur Vickers (Fig. 1-2b). C'est un poinçon en diamant à base carrée dont le demi-angle entre les faces opposées θ vaut 68° et le demi-angle entre une arête et la hauteur $\beta = 74^\circ$. Par contre en nanoindentation, le plus utilisé est l'indenteur Berkovich (Fig. 1-2c). Il s'agit d'une pyramide à base triangulaire caractérisé d'une part par un angle de $67,3^\circ$ entre sa hauteur et l'une de ses faces, et d'autre part par un angle de $76,9^\circ$ entre sa hauteur et l'une de ses arêtes.

L'indenteur Knoop (Fig. 1-2d), quant à lui, est un pénétrateur pyramidal à base losange de forme très allongée avec deux angles entre arêtes opposées très différents : $\theta_1 = 172,5^\circ$ selon la grande diagonale et $\theta_2 = 130^\circ$ selon la petite diagonale. L'indenteur Knoop est très souvent utilisé pour réaliser des filiations de dureté dans des matériaux traités en surface du fait de la faible zone affectée par l'indentation dans la direction des petites diagonales. Il présente aussi un avantage dans l'étude des films minces car sous la même charge d'indentation, l'indenteur Knoop s'enfonce moins que les autres indenteurs pyramidaux, le substrat intervient donc de façon moindre dans la mesure.

L'intérêt d'utiliser un indenteur conique (Fig. 1-2e) a été démontré par Dao *et al.* [15]. Ce pénétrateur a l'avantage de posséder une symétrie axiale très utile dans les simulations numériques. De plus, les calculs ou approximations faites avec les autres indenteurs pyramidaux reposent sur une équivalence. En effet, l'indenteur pyramidal est assimilé à un indenteur conique d'angle au sommet tel que la surface de contact projetée soit la même.

Notons que dans le cas de l'indentation classique, la détermination de la surface de contact se fait à partir d'un simple calcul lié à la géométrie de l'indenteur. Généralement, l'aire de contact est exprimé à partir d'une seule longueur qui peut être soit une des diagonales de l'empreinte, soit sa profondeur. Pour information, le **Tableau 1-1** regroupe les définitions et les nombres de dureté conventionnels calculés à partir de la lecture de la diagonale principale de l'empreinte résiduelle.

Tableau 1-1. Définitions des principaux essais de dureté classiques [16].

Type d'indenteur	Vickers	Brinell	Knoop	Berkovitch	Rockwell C
Matériau	Diamant	Tungstène	Diamant	Diamant	Diamant
Géométrie de l'indenteur	Pyramide à base carrée d'angle entre faces de 136°	Bille de diamètre D	Pyramide à base losange d'angle 172,30 et 130	Pyramide à base triangulaire d'angle entre faces 63,3	Cône d'angle 120°
Paramètre géométrique mesuré	d : diagonale de l'empreinte	d : diagonale de l'empreinte	L : longueur de la plus grande diagonale de l'empreinte	d : profondeur de l'empreinte	e : déplacement du cône lors de l'indentation
Nombre de dureté	$HV = \frac{1854,5 \cdot P}{d^2}$	$HB = \frac{2P}{\pi D(D - \sqrt{D^2 - d^2})}$	$HK = \frac{14,228 \cdot P}{L^2}$	$H = \frac{P}{(4,95 \cdot d)^2}$	$HRC = 100 - e$
Unités	P en gf, d en µm H _V en Kgf/mm ²	P en Kgf, d et D en mm, HB en Kgf/mm ²	L en mm, P en Kgf, HK en Kgf/mm ²	P en mN, d en mm, H en GPa	e = 0,002mm
Echelle de charge	Microdureté macrodureté	Macrodureté	Microdureté macrodureté	Nanodureté	Macrodureté

En indentation instrumentée où seules la profondeur est accessible, les définitions des duretés présentées dans le **Tableau 1-1** doivent être adaptées. Ceci est rendu possible grâce à la connaissance des géométries et des dimensions des indenteurs (**Fig. 1-2**). L'intérêt étant aussi qu'il n'y a plus besoin d'observer ni de mesurer des dimensions d'empreinte ce qui est, dans tous les cas, difficile voire impossible avec des outils simples dans le cas de la nanoindentation. Mais surtout l'indentation instrumentée permet de prendre en compte les déformations autour de l'empreinte. Dans la littérature, on trouve plusieurs méthodes d'analyse des données permettant de déterminer l'aire de contact mais notre choix se portera uniquement sur celles qui sont les plus connues. Dans ce qui suit sont présentées les méthodes d'analyse de courbe force-déplacement de Doerner et Nix [10], d'Oliver et Pharr [17] qui prend en compte la déflexion des faces de l'empreinte complétée par celle de Loubet *et al.* [18-20] qui prend en compte la formation de bourrelets à la surface du matériau indenté. Ensuite, nous présenterons la méthode basée sur le travail par indentation [21] et le calcul par éléments finis. Quelle que soit la méthode employée pour caractériser le matériau, il est nécessaire d'apporter des corrections aux résultats obtenus. Si certains sont corrigés une fois pour toute comme c'est le cas de la complaisance ou rigidité de la machine en nanoindentation, il n'en est pas de même avec le défaut de pointe qu'il est conseillé de

vérifier pratiquement à chaque série d'essais. Notons aussi que selon l'échelle de mesure, la valeur de la correction de la rigidité peut changer en fonction des conditions de chargement et du montage de l'échantillon. C'est ce que nous verrons dans un prochain chapitre.

III.1 La méthode de Doerner et Nix [10]

Pour le calcul de la dureté, relation (1.1), l'aire de contact peut être calculée avec la profondeur maximum atteinte au cours de l'essai en tenant compte de la géométrie de l'indenteur. Toutefois, la dureté se définit comme une résistance plastique or il est bien clair que la profondeur maximum obtenue sous l'application de l'effort maximum est équivalente à la profondeur lorsque l'indenteur est encore dans le matériau. Dans ces conditions, le matériau s'est déformé de manière élastique et plastique. Il n'est donc pas rigoureux de définir la dureté à partir de cette profondeur. Lors du retrait de l'indenteur, on observe le plus souvent un retour élastique du fond d'empreinte lié à l'élasticité même du matériau, d'où d'ailleurs l'idée de calculer le module d'élasticité à partir de ce retour. Ainsi, pour calculer la dureté d'un matériau, il convient de retirer la partie élastique. Dans ce cas, la dureté obtenue est très nettement supérieure à celle qui aurait été calculée avec la profondeur maximale.

Pour obtenir cette profondeur que l'on peut qualifier de profondeur plastique, Doerner et Nix [10] supposent que le comportement élastique du contact d'indentation est similaire à celui du contact entre un poinçon d'embout plat et de section cylindrique (Fig. 1-3)

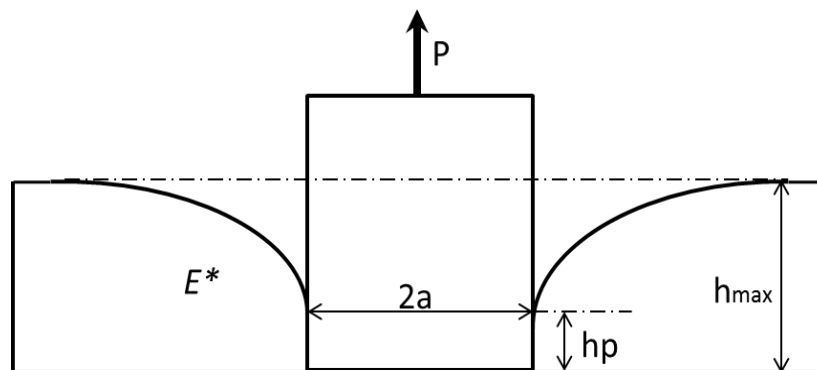


Figure 1-3. *Processus de Décharge d'un poinçon plat de rayon a.*

Dans ce cas, l'aire de contact reste constante et équivalent à celle du stade initial du déchargement ce qui conduit à un déchargement linéaire. L'intersection de la droite de décharge (tangente à la portion linéaire de la courbe de décharge à partir de la charge

Développement des méthodes d'analyse en indentation instrumentée. maximale appliquée) avec l'axe horizontal correspond alors à la profondeur dite plastique, h_p , comme indiqué sur la **Figure 1-4**.

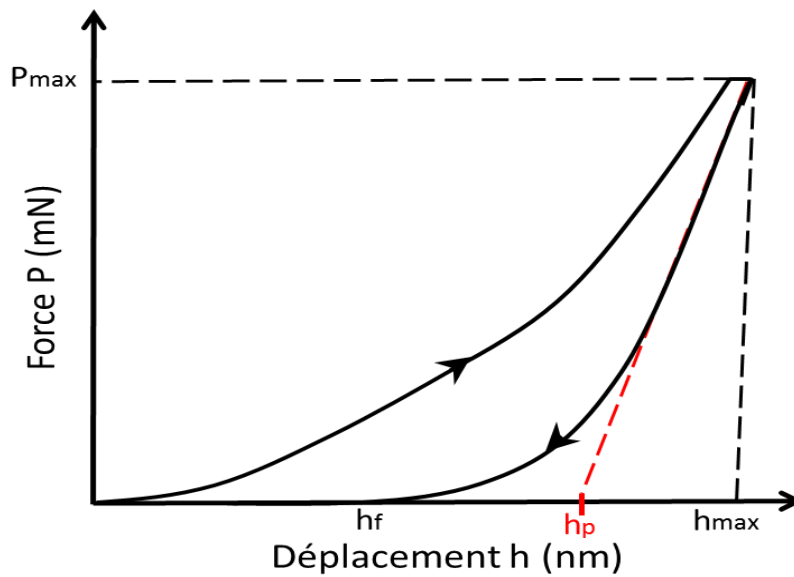


Figure 1-4. Représentation de la profondeur de contact par la méthode Doerner et Nix [10].

Le déchargement est généralement linéaire pour un grand nombre de matériaux mais pour d'autres qui présentent un rapport dureté sur module d'élasticité, H/E , élevé, la courbure observée sur la courbe de déchargement est plus accentuée (**Fig. 1-5**).

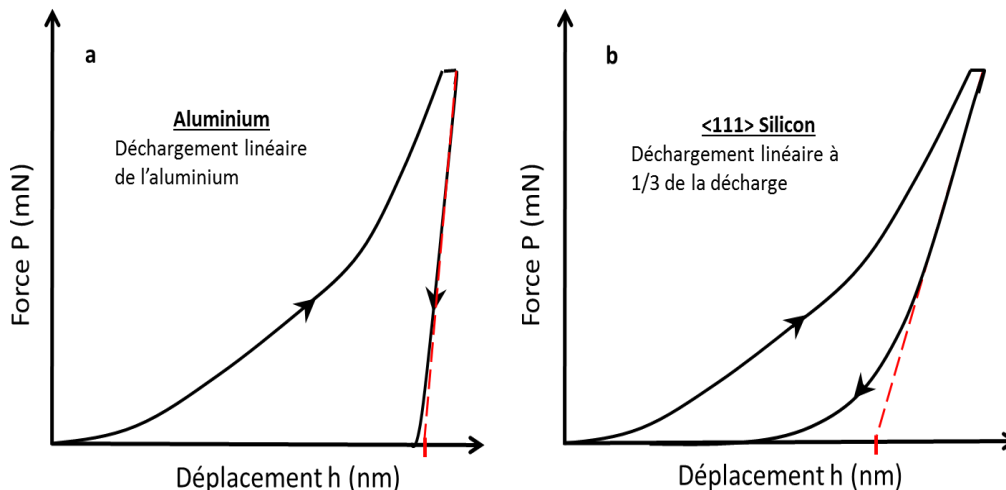


Figure 1-5. Courbe d'indentation pour : a) l'aluminium pur montrant une variation linéaire au déchargement, b) le silicium <111> montrant une variation linéaire égale au tiers de la charge maximale.

Dans ce cas, le lissage de la courbe au déchargement par une représentation linéaire doit être adapté à l'ampleur de la courbure. Souvent, il est conseillé de considérer un tiers de la

portion à partir de la charge maximale. Comme nous l'avons souligné précédemment, la pente liée au retour élastique du matériau et donc à son module peut être utilisée pour déterminer le module élastique, E , d'indentation du matériau. En effet, Sneddon [11] a étudié le contact élastique entre deux matériaux, l'un de forme parabolôïde de révolution et l'autre de surface plane. Il propose de relier la force appliquée à la profondeur de pénétration lors d'une indentation de la manière suivante :

$$P = \frac{\zeta E}{1-\nu^2} h^m \quad (1.2)$$

Où les constantes m et ζ dépendent de la géométrie de contact.

Par exemple m est égal à 1 dans le cas d'un cylindre, ou encore 1,5 pour un parabolôïde de révolution et m égal 2 pour un cône.

C'est en se basant sur le modèle de contact élastique proposé par Sneddon [11], que Oliver et Pharr [17] montrent que pour tous types d'indenteurs (des parabolôïdes de révolution aux indenteurs pyramidaux), la pente S de la partie supérieure de la courbe de décharge (donc calculée à la profondeur maximale) est reliée au module d'élasticité et à l'aire de contact projeté indenteur/matériau par la relation :

$$S = \frac{dP}{dh} = 2aE^* = \frac{2}{\sqrt{\pi}} E^* \sqrt{A} \quad (1.3)$$

Où S est la raideur mesurée expérimentalement, E^* est le module réduit qui tient compte de l'élasticité du matériau indenté mais aussi de celui du matériau de l'indenteur. La relation qui fait ainsi intervenir le module d'élasticité et le coefficient de Poisson est :

$$\frac{1}{E^*} = \frac{1-\nu^2}{E} - \frac{1-\nu_i^2}{E_i} \quad (1.4)$$

Où E_i et ν_i correspondent au module d'élasticité et au coefficient de Poisson de l'indenteur, respectivement 1140 GPa et 0,07 dans le cas du diamant [22]. E et ν sont respectivement le module d'élasticité et le coefficient de Poisson de l'échantillon. Notez que généralement on considère 0,3 pour le coefficient de Poisson lorsque celui-ci n'est pas disponible dans la littérature.

Dans la relation (1.3), Bulychev *et al.* [21] introduisent un coefficient β pour tenir compte des approximations faites par Sneddon [11] de la manière suivante :

$$E^* = \frac{1}{\beta} \frac{\sqrt{\pi}}{2} \frac{S}{\sqrt{A_C}} \quad (1.5)$$

Bulychev *et al.* [21] ont montré que l'équation (1.5) est valable pour des poinçons cylindriques et sphériques. Par la suite, Oliver et Pharr [17] vont montrer que la relation est vraie pour tous les pénétrateurs qui ont un corps de révolution. Le paramètre β est le facteur de correction qui prend la valeur 1 pour un indenteur ayant une symétrie de révolution, 1,034 est la valeur trouvée pour des pénétrateurs de forme triangulaire et 1,012 pour un poinçon plat.

En général, pour la plupart des matériaux élasto-plastiques, la courbe force-déplacement n'est pas toujours linéaire au stade initial du déchargement ce qui ne permet pas d'appliquer valablement l'hypothèse de Doerner et Nix [10].

III.2 La méthode d'Oliver et Pharr [17]

En analysant plusieurs résultats d'essais d'indentation instrumentée obtenus sur différents matériaux, Oliver et Pharr [17] montrent que l'approximation effectuée par Doerner et Nix [10] n'est pas suffisante et qu'elle comporte de nombreuses erreurs. Cette méthode n'étant donc pas satisfaisante pour décrire le comportement élastique d'un matériau, Oliver et Pharr [17] proposent de représenter la courbe au déchargement par une loi de puissance qui s'adapte à tout type de courbe :

$$P = B(h - h_f)^m \quad (1.6)$$

Où h est le déplacement de l'indenteur. Les paramètres B , m et h_f sont déterminés par ajustement de la courbe au déchargement.

En pratique, seules les données situées dans l'intervalle de 40 % à 98 % de la charge maximale sont utilisées pour l'ajustement. Ainsi, la pente S peut être calculée par la simple dérivée de la relation (1.5) comme suit :

$$S = \frac{dP}{dh} = mB(h - h_f)^{m-1} \quad (1.7)$$

Dans le calcul du module d'élasticité, la valeur de la pente utilisée est calculée à partir de la profondeur maximale, soit lorsque $h = h_{max}$.

Concernant le calcul de l'aire de contact, sa détermination nécessite bien évidemment la connaissance de la géométrie de la pointe d'indentation et de la profondeur. Pour un

indenteur idéal de type Berkovich (pyramide à 3 faces et à base triangulaire), l'aire de contact réelle s'exprime en fonction de la profondeur, h , par la relation :

$$A_C = 3\sqrt{3} \cdot \frac{\tan \theta}{\cos \theta} \cdot h^2 \quad (1.8)$$

Où θ est l'angle entre l'axe de révolution de la pyramide et une des faces. Cet angle vaut $65,03^\circ$, ce qui conduit à l'expression finale de l'aire de contact :

$$A_C = 26,43h^2 \quad (1.9)$$

Dans le cas de l'indenteur Vickers pyramidal à base carrée pour lequel le demi-angle au sommet entre l'axe de la pyramide et une des faces est de 68° , l'expression de l'aire de contact projetée devient :

$$A_C = 4 \cdot \frac{\tan \theta}{\cos \theta} \cdot h^2 = 26,43h^2 \quad (1.10)$$

Qui a la même expression que pour l'indenteur Berkovich.

De manière plus générale, la théorie du contact s'appuie sur la modélisation du contact cône/plan. Dans ce cas, on associe aux indenteurs pyramidaux un indenteur conique équivalent dont le demi-angle au sommet est calculé de telle sorte que l'aire de contact réelle soit sensiblement le même. C'est ainsi que le demi-angle au sommet du cône équivalent pour les indenteurs Berkovich et Vickers est le même et égal à $70,3^\circ$. A l'aide de ces données et de la géométrie de l'indenteur, il est possible d'exprimer les aires de contact projetée et réelle en fonction de la profondeur. Le **Tableau 1-2** rassemble les expressions des aires de contact réelle, A_T , et projetée, A_p , correspondant respectivement à l'aire réelle et projetée de la surface de contact dans le cas des indenteurs Berkovich et Vickers.

Tableau 1-2. Paramètres géométrique des différents indenteurs Berkovich et Vickers.

	Berkovich indenter	Vickers indenter
θ	$65,03^\circ$	68°
α	$70,3^\circ$	$70,3^\circ$
A_p	$3\sqrt{3} \cdot \tan^2 \theta \cdot h^2 = 23,96h^2$	$4 \cdot \tan^2 \theta \cdot h^2 = 24,50h^2$
$A_p(\text{eff.})$	$\pi \cdot \tan^2 \alpha \cdot h^2 = 24,51h^2$	$\pi \cdot \tan^2 \alpha \cdot h^2 = 24,51h^2$
A_T	$3\sqrt{3} \cdot \frac{\tan \theta}{\cos \theta} \cdot h^2 = 26,43h^2$	$4 \cdot \frac{\tan \theta}{\cos \theta} \cdot h^2 = 26,43h^2$
$A_T(\text{eff.})$	$\pi \cdot \frac{\tan \alpha}{\cos \alpha} \cdot h^2 = 26,03h^2$	$\pi \cdot \frac{\tan \alpha}{\cos \alpha} \cdot h^2 = 26,03h^2$

Comme le montre ce tableau, toutes les expressions font intervenir une profondeur. S'il est possible d'utiliser la profondeur maximale, h_{max} , qui conduira à la valeur la plus grande des surfaces. On peut aussi considérer la profondeur plastique, h_p , qui permettra de prendre en compte l'élasticité du matériau, Oliver et Pharr [17] vont plus loin et proposent de prendre en compte la déformation de l'empreinte, soit la déflexion des faces de l'empreinte. Ces auteurs proposent donc de calculer une profondeur dite de contact tout au long de laquelle le matériau indenté reste en contact avec l'indenteur. Elle est notée h_c . Pour Oliver et Pharr [17], cette profondeur de contact est plus représentative du comportement sous indentation du matériau. Ils proposent de la relier simplement à la profondeur maximale et à la pente au déchargement par la relation suivante :

$$h_{Cs} = h_{max} - \varepsilon \frac{h_{max}}{S} \quad (1.11)$$

Où le coefficient ε a une valeur constante qui dépend uniquement de la géométrie de l'indenteur. Pour un poinçon conique ou un parabolôïde de révolution qui se rapproche d'une sphère, on considère que ε vaut environ 0,75. Pour un poinçon plat, sa valeur est égale à 1,00 [17].

L'équation (1.11) dérive d'une hypothèse selon laquelle, il y a enfoncement de la matière (sinking-in pour les anglo-saxons) pendant l'essai (Fig. 1-6) suivit d'un déchargement élastique après retrait de l'indenteur.

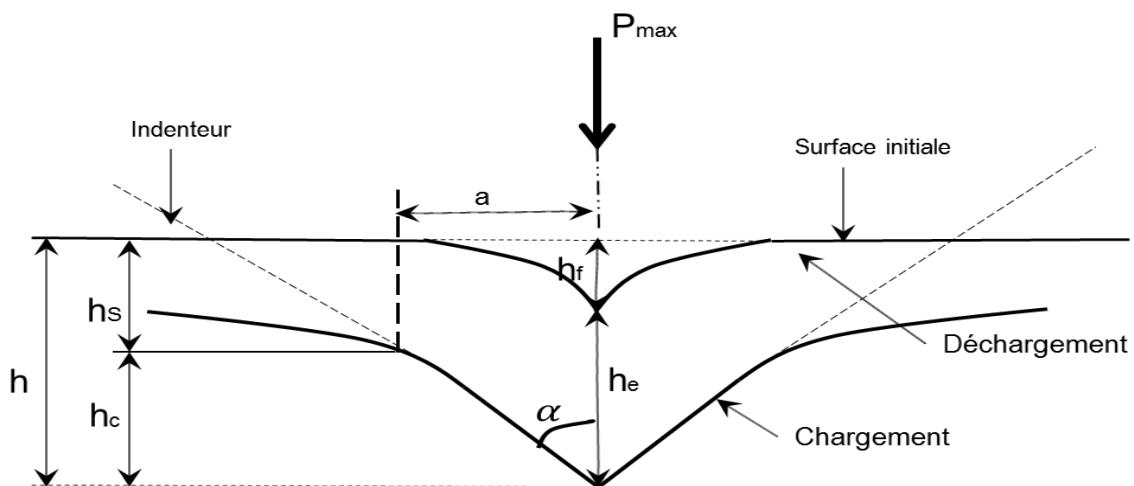


Figure 1-6. Schématisation de la profondeur de contact d'après Oliver et Pharr [17].

Dans le cas où le matériau présente un bourrelet de déformation (piling-up pour les anglo-saxons), cette équation n'est plus applicable. Dans le cas, Loubet *et al* [18-20] propose d'utiliser l'équation suivante :

$$h_{cp} = \alpha \left(h_{max} - \frac{P_{max}}{S} \right) \quad (1.12)$$

α est un coefficient qui vaut 1,2 pour les auteurs. Il résulte d'une optimisation d'après leurs résultats expérimentaux.

Que ce soit dans la détermination de la dureté ou du module d'élasticité, nous devons faire le choix de l'une ou de l'autre de ces expressions selon que le matériau indenté présente une déformation de type « sinking-in » ou « piling-up ». Pour éviter une observation visuelle de l'empreinte, souvent délicate, soit par microscopie optique, soit par microscopie électronique à balayage, Giannakopoulos et Suresh [23] ont montré par éléments finis que le rapport entre la profondeur finale, h_f , et la profondeur maximale, h_{max} , pouvait être utilisé comme critère de sélection du mode de déformation. Ces auteurs ont trouvé un rapport proche de 0,875 pour h_f/h_{max} . Pour des valeurs supérieures à cette limite, c'est le mode piling-up qui est présent et le mode sinking-in pour des valeurs inférieures.

A partir des différentes expressions de la profondeur, il est possible de calculer un nombre de dureté dont la valeur sera à l'évidence différente selon le mode de calcul. C'est pourquoi il est absolument nécessaire à l'utilisateur de préciser le mode de calcul qu'il a employé ainsi que les conditions opératoires avec lesquelles la dureté a été calculée. Pour mémoire, le **Tableau 1-3** montre les différentes possibilités de calcul de la dureté en tenant compte de la profondeur maximale, h_{max} , de la profondeur résiduelle, h_f , ou la profondeur de contact, h_{cs} ou h_{cp} sachant que l'on peut considérer dans chaque cas soit l'aire de contact réelle, soit l'aire de contact projetée.

Tableau 1-3. Expressions de la dureté à partir de l'aire de contact et de la profondeur.

Profondeurs	Maximale (h_{max})	Résiduelle (h_f)	Contact (h_c)
Aire de contact réelle	Dureté Martens $H_{Ma} = \frac{P}{26,43h_{max}^2}$	$H = \frac{P}{26,43h_f^2}$	$H = \frac{P}{26,43h_c^2}$
Aire de contact projetée	Dureté Meyer $H_{Me} = \frac{P}{24,56h_{max}^2}$	$H_f = \frac{P}{24,56h_f^2}$	Dureté Oliver et Pharr $H_{IT} = \frac{P}{24,56h_c^2}$

En règle générale, la dureté par indentation instrumentée se calcule selon la méthode Oliver et Pharr [17] car elle permet de prendre en compte les déformations autour de la zone de contact. Dans de nombreux articles, elle est notée HIT à opposer à la dureté Vickers HV calculée classiquement avec l'aire de contact réelle tenant compte de la profondeur maximale atteinte par l'indenteur. De toute évidence, ces deux valeurs ne sont pas comparables.

Pour conclure ce chapitre, nous pouvons constater qu'il existe une grande diversité de calcul des profondeurs d'indentation (maximale, résiduelle ou de contact avec sinking-in ou piling-up) et qu'il y a donc de quoi s'interroger sur la meilleure définition de la dureté. C'est sans doute pourquoi de nombreux auteurs ont travaillé sur le calcul de la dureté à partir du travail d'indentation. Dans tous les cas, il sera utile de préciser le mode de calcul de la dureté afin de pouvoir mener des études comparatives.

IV. TRAVAIL D'INDENTATION

Cette méthode a été développée pour la première fois par Stilwell et Tabor [24]. Ils démontrent que la dureté, définie comme le rapport entre la charge maximale et l'aire de contact projetée, est équivalente à un travail plastique divisé par le volume déformé plastiquement :

$$H = \frac{P_{max}}{A_P} = \frac{W_P}{V_P} \quad (1.13)$$

Le travail total d'indentation, W_T , est lié à l'énergie fournie par l'indenteur pour créer l'empreinte. Son calcul est représenté par l'aire sous la courbe force-déplacement comme le montre schématiquement la **Figure 1-7**. Le travail total comprend à la fois la contribution élastique réversible, W_E , et le travail plastique, W_P [25]. L'énergie élastique, W_E se déduit de l'aire sous la courbe au déchargement. Ainsi l'énergie absorbée correspondant à la déformation plastique se déduira par soustraction de l'énergie globale et de l'énergie élastique comme suit :

$$W_P = W_T - W_E \quad (1.14)$$

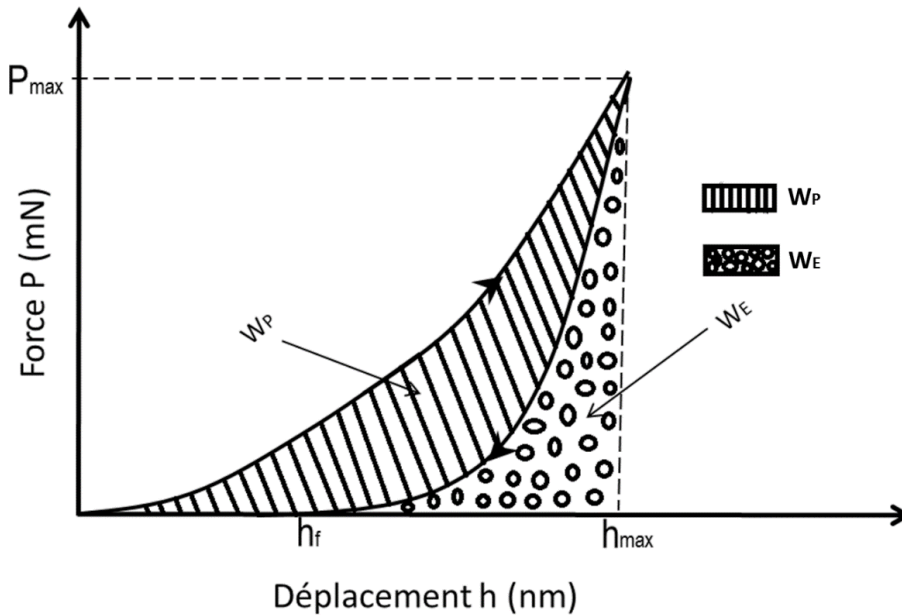


Figure 1-7. Représentation schématique du travail par indentation sur une courbe force-déplacement.

Pour calculer le travail plastique nécessaire au calcul de la dureté (**relation 1.13**), Stilwell et Tabor [24] ont relié le travail plastique et le travail total avec des paramètres expérimentaux facilement accessibles, la profondeur maximale h_{max} et la profondeur résiduelle h_f , par la relation :

$$W_P = W_T \frac{h_f}{h_{max}} \quad (1.15)$$

Le travail total d'indentation, W_T , ou encore l'aire sous la courbe d'indentation, se détermine en intégrant la courbe force-déplacement entre les deux bornes, $h = 0$ correspondant au début de l'essai et $h = h_{max}$ correspondant à la fin de l'essai d'indentation. La forme générale que prend le travail d'indentation est donc :

$$W_T = \int_0^{h_{max}} P(h)dh \quad (1.16)$$

Il en est de même pour le calcul de l'énergie élastique qui s'obtient en intégrant l'expression de la force au déchargement en fonction de la profondeur en utilisant les bornes suivantes, la profondeur résiduelle, h_f , et la profondeur maximale h_{max} comme suit :

$$W_E = \int_{h_f}^{h_{max}} P(h)dh \quad (1.17)$$

En conclusion, pour calculer le travail plastique, que ce soit en utilisant la relation générale **(1.13)** ou celle proposée par Stilwell et Tabor **[24]**, il est nécessaire d'exprimer la variation de la charge en fonction de la profondeur $P(h)$. A cette fin, il existe plusieurs approches plus ou moins précises selon que l'on prenne en compte certains phénomènes que nous décrivons dans la suite comme l'effet de taille en indentation.

IV.1 L'approche de Fischer-Cripps **[26]**

En générale, l'indentation instrumentée consiste à un chargement élasto-plastique suivi d'un déchargement élastique où la force P et la profondeur h sont décrites par la relation :

$$P = Ch^m \quad (1.18)$$

où l'exposant m prend les valeurs 1, 2 et 1,5 respectivement pour les indenteurs de formes cylindrique, conique et sphérique **[27-29]**. Dans le cas d'un indenteur conique de demi-angle α , on a :

$$\begin{cases} P = C_p h^2 & \text{chargement élastoplastique} & (a) \\ P = C_e h_e^2 & \text{déchargement élastique} & (b) \end{cases} \quad (1.19)$$

La profondeur h_e est le déplacement élastique qui correspond à la différence entre la profondeur maximale et la profondeur résiduelle. Les coefficients C_p et C_e s'expriment par les équations suivantes :

$$\begin{aligned} C_p &= \left[\frac{1}{\sqrt{\pi H \tan^2 \alpha}} + \left(\frac{2(\pi-2)}{\pi} \right) \left(\frac{\sqrt{H}}{E^*} \right) \left(\frac{\sqrt{\pi}}{2} \right) \right]^{-2} & \text{chargement élastoplastique} & (c) \\ C_e &= \frac{2}{\pi} E^* \tan \alpha & \text{déchargement élastique} & (d) \end{aligned} \quad (1.20)$$

A partir des équations **(1.16)**, **(1.17)** et **(1.19)**, l'aire sous la courbe au chargement et au déchargement utilisant l'équation **(1.13)** peut être calculée et par conséquent le travail plastique s'exprimera sous la forme suivante :

$$W_P = \int_0^{h_{max}} C_P h^2 dh - \int_{h_f}^{h_{max}} C_e (h - h_f)^2 dh = \frac{1}{3} (C_P h_{max}^3 - C_e (h_{max} - h_f)^3) \quad (1.21)$$

Dans le cas d'un matériau purement plastique et rigide, on considère que le module élastique réduit E^* tend vers l'infini. Dans ce cas, il n'y a pas de retour élastique au déchargement et $h_{max} = h_f$. Ceci permet d'écrire respectivement les équations (1.20) et (1.21) sous la forme:

$$C_P = \pi H \tan^2 \alpha \quad (1.22)$$

$$\text{et } W_P = C_P \frac{h_{max}^3}{3} \quad (1.23)$$

La dureté peut donc être calculée à partir de la relation (1.13) et de l'expression du volume d'un cône de rayon a et de hauteur h_{max} donnée par la relation :

$$V = \frac{\pi}{3} a^2 h_{max} = \frac{\pi}{3} a^3 \cot \alpha \quad (1.24)$$

La dureté calculée dans ces conditions est appelée dureté vraie parce qu'elle mesure réellement la résistance à la déformation plastique du matériau. Pour sa part, Sakai [30] propose de calculer cette dureté en représentant le travail plastique, W_P , en fonction de la charge à la puissance 3/2, soit $P^{3/2}$. En effet, les équations (1.20) à (1.24) permettent d'écrire l'équation suivante :

$$W_P = \left(\frac{1}{3} \sqrt{\frac{1}{\pi \tan^2 \alpha}} \right) \frac{1}{\sqrt{H}} P^{3/2} \quad (1.25)$$

Ainsi, la pente de la droite obtenue est directement reliée à la dureté déduite du travail d'indentation. Un exemple est montré sur la **Figure 1-8**.

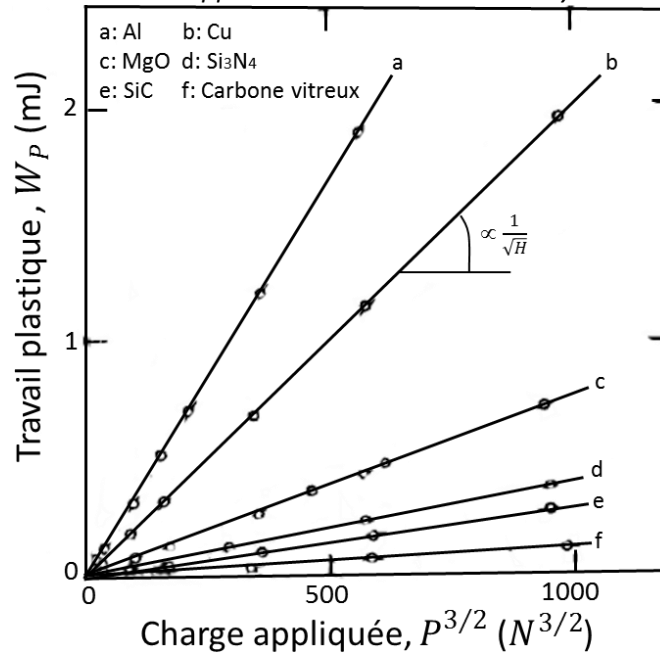


Figure 1-8. Dureté calculée à partir du travail d'indentation [30].

Sakai [30] a aussi déterminé le module réduit d'élasticité à partir de la courbe de décharge. Cependant il n'a pas pris en compte le fait que le déchargement ne dépend pas seulement de l'élasticité mais aussi des propriétés plastiques des matériaux. Dans le cas d'un matériau élasto-plastique, le volume utilisé pour la détermination de la dureté est celui correspondant à l'empreinte résiduelle, V_f :

$$V_f = \frac{\pi}{3} a^2 h_f \quad (1.26)$$

La dureté calculée à partir de ce volume résiduelle est équivalent à la pression moyenne ou à celle que l'on retrouve en appliquant la méthode d'Oliver et Pharr [17]. Cette dureté est appelée dureté apparente.

Cette méthodologie présentée par Fischer-Cripps [26] est difficile à appliquer dans ce sens où la détermination du volume résiduelle demande de prendre en considération la contribution du système et de l'échantillon dans le retour élastique du matériau. Pour avoir une valeur correcte du volume résiduel, il faudrait extraire du volume résiduel final, le volume qui correspond au travail fourni par le système de mesure qui est difficilement accessible. Pour contourner cette difficulté, certains auteurs proposent une méthodologie ne mettant pas en œuvre le calcul du volume dans celui de la dureté.

IV.2 L'approche de Tuck *et al.* [31]

Cette approche a été développée pour la détermination de la dureté de matériaux durs et fragiles. Ces auteurs considèrent que la dureté s'exprime en fonction des coordonnées du point ultime de la courbe charge-déplacement sous la forme :

$$H_T = K \frac{P}{h^2} \quad (1.27)$$

avec $K = 0,0408 (1/24,5)$

Il est alors possible d'exprimer la force P en fonction de la dureté par la relation :

$$P = H_T \frac{h^2}{K} \quad (1.28)$$

En utilisant l'expression **(1.31)**, Tuck *et al.* **[31]** détermine le travail total d'indentation :

$$W_T = \int_0^{h_{max}} \left(\frac{H_T}{K} \right) h^2 dh = \frac{1}{3} \frac{H_T h_{max}^3}{K} \quad (1.29)$$

En combinant cette relation avec la relation **(1.27)** également applicable au point maximum, le travail total peut simplement s'exprimer en termes de charge maximale et de profondeur maximale sous la forme suivante :

$$W_T = \frac{1}{3} P_{max} h_{max} \quad (1.30)$$

De même, la dureté totale peut s'exprimer en fonction de la charge maximale et de l'énergie totale d'indentation sous la forme :

$$H_T = \frac{K P_{max}^3}{9 W_T^2} \quad (1.31)$$

Toutefois, la dureté est définie comme une résistance à une déformation plastique. De ce fait, Tuck *et al.* **[31]** supposent le cas où le matériau est parfaitement plastique et rigide et proposent dans ces conditions de remplacer le travail total d'indentation par le travail plastique puisque l'élasticité de ce type de matériau est considérée presque nulle :

$$H_P = \frac{K P_{max}^3}{9 W_P^2} \quad (1.32)$$

Dans une étude comparative, Tuck *et al.* **[31]** ont montré que la dureté calculée à partir de l'équation **(1.31)** était sous-estimée à cause de la contribution élastique. Tandis que la dureté calculée à partir du travail plastique d'indentation, équation **(1.32)** semble être en bon accord avec la dureté calculée par la méthode d'Oliver et Pharr **[17]**. Cependant,

l'utilisation de cette méthode ne permet pas de prendre en compte les cas où le matériau subi une déformation élastique considérable.

IV.3 L'approche de Xiang *et al.* [32]

A partir de la relation (1.18) exprimant la charge en fonction de la profondeur par une loi puissance simple, il est possible de calculer le travail total pour finalement aboutir à l'expression suivante :

$$W_T = \frac{P_{max} h_{max}}{m+1} \quad (1.33)$$

En suivant la même démarche que Tuck *et al.* [31] et en considérant l'expression (1.33) pour le travail total, on peut exprimer la dureté comme suit :

$$H_T = \frac{KP_{max}^3}{(m+1)^2 W_T^2} \quad (1.34)$$

Qui ne diffère de la relation (1.30) proposée par Tuck *et al.* [31] que par le coefficient multiplicateur du travail total d'indentation, $(m+1)$ en lieu et place du coefficient 3 de la relation (1.32).

D'autre part, Xiang *et al.* [32] ont montré qu'il était possible de déterminer le module d'élasticité à partir du travail d'indentation. En effet, le rapport du travail plastique sur le travail total d'indentation est directement relié au rapport de la dureté sur le module d'élasticité réduit suivant l'équation :

$$\frac{W_T - W_E}{W_T} = 1 - 5 \frac{H}{E^*} \quad (1.35)$$

Comme nous le verrons dans la suite dans le chapitre traitant de l'effet de la charge sur la valeur de la dureté, l'introduction du paramètre m permet déjà de prendre en considération cette dépendance à condition de laisser libre sa valeur au lieu de l'imposer comme indiqué dans la relation (1.18) selon le forme de l'indenteur.

IV.4 L'approche de Gubicza *et al.* [33]

L'approche de Gubicza *et al.* [33] permet aussi de prendre en compte l'effet de charge en indentation. Pour cela, les auteurs proposent de représenter la variation de la charge P d'une courbe force-déplacement par un polynôme de degré 2 en supposant que la constante est nulle, c'est-à-dire qu'à charge nulle il n'y a pas de déplacement de l'indenteur dans le

Développement des méthodes d'analyse en indentation instrumentée.

matériau. Cette expression polynomiale peut aussi être appliquée à la courbe au déchargement. Leurs formes générales, respectivement pour le chargement et pour le déchargement, sont les suivantes :

$$P = C_2 h + C_3 h^2 \quad (1.36)$$

$$P = C_2^*(h - h_f) + C_3^*(h - h_f)^2 \quad (1.37)$$

L'énergie totale d'indentation, W_T , peut être calculée en intégrant l'équation (1.36) et le travail élastique, W_E , l'équation (1.37). Lorsque l'on néglige l'influence des premiers termes des deux équations (1.36) et (1.37) et que l'on intègre ces équations, il est possible de relier le rapport du travail élastique sur le travail plastique uniquement en fonction du rapport des constantes C_3 et C_3^* par la relation suivante :

$$\frac{W_E}{W_T} = \sqrt{\frac{C_3}{C_3^*}} \quad (1.38)$$

Dans le cas d'un matériau purement plastique, la fonction P suit la forme indiquée dans l'équation (1.19a), ainsi $C_p = C_3$. Puisqu'il n'y a pas de relaxation élastique et dans le cas d'un indenteur Vickers, la diagonale de l'empreinte est environ égale à $7h_m$. La dureté Meyer prend alors la forme :

$$H_{ME} = 2 \frac{P}{d^2} = \frac{P}{24,5h_{max}^2} = \alpha_1 C_3 \quad (1.39)$$

Avec $\alpha_1 = 0,0408$.

Dans le cas où le matériau est élasto-plastique, il y a en partie une relaxation élastique qui conduit à un retour du fond d'empreinte. Si on veut en tenir compte, alors la profondeur à considérer sera à l'évidence plus petite que h_m et, par conséquent, la dureté que l'on devrait obtenir plus grande que la valeur donnée par H_{ME} . Pour prendre en compte cette contribution élastique dans le calcul de la dureté, Gubicza *et al.* [33] introduisent dans l'expression (1.39) un rapport lié à l'énergie d'indentation tel que :

$$H_{ME} = \alpha_1 C_3 \frac{W_T}{W_P} \quad (1.40)$$

Sachant que le travail total d'indentation est la somme du travail plastique et du travail élastique, l'équation (1.40) devient :

$$H_{ME} = \alpha_1 C_3 \frac{1}{\left(1 - \frac{W_E}{W_T}\right)} \quad (1.41)$$

Les valeurs de la dureté Meyer calculée en utilisant l'équation (1.41) sont en accord avec celles obtenues par la méthode d'Oliver et Pharr.

Enfin, dans le cas d'un matériau purement élastique, les parties chargement et déchargement de la courbe $F - h$ peuvent être décrites par la même équation :

$$P = C_3 h^2 = C_3^* h^2 \text{ avec } C_3 = C_3^* = \frac{E}{2(1-\nu^2)} \frac{\alpha_0}{\gamma^2} \tan \beta \quad (1.42)$$

Où E est le module d'élasticité du matériau, ν le coefficient de poisson, α_0 une constante qui dépend de la géométrie de l'indenteur ($\alpha_0 = 2$ pour un indenteur de type vickers), $\gamma = (\pi/2)$ et β est le demi-angle au sommet de l'indenteur ($74,05^\circ$ pour un Vickers) [34]. De cette équation, le module élastique d'indentation peut prendre la forme :

$$E = \alpha_2 C_3^* \text{ avec } \alpha_2 = \frac{2(1-\nu^2)}{\alpha_0} \frac{\gamma^2}{\tan \beta} \quad (1.43)$$

Pour un indenteur de type Vickers et en considérant un coefficient de poisson égal à 1/3, le paramètre caractérisant la géométrie de l'indenteur est égal à 0,63. Des expériences ont montré que l'équation (1.43) n'est valable que pour des matériaux purement élastiques. Pour la rendre applicable en cas de déformation plastique, on peut introduire un coefficient de proportionnalité, δ , entre E et $\alpha_2 C_3^*$ qui prendra en compte cette plasticité :

$$E = \delta \alpha_2 C_3^* \quad (1.44)$$

Le facteur δ égal à 1 dans le cas d'un matériau idéalement élastique, décroît en fonction de l'ampleur de la déformation plastique pendant l'essai. Gubicza *et al.* [33] ont montré que ce facteur peut très bien être représenté par le rapport du travail élastique sur le travail total sous la forme :

$$E = \alpha_2 C_3^* \frac{W_E}{W_T} \quad (1.45)$$

Ou encore sous la forme suivante si on introduit l'équation (1.38) :

$$E = \alpha_2 C_3 \frac{W_T}{W_E} \quad (1.46)$$

V. ANALYSE NUMERIQUE

Au vu des difficultés présentées avant sur la définition de la dureté et des hypothèses faites sur le comportement du matériau, il s'avère que l'étude du comportement sous indentation à l'aide des éléments finis peut amener des éléments de réponse à certaines questions relatives au processus de déformation sous l'indenteur. Cette méthode doit être vue comme un complément d'analyse et non une fin en soi. Elle est basée sur la simulation de l'essai à l'aide du calcul par éléments finis et de logiciels comme ANSYS ou ABAQUS. Deux approches sont susceptibles d'être utilisées, soit le modèle axisymétrique à deux dimensions, dit modélisation 2-D, ou le modèle tridimensionnel, ou 3-D. Généralement, dans un souci de simplification, les calculs et la résolution de problèmes sont réalisés avec une modélisation 2-D.

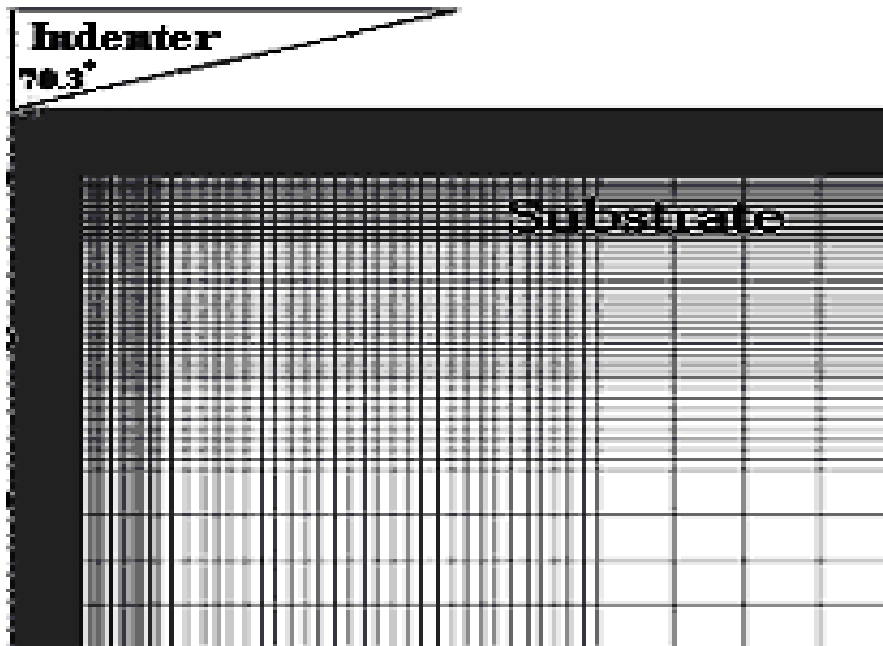


Figure 1-9. Modélisation en 2-D d'un essai d'indentation instrumentée [35].

Dans l'exemple montré sur la Figure 1-9, Panich *et al.* [35] ont utilisé le modèle axisymétrique à deux dimensions pour simuler l'essai d'indentation du silicium (100) à partir du code par éléments finis ABAQUS [36]. L'indenteur conique de demi-angle au sommet 70,3° est utilisé dans le modèle afin de considérer un modèle de révolution. Le substrat (silicium) est modélisé avec 7841 éléments formés de 4 nœuds axisymétriques (type d'élément CAX4R [36]). Afin d'étudier la répartition des contraintes lorsque les charges sont appliquées, une maille fine de 20 nm de côté est utilisée au niveau de la zone de contact entre le pénétrateur et l'échantillon. Le maillage devient de plus en plus grand lorsque l'on

s'en éloigne. L'indenteur, supposé rigide, est considéré comme surface maîtresse et l'échantillon comme surface esclave. La direction du contact est alors déterminée par rapport à la surface maîtresse. L'échantillon est fixé le long de l'axe horizontal et le frottement entre la pointe de l'indenteur et la surface de l'échantillon est supposé nul. La profondeur maximale de pénétration de l'indenteur suivant l'axe y est fixée à 500 nm alors que pour le déchargement, on considère un retour de la pointe de l'indenteur à la position origine. Les propriétés mécaniques utilisées en simulation numérique pour le silicium sont le module d'élasticité E de 130 GPa, le coefficient de poisson ν de 0,28 et une contrainte d'écoulement σ_y de 7 GPa [37]. Le processus d'indentation est simulé pendant les étapes de chargement et de déchargement. Les résultats obtenus sont présentés sur une courbe charge-déplacement comme le montre la **Figure 1-10**.

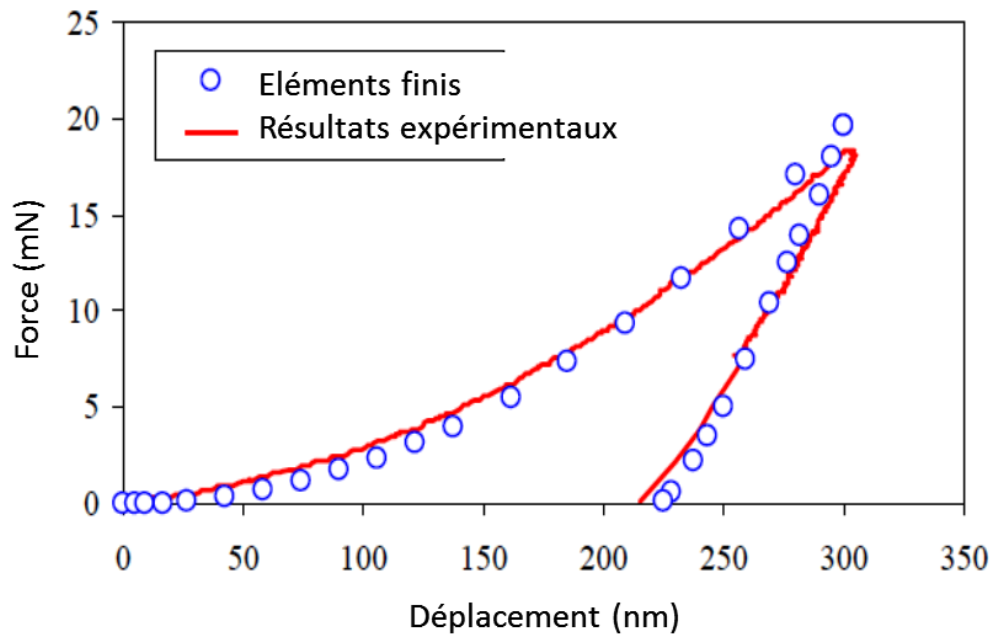


Figure 1-10. *Comparaison entre la courbe P-h du silicium obtenue expérimentalement et celle obtenue par modélisation numérique 2.D [35].*

Etant donné que les valeurs de la contrainte d'écoulement et du coefficient de Poisson sont issues de l'expérience, il n'est pas surprenant qu'il y ait une bonne corrélation entre la simulation et les résultats expérimentaux. En pratique, dans le cas d'un matériau élasto-plastique et pour de très petites déformations, l'élasticité se produit au début du processus [35]. A l'apparition de la déformation plastique, il faut appliquer le critère de Von Mises [38] qui stipule que lorsque la contrainte de Mises, σ_{Mises} , atteint la limite d'élasticité, σ_y , le matériau commence à se déformer plastiquement. La contrainte de Von mises est donnée par l'expression :

$$\sigma_{Mises} = \sqrt{\frac{(\sigma_1 - \sigma_2)^2 + (\sigma_2 - \sigma_3)^2 + (\sigma_3 - \sigma_1)^2}{2}} \quad (1.47)$$

Où σ_1 , σ_2 et σ_3 sont les contraintes principales.

La **Figure 1-11** montre la propagation de la zone de déformation plastique du silicium sous un indenteur conique. Quel que soit le stade de la déformation, la zone de déformation plastique se propage à l'interface entre le pénétrateur et le matériau à la fois verticalement et latéralement en prenant la forme d'une goutte. Les contraintes calculées à partir du critère de Von Mises sont représentées par différentes couleurs dans la **Figure 1-11**. Les amplitudes maximales de contraintes situées sous la pointe, de l'ordre de 7 GPa, sont identifiées par une couleur rouge.

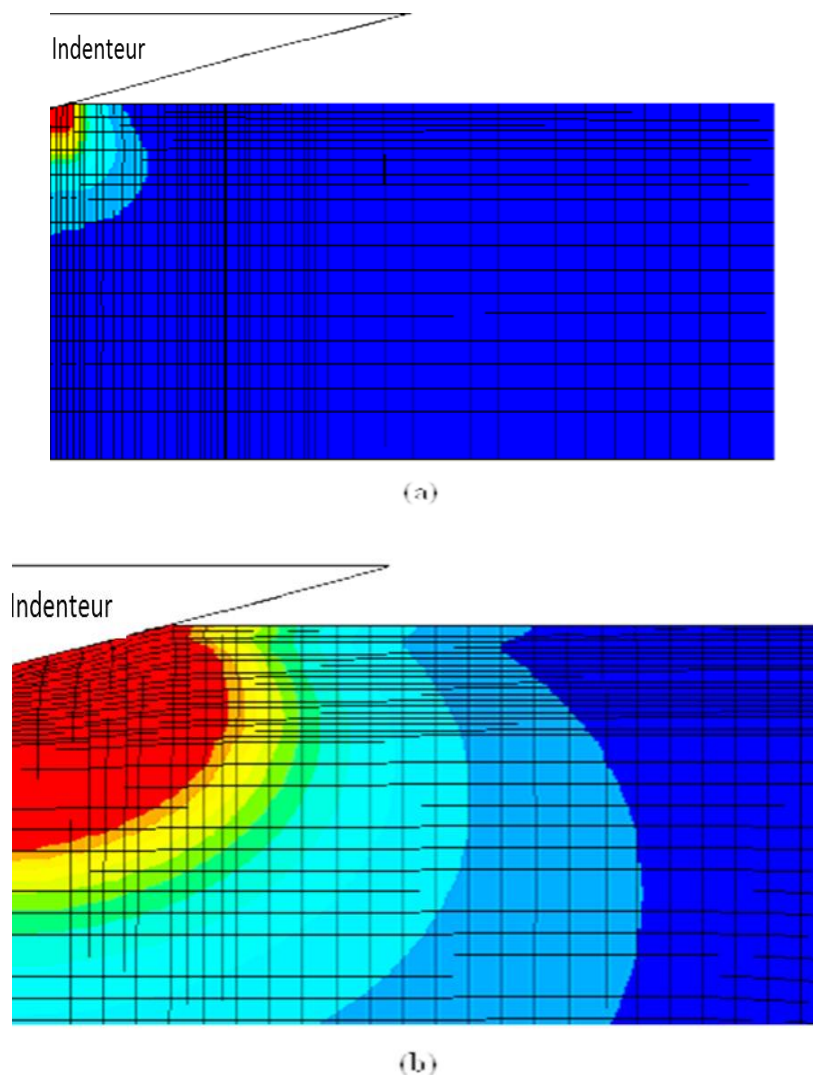


Figure 1-11. Développement de la zone plastique en fonction de la profondeur de pénétration dans le cas de la modélisation 2-D du silicium [35].

Nous avons présenté certaines méthodes de détermination des propriétés mécaniques parmi les plus utilisées même si d'autres méthodes comme celle des deux pentes [39] ou encore l'approche de Gong *et al.* [40] sont applicables. Mais quelle que soit la méthode employée, il n'en reste pas moins vrai que la précision sur les valeurs des propriétés mécaniques, est conditionnée par la précision des données extraites de l'enregistrement de l'effort en fonction du déplacement. Si l'on suppose la plupart du temps que le capteur d'effort nous fournit l'exacte valeur de la charge, il n'en est pas le cas pour la mesure de la profondeur qui reste encore aujourd'hui sujette à discussion. En effet, sa détermination est affectée par la déformation de la machine dont l'influence sera plus ou moins importante selon la rigidité de l'instrument. Il semble toutefois que la rigidité soit une donnée figée pour les très faibles charges d'indentation, typiquement dans le cas de la nanoindentation. Par contre, pour des charges plus élevées, son effet est plus ou moins marqué et il est nécessaire de la prendre compte à chaque série d'analyse. Ceci est particulièrement vrai en microindentation. Nous présenterons cet aspect très important dans le paragraphe suivant. Un autre aspect qui, pour sa part, est prédominant pour les plus faibles charges d'indentation est l'influence du défaut de pointe sur la détermination de l'aire de contact. Il est clair que l'émoussement de la pointe, souvent de quelques nanomètres, aura une influence sur les tous premiers nanomètres de pénétration. Nous verrons dans la suite quelles sont les modélisations de l'aire de contact et comment est introduit le défaut de pointe dans son calcul. En plus de ces corrections nécessaires, les observations récentes sur les déformations autour de l'empreinte ont amené des chercheurs à proposer un mode de calcul de la profondeur de contact entre l'indentation et le matériau qui tient compte du mode de déformation.

VI. CORRECTIONS DES DONNEES D'INDENTATION

VI.1 Complaisance de la machine

Un élément à prendre en compte est l'influence de la rigidité de l'instrument dans la mesure de la profondeur de contact. En effet, la mesure du déplacement de l'indenteur tient compte de l'enfoncement réel de celui-ci dans le matériau mais aussi de la déformation de la machine. Il est donc nécessaire de la prendre en compte si l'on souhaite obtenir le déplacement de l'indenteur uniquement dans le matériau. La rigidité a été décrite en détail par André *et al.* [41] ou encore Fischer-Cripps [26]. La méthode présentée ici est une

combinaison de l'approche théorique de Doerner et Nix [10] et la procédure itérative d'Oliver et Pharr [17]. Dans le but de simplifier les calculs, on considère que la rigidité de contact totale mesurée, ou encore complaisance de contact, sur la courbe force-déplacement comprend à la fois à la complaisance du matériau et à la rigidité de contact de la machine. Dans ces conditions, la complaisance totale est décrite comme étant la somme de la complaisance de l'instrument, C_f , et celle du matériau, C_m :

$$C_T = C_m + C_f \quad (1.48)$$

Où la complaisance totale, C_T , représente l'inverse de la pente de la courbe au déchargement.

Quant à la complaisance du matériau, C_m , elle s'exprime par la relation :

$$C_m = \frac{\sqrt{\pi}}{2} \frac{1}{E^* \sqrt{A_C}} \quad (1.49)$$

Où E^* est le module d'élasticité réduit et A_C l'aire de contact.

Une combinaison des équations (1.48) et (1.49) permet d'obtenir l'expression suivante :

$$C_T = \left(\frac{dh}{dP} \right)_{h_{max}} = \frac{\sqrt{\pi}}{2} \frac{1}{E^* \sqrt{A_C}} + C_f \quad (1.50)$$

Ainsi, pour corriger l'effet de la rigidité de l'instrument sur les mesures de profondeur d'indentation dans le matériau, on doit déterminer C_f et la soustraire de la complaisance totale. Une méthode de détermination de cette valeur est de tracer C_T en fonction de l'inverse de la racine carrée de l'aire de contact. On obtient dans ces conditions une droite dont la pente est proportionnelle à $1/E^*$ et dont l'intersection avec l'axe des ordonnées donne directement la valeur de la complaisance de la machine, C_f (Fig. 1-12).

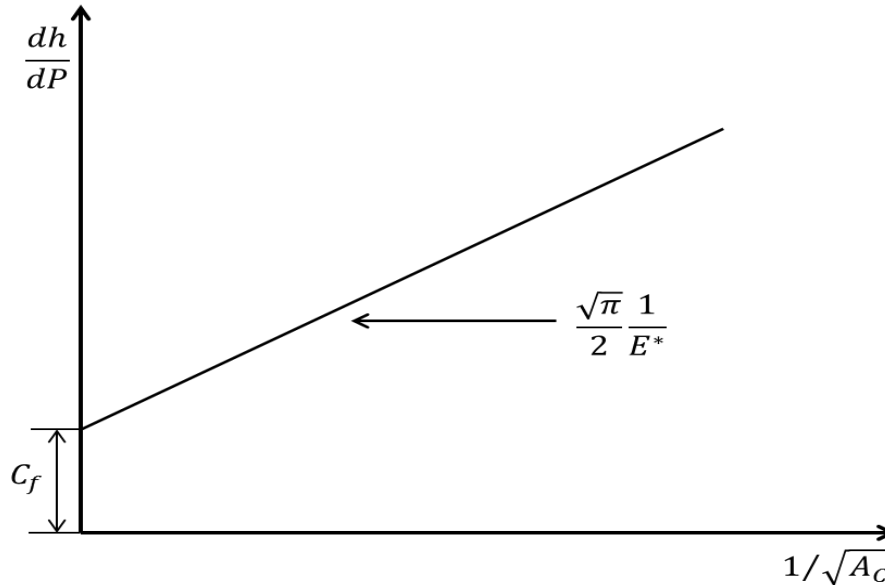


Figure 1-12. Complaisance totale en fonction de l'inverse de la racine carrée de l'aire de contact.

Comme la complaisance se définit comme l'inverse de la pente au déchargement, alors son expression peut être réduite à :

$$C = \frac{\Delta h}{\Delta P} \quad (1.51)$$

A partir de l'équation (1.48), on peut exprimer le déplacement réel de l'indenteur dans le matériau en fonction du déplacement mesuré de l'indenteur et du terme complaisance de la manière suivante :

$$C_f = C_T - C_m = \frac{h_{exp.}}{P} - \frac{h_{cor.}}{P} \rightarrow h_{cor.} = h_{exp.} - C_f P \quad (1.52)$$

Dans cette équation, la profondeur $h_{cor.}$ représente la profondeur corrigée et $h_{exp.}$ la profondeur mesurée expérimentalement à partir de la courbe d'indentation charge / décharge. En utilisant la relation (1.52) pour soustraire la contribution de la machine, on corrige ainsi l'effet de la rigidité de la machine sur la mesure de la profondeur obtenue et par conséquent sur toutes les profondeurs utiles à la caractérisation mécanique des matériaux, en particulier la profondeur de contact. Une représentation sur le même graphe de la courbe corrigée et non corrigée permet de voir que C_f n'a pas d'influence sur la profondeur résiduelle, h_f puisque celle-ci se définit comme la valeur de la profondeur à charge nulle. Si $P = 0$, alors $h_{cor.} = h_{exp.}$ (Fig. 1-13).

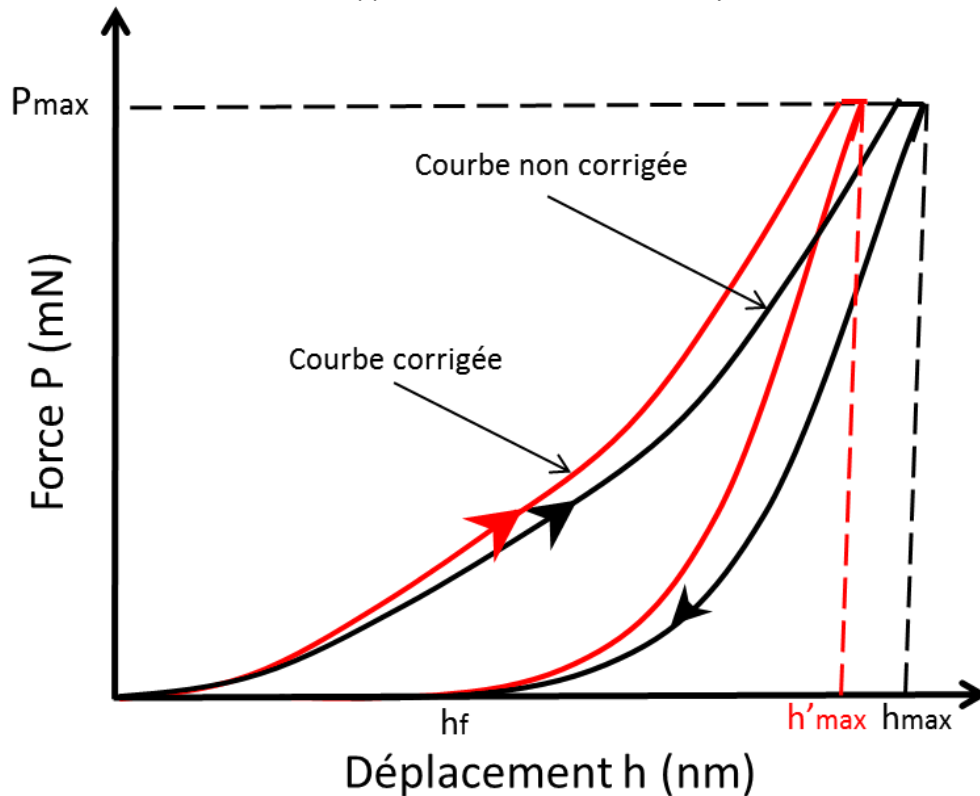


Figure 1-13. Mise en évidence de l'influence de la complaisance sur l'allure de la courbe d'indentation.

On peut penser que la rigidité de la machine, si elle n'est liée qu'à l'instrument, a une valeur fixe qui peut être déterminée une fois pour toute et introduite dans le logiciel d'analyse des données pour fournir directement le déplacement de l'indenteur qui nous intéresse. Hors, Fischer-Cripps [26] et Chicot *et al.* [42] ont montré que ce terme C_f utilisé pour corriger le déplacement de l'indenteur en séparant les contributions de l'instrument du matériau n'a pas une valeur constante. Ces auteurs montrent que la complaisance varie en fonction de l'échantillon, enrobage ou non, des conditions d'indentation (vitesse de chargement et de déchargement, indentation cyclique ou non...) ce qui empêche tout simplement de ne pas considérer ce terme comme constant dans l'analyse des données. Dans ces conditions et pour chaque étude d'indentation, Chicot *et al.* [42] préconisent de laisser libre sa valeur et d'utiliser les relations suivantes pour déterminer le module d'élasticité :

$$\begin{cases} C_T = C_f - \frac{1}{2(\beta\gamma_{cone})E^*} \sqrt{\frac{\pi}{A_c}} & \text{indenteur conique} \\ C_T = C_f - \frac{1}{2(\beta\gamma_{sphere})E^*} \sqrt{\frac{1}{A_c}} & \text{indenteur sphérique} \end{cases} \quad (1.53)$$

Où β et γ sont des termes correctifs introduits pour améliorer la précision des résultats.

Le facteur β est lié à la géométrie de l'indenteur [43-44]. β est égal à 1 pour un indenteur conique, 1,034 pour un indenteur Berkovich et 1,012 pour un indenteur Vickers [43]. Plus récemment, Woirgard *et al.* [45] ont démontré par une méthode analytique que β valait 1,061 pour les pénétrateurs pyramidaux à base triangulaire et $\beta = 1,023$ pour les pénétrateurs à base carrée. En plus de l'introduction du facteur β , Hay *et al.* [46] considèrent que le déplacement radial élastique est négligé dans la formulation de Sneddon. Ils introduisent alors un facteur de correction γ fonction de demi-angle au sommet du pénétrateur ainsi que du coefficient de Poisson ν du matériau sous la forme :

$$\gamma = \pi \frac{\left(\frac{\pi}{4} + 0.1548 \frac{1-2\nu}{4(1-\nu)} \cot \Psi\right)}{\left(\frac{\pi}{2} - 0.8312 \frac{1-2\nu}{4(1-\nu)} \cot \Psi\right)^2} \quad (1.54)$$

VI.2 Défaut de pointe

Pour obtenir des valeurs précises des propriétés mécaniques des matériaux, la mesure du déplacement de l'indenteur doit être précise, et ce d'autant plus que les profondeurs atteintes par l'indenteur sont petites. C'est particulièrement le cas en nanoindentation. Cette mesure dépend fortement de la géométrie de l'indenteur. Les aires de contact présentées dans le **Tableau 1-2** correspondent à une géométrie idéale des indenteurs. En pratique, ce n'est jamais le cas car les indenteurs s'émousent en fonction de leur utilisation. La pointe n'est donc pas un point mais elle devient arrondie au fur et à mesure de son utilisation. Ainsi, ne pas prendre en compte le défaut de pointe peut conduire à une mauvaise estimation de l'aire de contact. Comme celle-ci intervient dans le calcul du module d'élasticité et de la dureté, les propriétés mécaniques peuvent en être fortement affectées. Il est donc nécessaire de corriger la fonction permettant d'estimer l'aire de contact. La fonction d'aire de contact sans doute la plus précise est celle proposée par Oliver et Pharr [17]. Ces auteurs proposent un polynôme complexe sous la forme :

$$A_C = 24.56 h_C^2 + C_1 h_C + C_2 h_C^{1/2} + \dots + C_8 h_C^{1/128} \quad (1.55)$$

Où les coefficients C_1 à C_8 sont des termes déterminés par calibration sur un échantillon de référence, souvent de la silice fondue.

En pratique, seulement trois ou quatre coefficients suffisent à représenter l'aire de contact dès quelques nanomètres de profondeur. Toutefois, leur détermination nécessite un grand nombre de points expérimentaux, le mieux étant la variation du module d'élasticité en fonction du déplacement de l'indenteur. C'est pourquoi, l'utilisation de cette fonction d'aire de contact est principalement utilisée en mode de mesure de la rigidité en continu (Continuous Stiffness Measurement ou le mode CSM) en nanoindentation. En l'absence de ce mode d'enregistrement, on dispose d'autres modèles. Par exemple, le plus simple d'entre eux est sans doute le modèle proposé par Troyon et Huang [39] dans lequel le défaut de pointe est pris en compte dans le calcul de l'aire de contact en addition simplement la longueur de la troncation en tête d'indenteur, h_b , à la profondeur de contact. La relation exprimant l'aire de contact devient donc :

$$A_c = 24,56 (h_c + h_b)^2 \quad (1.56)$$

La détermination, ou plutôt l'estimation du défaut de pointe peut se faire de différentes manières. Elle peut être mesurée par observation avec un Microscope Electronique à Balayage à un très fort grossissement comme ont pu le faire Chicot *et al.* [47]. Elle peut aussi être obtenue par calibration en effectuant des mesures sur un matériau connu. A partir des expériences de nanoindentation réalisées sur le polymère vitreux (Diéthylène glycol bis allyl carbonate) (CR39), Hochstetter *et al.* [20] représentent la variation de la rigidité de contact en fonction de la profondeur plastique, h_r , (Fig. 1-14) où la profondeur plastique est définie par la relation:

$$h_r = h_{max} - \frac{P}{S}$$

Ces auteurs ont aussi trouvé que la relation entre la rigidité de contact, S , et la profondeur plastique est linéaire comme dans le cas de la silice fondue (Fig. 1-14). Preuve que le module d'élasticité est constant pour ces matériaux. Sachant que, la valeur commune du défaut de pointe d'un pénétrateur Berkovich à l'état neuf est d'environ 5 nm, ils ont trouvé que la valeur du défaut de pointe était déplacé de 5 nm pour la silice à une valeur proche de 25 nm pour le polymère. Puisque le même indenteur a été utilisé pour les expériences sur le polymère et la silice fondue, ces auteurs en ont conclu que 25 nm était une valeur apparente du défaut de pointe.

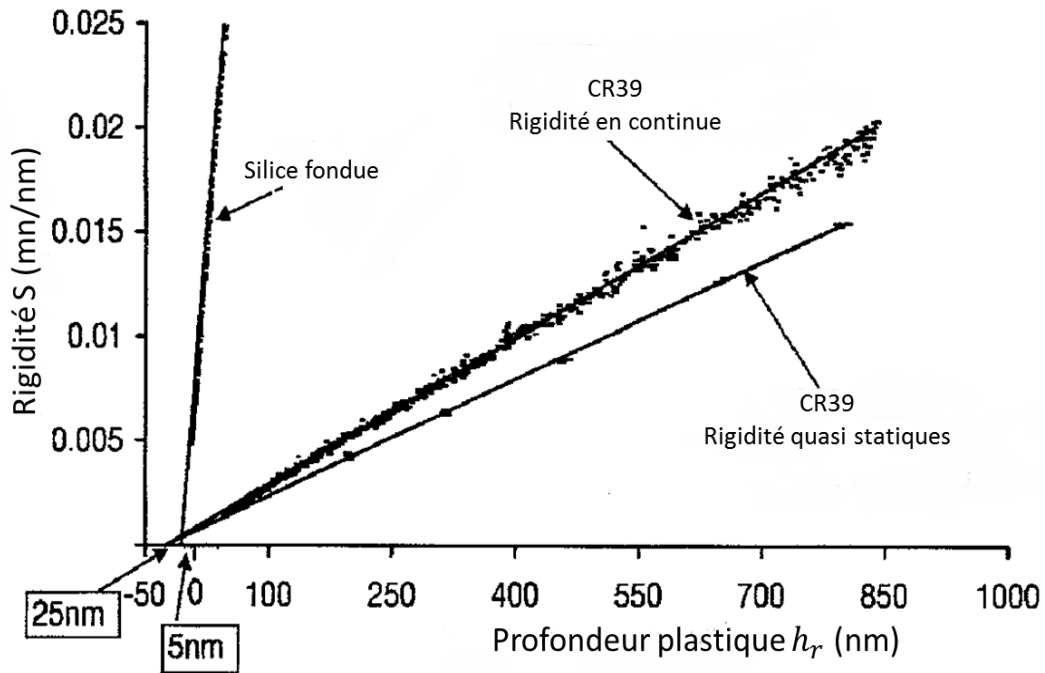


Figure 1-14. Rigidité de contact en fonction de la profondeur plastique pour un polymère CR29 et la silice fondue (Identification du défaut de pointe) [20].

Une fois obtenue, le calcul de l'aire de contact nécessite la détermination de la profondeur de contact qui prend en compte le mode de déformation autour de l'empreinte résiduelle, soit l'effondrement des faces de l'empreinte (mode sinking-in) soit la formation d'un bourrelet de déformation à la surface du matériau indenté (mode piling-up). C'est deux modes de déformation différents ont un impact évident sur la détermination de la profondeur de contact, c'est ce que nous présentons dans le chapitre suivant.

VI.3 Déformation de l'empreinte d'indentation

Pour les tests d'indentation classiques pour lesquels la détermination de la dureté passe uniquement par la mesure de la diagonale de l'empreinte résiduelle qui est mesurée optiquement, la déformation de l'empreinte a peu d'effet sur la mesure de la dureté, car il est généralement admis que la longueur de la diagonale reste constante sous la charge maximale et après le retrait de l'indenteur. Par contre, pour les essais d'indentation instrumentée où les propriétés mécaniques sont calculées à partir de l'aire de contact étroitement liée à la profondeur de contact, il est clair que la déformation de l'empreinte a une influence sur le calcul de l'aire de contact, qui peut être dans des proportions

Développement des méthodes d'analyse en indentation instrumentée. relativement conséquentes [48]. Par exemple, Alcalá *et al.* [49] mentionnent que des erreurs allant jusqu'à 30 % peuvent être introduites dans le calcul de l'aire de contact si la déformation de l'empreinte n'est pas prise en compte. C'est donc pourquoi de nombreuses études ont été menées en vue de la détermination, aussi précise que possible, de l'aire de contact en prenant en compte cette déformation [50]. Concernant la déformation de l'empreinte au cours de l'indentation d'un matériau par un pénétrateur rigide, la matière peut s'écouler de différentes manières en fonction des propriétés mécaniques générales du matériau, de la nature et de la forme de l'indenteur. Habituellement, on rencontre deux modes distincts de déformation : le mode " Sinking-in" lorsque le déplacement de matière est « tiré » vers le bas par la pointe de l'indenteur et le mode " Piling-up " lorsque le matériau est « refoulé » vers le haut (Fig. 1-15).

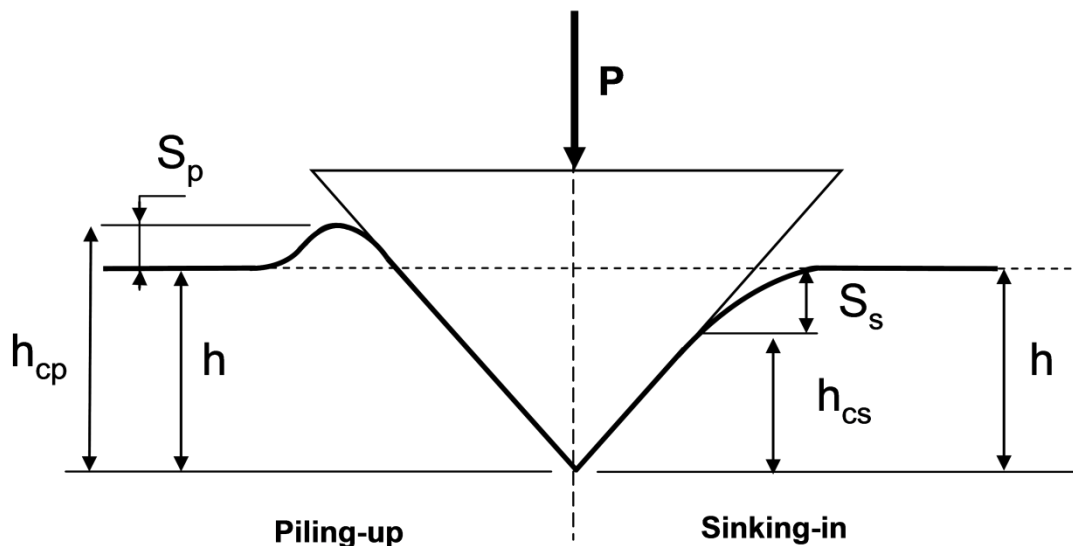


Figure 1-15. Représentation des modes de déformation *piling-up* et du *sinking-in* survenant au cours d'un essai d'indentation avec un pénétrateur pyramidal.

Il a été observé que pour des matériaux mous avec de faibles valeurs du rapport de la dureté sur le module d'élasticité (H/E) et du rapport du coefficient d'érouissage sur le module d'élastique (n/E), c'est le mode *piling-up* qui prédomine [51]. D'autre part, Cheng et Cheng [52] ainsi que Xu et Rowcliffe [53] ont pu montrer que, pour un indenteur donné, les modes *piling-up* et *sinking-in* sont associés au rapport entre la limite d'élasticité, Y , et le module d'élasticité, E . Pour des valeurs élevées du rapport, Y/E , seul le mode *sinking-in* intervient alors que pour les petites valeurs de ce rapport, c'est plutôt le mode *piling-up* qui prédomine [54]. Lorsque le module d'élasticité E n'est pas disponible, le mode de déformation peut être déduit de la connaissance de la profondeur de pénétration. En effet,

Giannakopoulos et Suresh [55] à partir d'une étude systématique par éléments finis de divers matériaux élasto-plastiques ont pu relier le mode de déformation à l'évolution du rapport de deux profondeurs de pénétration caractéristiques d'une courbe charge-déplacement. En effet, ces auteurs ont trouvé que le rapport de la profondeur résiduelle, h_f sur la profondeur de pénétration maximale h_{max} obtenue directement à partir de la courbe charge-déplacement permet de séparer les deux modes de déformation. Pour les matériaux ayant un rapport h_f/h_{max} plus grand que 0,875, le mode piling-up est susceptible de se produire alors que le mode sinking-in intervient plutôt dans le cas où le rapport h_f/h_{max} est inférieur à 0,875.

Une autre approche, similaire à celle présentée ci-dessus, a été proposée par Alcala *et al.* [49] dans le cas d'un pénétrateur pyramidal. Ces auteurs ont réécrit le rapport entre la surface de contact et la profondeur de pénétration en faisant intervenir un facteur Π qui tient compte de la déformation de la surface sous la forme :

$$A = \Pi f h_{max}^2 \quad (1.57)$$

Où f est un facteur qui dépend de la géométrie de l'indenteur (24,5 pour l'indenteur Vickers et 25,56 pour l'indenteur Berkovich) et h_{max} est la profondeur maximale de pénétration sous la surface originale.

Ils ont trouvé que le facteur Π était supérieur à 1 dans le cas du mode de déformation piling-up et inférieur à 1 pour le mode de déformation sinking-in.

D'un point de vue mathématique, deux méthodologies ont été développées pour calculer la profondeur de contact selon le mode de déformation. Il s'agit de la méthode proposée par Oliver et Pharr [17] dans le cas du mode sinking-in (**relation 1.58**) et de la méthode de Loubet *et al.* [18-20] pour le mode piling-up (**relation 1.59**).

$$h_{Cs} = h_{max} - \varepsilon \frac{P_{max}}{S} \quad (1.58)$$

Où h_{max} est la profondeur maximale atteinte par le pénétrateur, P_{max} la charge maximale appliquée, S la pente au déchargement et ε un coefficient que les auteurs prennent le plus souvent égal à 0,75 dans le cas des indenteurs pyramidaux.

$$h_{Cp} = \alpha \left(h_{max} - \frac{P_{max}}{S} \right) \quad (1.59)$$

Où le coefficient α est une constante égale à 1,2.

VII. EFFET DE TAILLE

Dans la plupart des matériaux, la mesure des propriétés mécaniques par indentation se heurte à un phénomène bien connu et en même temps, très perturbant pour la caractérisation des propriétés mécaniques par indentation. Il s'agit de la variation de la valeur des propriétés, principalement la dureté mais aussi le module d'élasticité, avec la charge appliquée. Il s'agit d'un phénomène que l'on appelle de différentes manières, la plus connue étant sans doute l'effet de taille en indentation (ou Indentation Size Effect). Certains diront aussi que ce phénomène est lié à l'échelle de mesure. Pour ne parler que de la dureté, sa variation avec la charge d'indentation a plusieurs origines possibles. Les causes principales identifiées sont liées au phénomène de durcissement par écrouissage qui peut survenir à la préparation de la surface à indenter, à la rugosité, à la déformation autour de l'empreinte, au frottement indenteur/matériau, à la forme de l'indenteur, à l'énergie de surface, à la variation de composition, à l'anisotropie ou encore à la vitesse de déformation [56]. Les travaux de Cheng et Cheng [57] présentent une revue bibliographique sur ce sujet. Parmi tous les modèles utilisés pour décrire cette dépendance, et ils sont nombreux, nous en retiendrons que trois parmi les plus utilisés. Il y a la loi de Meyer en 1908 [58] qui décrit la variation de la charge d'indentation en fonction de la diagonale d'empreinte (ou de la profondeur pour les études plus récentes) par une loi puissance où l'exposant n décrit l'ampleur de l'effet de taille :

$$P = a \cdot d^n \quad (1.60)$$

Où a est le coefficient de proportionnalité.

Si cette loi est très simple et très pratique pour décrire la variation de la charge avec la diagonale de l'empreinte, elle est par contre moins pratique pour représenter l'évolution de la dureté avec la diagonale car elle ne permet pas d'exprimer une dureté absolue qui serait représentative du matériau. C'est pourquoi on lui préfère le modèle PSR (Proportional Specimen Resistance) proposé par Li et Bradt en 1984 [59]. La démarche est similaire. Ces auteurs ont proposé de représenter la variation de la charge avec la diagonale d'empreinte par un polynôme de degré 2 dans lequel le terme constant a été volontairement écarté :

$$P = A_1 \cdot d + A_2 \cdot d^2 \quad (1.61)$$

Où A_1 et A_2 sont des coefficients liés respectivement à l'effet de taille et à la dureté du matériau.

L'introduction de la relation **(1.61)** dans l'expression de la dureté Vickers rappelée dans le **Tableau 1-1** permet d'écrire :

$$HV = 1,8544 \cdot A_2 + \frac{1,8544 \cdot A_1}{d} = HV_0 + \frac{\Delta_{ISE}}{d} \quad (1.62)$$

Où HV_0 et Δ_{ISE} représentent respectivement la dureté absolue du matériau et l'amplitude de l'effet de taille. La dureté absolue représente la dureté qui serait obtenue par l'application d'une charge d'indentation infinie.

Plus récemment en 1998, Nix et Gao **[60]** ont introduit le concept du gradient de déformation plastique (Strain Gradient Plasticity - SGP) basé sur la théorie des dislocations de Taylor. La théorie développée par Nix et Gao suppose par simplicité que le processus de déformation par indentation est accommodé par les dislocations géométriquement nécessaires en prenant en compte le changement permanent de forme à la surface. De manière générale, ces auteurs expriment la dureté mesurée en fonction de l'inverse de la diagonale ou de la profondeur sous la forme :

$$\left(\frac{H}{H_0}\right)^2 = 1 + \left(\frac{h^*}{h}\right) \quad (1.63)$$

Où H_0 représente aussi la dureté absolue du matériau et h^* est une longueur dite caractéristique qui représente l'effet de taille.

Un des avantages de ce modèle est que les paramètres H_0 et h^* sont reliés à des propriétés intrinsèques au matériau comme la densité de dislocations mis en jeu dans le processus de déformation par indentation, le vecteur de Burgers lié à la nature des dislocations et aussi le module de cisaillement. Noté toutefois que si d'un point de vue mathématique la relation **(1.61)** peut s'appliquer à tous types de résultats, l'approche physique du phénomène ne pourra s'appliquer qu'à l'étude des cristaux.

Dans l'étude des matériaux, il est souvent très tentant de confronter les modèles de manière à trouver celui qui représentera au mieux l'évolution des résultats expérimentaux. C'est ainsi que la confrontation du modèle de Li et Bradt et le modèle de Nix et Gao se heurte à un problème mathématique simple et évident. En effet, la relation **(1.62)** montre une représentation linéaire du nombre de dureté avec l'inverse de la diagonale d'empreinte alors

que la relation (1.63) montre une évolution linéaire du carré du nombre de dureté. Les deux modèles ne peuvent donc de fait s'appliquer pour représenter le même phénomène. Pourtant, la relation (1.61) fait parfois apparaître un terme A_0 pouvant représenter un ajustement de la charge au début d'essai. Si ce terme est introduit dans la relation (1.62), alors un terme du second degré en $(1/d)$ apparaît et le développement limité à l'ordre 2 de la relation de Nix et Gao devient alors compatible avec le modèle de Li et Bradt, au moins pour les premiers termes du développement.

VIII. CONCLUSION

Le champ d'application de l'indentation instrumentée est vaste et les problèmes s'y rapportant nombreux. Dans cette brève synthèse bibliographique, nous n'avons pas pu tout décrire dans le détail et j'en suis bien conscient. Je me suis limité à quelques points parmi les plus importants qui vont être discutés dans la suite, ce qui constituera le plan de mon mémoire.

Comme nous venons de le voir dans ce chapitre, il existe deux modes de déformation autour d'une empreinte d'indentation, ce qui conditionne la méthode de calcul de la profondeur de contact, soit la méthodologie proposée par Oliver et Pharr [17] dans le cas du sinking-in ou la méthodologie de Loubet *et al.* [18] dans le cas du piling-up. Une étude purement théorique par éléments finis [55] a montré que le rapport de la profondeur résiduelle sur la profondeur maximale était un bon indicateur si sa valeur dépassait ou non la valeur théorique de 0,875. Nous avons voulu vérifier cette approche d'un point de vue expérimental. La valeur trouvée est très proche de celle-ci et il est intéressant de noter que lorsque le rapport est égal à cette valeur limite, l'utilisation de l'une ou de l'autre des méthodologies conduit au même résultat.

Dans une deuxième partie, nous avons voulu comparer l'approche qui utilise l'énergie d'indentation pour calculer un nombre de dureté à l'approche classique et observer si les résultats sont aussi sensibles à l'effet de taille dans les mêmes proportions. Cette approche énergétique me semble intéressante car elle permet en partie de s'affranchir de la forme de l'indenteur.

Enfin dans mes travaux sur l'indentation instrumentée à l'échelle micrométrique, j'ai été confronté à la précision sur la détermination de l'aire de contact. Si je suis convaincu que le

Développement des méthodes d'analyse en indentation instrumentée.

modèle d'Oliver et Pharr [17] qui emploie un polynôme complexe pour représenter l'aire de contact est le plus précis de tous les modèles, je n'en suis pas moins convaincu de sa difficulté d'utilisation lorsque l'instrument ne dispose pas du mode CSM car l'application du modèle d'Oliver et Pharr nécessite un grand nombre de points expérimentaux qui ne peuvent aisément s'obtenir que dans ces conditions. On pourrait alors utiliser le modèle qui consiste simplement à ajouter la longueur de la troncature du défaut de pointe à la profondeur mesurée [18]. Mais cette approche ne donne des résultats satisfaisants qu'au-delà de 200 nm de profondeur d'indentation. J'ai donc cherché un modèle simple qui n'utilise que la longueur de troncature mais qui peut s'appliquer sur des profondeurs beaucoup plus petites, de l'ordre de quelques nanomètres.

CHAPITRE II

MATERIAUX ET EXPERIMENTATION

I. INTRODUCTION

Pour faciliter la caractérisation mécanique d'un matériau par indentation instrumentée, la connaissance au préalable de certaines informations sur le matériau et la technique peut s'avérer nécessaire pour éviter des erreurs d'analyse et d'interprétation. Tout d'abord et dans la mesure du possible, il faut connaître le matériau à tester. Par exemple, il faut savoir s'il s'agit d'un matériau homogène ou hétérogène, si son comportement est plutôt élastique, plastique ou élasto-plastique, si le matériau est revêtu ou non car ces informations vont conditionner le choix de la géométrie du pénétrateur, les conditions d'application de la charge en termes de vitesses de chargement et de déchargement, de temps de maintien à la charge maximum et du niveau de chargement, choix de la charge entre échelles nanométrique et macrométrique. Par exemple, on utilisera plutôt les indenteurs sphériques pour des matériaux mous. De plus, ils permettent de remonter plus facilement aux propriétés de traction à partir de la courbe au chargement. Pour la mesure de la dureté en général, on préférera les indenteurs pyramidaux qui permettent d'obtenir une dureté constante pour les matériaux non sensibles à l'effet de taille, ce qui n'est pas le cas avec un indenteur bille.

De manière générale, mon travail de recherche s'est orienté vers l'optimisation de la technique d'indentation instrumentée pour l'obtention de propriétés mécaniques fiables et représentatives du matériau. C'est pourquoi le choix des matériaux utilisés dans cette étude ne rentre pas dans une thématique particulière mais ils ont été choisis pour représenter différents types de comportement mécanique. Nous retrouverons ainsi des matériaux à usage commun et des céramiques à utilisation plus spécifique.

Dans ce chapitre, nous présenterons dans une première partie les matériaux étudiés et dans une seconde partie les moyens expérimentaux utilisés pour la réalisation des essais d'indentation instrumentée. Etant donné que la technique de préparation a une importance notable sur la mesure des propriétés par indentation et la qualité des résultats obtenus, nous mettrons un accent plus particulier sur la technique de polissage utilisée pour obtenir une surface plane, exempte de rayures et ayant un faible niveau d'écaillage. La deuxième partie présente l'appareil de mesure utilisé sans oublier les procédures expérimentales qui lui sont propres.

II. MATERIAUX

II.1 Préparation

Pour discuter de certains aspects de l'indentation instrumentée, en particulier de l'influence du mode de déformation autour de l'empreinte sur les mesures des propriétés mécaniques, nous avons choisi d'étudier neuf matériaux présentant des propriétés mécaniques différentes. Ils sont présentés ci-dessous :

a) Une série d'échantillons de matériaux à usage courant a été préparée à partir de barres commerciales de 13 mm de diamètre. C'est le cas de l'acier doux (ASTM A36), de l'aluminium 6061-T6 (10 % de silicium), du laiton (C22000), du bronze (SAE 660) et du cuivre (99% de pureté). La microindentation instrumentée ne nécessite pas de dimensions particulières. Nous avons réduit les barres en cylindres de longueur 8 mm comme le montre la **Figure II-1**.



Figure II-1. *Forme des éprouvettes en matériaux à usage courant.*

b) Une autre série d'échantillons de 10 mm de diamètre et 25 mm de longueur a été sélectionnée. Les échantillons ont été obtenus à partir de tiges en acier inoxydable 316 et d'un acier inoxydable obtenu par frittage laser à partir de poudres métalliques (Direct Metal Laser Sintering, DMLS). Ces échantillons seront désignés comme SS (Stainless Steel) pour acier inoxydable et RPSS (Rapid Prototypage Stainless Steel) pour le second procédé d'obtention. Le procédé DMLS concerne uniquement les matériaux métalliques. La poudre utilisée pour le frittage peut être constituée d'un seul élément métallique, de plusieurs types d'alliages métalliques ou d'un mélange d'alliage et de corps pur [61]. Selon le type d'application recherchée, les pièces fabriquées par DMLS peuvent avoir une porosité

importante ou un mauvais état de surface. Le détail des conditions de fabrication de ces matériaux est présenté dans [62]. La préparation métallographique de ces échantillons a permis d'obtenir une rugosité moyenne Ra de 0,2 μm .

c) Nous avons également étudié le comportement mécanique du béta tri-calcium de phosphate (β -TCP) qui est une biocéramique synthétisée par précipitation aqueuse d'un mélange de solution de phosphate de diammonium $\text{NH}_4(\text{HPO}_4)_2$ et une solution de nitrate de calcium $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ [63]. Les échantillons de forme cylindrique (diamètre 20 mm et hauteur 5 mm) ont été obtenus par coulée. Après séchage, les échantillons ont été frittés pendant une durée de 2 heures. Les températures de calcination et de frittage respectivement de 750 °C et 1060 °C ont permis d'obtenir moins de 2 % de porosité, vérifiée par la méthode d'Archimède. Après le frittage, l'échantillon est traité thermiquement par un traitement post-HIP à 1050 °C sous 150 MPa dans une atmosphère Ar/O₂ pour obtenir un matériau dense, quasiment à 100 %, et présentant un aspect semi-transparent comme le montre la **Figure II-2**.

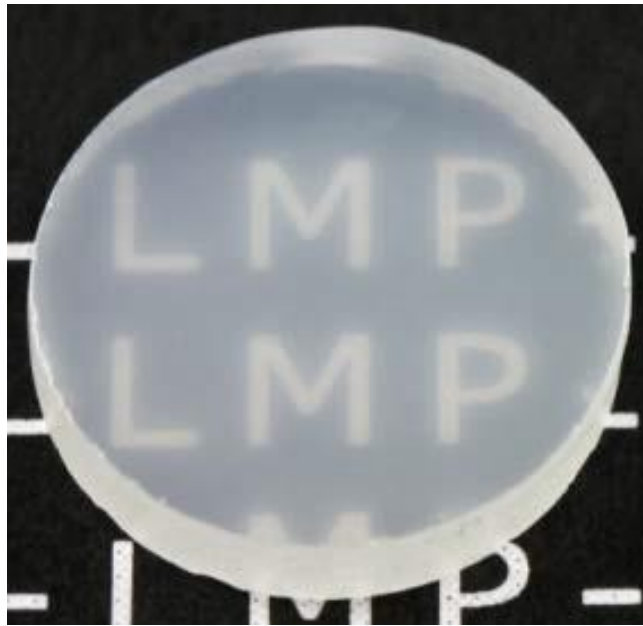


Figure II-2. Photographie du béta tri-calcium de phosphate (β -TCP) dense obtenu par frittage [63].

d) Nous avons également étudié une céramique composite de T_iB_2 -60% B_4C qui a été réalisée par frittage par courant électrique pulsé. L'échantillon ainsi obtenu se présente sous la forme d'une pastille de 30 mm de diamètre et de 4 mm d'épaisseur. La rugosité moyenne

Ra est de 0,1 μ m. Le procédé de fabrication de cette céramique est largement détaillée dans [64].

- e) Pour déterminer les propriétés d'un film mince de TiHfCN, nous avons utilisé la nanoindentation qui permet, de par les faibles profondeurs affectées au cours de l'essai, de limiter l'influence du substrat dans la mesure des propriétés. Le film de TiHfCN a été déposé sur un substrat en acier (M2), dans une chambre de pulvérisation cathodique HEF TSD400-CD, en utilisant une cible TiHfCN soudée sur une plaque de cuivre. Avant le dépôt, le substrat est poli-miroir puis nettoyé aux ultrasons dans l'éthanol pendant 10 min. Dans la chambre de pulvérisation cathodique utilisée pour la déposition, les impuretés sont d'abord éliminées par le vide à l'aide d'une pompe turbo-moléculaire pendant 2 heures à environ 160 °C. Ensuite simultanément, la cible est pulvérisée dans un plasma d'argon avec un débit de 100 sccm et une polarisation de - 500 V pendant 30 min. Enfin, le film est déposé avec une tension de polarisation de 150 V et une puissance de cathode de 350 W. La durée de déposition a été choisie de telle sorte à obtenir une épaisseur comprise entre 2 et 3 μ m. La **Figure II-3** présente une coupe transversale du film obtenu après polissage et révèle une interface très régulière.

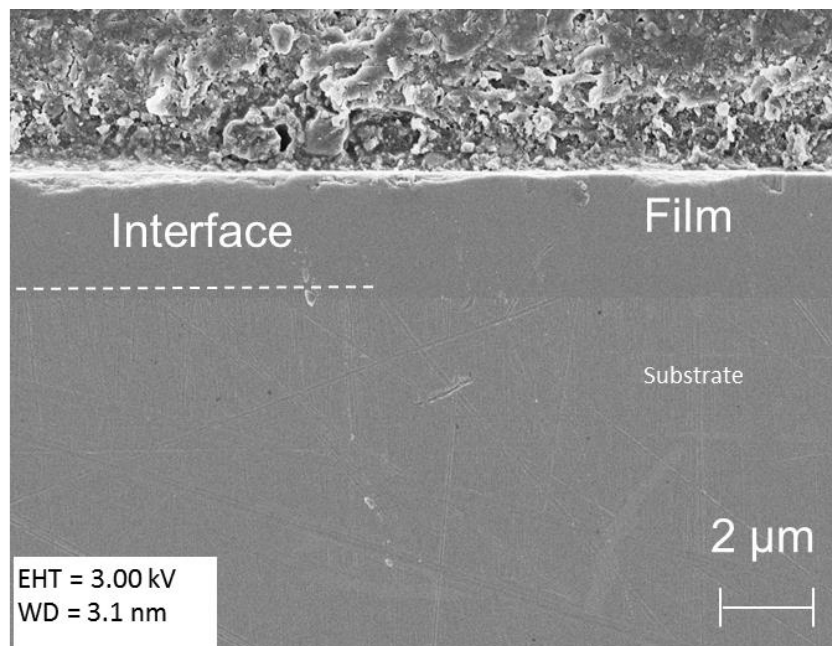


Figure II-3. *Section d'un film transversale de TiHfCN après polissage.*

II.2 Polissage

La phase du polissage des échantillons pour des essais d'indentation est une phase délicate qui demande beaucoup de soin. La procédure employée a été de polir

Développement des méthodes d'analyse en indentation instrumentée.
mécaniquement une des faces planes des échantillons à l'aide de papiers abrasifs placés sur une polisseuse mécanique à deux plateaux de marque Struers Labopol-21 (Fig.II-4).



Figure II-4. Polisseuse mécanique Labopol-21.

Pour réduire au mieux l'écrouissage mécanique, j'ai utilisé la série complète des papiers abrasifs mis à ma disposition tout en limitant la pression exercée sur l'échantillon. Il s'agit des papiers de grade 80, 120, 220, 500, 800 et 1200. A chaque changement de papiers, l'échantillon est pivoté de 90° par rapport au polissage du drap précédent de manière à éliminer toute trace résultant du polissage précédent. Pour éviter les échauffements de la pièce, le polissage se fait sous lubrification à l'eau. Pour obtenir un poli-miroir, la finition est réalisée à l'aide de papier feutre chargée de particules d'alumine de tailles différentes, soient 6, 3 et 1 μm . Le lubrifiant est ici un mélange à base d'alcool conçu et fourni par la société Struers. Pour éliminer tous risques d'écrouissage mécanique, l'ultime finition a eu lieu par polissage électrolytique qui permet de réduire presque en totalité la couche écrouie qui pourrait apparaître à la surface. Ce point a bien été montré par Chicot *et al.* [65]. Ces auteurs ont en effet mesuré l'évolution de la dureté en fonction de la charge sur le même échantillon ayant subi différents niveaux de finition de polissage.

Le polissage électrolytique est la dissolution contrôlée du métal de base sans effort mécanique. Il permet d'éliminer une fine couche superficielle dont tout ou partie la couche écrouie par le polissage mécanique. Notre appareillage de polissage électrolytique est une station ectroPol-5 de Struers (Fig. II-5) qui fonctionne avec des électrolytes recommandés par Struers (voir **Tableau II-1**).

Tableau II-1. Electrolytes consommables recommandés par Struers.

Electrolyte A2	Electrolyte A3	Electrolyte A8	Electrolyte AC2	Electrolyte D2	Electrolyte E5
-Aluminium -Fer -Nickel -Argent -Acier inoxydable -Aciers	-Acier martensitique -Molybdénium -Aciers inoxydables -Titane -Vanadium -Zirconium	-Chrome -Hafnium -Nickel -Titane	-Fonte -Magnésium -Nickel -Acier inoxydable -Aciers	-Laiton -Cuivre -Or	-Laiton -Bronze -Acier au carbone -Fonte -Matériaux avec éléments très variables



Figure II-5. Machine de polissage électrolytique Electropol-5 de Struers.

La partie électronique de l'instrument contient une série de préprogramme de polissage en fonction de la nature du matériau. Dans notre cas, nous avons sélectionné les méthodologies associées à la préparation des aciers doux, des aciers inoxydables, de l'aluminium, du cuivre, du bronze et du laiton. Chaque programme contient tous les paramètres de polissage qui ont été collectés dans le **Tableau II-2**.

Tableau II-1. Paramètres de polissage électrolytique en fonction du matériau.

	Aciers	Acier inoxydable	Aluminium	Cuivre	Bronze et laiton
Mode	polissage	polissage	polissage	polissage	polissage
Surface	1 cm ²	1 cm ²	1 cm ²	1 cm ²	1 cm ²
Température	22°c	22°c	22°c	22°c	22°c

Electrolyte	A2	A3	A2	D2	E5
Tension	40 V	35 V	48 V	24 V	56 V
Taux flux	14	13	9	13	18
Temps	12s	25s	35s	20s	18s

L'échantillon est placé sur un masque avec une ouverture de 1 cm². L'anode vient en contact avec l'échantillon pour assurer le contact électrique. A la fin du processus, l'échantillon est retiré pour être lavé à l'eau puis rincé à l'alcool et enfin pour être séché immédiatement.

III. EXPERIMENTATION

III.1 Principe de l'essai d'indentation

L'essai de dureté consiste à enfoncer un indenteur de forme géométrique connue dans le matériau à analyser afin de mesurer ses propriétés mécaniques locales (dureté, module d'élasticité, etc.). Cette caractérisation mécanique peut se faire de deux manières. Les essais classiques qui consistent à observer et mesurer la géométrie de l'empreinte après retrait de l'indenteur et les essais instrumentés qui consistent à analyser la courbe force-déplacement obtenue à partir des mesures effectuées en continue durant tout le déplacement de l'indenteur dans le matériau. Les géométries d'indenteur sont de forme et de taille variables mais l'objectif est de prendre des formes simples (bille, cône, pyramide). Dans notre étude, les indenteurs sont de taille micrométrique et de forme pyramidale appliqués sous des conditions de chargement dans le domaine de la nanoindentation et de la microindentation qui se révèle particulièrement adaptée pour l'analyse des propriétés mécaniques de matériaux présentant des grains ou des modifications à leur surface.

III.2 Le dispositif expérimental de l'indentation instrumentée

L'appareil de mesure utilisé dans ce travail est le microindenteur instrumenté CSM2-107 (**Fig. II-6**) développé par la société CSM-Instrument (Centre Suisse de Microtechnique).

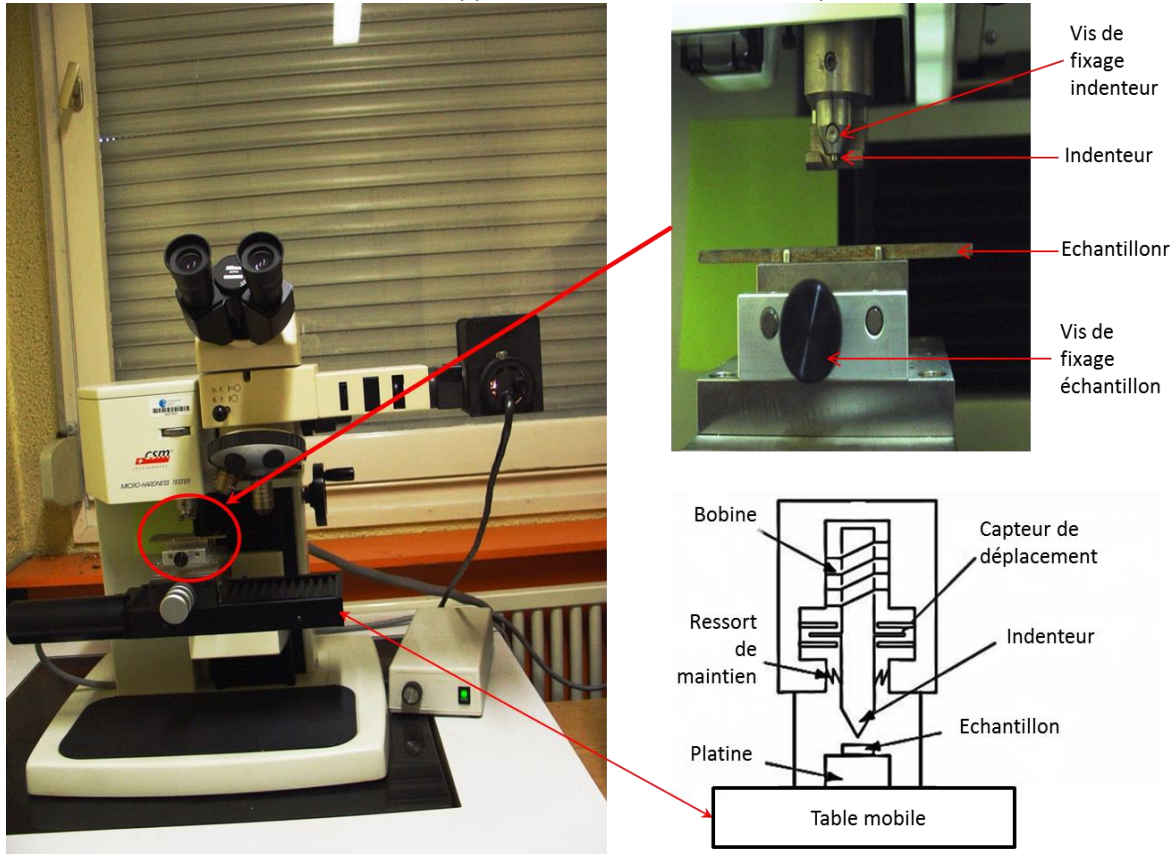


Figure. II-6. Dispositif expérimental d'indentation instrumentée CSM2-107 de CSM Instrument.

La plage de chargement varie de 0,05 à 30 N. La résolution en force est de 100 μ N et la plage de déplacement est de 200 μ m pour une résolution de 0,3 nm. La position du pénétrateur est déterminée par un capteur de déplacement. Une bobine située dans la partie supérieure de la colonne de chargement est utilisée pour entraîner le pénétrateur vers l'échantillon. La force imposée est contrôlée par la variation de courant provenant de la bobine magnétique. La colonne de chargement est suspendue par des ressorts de maintien qui facilite l'amortissement du mouvement. Une platine motorisée suivant l'axe X-Y permet de modifier la position de l'échantillon enfin de changer sa surface de contact. Un dispositif de fixation permet de maintenir immobile l'indenteur et le matériau afin d'éviter un excès de charge appliquée pendant l'essai. Une table mobile permet de déplacer l'échantillon de la tête de mesure à l'objectif pour une lecture visuelle de l'empreinte résiduelle et/ou un positionnement de l'essai. La vitesse de pénétration et l'enregistrement des données sont contrôlés par le logiciel développé par CSM Instrument pour l'acquisition de données, l'analyse et le stockage. Noter qu'en pratique, l'analyse est faite par nos soins dans toutes ses étapes pour garantir la maîtrise de la procédure.

Dans notre étude, nous avons utilisé des indenteurs de forme pyramidale : l'indenteur Berkovich et l'indenteur Vickers dont les caractéristiques sont rappelées dans le **Tableau 1-1** du chapitre I. Le pénétrateur Vickers a été longuement utilisé au laboratoire au contraire de l'indenteur Berkovich d'achat plus récent. Un des objectifs sera donc de montrer que même si une pointe de pénétrateur est fortement émoussée, il peut être utilisé pour obtenir des résultats cohérents à condition de bien prendre en compte le défaut de pointe dans la détermination des propriétés mécaniques du matériau. D'autre part, nous utilisons le pénétrateur Berkovich car il est le plus largement utilisé en nanoindentation mais aussi parce qu'il présente l'avantage d'être similaire à l'indenteur Vickers, dans le sens où les deux indenteurs ont un rapport d'aire projetée identique. Le matériau qui les constitue est le diamant dont le module d'élasticité réduit est égal à $E_i^* = 1141 \text{ GPa}$ et le coefficient de poisson ν_i égal à 0,07. Généralement pour faciliter les calculs, les indenteurs Berkovich et Vickers sont assimilés à un cône dont l'angle au sommet est tel que la section possède la même aire de contact A_C à toute distance du sommet de la pointe. Le demi-angle au sommet α de ce cône équivalent est de $70,3^\circ$ et le rayon de contact est défini par $a = \sqrt{A_C/\pi}$ où A_C est la surface de la zone de contact. Cependant, nous verrons dans ce manuscrit que parfois l'utilisation de l'aire de contact « réelle » de l'indenteur est nécessaire pour l'obtention de résultats plus précis.

III.3 La procédure expérimentale

a) La microindentation

Il s'agit de la méthode standard de l'essai d'indentation instrumentée. Cette méthode s'appuie sur les normes ASTM E96 et E384. Pour ces conditions d'essai, la durée de l'essai est maintenue constante à 1 min comprenant le chargement et le déchargement. Pour cela, les valeurs des vitesses de chargement et de déchargement sont fixées à deux fois la valeur de la charge maximale. Une durée de maintien de 15 secondes est imposée à la charge maximale. Les charges maximales sont choisies entre 50 mN et 20 N et 30 essais d'indentation au moins sont réalisés.

Lors de l'essai, la tête du pénétrateur est amenée au contact de l'échantillon à vitesse constante supérieure à celle imposée pendant l'essai. Lorsque le système détecte une variation sur la courbe déplacement-temps, l'indentation commence dans les conditions

Développement des méthodes d'analyse en indentation instrumentée.

définies par l'opérateur. On obtient alors une courbe charge-déplacement. Même si le réglage du zéro définissant le contact indenteur-matériau est automatique, il est systématiquement vérifié et ajusté. En effet, le zéro-machine est défini lorsque la charge reçue par l'indenteur devient égale à celle fixée par l'opérateur, nécessairement différente de 0 N. Par contre, le zéro opérateur est défini à l'endroit de la courbe à partir duquel la charge est non nulle. C'est cette position du zéro qui est considérée dans notre étude.

b) La nanoindentation

Les essais de nanoindentation ont été réalisés avec un Nano Indenter XP™ (MTS Instruments Nano) en utilisant un pénétrateur Berkovich. Pas moins de 30 essais d'indentation, réalisés dans les mêmes conditions de chargement, ont été menés aléatoirement à la surface du matériau revêtu. Le mode Continuous Stiffness Measurement (mode CSM) a été utilisé pour obtenir la variation de la dureté et du module d'élasticité en fonction du déplacement de l'indenteur. Le déplacement harmonique de la pointe est de 2 nm et la fréquence égale à 45 Hz. La profondeur de pénétration maximale atteinte par le pénétrateur a été fixée à 2 000 nm et la vitesse de déformation égale à $0,05 \text{ s}^{-1}$.

c) Microscopie Electronique à Balayage

Pour estimer la taille du défaut de pointe des indenteurs Vickers et Berkovich, nous avons utilisé un microscope électronique à balayage HITACHI type S-4300 SE/N à émission de champ. Ce type d'instrument permet l'utilisation d'une tension d'accélération comprise entre 0,5 et 30 kV, ce qui peut conduire à une résolution de 1,5 nm à un agrandissement de 500 000 fois à une pression de 10^{-6} Pa .

CHAPITRE III

RESULTATS ET DISCUSSIONS

AVANT-PROPOS

L'indentation instrumentée est un outil puissant pour la caractérisation mécanique des matériaux mais la synthèse bibliographique dans la première partie nous montre que des précautions sont nécessaires dans l'objectif de fournir des propriétés mécaniques fiables. En particulier, outre les corrections usuelles de rigidité de la machine et du point zéro du contact entre l'indenteur et le matériau, le mode de déformation autour de l'empreinte influe sur le mode de calcul des propriétés. En effet, lorsqu'il y a « sinking-in », c'est la méthodologie d'Oliver et Pharr qu'il faut appliquer alors que la méthodologie de Loubet *et al.* semble plus indiquée en présence de « piling-up ». Il est donc nécessaire de bien connaître le mode de déformation préalablement à tout type de calculs. Des analyses par éléments finis ont mis en évidence un critère simple qui permettrait de dissocier ces deux modes. Dans la partie A de ce chapitre, nous analysons les résultats obtenus par indentation de divers matériaux métalliques et céramiques dans l'objectif d'affiner la valeur limite de ce critère. Nous présentons donc l'ensemble des résultats expérimentaux ainsi que la pertinence de ce critère dans la méthodologie de calcul des propriétés mécaniques.

Une autre démarche est proposée pour le calcul de la dureté des matériaux. Il s'agit de considérer le rapport du travail par indentation, donc l'aire sous la courbe charge-décharge, sur le volume de l'empreinte. Cette idée est intéressante mais la multiplication des modes de calculs peut conduire à la multiplication des nombres de dureté. Nous avons voulu, sur nos mêmes matériaux, calculer la dureté de cette manière et la comparer aux valeurs de dureté déduites des méthodes classiques. Notons que les méthodes classiques conduisent elles-mêmes à des valeurs différentes si l'on considère l'aire de contact réelle ou projetée dans le plan du matériau et les profondeurs résiduelles, maximales ou celle de contact. Ceci doit laisser l'utilisateur perplexe devant la méthodologie à adopter dans le simple objectif de donner une valeur de dureté au matériau qu'il analyse. De plus, quel que soit le mode de calcul, la dureté est sensible à l'effet de taille. Nous avons voulu, entre autres, voir si le calcul par le travail montrait aussi une sensibilité à l'effet de taille. La partie B de ce chapitre est donc consacrée au travail par indentation avec l'objectif de comparer les résultats obtenus par le travail avec ceux obtenus avec les approches classiques et d'étudier les convergences éventuelles.

Enfin, dans la partie C de ce chapitre, nous avons voulu affiner la prise en compte du défaut de pointe dans le calcul des propriétés par indentation dans le domaine de la microdureté. En nanoindentation et en utilisant le mode continu du calcul des propriétés, c'est-à-dire le mode CSM (CSM pour Continuous Stiffness Measurement), la correction proposée par Oliver et Pharr conduit sans aucun doute à la meilleure précision des résultats dès les premiers nanomètres d'enfoncement de l'indenteur, probablement grâce au grand nombre de paramètres de lissage qu'il est possible de prendre en compte. Il est important d'ajouter que pour être appliquée, la méthodologie d'Oliver et Pharr demande un très grand nombre de données qu'il n'est pas toujours possible d'avoir avec les méthodes d'indentation classique qui donne un résultat pour une courbe d'indentation. En microindentation, au-delà d'environ 200 nm de pénétration, la proposition qui consiste simplement à ajouter le défaut de pointe à la profondeur de contact calculée est amplement suffisante. On pourrait donc se contenter de cette approche mais pour des calculs au début de la courbe de chargement en microindentation avec des instruments qui ne proposent pas le mode CSM, nous obtenons des erreurs très importantes. Nous proposons donc une relation permettant de calculer l'aire de contact aussi précisément que possible, quasi comparable à la méthodologie d'Oliver et Pharr, à partir d'une seule donnée, la longueur de la troncation de la pointe de l'indenteur. Cette donnée peut être accessible par observation de la pointe à de très forts grossissements ou par calibration sur un matériau connu. Nous montrons aussi que cette correction est absolument nécessaire pour les premières centaines de microns de déplacement de l'indenteur ce qui permet de trouver des valeurs cohérentes des propriétés mécaniques en fonction du déplacement de l'indenteur.

- PARTIE A -

IDENTIFICATION DES MODES DE DEFORMATION AUTOUR D'UNE EMPREINTE D'INDENTATION

A-I. INTRODUCTION

Généralement, le calcul des propriétés mécaniques des matériaux dépend de la forme de l'indenteur et de la façon dont la matière s'écoule sous l'indenteur en mode " sinking-in" lorsque le déplacement de matière est « tiré » vers le bas par la pointe de l'indenteur ou en mode « piling-up » lorsque le matériau est « refoulé » vers la surface. Par conséquent, les corrections proposées par Oliver et Pharr [17] et Loubet *et al.* [18-20] doivent être effectuées conformément à ces deux comportements en plus des autres corrections associées au défaut de pointe du pénétrateur ainsi que la rigidité de l'instrument. Dans ce travail, nous avons testé différents matériaux présentant un mode de déformation soit par « piling-up » soit par « sinking-in » dans leur comportement en utilisant deux types de pénétrateur, les indenteurs Vickers et Berkovich. Il s'agit des matériaux présentés dans le chapitre 2 : l'acier doux (ASTM A36), l'aluminium 6061-T6 (10 % de silicium), le laiton (C22000), le cuivre (99 % de pureté), les aciers inoxydables SS et RPSS, la biocéramique bêta phosphate tricalcique (β -TCP) et la céramique composite T_iB_2 -60 % B_4C .

A-II. RESULTATS ET MODE DE TRAITEMENT DES DONNEES BRUTES

Les essais de microindentation instrumentée ont été effectués en utilisant le microduromètre CSM2-107 de CSM Instrument. Les pénétrateurs Vickers et Berkovich ont été utilisés pour analyser les échantillons avec des charges maximales allant de 0,05 à 15 N. Au moins 20 essais ont été réalisés dans cette gamme de chargement. De plus, une durée de maintien de 15 s a été imposée à la charge maximale. Notez que l'indenteur Berkovich n'a pas été utilisé pour les échantillons SS, RPSS, β -TCP et cuivre. Les courbes obtenues pour chaque matériau présentent la même allure générale que celles présentées sur la **Figure A-1**. L'exemple montré ici est relatif aux essais réalisés sur l'échantillon d'aluminium 6061-T6 (10 % de silicium).

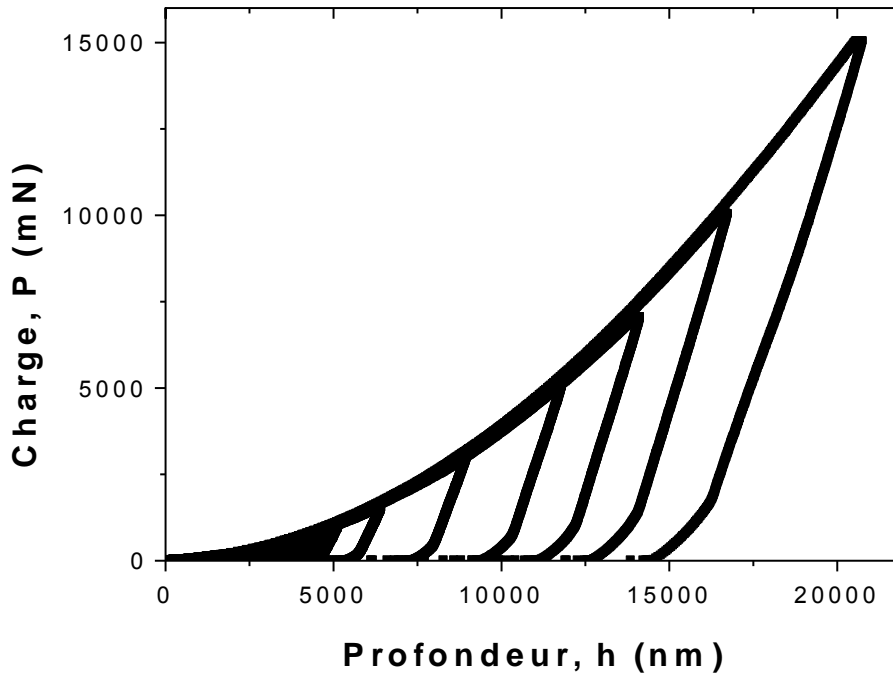


Figure A-1. *Courbes charge-profondeur obtenues par essai de microindentation instrumentée effectué sur l'aluminium 6061-T6 (10 % de silicium) en utilisant des charges maximales allant de 0,05 à 15 N.*

Les données montrées sur cette figure sont des données brutes qui nécessitent d'être corrigées par la prise en compte de l'émoussement de l'indenteur et la complaisance de la machine car nous avons montré que ces corrections étaient liées aux conditions d'essai et aux matériaux testés. Toutefois, avant que ces corrections ne soient effectuées, on peut déjà remarquer sur la **Figure A-1** la bonne reproductibilité des courbes au chargement ce qui laisse supposer, tout au moins à cette échelle de chargement, que le matériau est homogène.

a) Correction du défaut de pointe

Sur notre instrument de microindentation, on ne possède pas le mode de mesure de la rigidité de contact en continu ce qui ne permet pas d'appliquer la méthodologie d'Oliver et Pharr [17] pour corriger l'aire de contact en prenant en compte le défaut de pointe. A notre échelle de mesure, la correction de Troyon et Huang [39] est largement suffisante (profondeurs supérieures à 200 nm) pour être valablement appliquée. Elle nécessite la connaissance du défaut de pointe, soit la longueur de la troncature au sommet de l'indenteur émoussé. En pratique, il pourrait être possible d'utiliser des échantillons étalon, de propriétés connues. Généralement, la silice fondue est utilisée mais elle n'est utilisable que

Développement des méthodes d'analyse en indentation instrumentée.

pour des faibles charges, typiquement les charges de nanoindentation. En effet, au-delà d'une centaine de mN, la silice fondue se fissure et les résultats en sont altérés. On propose aussi un échantillon de cuivre mais au vu des déformations autour de l'empreinte, nous avons préféré trouver un moyen de mesurer directement cette longueur de troncature. Pour cela, nous avons utilisé un microscope électronique à balayage avec les plus forts grossissements disponibles sur l'appareil, ce qui explique la qualité moyenne des photographies obtenues. La **Figure A-2** montre les pointes des indenteurs Berkovich (**Fig. A-2a**), et Vickers (**Fig. A-2b**). Différents grossissements ont été utilisés pour optimiser l'observation du défaut de pointe. La mesure a été faite à un plus fort grossissement mais les indenteurs sont présentés à un plus faible grossissement pour assurer une certaine qualité de la photo.

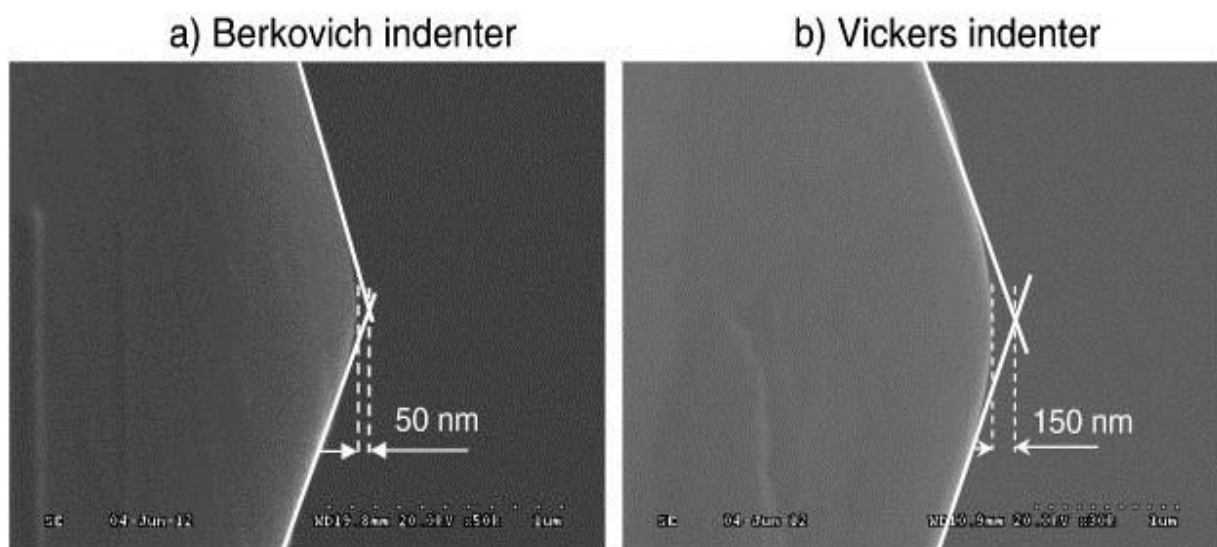


Figure A-2. *Évaluation de la taille du défaut de pointe pour les pénétrateurs a) Berkovich et b) Vickers à l'aide d'un microscope à balayage électronique.*

La taille du défaut de pointe est mesurée entre le sommet d'une pointe conique idéale et l'émoussement de la crête. Les contours du cône ont été prolongés (*lignes blanches sur les photographies*) et la distance entre la pointe et l'émoussement est donnée par l'instrument. Par conséquent, comme on peut l'observer sur la **Figure A-2**, un défaut de pointe de 50 nm est trouvé pour le pénétrateur Berkovich et de 150 nm pour le pénétrateur Vickers. Ces valeurs semblent logiques car le pénétrateur Vickers a été utilisé pendant près de dix ans, alors que le Berkovich est plus récent et a donc été moins utilisé. Le défaut de pointe est en effet logiquement relié à la fréquence de leur utilisation. Nous montrerons dans la suite que bien qu'ayant des défauts de tailles différentes, il est possible d'obtenir des valeurs correctes

Développement des méthodes d'analyse en indentation instrumentée.

et comparables des propriétés mécaniques, à condition que la correction ait été bien réalisée. La correction du défaut de pointe permet de calculer l'aire de contact qui intervient aussi bien dans le calcul de la complaisance que dans le calcul des propriétés mécaniques. Les expressions de l'aire de contact dépendent du mode de déformation et s'écrivent :

$$A_{C_{OP}} = 24,56(h_{\max} - \varepsilon \frac{P_{\max}}{S} + h_b)^2 \quad (\text{A-1})$$

$$A_{C_{LA}} = 24,56 \alpha^2 (h_{\max} - \frac{P_{\max}}{S} + h_b)^2 \quad (\text{A-2})$$

Où h_{\max} est la profondeur maximale atteinte par l'indenteur, ε un coefficient qui vaut 0,75 pour les indenteurs pyramidaux, P_{\max} est la charge maximale appliquée, S est la pente de la courbe au déchargement et h_b le défaut de pointe. α est un coefficient qui vaut 1,2.

Les relations (A-1) et (A-2) correspondent respectivement aux modèles analytiques proposés par Oliver et Pharr [17] pour ce qui concerne le mode de déformation « sinking-in » et celui de Loubet et al. [18-20] pour le mode « piling-up ». Notez que la valeur de h_b est prise égale à zéro lorsque le défaut de pointe est négligé.

b) Correction de la rigidité de l'instrument

La complaisance totale d'un système est définie par la relation suivante :

$$C_T = \left(\frac{dh}{dP} \right)_{h_{\max}} = \frac{\sqrt{\pi}}{2} \frac{1}{\beta \gamma E^* \sqrt{A_C}} + C_f \quad (\text{A.3})$$

Où β et γ sont deux coefficients correcteurs qui tiennent compte de certaines erreurs d'approximation, A_C est l'aire de contact et C_f la complaisance de l'instrument qu'il nous faut déterminer.

Le paramètre β de l'équation est pris égal à 1,05 [45] alors que le coefficient γ est calculé en utilisant la relation suivante proposée par Hay et al. [46]:

$$\gamma = \pi \frac{\left(\frac{\pi}{4} + 0.1548 \frac{1-2\nu}{4(1-\nu)} \cot \Psi \right)}{\left(\frac{\pi}{2} - 0.8312 \frac{1-2\nu}{4(1-\nu)} \cot \Psi \right)^2} \quad (\text{A-4})$$

Le **Tableau A-1** rassemble les valeurs du facteur de correction, γ , pour les différents matériaux analysés et rappelle les coefficients de Poisson de ces mêmes matériaux.

Tableau A-1. Facteur de correction γ pour les matériaux analysés.

Matériaux	Aluminium	SS	laiton	RPSS	TiB₂-60% B₄C	Cuivre	β-TCP
Coefficient de Poisson	0,34	0,30	0,33	0,30	0,156	0,355	0,3
Facteur de correction γ	1,056	1,067	1,059	1,067	1,097	1,05	1,067

La relation (A-3) montre que la complaisance totale, C_T , est proportionnelle à l'inverse de la racine carrée de l'aire de contact, $1 / \sqrt{A_C}$. La Figure A-3 montre les résultats dans le cas du laiton. Notons que l'aire de contact a ici été corrigée du défaut de pointe selon le type d'indenteur utilisé. D'autre part à cette étape de l'analyse, aucune information sur le mode de déformation n'est disponible. Pour cette raison, nous avons utilisé à la fois les aires de contact d'Oliver et Pharr (Equation A-1) et de Loubet et al. (Equation A-2) pour les mêmes séries de mesures. Quel que soit le mode de déformation envisagé, la Figure A-3 montre que la relation entre la complaisance totale du système et l'inverse de la racine carrée de l'aire de contact est linéaire indépendamment du type de pénétrateur utilisé, Vickers et Berkovich. L'ordonnée à l'origine de la droite, intersection de la droite avec l'axe des ordonnées, conduit à la valeur de la complaisance de la machine, C_f . On note aussi que, C_f , est le même quel que soit le mode de déformation. Par exemple, sa valeur est de 0,042 en utilisant l'aire de contact défini par Oliver et Pharr et de 0,044 selon la méthodologie de Loubet et al. ($C_f = 0,044$) pour les essais réalisés avec l'indenteur Vickers. On peut observer par contre que sa valeur change dans de grandes proportions dans le cas de l'indenteur Berkovich où les valeurs de la complaisance passent de 0,044 à environ 0,140, respectivement pour les méthodologies d'Oliver et Pharr et de Loubet et al. En conclusion, ce résultat confirme que la complaisance n'a pas une valeur fixe, indépendante du matériau étudié. Par contre sa valeur est indépendante du mode de déformation retenu. Ceci peut s'expliquer par le fait que l'origine du graphe correspond aux valeurs de charge élevée et que le mode de déformation n'a plus de réelle influence sur la valeur de l'aire de contact.

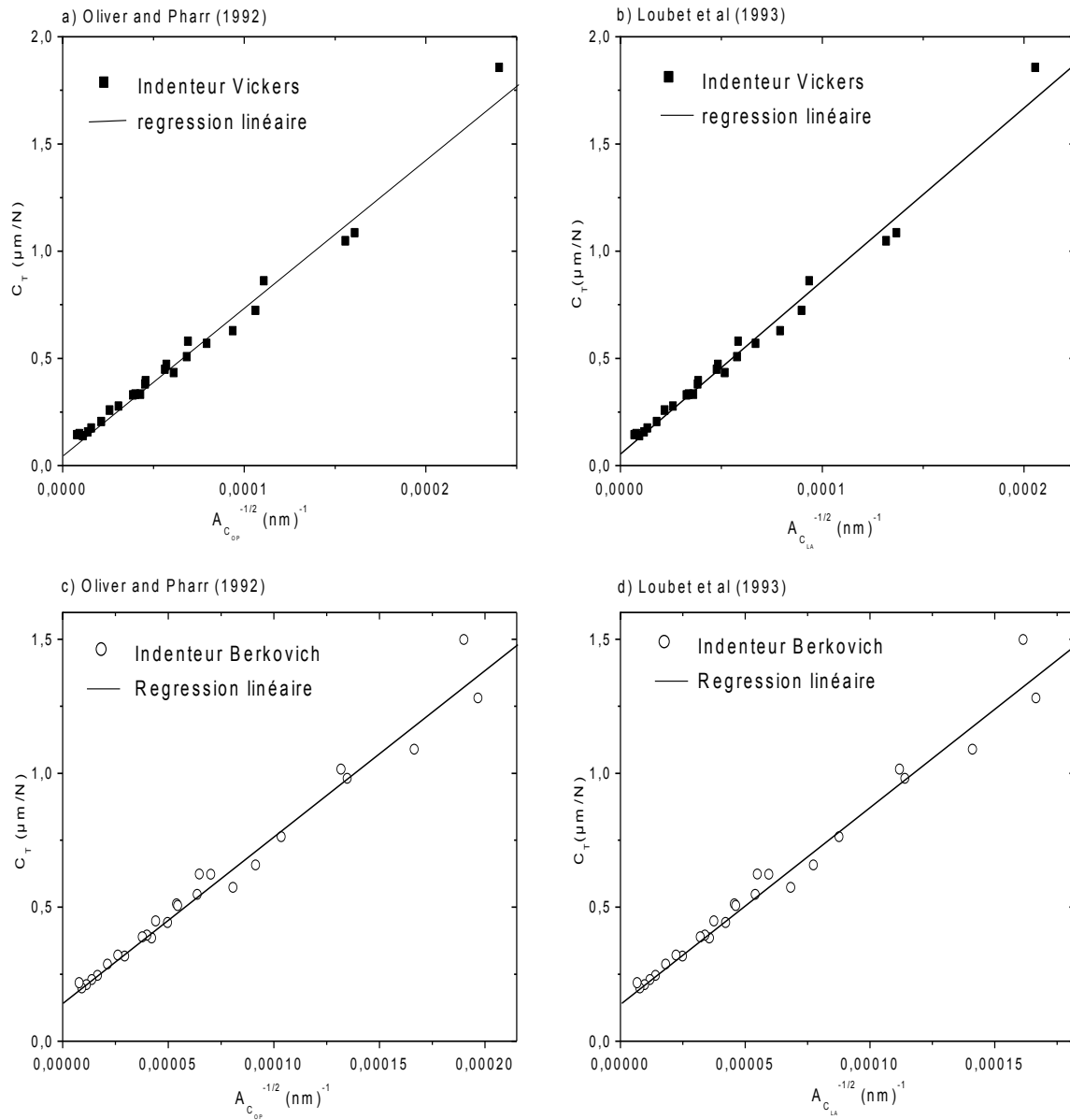


Figure A-3. Complaisance totale en fonction de l'inverse de la racine carrée de l'aire de contact pour les pénétrateurs Vickers (a, b) et Berkovich (c, d) selon les méthodologies d'Oliver et Pharr (1992) et Loubet et al. (1993).

Le **Tableau A-2** collecte les valeurs de la complaisance C_f obtenues pour tous les matériaux avec les deux types d'indenteur. Pour chaque matériau, les relations d'Oliver et Pharr [17] ou de Loubet *et al.* [18-20] donnent une valeur de C_f identique. Il est également confirmé, pour un même matériau, que les valeurs de C_f varient en fonction du pénétrateur utilisé. On confirme ici que la complaisance de la machine n'a pas toujours une valeur constante comme il a été souvent écrit dans la littérature. On peut dire que la valeur de ce paramètre dépend de la nature du pénétrateur, des dimensions de l'échantillon et du montage du système. La valeur de la ligne correspondant à l'acier doux et la colonne du

Développement des méthodes d'analyse en indentation instrumentée. pénétrateur Berkovich a été prise égale à zéro puisque cette valeur est, d'une part très proche de zéro et d'autre part elle est négative ce qui n'a pas de sens physique.

Tableau A-2. Complaisance, C_f en $\mu\text{m}/\text{N}$, obtenue par indentation instrumentée avec les indenters Berkovich et Vickers indépendamment du mode de déformation supposé à la surface du matériau.

Matériaux	Vickers indenter	Berkovich indenter
Acier doux	0,003 ± 0,006	- 0,007 ± 0,005
Laiton	0,04 ± 0,015	0,14 ± 0,01
Aluminium	0,2 ± 0,01	0,03 ± 0,01
Cuivre	0,08 ± 0,01	---
SS	0,49 ± 0,02	---
RPSS	0,12 ± 0,01	---
β -TCP	0,26 ± 0,03	---
TiB ₂ -60% B ₄ C	0,11 ± 0,01	0,08 ± 0,01

Lorsque nous disposons de la valeur de la complaisance, la profondeur donnée par l'instrument peut être corrigée en appliquant la relation suivante entre la valeur réelle de la profondeur de l'empreinte, la profondeur donnée par l'instrument, la complaisance et la charge appliquée :

$$h' = h_{\text{mes}} - C_f P \quad (\text{A-5})$$

Cette équation permet de reconstruire la courbe vraie d'indentation charge-décharge comme on peut le voir sur la **Figure A-4**. Comme il s'agit de retirer une valeur positive à la profondeur mesurée, la courbe mesurée se trouve être déplacée vers la droite du graphe pour donner la courbe corrigée, en rouge sur la figure. Il convient ensuite de recalculer les pentes au déchargement pour obtenir la profondeur de contact et les aires de contact associées en s'aidant des relations (A-1) ou (A-2) selon le mode de déformation qui seront utilisées pour déterminer la dureté et le module d'élasticité des matériaux.

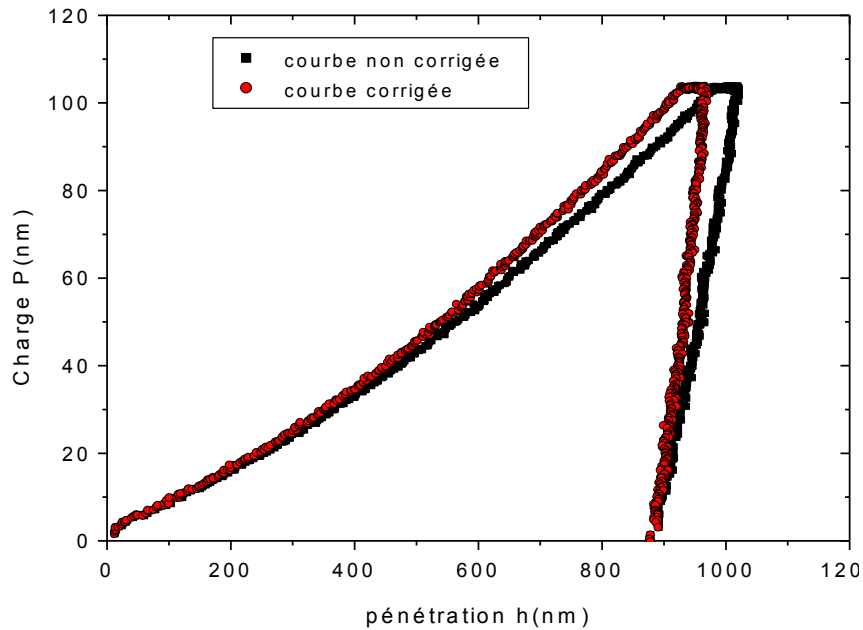


Figure A-4. Exemple de correction d'une courbe d'indentation obtenue par indentation instrumentée de l'acier inoxydable référencé SS.

Après avoir pris en compte le défaut de pointe et la complaisance de la machine pour corriger les données brusques obtenues lors de nos essais de microindentation instrumentée, nous allons maintenant pouvoir considérer l'influence des modes de déformation autour de l'empreinte sur les propriétés mécaniques des matériaux.

A-III. INFLUENCE DU MODE DE DEFORMATION SUR LE MODULE D'ELASTICITE

Comme nous l'avons dit plus haut, nous avons recalculé la nouvelle valeur de la pente au déchargement en tenant compte de la correction de la complaisance de l'instrument. Cela conduit à une nouvelle valeur, S' , selon la relation (A-6) ou, a priori, seule la valeur de h_f reste inchangée car elle correspond à une charge nulle, la valeur de la profondeur corrigée est la même que celle mesurée. La relation est celle proposée par Oliver et Pharr [17] :

$$S' = mB(h' - h_f)^{m-1} \quad (\text{A-6})$$

Où h' est le déplacement corrigé de l'indenteur. Les paramètres B' , h_f et m' sont déterminés par ajustement de la courbe au déchargement. Seules les données situées dans l'intervalle de 40 % à 98 % de la charge maximale sont utilisées pour l'ajustement pour éviter les changements de pente comme on peut le voir sur la Figure A-1.

Lorsque nous appliquons toutes les corrections mentionnées ci-dessus aux équations (A-1) et (A-2), nous obtenons les relations suivantes:

$$A_{C_{OP}} = 24,56 \left([h_{max} - C_f \cdot P_{max}] - \varepsilon \frac{P_{max}}{S'} + h_b \right)^2 \quad (A-7)$$

$$A_{C_{LA}} = 24,56 \alpha^2 \left([h_{max} - C_f \cdot P_{max}] - \frac{P_{max}}{S'} + h_b \right)^2 \quad (A-8)$$

En utilisant soient les relations (A-7) ou (A-8) dans l'équation (A-3), le module réduit E^* se déduit alors de la pente obtenue en traçant la complaisance totale mesurée par rapport à l'inverse de la racine carrée de l'aire de contact. Les résultats sont présentés dans le **Tableau A-3**. Nous avons déterminé pour les deux pénétrateurs, la valeur du module réduit déterminée en utilisant les méthodes d'Oliver et Pharr [17] et de Loubet *et al.* [18-20]. A titre de comparaison, le **Tableau A-3** mentionne également la valeur théorique trouvée dans la littérature, E_{th}^* [14, 62, 64, 66-68].

Tableau A-3. Modules réduits E_{OP}^* et E_{LA}^* calculés respectivement selon les méthodologies d'Oliver et Pharr [17] et de Loubet *et al.* [18-20] en considérant les indenteurs Vickers et Berkovich ainsi que les valeurs théoriques, E_{th}^* , des matériaux étudiés.

Module réduit	Indenteur Vickers		Indenteur Berkovich		E_{th}^*
	E_{OP}^*	E_{LA}^*	E_{OP}^*	E_{LA}^*	
Acier doux	227	191	237	199	200
Laiton	113	95	125	106	86
Aluminium	102	85	89	76	72
Cuivre	154	129	---	---	131
SS	228	194	---	---	188
RPSS	177	150	---	---	165
β -TCP	154	142	---	---	160
TiB ₂ -60% B ₄ C	370	345	333	300	365

On constate que pour l'acier doux, le laiton, l'aluminium, le cuivre et l'acier SS, la relation de Loubet *et al.* [18-20] conduit à des valeurs du module réduit, E_{LA}^* , les plus proches des valeurs données dans la littérature, E_{th}^* , tandis que c'est la relation proposée par d'Oliver et Pharr [17] qui donne des valeurs plus conformes à celles de la littérature pour les céramiques

TiB₂ - 60% B₄C et β-TCP. Compte tenu de ces premiers résultats, nous pouvons supposer que l'acier doux, le laiton, l'aluminium, le cuivre et l'acier SS présentent un bourrelet de déformation (*Piling-up*) tandis que le composite céramique TiB₂- 60% B₄C et la biocéramique β-TCP présentent un affaissement de la matière (*Sinking-in*). Le matériau RPSS semble particulier puisque les deux méthodes de prise en compte du mode de déformation donnent des valeurs proches de la théorie.

D'autre part, c'est le même indenteur qui a été utilisé pour les deux modes de déformation, ce qui veut dire que les équations (A-7) et (A-8) sont similaires pour ce matériau et, par conséquent, que le mode de déformation doit être à un état intermédiaire entre le bourrelet et la déflexion des faces. Ceci est clairement visible sur la Figure A-5 qui représente l'aire de contact calculée selon Loubet *et al.*, $A_{C_{LA}}$, en fonction de l'aire de contact calculée avec la méthode d'Oliver et Pharr, $A_{C_{OP}}$.

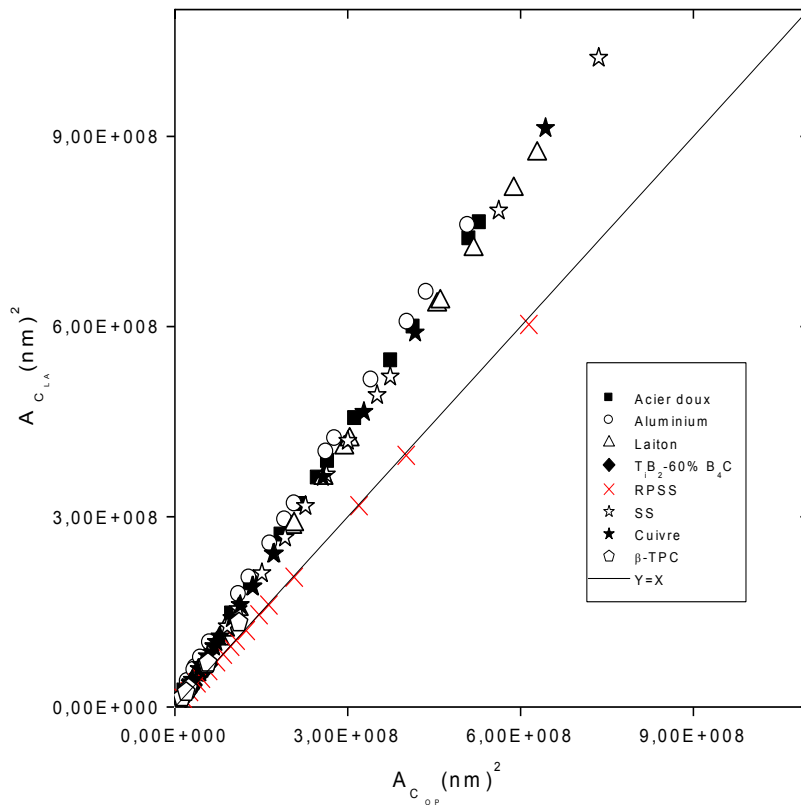


Figure A-5. Aires de contact $A_{C_{LA}}$ en fonction de $A_{C_{OP}}$ pour tous les matériaux étudiés.

On observe que pour le matériau RPSS, les points calculés sont situés très précisément sur la droite d'identité. Ce résultat est très intéressant car il suggère que les deux comportements pourraient coexister pour certains matériaux. Dans de telles situations alors, ni enfoncement, ni bourrelet ne devraient prédominer. La Figure A-6 donne une

représentation schématique d'une déformation simultanée entre le mode piling-up et le mode sinking-in.

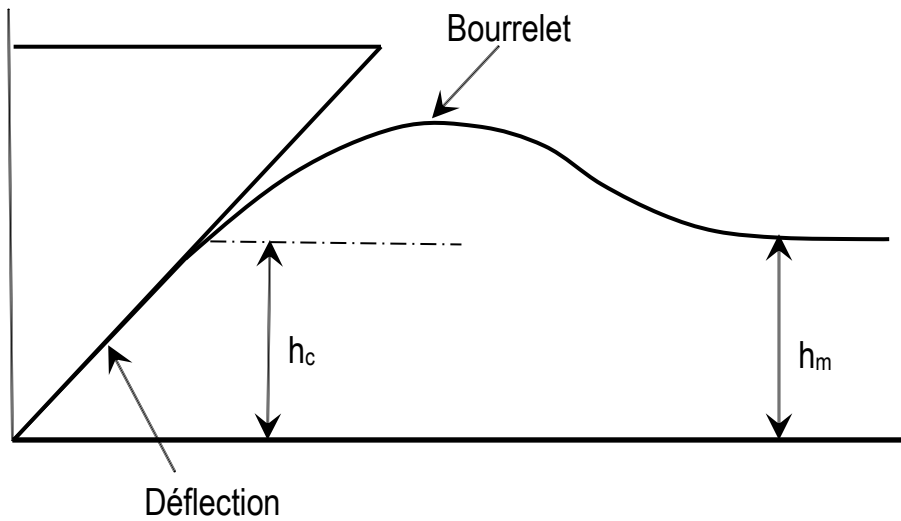


Figure A-6. Représentation graphique d'un comportement simultané de piling-up et sinking-in.

Dans le premier chapitre relatif à la synthèse bibliographique, nous avons vu que Giannakopoulos et Suresh [55] ont trouvé par une étude par éléments finis que le rapport de la profondeur résiduelle, h_f , sur la profondeur maximale de pénétration, h_{max} , pouvait être utilisé pour identifier le mode de déformation. Ces auteurs ont trouvés un rapport h_f / h_{max} supérieur à 0,875 pour le mode de déformation piling-up et ce même rapport inférieur à 0,875 pour le mode sinking-in. Nous avons voulu vérifier ce critère par une approche expérimentale en tenant compte de toutes les corrections que nous avons mentionnées auparavant.

En partant du rapport résultant d'une étude numérique et défini par Giannakopoulos et Suresh [55], nous avons posé comme critère le rapport, noté Δ , entre la profondeur finale, h_f , indépendante de la correction de complaisance et la profondeur de pénétration maximale corrigée, h'_{max} :

$$\Delta = \frac{h_f}{h'_{max}} = \frac{h_f}{h_{max} - C_f \cdot P_{max}} \quad (\text{A-9})$$

Où h_f est l'un des paramètres de lissage de l'équation et h'_{max} la profondeur de pénétration maximale corrigée suivant l'équation (A-5).

Les valeurs de Δ obtenues pour les deux indenteurs Berkovich et Vickers sont rassemblées dans le **Tableau A-4**. Nous remarquons que la valeur de Δ est supérieure à 0,83 pour les matériaux mentionnés comme ayant seul le mode de déformation piling-up alors qu'il est inférieur à 0,83 pour ceux étant reconnus pour présenter le mode sinking-in. L'acier RPSS pour lequel nous avons proposé que ni le mode piling-up ni le mode sinking-in est prépondérant, a une valeur de Δ égale à 0,83. Ainsi, $\Delta = 0,83$ peut être considéré comme une limite permettant de préciser la situation entre une déformation de type piling-up prédominant et une déformation de type sinking-in prédominant. Notez que la valeur de 0,83 trouvée expérimentalement est très proche de la valeur de 0,875 trouvée par éléments finis.

Tableau A-4. Valeur du paramètre, Δ , obtenue par indentation instrumentée en utilisant les indenteurs Vickers et Berkovich appliqués aux matériaux étudiés.

Matériaux	Indenteur Vickers	Indenteur Berkovich
Acier doux	0,94 ± 0,02	0,94 ± 0,01
Laiton	0,90 ± 0,03	0,91 ± 0,02
Aluminium	0,90 ± 0,02	0,88 ± 0,02
Cuivre	0,92 ± 0,01	---
SS	0,88 ± 0,02	---
RPSS	0,83 ± 0,02	---
β -TCP	0,72 ± 0,01	---
TiB ₂ -60% B ₄ C	0,44 ± 0,01	0,55 ± 0,05

Pour renforcer encore notre démarche et montrer qu'il y a bien une limite entre les deux modes de déformation, nous avons voulu étudier l'approche proposée par Alcalá *et al.* [49]. Dans le cas d'un pénétrateur pyramidal, ces auteurs ont réécrit le rapport entre l'aire de contact et la profondeur de pénétration en faisant intervenir un facteur Π qui tient compte de la déformation de la surface sous la forme :

$$A = \Pi \cdot f \cdot h_{max}^2 \tag{A-10}$$

Où f est un facteur qui dépend de la géométrie de l'indenteur (24,5 pour Vickers et 25,56 pour Berkovich) et h_{max} est la profondeur maximale de pénétration sous la surface originale.

Ils ont trouvé que le facteur Π devait être supérieur à 1 dans le cas du mode de déformation piling-up et inférieur à 1 dans le cas du mode de déformation sinking-in. En prenant en compte toutes les corrections que nous avons mentionnées plus haut, nous avons précisé l'équation (A-10) en considérant A_{COP} pour le modèle d'Oliver et Pharr [17] et A_{CLA} pour le modèle de Loubet et al. [18-20]. Lorsqu'on représente les deux aires de contact en fonction du produit $(f \cdot h'_{max})^2$, on obtient une droite dont la pente est égale au facteur Π (Fig. A-7). Le résultat présenté a été obtenu par microindentation de l'acier inoxydable SS.

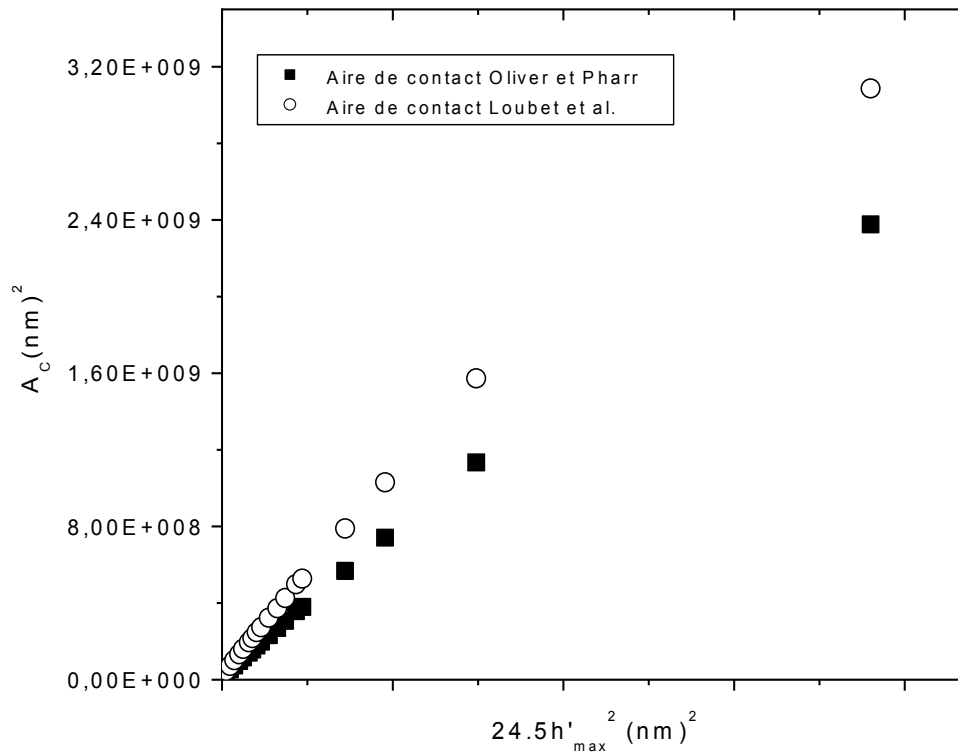


Figure A-7. Aires de contact calculées selon les méthodologies d'Oliver et Pharr [17] et de Loubet et al. [18-20] en fonction de l'aire définie selon Alcalá et al. [49] pour l'acier inoxydable SS.

Dans le **Tableau A-5**, nous montrons que la valeur de Π est supérieure à 1 pour les matériaux mentionnés comme présentant un piling-up (*valeurs en gras*) et elle est inférieure à 1 pour ceux qui sont reconnus comme présentant le sinking-in (*cases en grisé*). Comme dans le cas du **Tableau A-4**, nous pouvons également remarquer que le facteur Π pour l'acier RPSS prend la même valeur quelle que soit l'aire de contact considérée ce qui signifie qu'aucun des deux modes de déformation, piling-up ou sinking-in est prépondérant. Dans ces conditions, la valeur de Π égale à 0,86 pourrait être considérée comme la valeur limite entre le mode de déformation piling-up prédominant et le mode de déformation sinking-in

Développement des méthodes d'analyse en indentation instrumentée. prédominant dans la méthodologie proposée par Alcalá et al. [49]. Toutefois, l'approche proposée par Alcalá et al. [49] nécessite de connaître à l'avance le mode de déformation qu'a subi la surface du matériau pendant l'essai pour être valablement appliquée. Ceci nous conforte dans la proposition de notre critère qui peut être simplement calculé à partir des données sur la profondeur maximale et la profondeur résiduelle.

Table A-5. Valeur moyenne du facteur Δ durant un essai d'indentation instrumenté avec un indenteur Vickers.

Matériaux	$A_{COP}/24.5h'_{max}{}^2$	$A_{CLA}/24.5h'_{max}{}^2$
Acier doux	0.97	1.4
Laiton	0.80	1.07
Aluminium	0.90	1.28
Cuivre	0.98	1.37
SS	0.78	1.04
RPSS	0.86	0.86
β -TCP	0.60	0.72
TiB2-60% B4C	0.66	0.80

A-IV. CONCLUSION

Des essais de microindentation instrumentés ont été effectués à différentes charges d'indentation maximale en utilisant deux types d'indenteur (*Vickers et Berkovich*) sur huit matériaux différents. Nous avons montré qu'il était nécessaire de corriger les valeurs fournies par l'instrument pour prendre en compte le défaut de pointe, la complaisance de la machine et le mode de déformation. Les principales conclusions que nous pouvons tirer de cette partie du travail sont les suivantes :

- Il est possible d'utiliser les pénétrateurs Vickers et Berkovich, même si ceux-ci présentent des défauts de pointe différents car les valeurs du module d'élasticité déduites des essais sont du même ordre de grandeur dans un domaine d'erreur expérimentale acceptable.
- Le critère Δ représentant le rapport de la profondeur résiduelle h'_f , sur la profondeur de pénétration maximale, h'_{max} , est proposé pour identifier le mode de déformation,

Développement des méthodes d'analyse en indentation instrumentée.
soit piling-up, soit sinking-in, sans nécessité de données bibliographiques supplémentaires ou de mesures expérimentales additionnelles autres que les données d'indentation standard.

- Nous avons trouvé une valeur limite de 0,83 à ce critère pour séparer le mode de déformation prépondérant : $\Delta > 0,83$ pour le mode piling-up et $\Delta < 0,83$ pour le mode sinking-in.
- Pour un matériau ayant une valeur Δ de 0,83, aucun mode de déformation n'est prépondérant. Dans ce cas, on peut utiliser l'une ou l'autre des corrections de Loubet et *al.* ou d'Oliver et Pharr pour calculer l'aire de contact puisque les deux expressions conduisent à la même valeur de cette aire.
- L'application de la méthodologie proposée par Alcalá et *al.* permet aussi de déterminer une valeur limite de 0,86 de leur facteur Π pour séparer le mode de déformation prépondérant : $\Pi > 0,86$ pour le piling-up et $\Pi < 0,86$ pour le sinking-in. Pour un matériau ayant une valeur Π égale à 0,86, aucun mode de déformation n'est prépondérant.

- PARTIE B -

PROPRIETES MECANIQUES A PARTIR DU TRAVAIL D'INDENTATION

B-I. INTRODUCTION

L'objectif de ce travail est de déterminer les propriétés mécaniques, en particulier la dureté et le module d'élasticité à partir de l'énergie d'indentation. Pour cela, nous avons réalisé les essais de microindentation instrumentée en utilisant l'indenteur Vickers sur les matériaux suivants : acier doux, aluminium, TiB_2 -60% B_4C , cuivre, laiton, SS, RPSS et β -TCP. Nous avons retenu le domaine de la microindentation de manière à négliger les effets d'hétérogénéité. Les courbes charge appliquée (P) – déplacement (h) et les données sur l'énergie plastique et élastique ont été analysées pour évaluer ces propriétés.

B-II. CALCUL DE LA DURETE

A propos du calcul de la dureté par la méthode d'énergie, il est d'abord nécessaire de rappeler comment il est possible de calculer la dureté par la méthode classique. Les résultats et les conclusions qui seront déduites sont ensuite utilisés comme référence pour le cas de la méthode de calcul par énergie.

B-II.1 La voie classique

Dans la méthode classique, il existe différentes possibilités de calculer la dureté en tenant compte soit de la profondeur maximale, h_{max} , soit la profondeur résiduelle, h_f , ou encore soit la profondeur de contact, h_{cs} ou h_{cp} , selon le mode de déformation. En plus de cela, on peut considérer avec chaque définition de la profondeur soit l'aire de contact réelle, soit l'aire de contact projetée ce qui multiplie d'autant le nombre de combinaisons et le nombre de dureté. Dans notre travail, nous avons choisi de calculer la dureté dite de Meyer, H_{ME} , qui tient compte de la profondeur maximale et de l'aire projetée (voir [Tableau 1-3](#)). En effet, nous avons calculé les différents nombres de dureté que nous avons ensuite comparé à la dureté obtenue avec le travail d'indentation. C'est donc pour éviter de surcharger le document que nous avons pris la dureté Meyer qui se rapprochait le plus de la dureté considérant l'énergie.

D'autre part, il est reconnu que la dureté varie avec le niveau de chargement, c'est le phénomène d'effet de taille en indentation. Parmi les nombreux modèles permettant d'analyser la dépendance de la dureté en fonction de la charge d'indentation, nous avons appliqué le modèle proposé par Li et Bradt en 1984 [59], il s'agit du modèle PSR pour Proportional Specimen Resistance. Nous avons également utilisée la théorie du gradient de déformation plastique, dite SGP pour Strain Gradient Plasticity, proposée par Nix et Gao [60]. Ils sont probablement parmi les modèles les plus largement utilisés. A partir de la relation de la charge en fonction de la profondeur et de l'expression de la dureté, il est possible de relier la dureté en fonction de l'inverse de la profondeur comme le montre l'expression (B-1). Pour la relation de Nix et Gao, c'est le carré de la dureté qui est relié à l'inverse de la profondeur (Eq. B-2) :

$$H_{ME} = H_0 + \frac{\Delta_{ISE}}{h_{max}} \quad \text{déduit de Li et Bradt} \quad (\text{B-1})$$

$$H_{ME}^2 = H_0^2 + \frac{H_0^2 \cdot h^*}{h_{max}} \quad \text{déduit de Nix et Gao} \quad (\text{B-2})$$

Où H_0 représente le nombre de dureté qui serait obtenu par l'application d'une charge infinie, il s'agit de la macrodureté. Δ_{ISE} représente l'amplitude de l'effet de taille et h^* est aussi une grandeur caractéristique de l'effet de taille.

Il est donc clair au vu de ces deux relations et d'un point de vue mathématique que ces deux modèles proposent des relations incompatibles, puisque le modèle PSR suppose l'existence d'une relation linéaire entre la dureté et l'inverse du déplacement de l'indenteur, tandis que le modèle SGP suppose que le carré de la dureté peut être représenté par une droite en fonction de l'inverse du déplacement de l'indenteur. Pour rendre compatible ces deux modèles d'un point de vue mathématique, il suffit de tenir compte d'un décalage du zéro dans le modèle de Li et Bradt ce qui revient au final à proposer une relation polynomiale de degré 2 entre la dureté et l'inverse de la profondeur. Dans ces conditions, le développement limité de la relation B-3, expression B-2 réécrite, fait également apparaître, en tous cas pour les trois premiers termes du développement, le même type de relation polynomiale :

$$\frac{H_{ME}}{H_0} = \left(1 + \frac{h^*}{h_{max}}\right)^{1/2} \quad (\text{B-3})$$

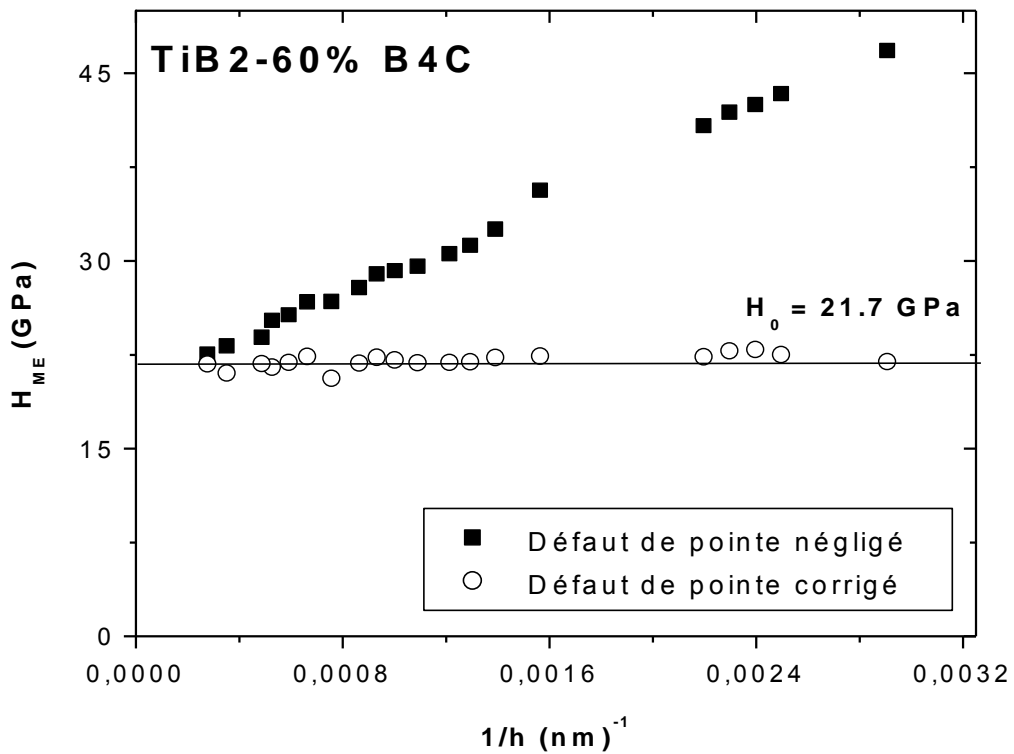
Dans ces conditions, nous proposons dans la suite de représenter la dureté en fonction de l'inverse de la profondeur d'empreinte, un terme en degré 2 pouvant être expliqué par un

décalage du zéro qui pourrait être dû à l'état géométrique de la surface ou encore à la définition du point de contact.

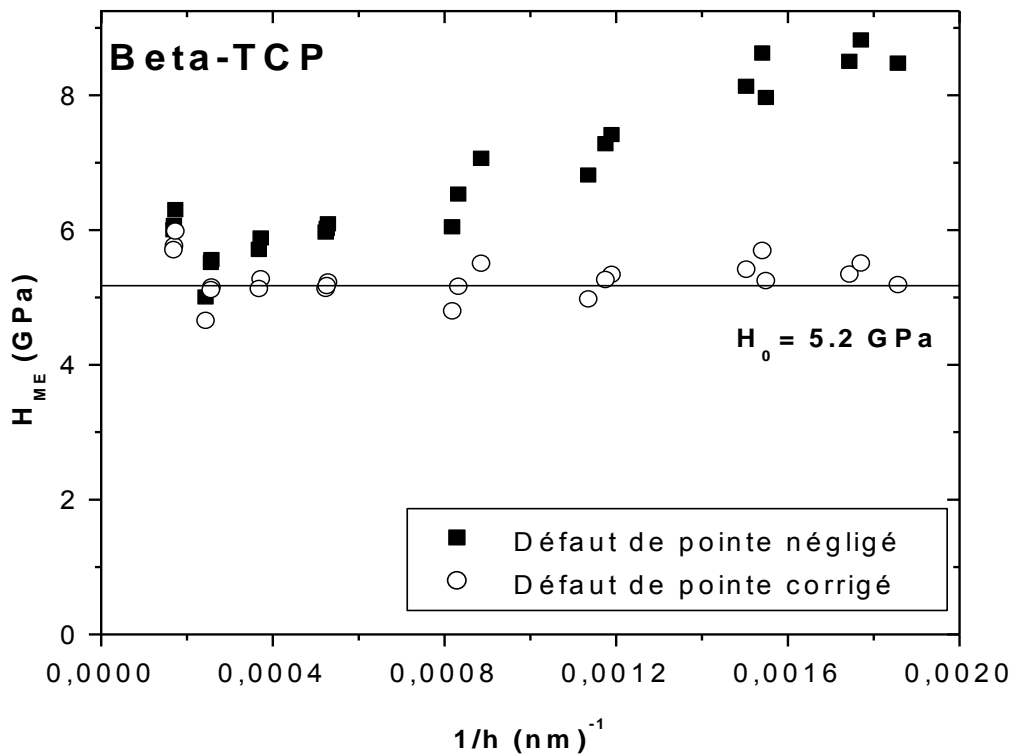
La **Figure B-1** représente l'évolution de la dureté calculée pour chaque matériau en fonction de l'inverse de la profondeur maximale atteinte pendant l'indentation. Nous avons également voulu montrer l'importance du défaut de pointe même dans le domaine de la microindentation. Les points noirs représentent la dureté calculée en négligeant le défaut de pointe et les points blancs le prennent en compte. Plusieurs observations peuvent être tirées de ces figures. De manière générale, l'évolution de la dureté des échantillons étudiés obéit à la relation de Li et Bradt même si de faibles déviations à la linéarité peuvent être observées. Il est également très clair que la dépendance de la dureté avec la charge est accentuée lorsque le défaut de pointe est négligé. Ainsi, il convient d'être très prudent quant à l'interprétation physique de l'effet de taille en indentation. Il ne s'agit pas totalement d'une modification des propriétés en surface. Il est aussi très intéressant de noter que pour les deux céramiques étudiées, à savoir le T_iB_2 -60% B_4C et le β -TCP, on trouve des valeurs constantes de la macrodureté Meyer lorsque nous prenons en compte le défaut de pointe de notre indenteur. Cette valeur de dureté se trouve être la valeur de la macrodureté, H_0 , qui est trouvée par extrapolation de la droite de Li et Bradt. Ces valeurs sont respectivement de 21,7 GPa et 5,2 GPa pour le T_iB_2 -60% B_4C et le β -TCP. On retrouve ici la conclusion habituelle qui conduit à dire que les céramiques sont généralement insensibles à l'effet de taille en indentation. Nous confirmons aussi l'absolue nécessité d'être très prudent dans l'analyse des valeurs de dureté.

Pour les autres matériaux plutôt écrouissables, la prise en compte du défaut de pointe permet de réduire l'amplitude de l'effet de taille, c'est-à-dire de diminuer la valeur de Δ_{ISE} . Il est intéressant de noter la présence de deux zones de variation. Une zone de faible pénétration où la dureté suit une loi linéaire en fonction de la profondeur et une autre zone, pour les plus grandes profondeurs (*valeurs faibles de l'inverse de la profondeur*) où la dureté est quasi constante, donc indépendante de l'effet de taille. Pour expliquer ce changement de comportement, on peut se rapporter aux travaux de Chicot *et al.* [65] dans lequel les auteurs étudiaient l'influence de la préparation de surface sur la valeur de dureté. Ils ont trouvé d'une part que l'effet de taille pouvait être attribué à la formation d'un film écroui en extrême surface et que, d'autre part, que plus la surface était soigneusement polie, plus la pente de la dureté en fonction de l'inverse de la diagonale était faible. Dans notre cas, on peut supposer qu'au-delà d'une certaine charge d'indentation, la modification du matériau

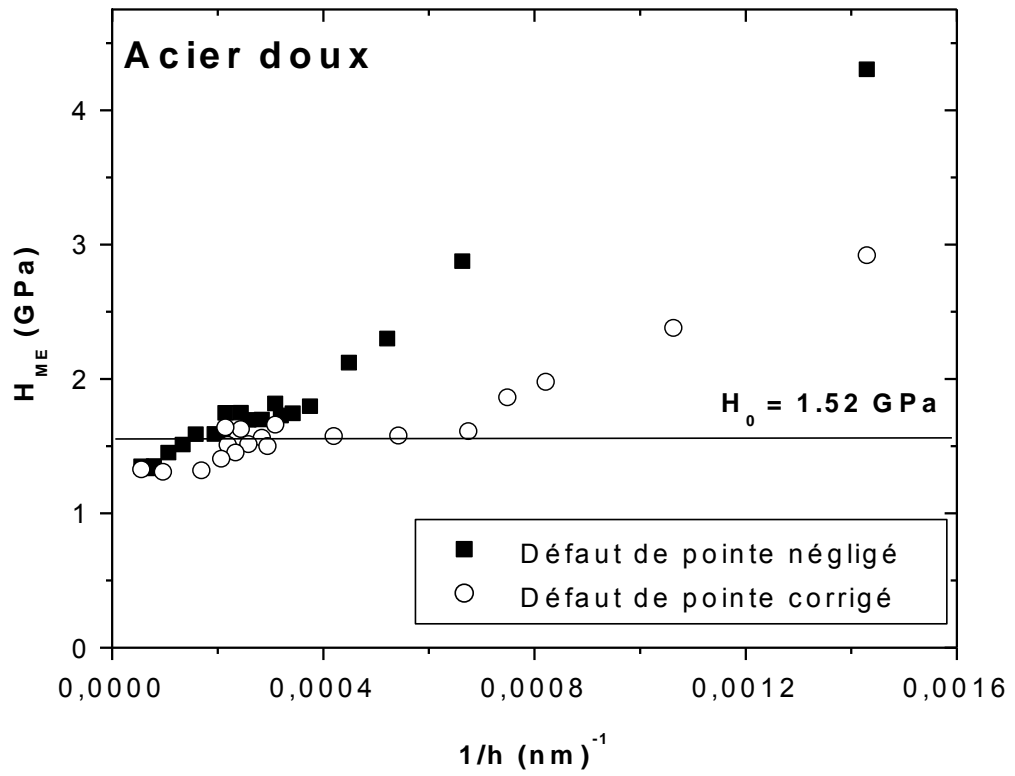
en extrême surface n'avait plus d'influence sur le calcul de la dureté. C'est aussi ce qui est généralement admis pour les très fortes charges. On dit qu'au-delà d'un kilo de charge, la dureté mesurée est constante. On peut en conclure que la charge à laquelle la dureté devient constante doit être liée à la qualité de la préparation de la surface.



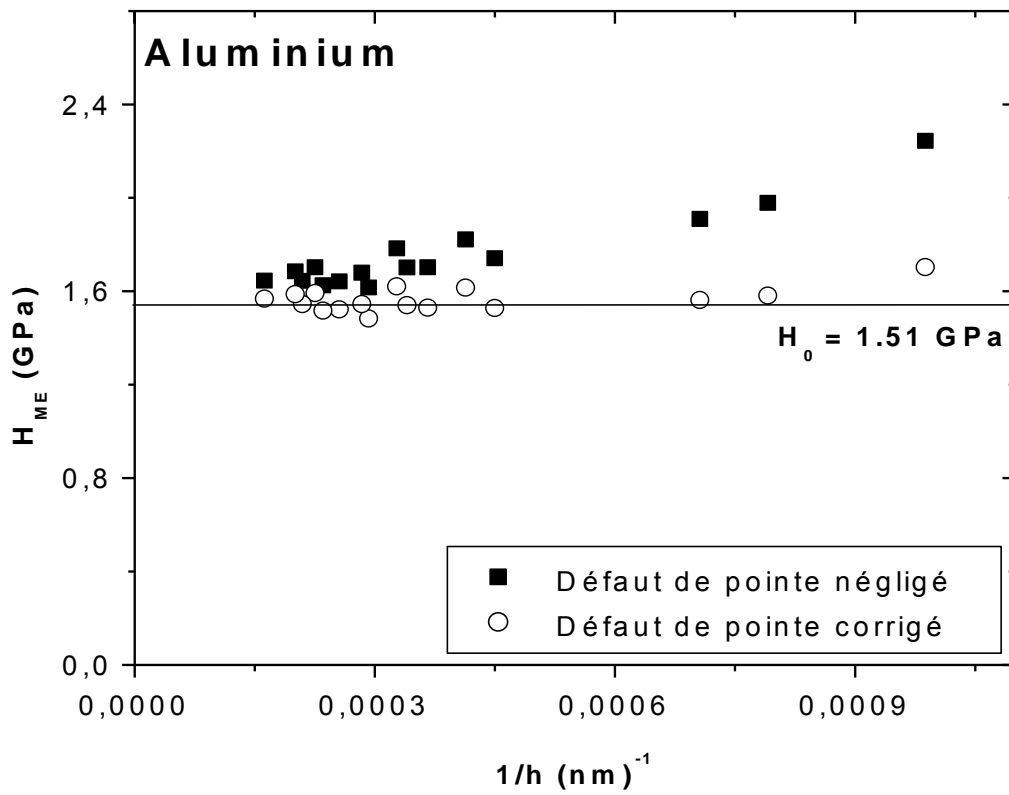
a)



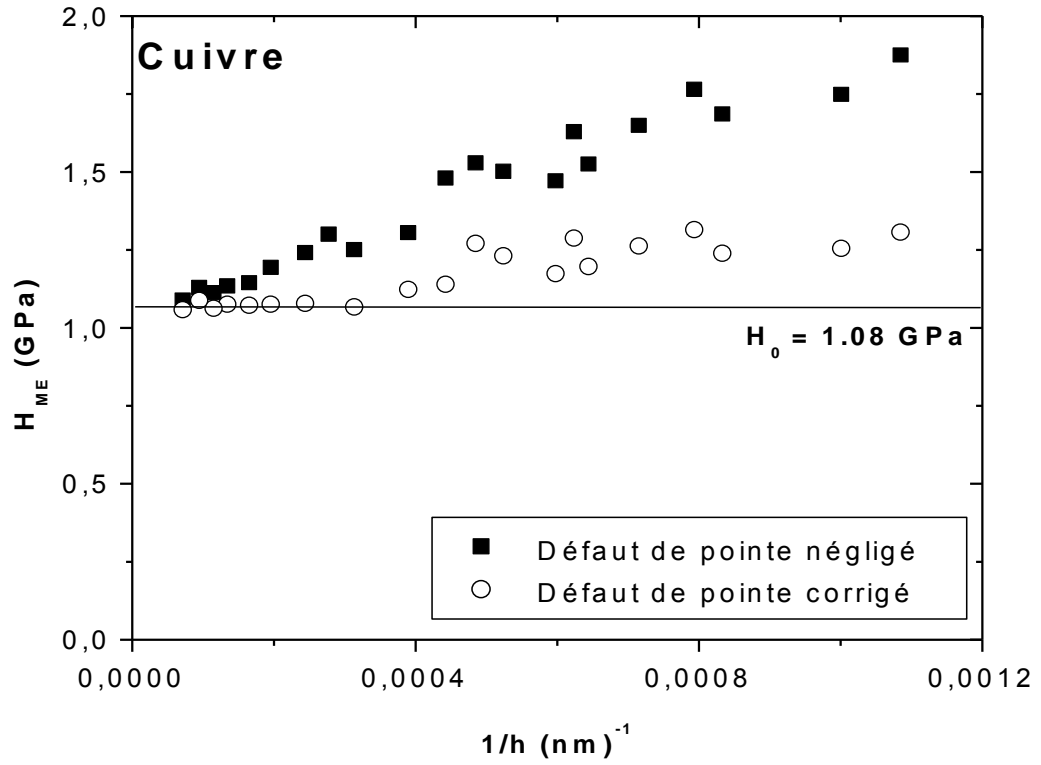
b)



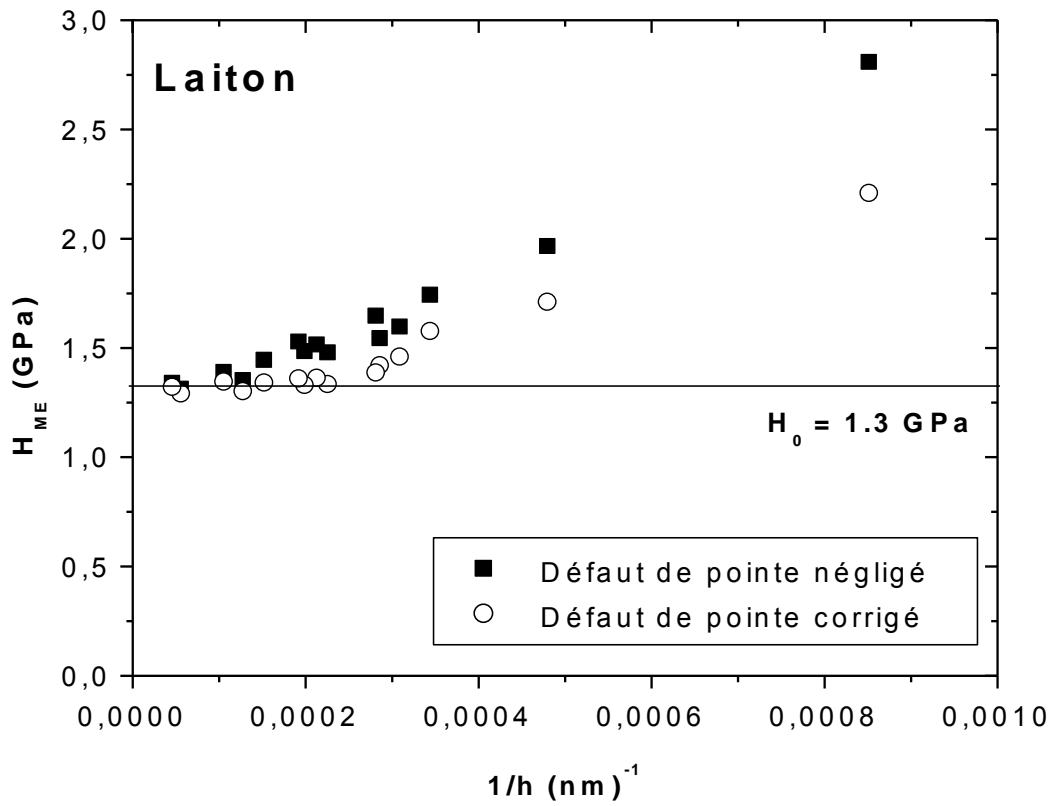
c)



d)



e)



f)

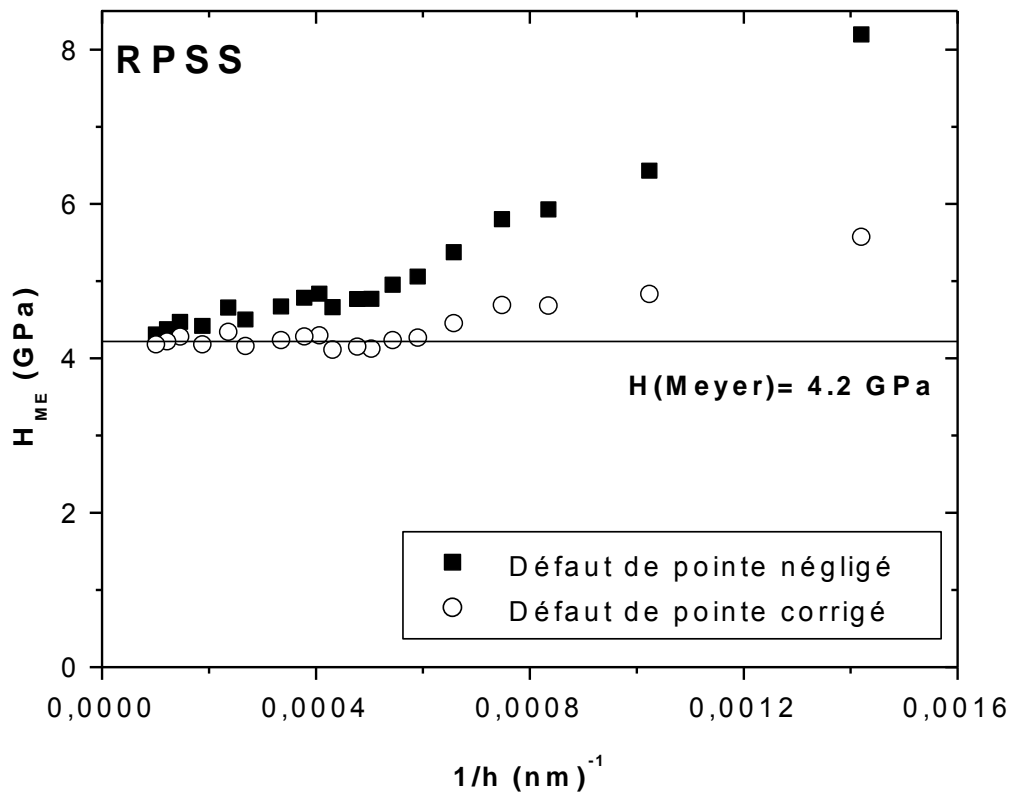
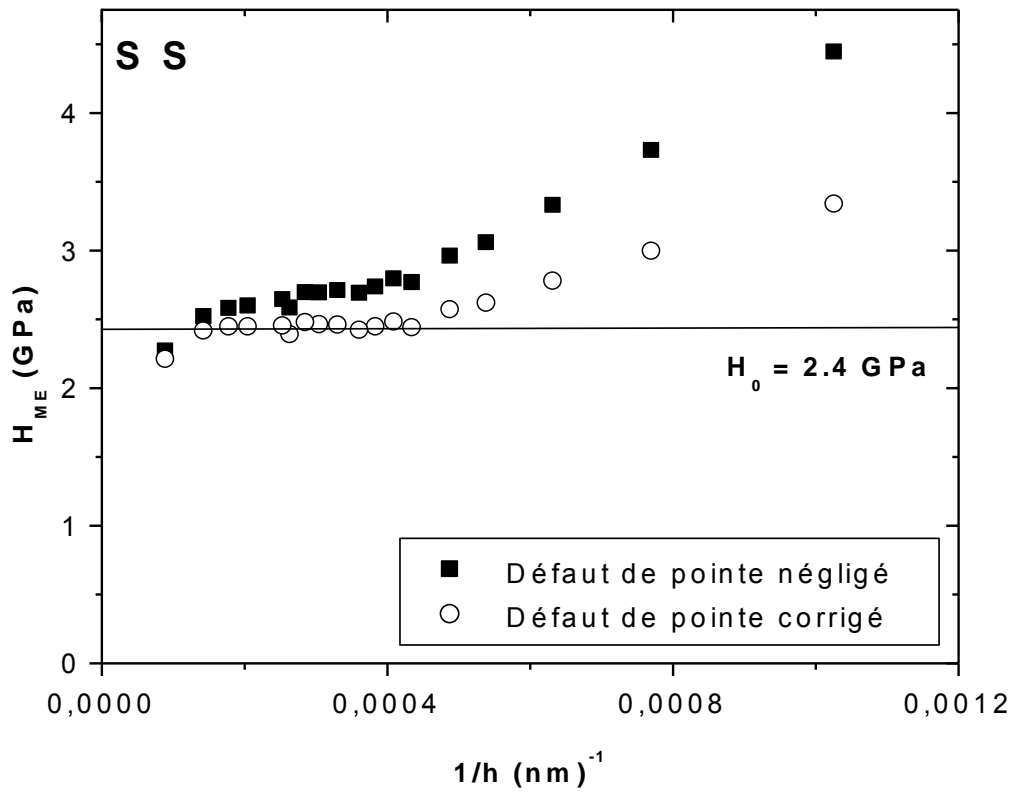


Figure B-1. Dureté Meyer représentée selon le modèle de Li et Bradt [59] en prenant en compte ou non le défaut de pointe pour les matériaux : a) TiB₂-60% B₄C, b) β-TCP, c) acier doux, d) aluminium, e) cuivre, f) laiton, g) acier SS et h) acier RPSS.

Pour caractériser la dureté des matériaux étudiés, nous n'avons retenu que la valeur de la macrodureté qui a une valeur constante pour les plus grandes profondeurs de pénétration. Les valeurs de macrodureté, H_0 , déterminées graphiquement sont rassemblées dans le **Tableau B-1**.

Tableau B-1. Dureté Meyer H_{ME} calculée selon la méthodologie classique.

Matériaux	Acier doux	Aluminium	TiB ₂ -60% B ₄ C	Cuivre	Laiton	SS	RPSS	β-TCP
H_{ME} (GPa)	1,5	1,5	21,7	1,1	1,3	2,4	4,2	5,2

Pour vérifier nos hypothèses en ce qui concerne les origines et le fondement physique de l'effet de taille, nous utilisons la méthode de calcul de la dureté basée sur l'énergie d'indentation. Cette méthode permet de s'abstenir de l'influence du mode de déformation autour de l'empreinte puisqu'elle n'utilise que l'aire sous la courbe d'indentation pour le calcul des propriétés mécaniques. Il existe différents modèles de détermination de la dureté par énergie d'indentation, parmi lesquels les modèles de Stilwell et Tabor [24] et de Sakai [30] qui sont probablement les plus simples d'utilisation.

B-II.2 Calcul de la dureté avec l'énergie d'indentation

a) Le modèle Stilwell et Tabor [24]

Dans le modèle de Stilwell et Tabor, la dureté, H_W , est définie comme le travail plastique divisé par le volume déformé plastiquement. La formule la plus générale est la suivante:

$$H_W = \frac{W_P}{V_P} \quad (\text{B.4})$$

Où W_p est l'énergie d'indentation et V_p le volume plastique.

L'énergie plastique se définit comme l'aire sous la courbe de chargement moins l'aire sous la courbe du retour élastique de l'indenteur. On peut ainsi exprimer l'énergie plastique sous la forme suivante:

$$W_P = W_T - W_E = \int_0^{h_{max}} P(h)dh - \int_{h_f}^{h_{max}} P(h)dh \quad (\text{B.5})$$

Où W_T et W_E sont respectivement l'énergie totale et l'énergie élastique. La

profondeur h_f est déterminée par lissage de la courbe au déchargement selon la méthodologie proposée par Oliver et Pharr. C'est-à-dire qu'il s'agit de représenter la courbe au déchargement par une loi puissance ou h_f est la valeur de la profondeur à chargement nul.

Il faut noter que les valeurs de profondeur dans cette équation sont déjà corrigées de l'erreur apportée par la complaisance de l'instrument. Donc, la précision du calcul de l'énergie d'indentation va principalement résider dans les expressions retenues pour relier la charge à la profondeur que ce soit dans la phase de chargement ou dans la phase de déchargement. Si la phase de déchargement fait assez bien le consensus autour de la relation proposée par Oliver et Pharr, à savoir :

$$P = B.(h - h_f)^m \quad (\text{B.6})$$

Où B , h_f et m sont des constantes liées à la nature et au comportement du matériau et déterminées par lissage des points expérimentaux.

Il n'en est pas de même pour la courbe au chargement. La relation la plus simple que l'on trouve est une loi puissance de degré 2 négligeant l'effet de taille du type :

$$P = C.h^2 \quad (\text{B.7})$$

Où C est une constante également liée au matériau. Elle est obtenue par lissage des points expérimentaux.

Des auteurs ont relié cette constante à des caractéristiques matériaux mais cela n'a pas d'intérêt dans notre calcul. Le plus intéressant est de dire que certains auteurs ont pu noter une différence entre la relation (B.7) et la courbe expérimentale. Ceci est dû à la présence de l'effet de taille car la relation (B.7) conduit à une valeur constante de la dureté. Ainsi, pour tenir compte d'une éventuelle dépendance de la dureté avec la profondeur, la relation (B.7) a été modifiée en prenant en compte la loi de Meyer qui relie la charge à la profondeur par une loi puissance de la forme :

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

Où n est l'indice de Meyer.

Dans la suite, c'est cette relation que nous avons retenu pour calculer l'énergie totale.

On trouve aussi dans la littérature [24], une relation simple qui exprime le rapport de l'énergie plastique sur l'énergie totale directement en fonction du rapport de la profondeur résiduelle h_f et la profondeur maximale h_m :

$$\frac{W'_p}{W_T} = \frac{h_f}{h_{max}} \quad (\text{B.8})$$

Il est intéressant de noter que ce rapport est le même que celui utilisé pour séparer les modes de déformation, le mode « piling-up » du mode « sinking-in ». Il semble donc que ce critère soit représentatif du comportement du matériau et qu'il pourrait être utilisé comme critère mécanique. Nous avons voulu vérifier l'exactitude de la relation (B.8). Pour cela, nous avons représenté l'énergie plastique calculée par la relation (B.8) en fonction de l'énergie plastique calculée par la relation (B.5) mettant en jeu à la fois le chargement et le déchargement. La Figure B-2 montre que les valeurs des énergies calculées à l'aide de ces deux relations se positionnent sur la même droite qui est la droite identité. Ainsi, quelle que soit l'équation utilisée, on obtient la même énergie plastique d'indentation.

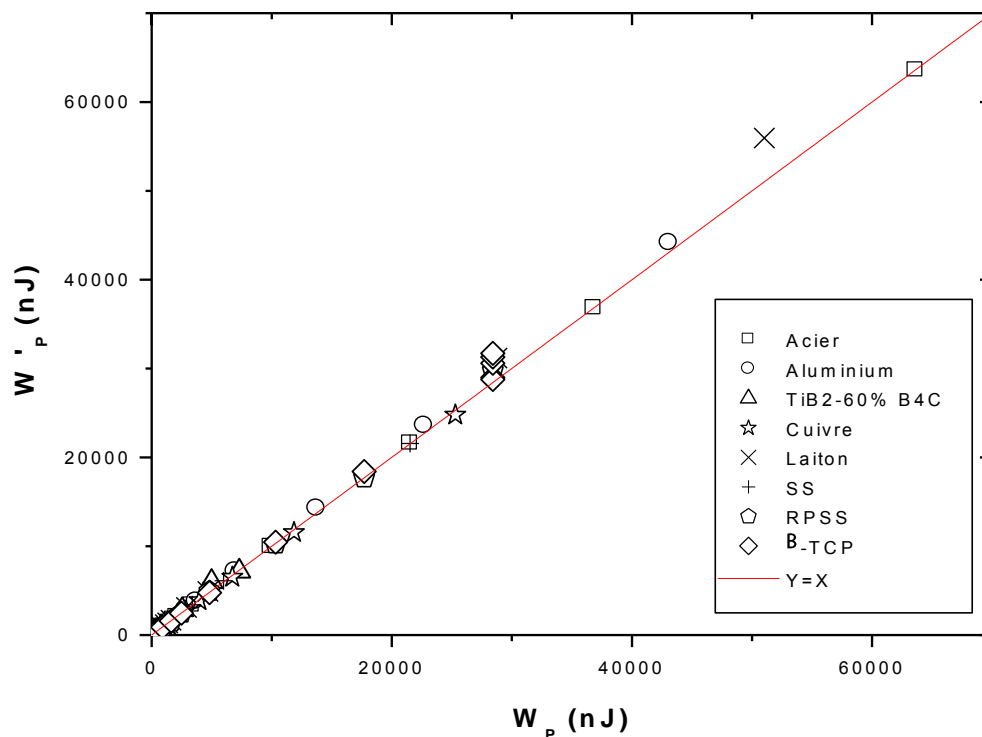


Figure B-2. Comparaison des énergies W'_p et W_p .

Pour calculer la dureté définie à l'équation (B.4), il faut maintenant s'intéresser à l'expression du volume déformé plastiquement. Concernant sa définition, on s'attend à une expression qui tiendrait compte de la déformation plastique du matériau, c'est-à-dire la

Développement des méthodes d'analyse en indentation instrumentée.

demi-sphère dont le rayon, b , est relié à la dureté H , au module d'élasticité E , à la diagonale de l'empreinte d et au demi-angle au sommet α de l'indenteur comme suit :

$$b = \frac{d}{2} \cdot \left(\frac{E}{H}\right)^{1/2} \cot g^{1/3} \alpha \quad (\text{B.9})$$

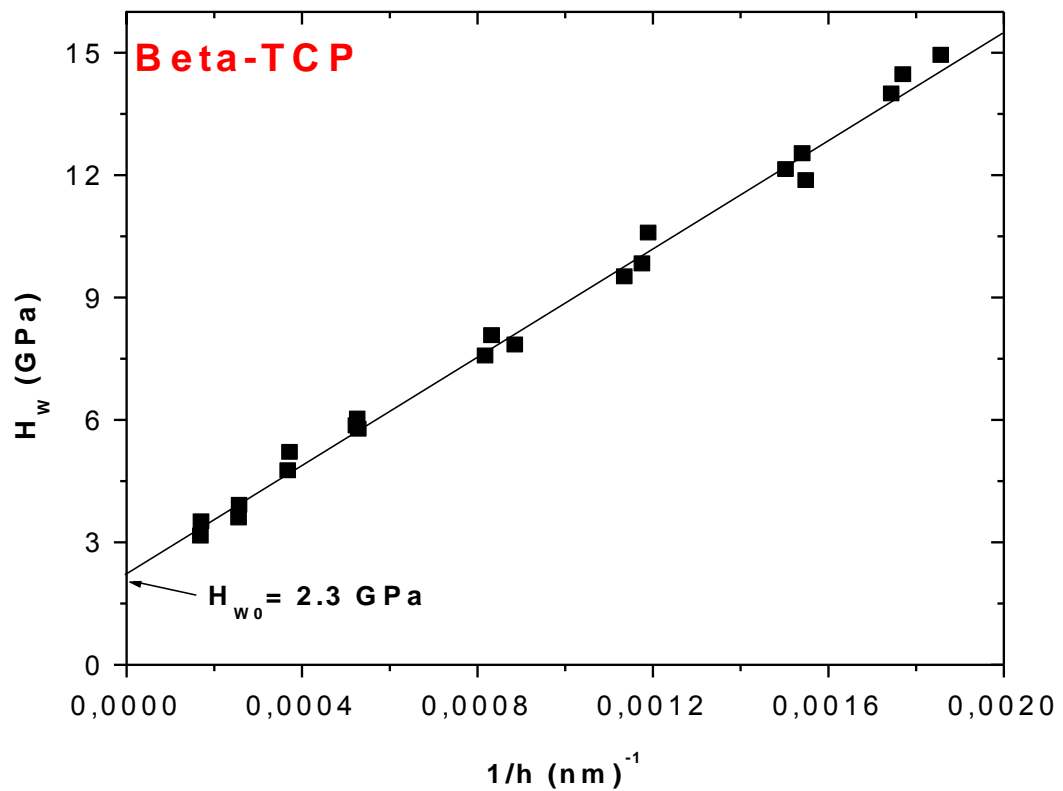
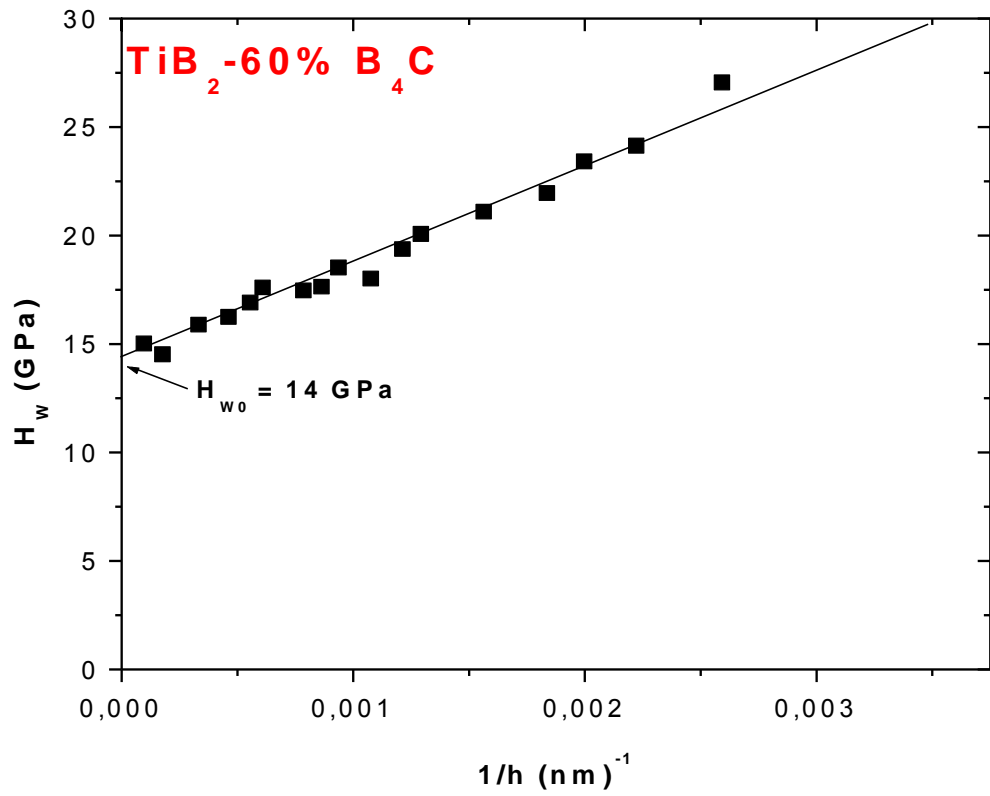
Or cette relation fait appel à la dureté que l'on cherche à calculer. Il n'est donc pas possible de calculer le volume à partir de cette relation si l'on souhaite calculer la dureté définie par la relation (B.4).

C'est sans doute pourquoi on trouve dans la littérature que le volume déformé plastiquement n'est autre que le volume de l'empreinte calculée lorsque l'indenteur a atteint sa profondeur maximale. Pour des raisons de simplicité, le volume de l'empreinte est défini comme étant le volume du cône de rayon a , de demi-angle équivalent $\alpha = 70.3^\circ$ et de hauteur h_{max} donnée par la relation :

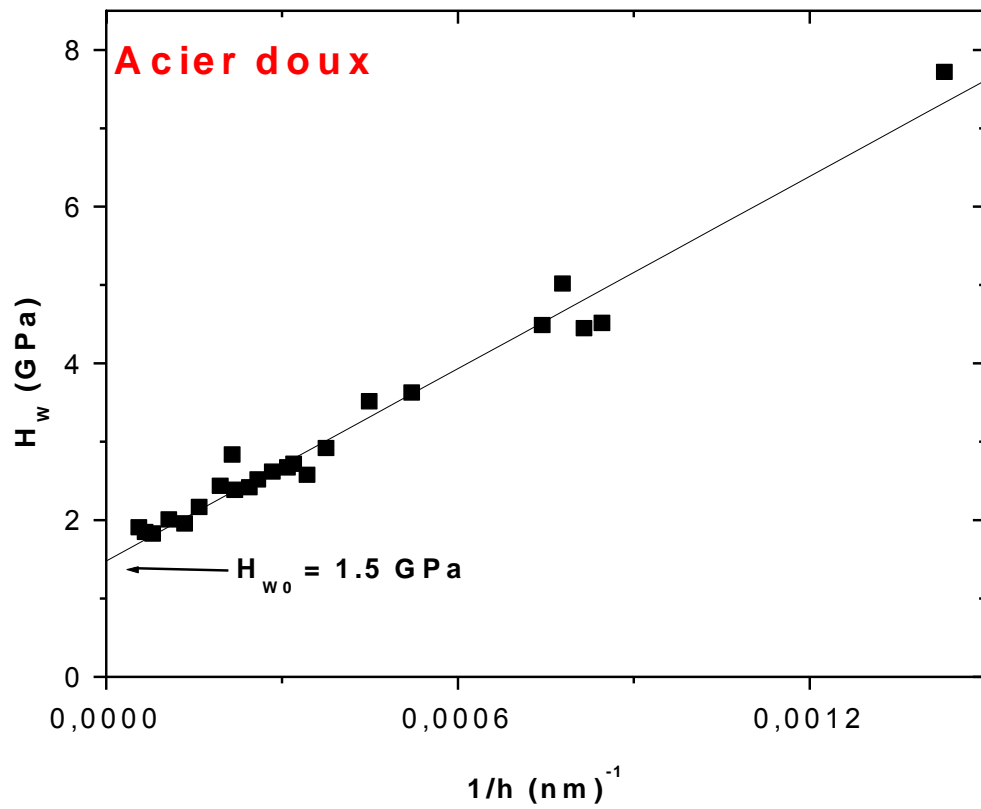
$$V_P = \frac{\pi}{3} a^2 h_{max} = \frac{\pi}{3} (h_{max} \tan \alpha)^2 h_{max} = \frac{\pi}{3} \cdot \tan^2 \alpha \cdot h_{max}^3 \quad (\text{B.10})$$

Pour étudier la dépendance de la dureté avec la charge, nous avons suivi la même méthodologie que dans le paragraphe précédent, à savoir que nous avons appliqué le modèle proposé par Li et Bradt [59]. La Figure B-3 représente la variation de la dureté, H_W , en fonction de l'inverse de la profondeur maximale d'indentation. Pour la plupart des matériaux, la macrodureté, H_{W0} , correspond à la valeur de la dureté lorsque l'inverse de la profondeur maximale est nul. Il s'agit aussi de l'intersection de la droite avec l'axe des ordonnées.

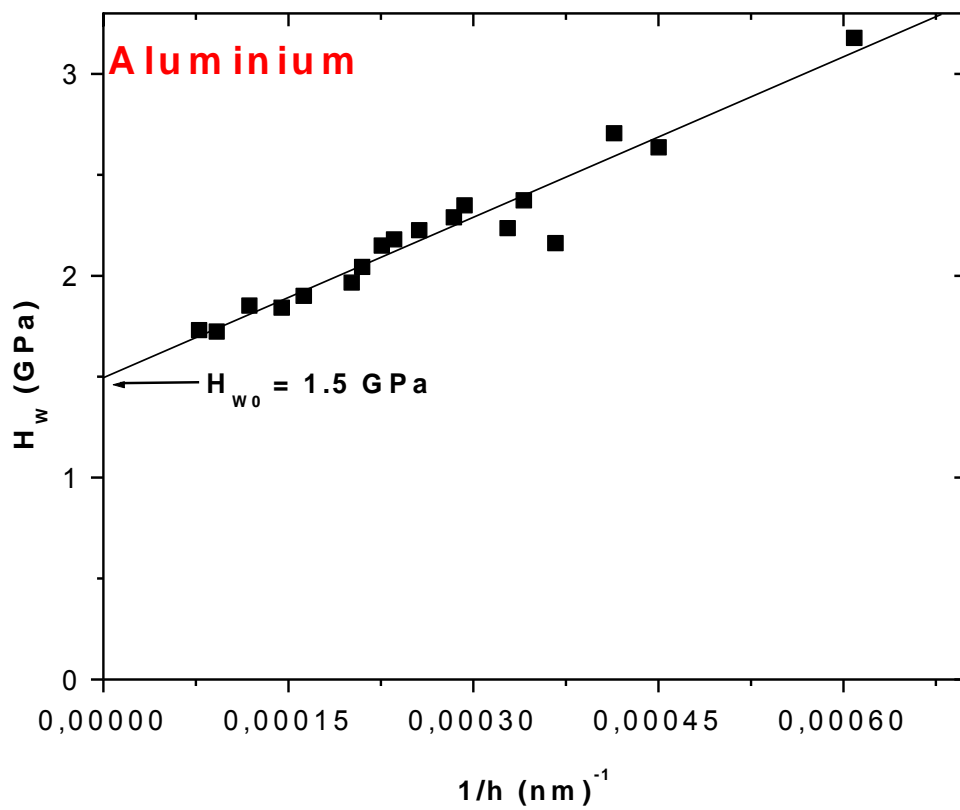
La première observation que l'on peut faire à la lecture de la Figure B-3 est que la dureté mesurée par l'énergie est aussi sensible à l'effet de taille, et ce également pour les céramiques. Il semblerait donc que la méthode basée sur l'énergie soit encore plus sensible à un effet de taille en indentation que la méthode classique.



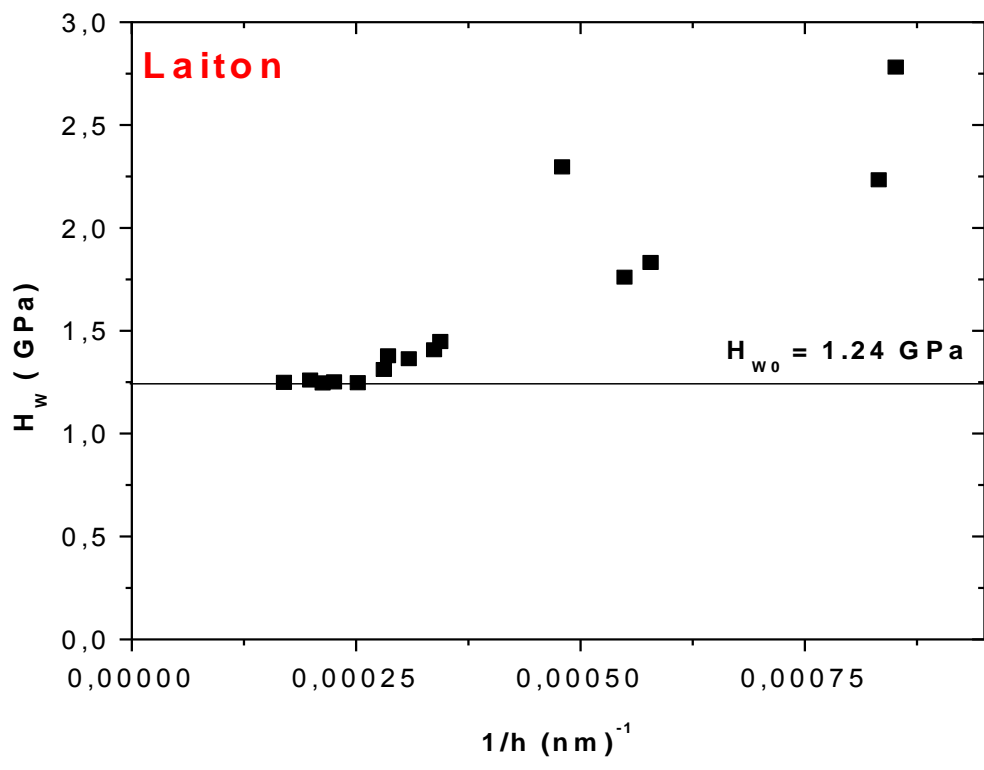
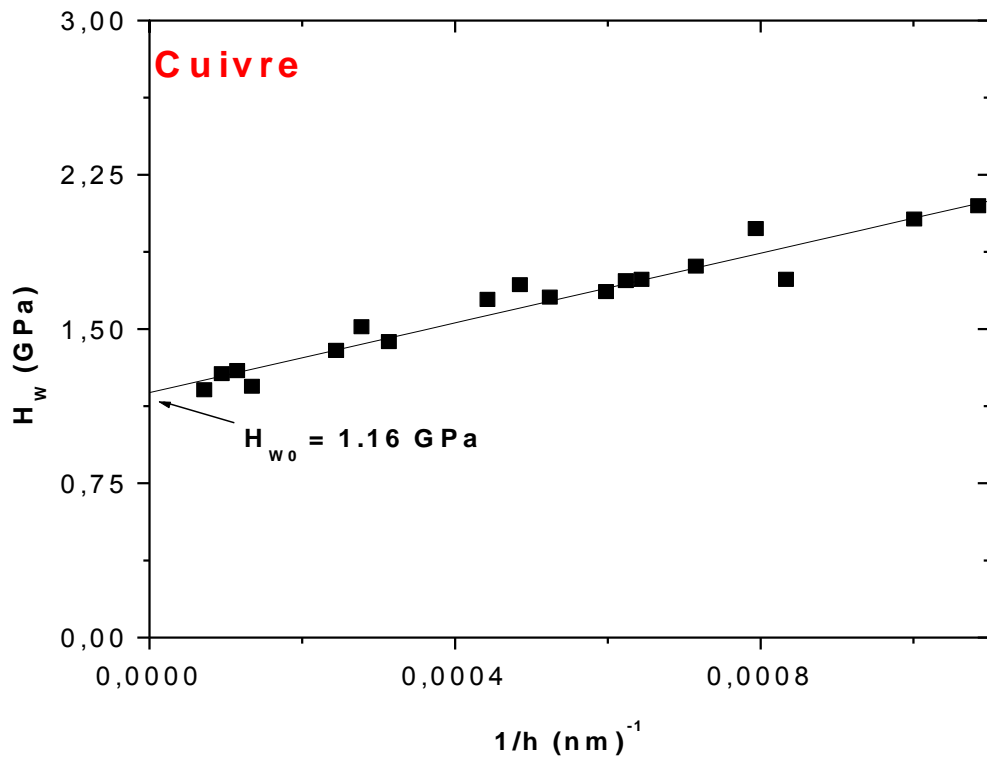
a)

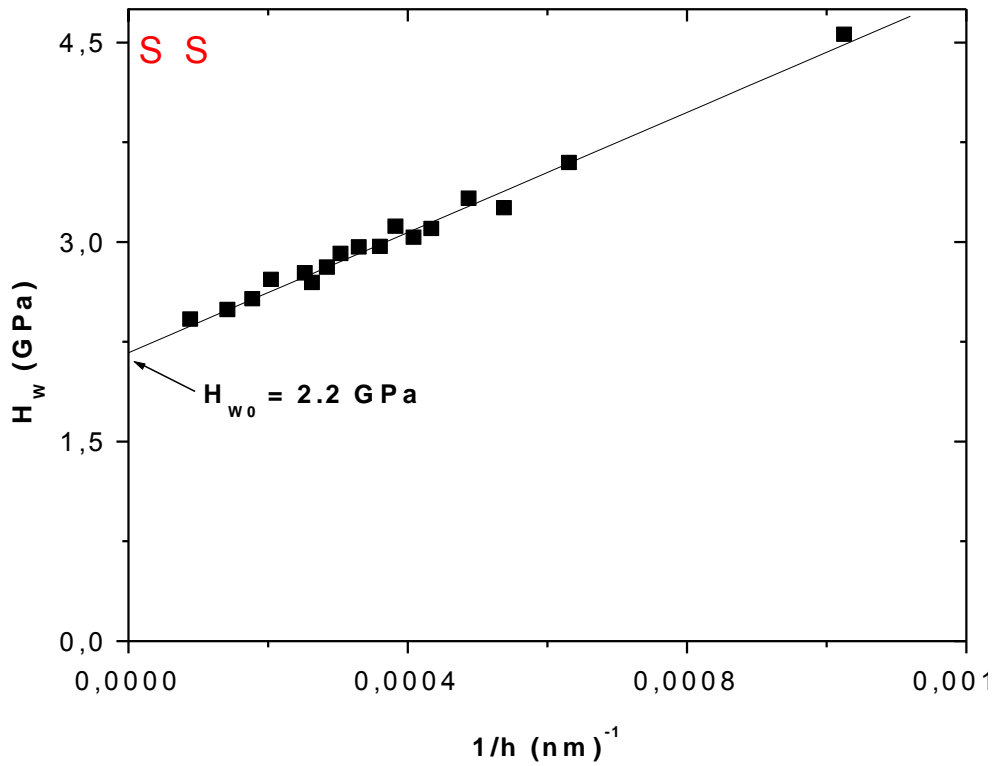


b)

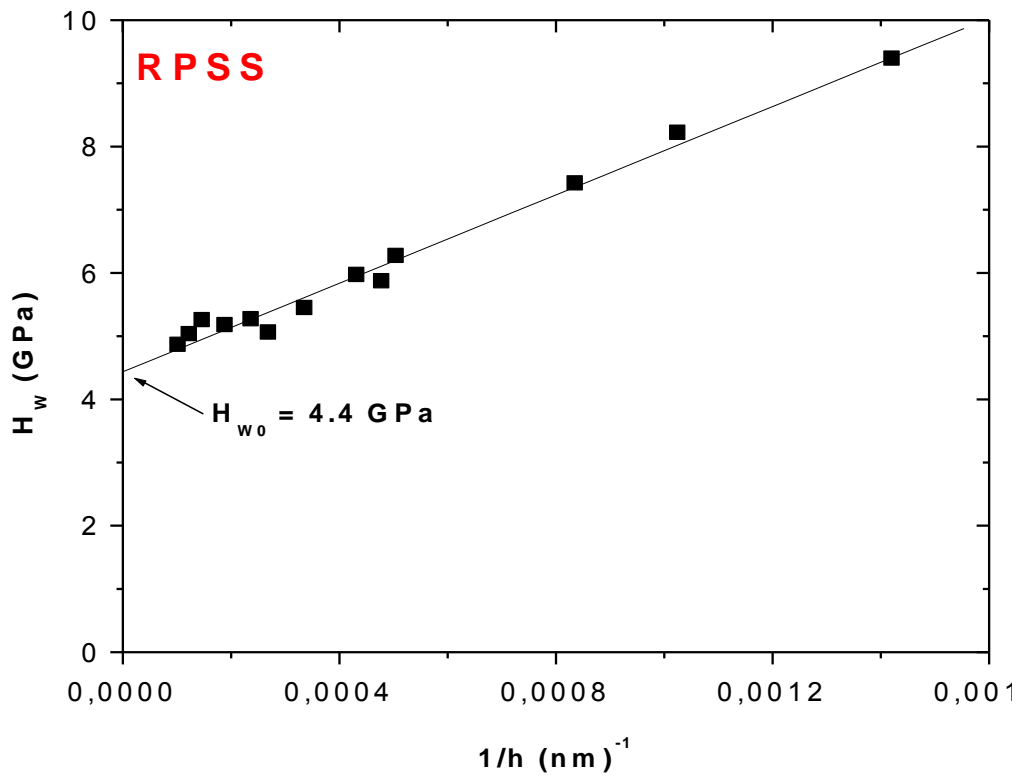


c)





f)



g)

Figure B-3. Variation de la dureté, H_w , en fonction de la charge d'indentation pour les matériaux : a) TiB2-60% B4C, b) β -TCP, c) acier doux, d) aluminium, e) cuivre, f) laiton, g) acier SS et h) acier RPSS.

Dans une première approche, nous n'avons pas tenu compte de la variation de dureté et

nous avons utilisé la macrodureté H_{W0} pour caractériser la dureté mesurée par énergie d'indentation. Les résultats obtenus sont rassemblés dans le **Tableau B-2**.

Tableau B-2. Macroducté calculée à partir de l'approche proposée par Stilwell et Tabor [24].

Matériaux	Acier doux	Aluminium	TiB ₂ -60% B ₄ C	cuivre	laiton	SS	RPSS	β-TCP
H_{W0} (GPa)	1,5	1,5	14,0	1,2	1,2	2,2	4,4	4,4

Nous avons cherché à comprendre d'où pouvait provenir cette variation de la dureté avec la charge. Si l'énergie calculée avec l'aire sous la courbe ne pouvait être sujet à discussion, nous pensons que le volume de l'empreinte peut être amélioré. En effet, son expression ne tient pas compte du défaut de pointe. Hors, si la pointe est émoussée, le cône « parfait » tracé à partir de la profondeur maximale est sous-estimé, et ce d'autant plus que la profondeur d'indentation est faible. La **Figure B-4** montre schématiquement le cône parfait considéré dans le calcul du volume plastique et le cône réel prenant en compte l'émoussement de la pointe.

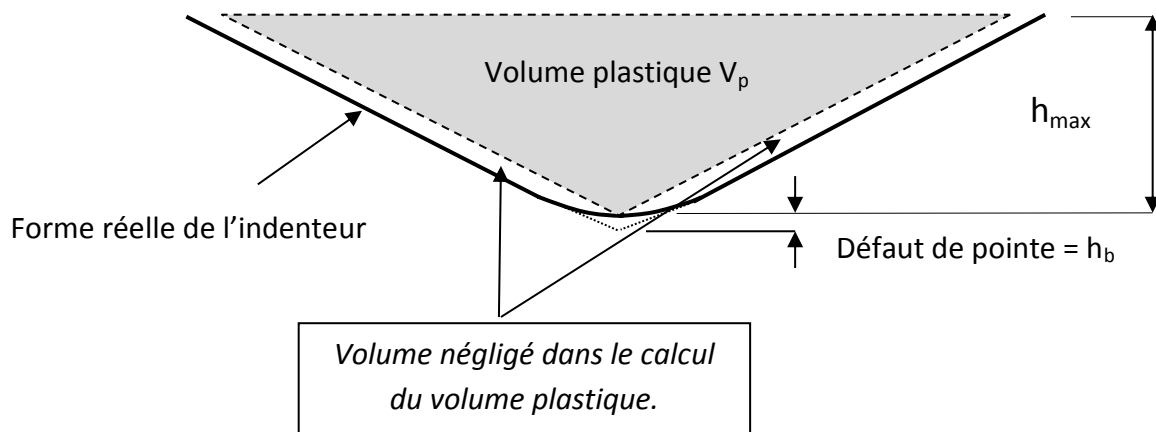


Figure B-4. Schéma des volumes de l'empreinte selon que l'on considère ou non l'émoussement de la pointe.

Pour prendre en compte l'émoussement de la pointe, nous pensons qu'il serait plus judicieux de considérer le volume délimité sur la **Figure B-4** par le trait plein noir épais dont la hauteur est également h_{max} mais avec la pointe émoussée. En fait, il s'agit de la forme réelle de l'empreinte. Par contre, tenir compte du volume engendré par le défaut de pointe en tête

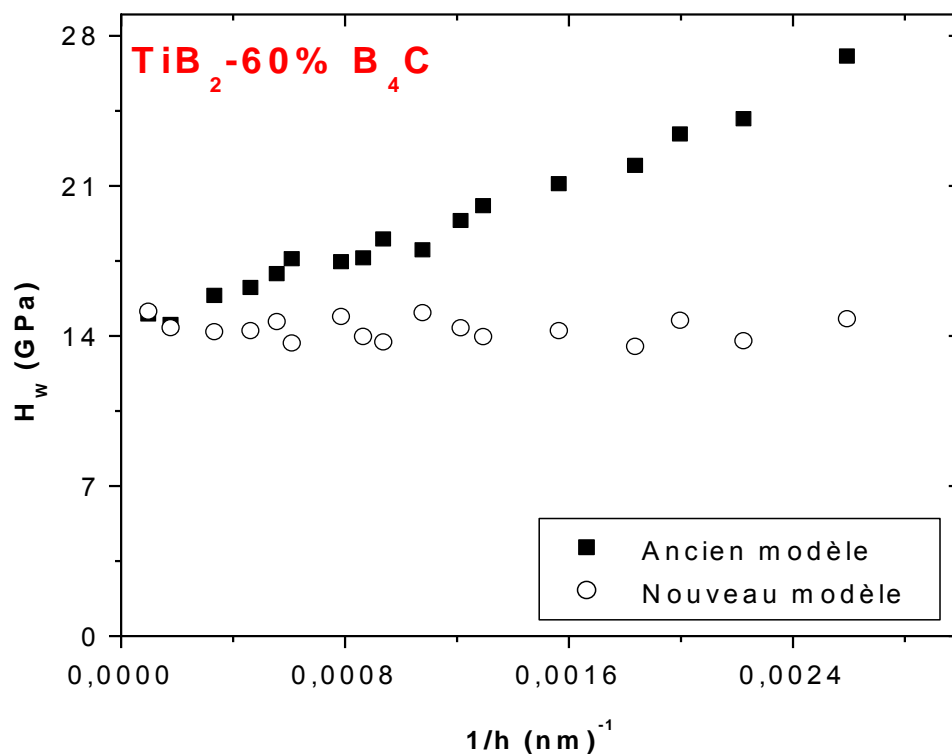
d'indenteur rend les choses beaucoup plus compliquées même si le calcul reste possible. Pour simplifier l'expression, nous proposons de considérer le volume complet du cône avec une hauteur ($h_c + h_b$) auquel on retranche le volume du cône de hauteur h_b , soit :

$$V_{\text{empreinte}} = V(h_m + h_b) - V(h_b) \quad (\text{B.11})$$

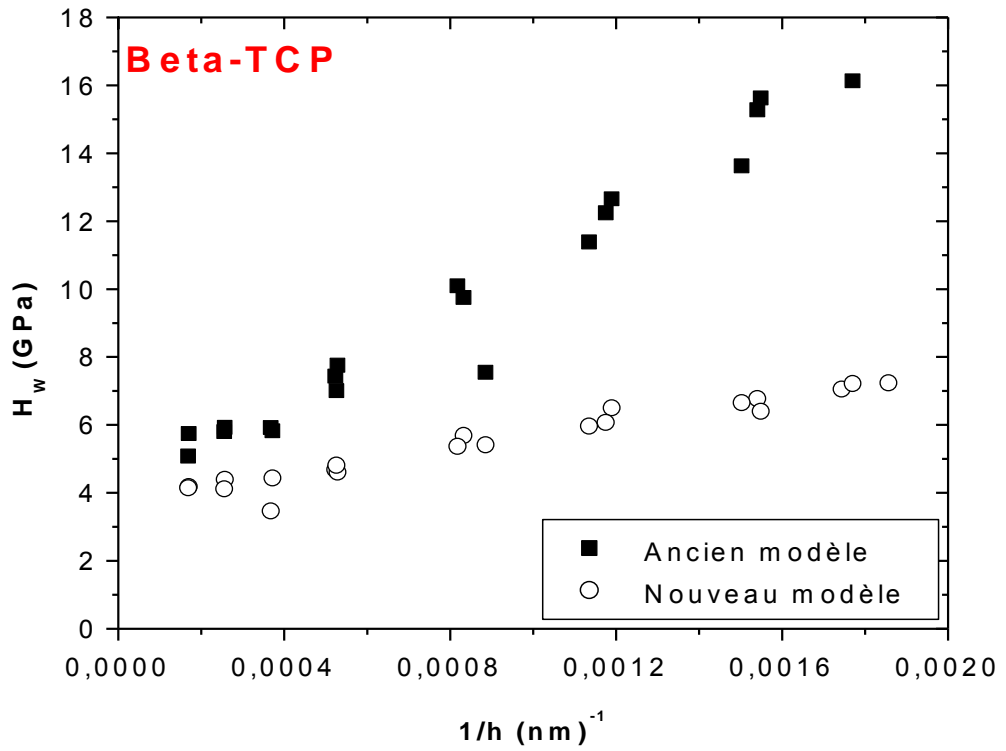
Pour chaque expression du volume du cône, on peut utiliser la relation **B.10** en considérant la somme de la profondeur maximale et du défaut de pointe pour calculer le volume total et uniquement le défaut de pointe pour le volume à retirer dû à l'érousement. Finalement, nous proposons la relation suivante pour calculer le volume de l'empreinte :

$$V_P = \frac{\pi}{3} \cdot \tan^2 \alpha \cdot [(h_m + h_b)^3 - h_b^3] \quad (\text{B.12})$$

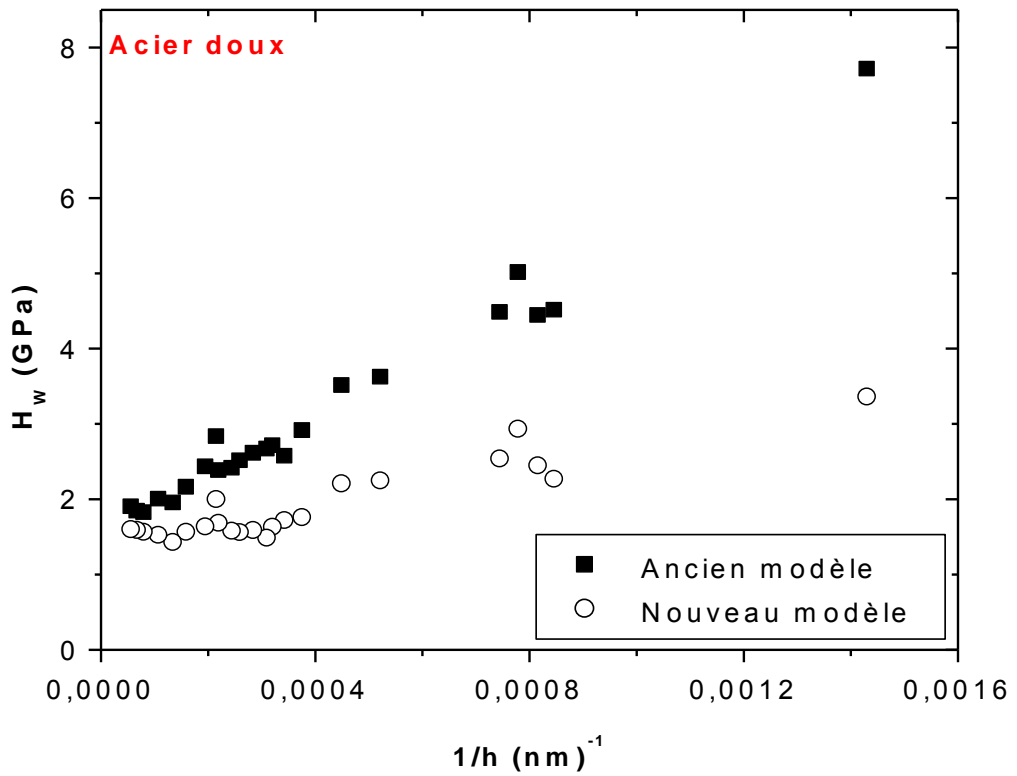
La **Figure B-5** représente le nouveau calcul de la dureté basée sur l'énergie en considérant le volume de l'empreinte prenant en compte le défaut de pointe.



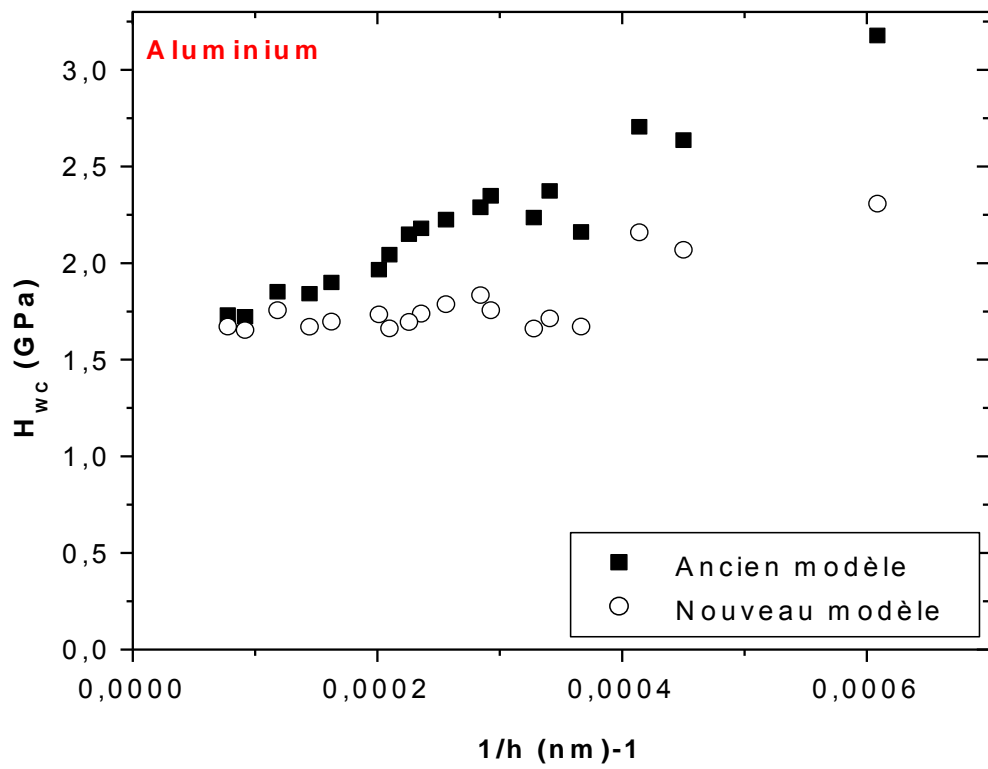
a)



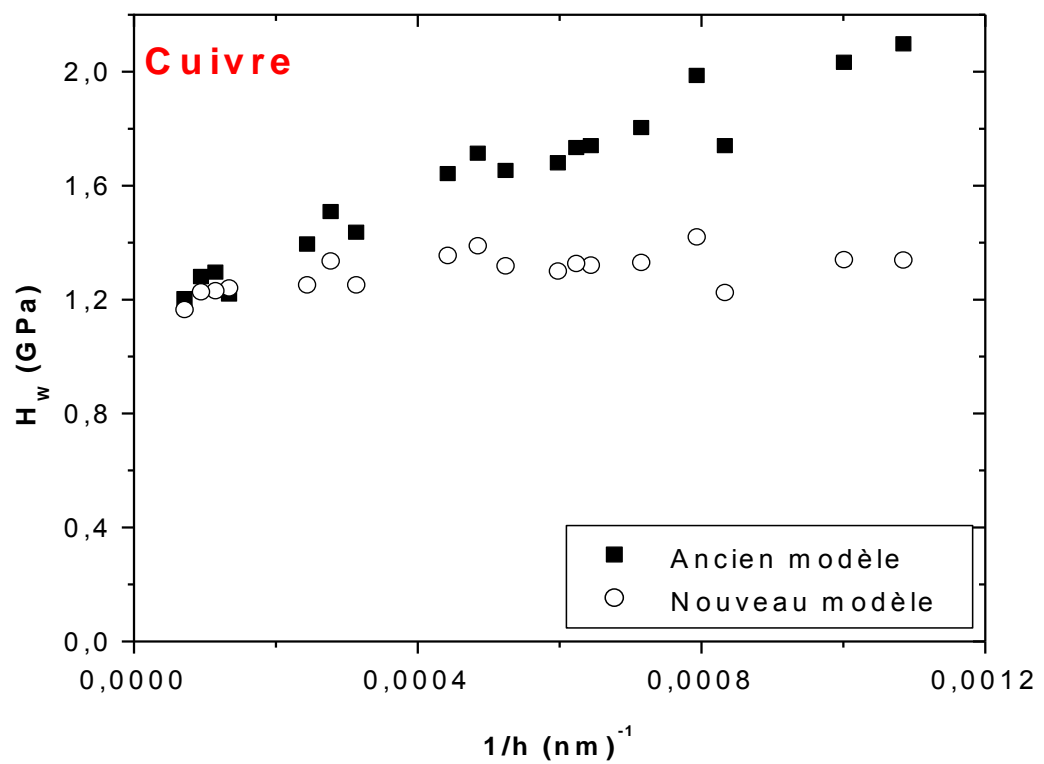
b)



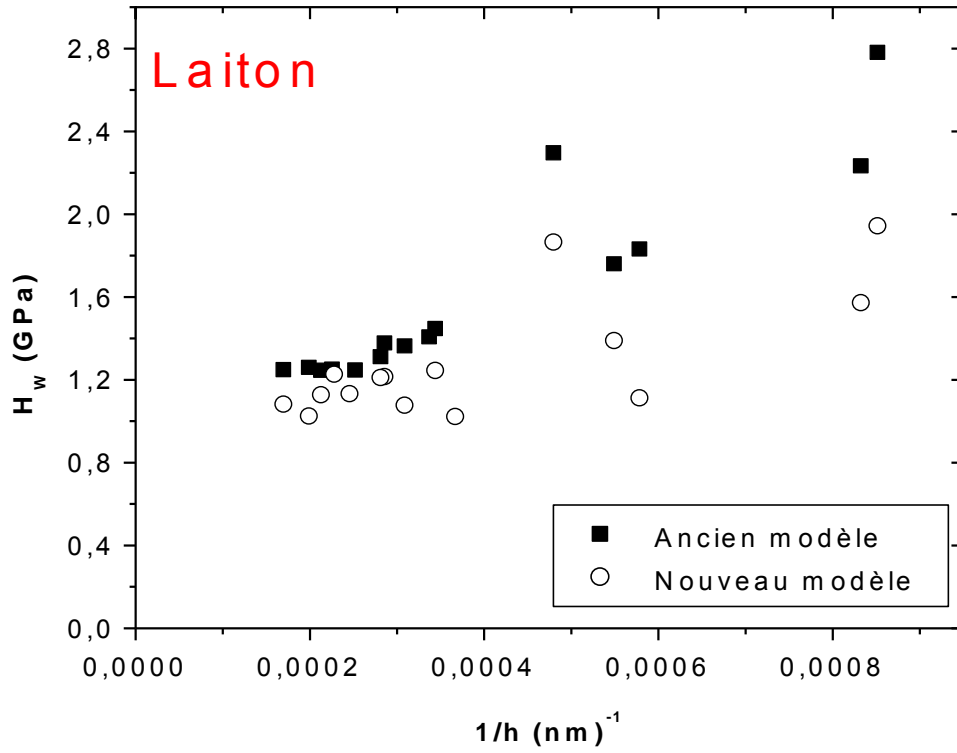
c)



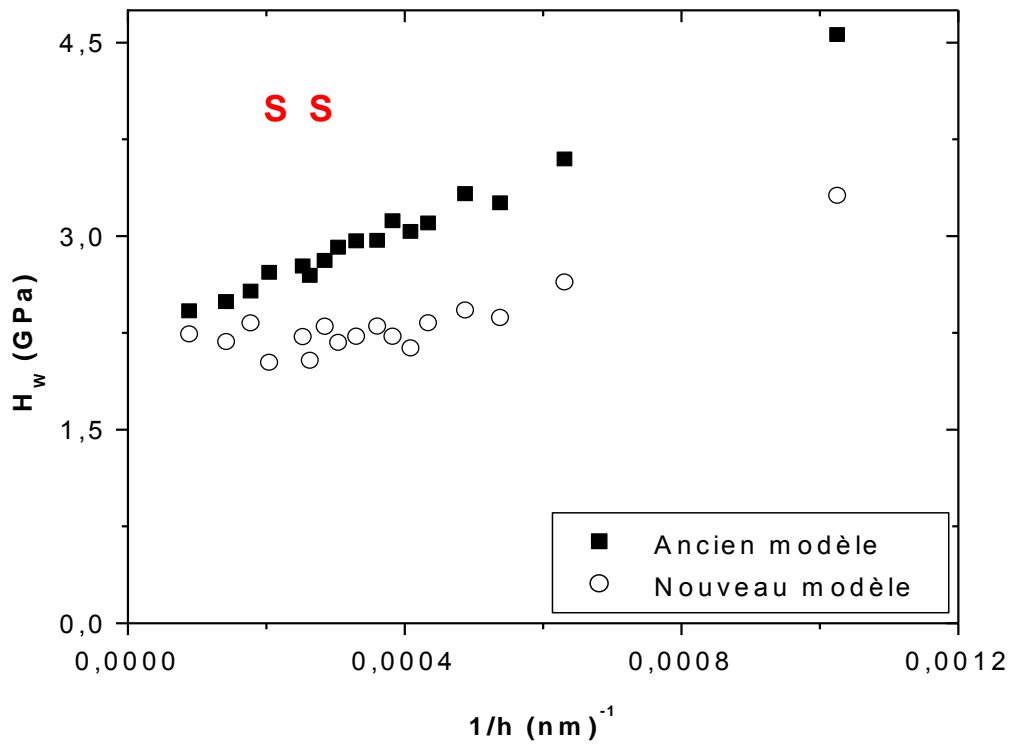
d)



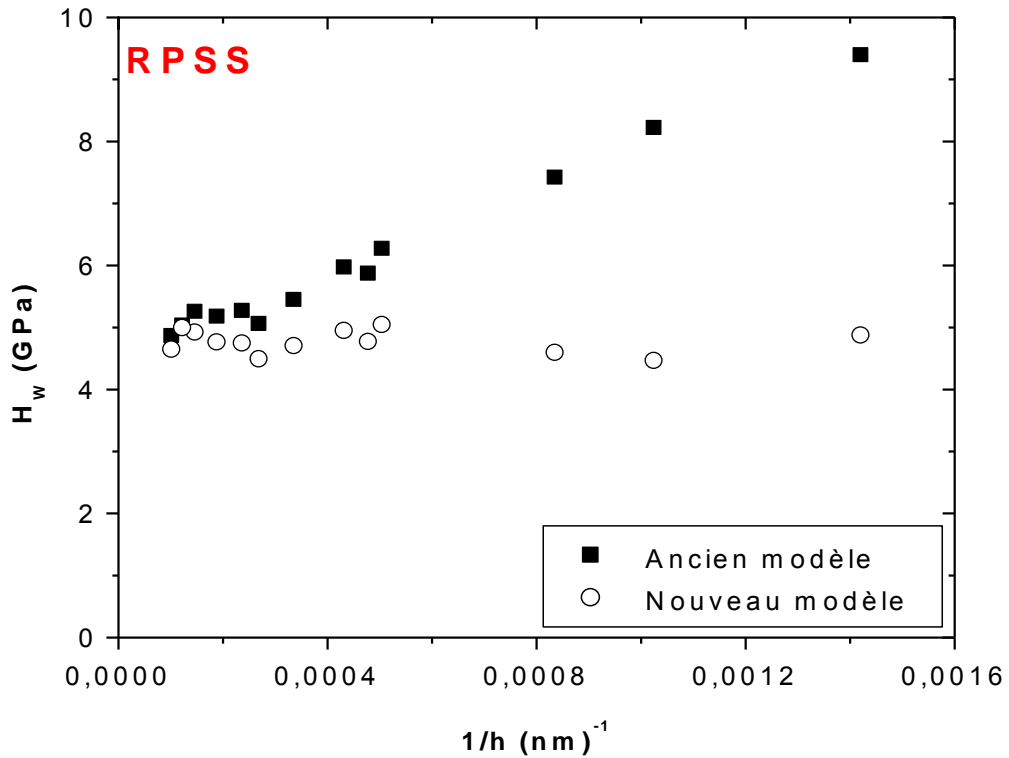
e)



f)



g)



h)

Figure B-5. Variation de la dureté, H_w' , calculée avec la nouvelle expression du volume de l'empreinte en fonction de la charge d'indentation pour les matériaux : a) TiB2-60% B4C, b) β -TCP, c) acier doux, d) aluminium, e) cuivre, f) laiton, g) acier SS et h) acier RPSS.

Il est très intéressant de noter que dans la plupart des situations et aux variations expérimentales près, nous obtenons une dureté constante équivalente à la macrodureté, H_{W0} , trouvée par extrapolation des droites obtenues sans correction du défaut de pointe. Ainsi, la variation constatée, qui est donc souvent attribuée à l'effet de taille en indentation, ne serait simplement dû, en tous cas ici, qu'à la non-prise en compte du défaut de pointe. Il convient donc, une fois de plus, d'être très prudent quant à l'interprétation des données de microindentation. Il est conseillé, que ce soit avec le calcul de la dureté de manière classique ou à partir de l'énergie d'indentation de prendre en compte ce défaut de pointe.

b) Le modèle de Sakaï [30]

Le modèle de Sakaï est basé sur la relation entre le travail plastique W_p et la charge appliquée P à la puissance $3/2$, le coefficient de proportionnalité étant directement lié à la dureté, notée ici H_s , sous la forme :

$$W_P = \left(\frac{1}{3} \sqrt{\frac{1}{\pi \tan^2 \alpha}} \right) \frac{1}{\sqrt{H_S}} P^{3/2} \quad (\text{B.13})$$

Dans ces conditions, la représentation du travail plastique en fonction de la charge à la puissance 3/2 doit conduire à une droite dont la pente permet de calculer la dureté. La **Figure B-6** présente les résultats obtenus pour l'ensemble des échantillons étudiés.

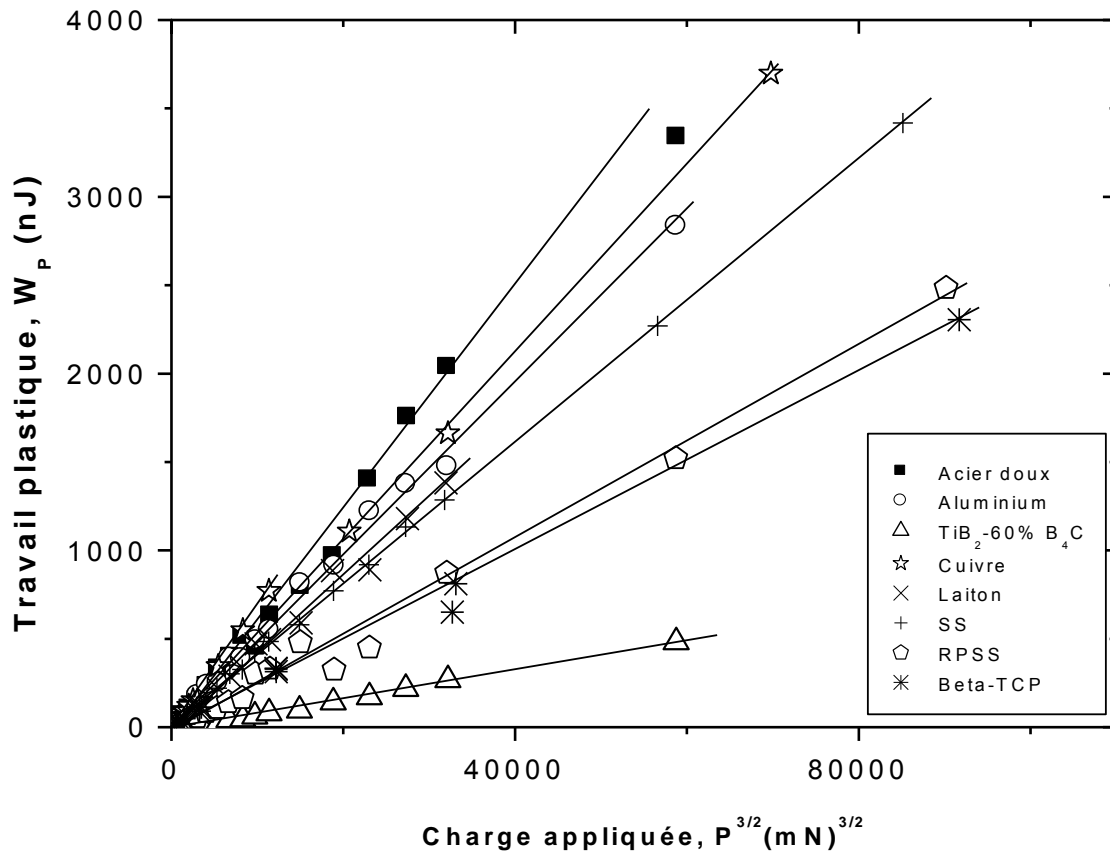


Figure B-6. Détermination de la dureté avec l'approche de Sakai [30].

Cette figure montre clairement la proportionnalité entre le travail et la charge à la puissance 3/2 en accord avec le modèle de Sakai [30]. Il est donc possible en appliquant la relation B.13 de calculer une valeur de dureté qui s'affranchit de l'effet de taille puisque l'on obtient une seule valeur par matériau. Le **Tableau B-3** rassemble les valeurs de dureté pour tous les matériaux étudiés ainsi que les résultats des calculs de la dureté obtenus à partir des trois méthodes de calcul.

Tableau B-3. Comparaison des différentes valeurs de dureté, H_{ME} , H_w et H_S obtenues à partir des méthodes classique, de Stilwell et Tabor [24] et de Sakai [30].

Matériaux	Acier doux	Aluminium	TiB ₂ -60% B ₄ C	cuivre	laiton	SS	RPSS	β-TCP
H _{ME} (GPa)	1,5	1,5	22	1,1	1,3	2,4	4,2	5,2
H _W (GPa)	1,5	1,5	14	1,2	1,2	2,2	4,4	4,4
H _s (GPa)	1,1	2,0	56	1,5	2,4	3,0	5,1	7,5
W _P /W _T	0,96	0,88	0,53	0,95	0,82	0,74	0,85	0,70

Pour mieux apprécier encore les écarts entre les valeurs de dureté obtenues par la méthode classique et celles obtenues à partir du calcul de l'énergie d'indentation, nous avons représenté les duretés H_W et H_S en fonction de H_{ME} sur la **Figure B-7**.

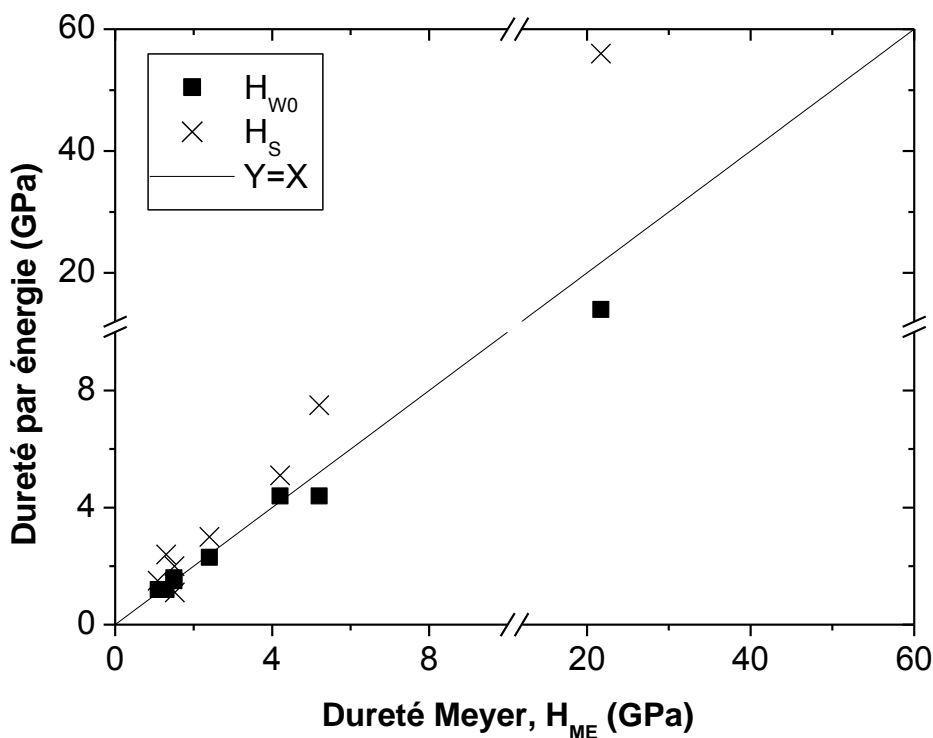


Figure B-7. Représentation de la dureté Meyer obtenue par la méthode classique en fonction de la dureté obtenue à partir du calcul énergétique selon la méthode de Stilwell et Tabor [24] et celle de Sakai [30].

Nous remarquons que la méthode qui fournit les meilleurs résultats comparativement à ceux obtenus par la méthode classique est celle proposée par Stilwell et Tabor [24]. Dans le cas de la méthode proposée par Sakai [30], certes on obtient des droites en représentant le travail plastique en fonction de la charge à la puissance 3/2, mais cette méthode ne garantit pas l'obtention de valeurs raisonnables étant donné qu'elle s'applique uniquement pour des matériaux purement plastiques. En d'autres termes, lorsque la contribution élastique est

presque nulle, il est possible d'obtenir des valeurs de dureté proches de celles déterminées par la méthode classique. En effet, la représentation du travail plastique en fonction du travail total montrée sur **Figure B-8** montre que, pour les céramiques, l'écart des points expérimentaux avec la droite identité est maximum. C'est dans ce cas que les valeurs de dureté diffèrent.

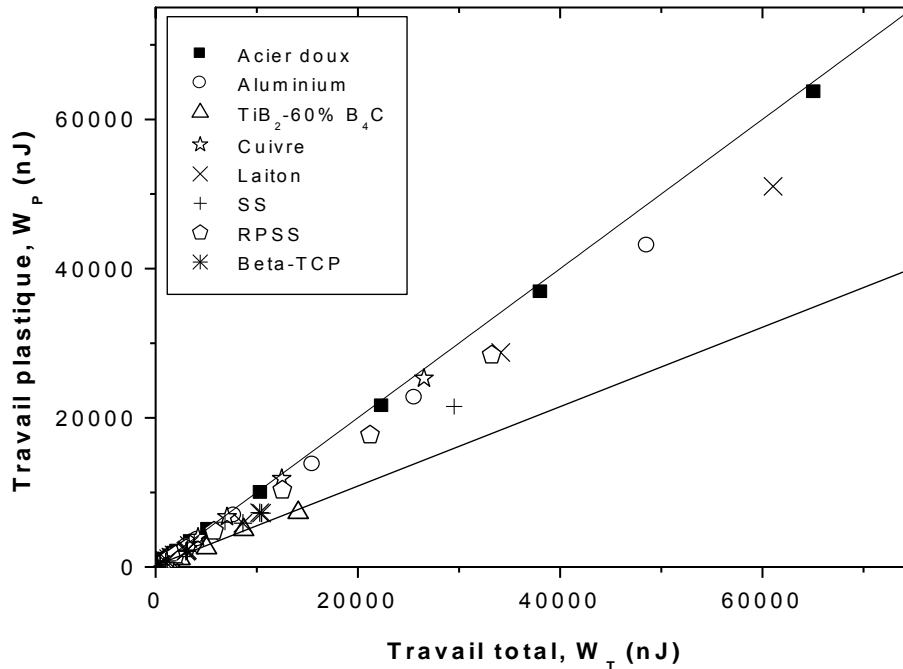


Figure B-8. *Rapport entre le travail plastique et le travail total d'indentation pour les matériaux étudiés.*

Nous venons de voir dans ce chapitre qu'il était possible d'obtenir les mêmes nombres de dureté à partir de plusieurs méthodes d'analyse des courbes de microindentation instrumentée si le défaut de pointe est pris en compte autant dans le calcul de l'aire de contact que dans le calcul du volume de l'empreinte. Ce défaut, souvent négligé dans le domaine de microindentation, doit donc être absolument considéré dans tous types de calcul des propriétés mécaniques par indentation. Dans le chapitre qui suit, nous nous intéressons à l'estimation du module d'élasticité à partir d'une approche simple également basée sur l'énergie d'indentation.

B-III. DETERMINATION DU MODULE D'ELASTICITE PAR ENERGIE D'INDENTATION

Dans ce chapitre, nous proposons une nouvelle approche pour déterminer le module d'élasticité à partir de l'énergie d'indentation en microindentation instrumentée. De manière

simplifiée, le travail d'indentation élastique est représenté par l'aire sous la courbe au déchargement (A_E) correspondant au travail fourni lors du retour de l'indenteur (Fig. B-9).

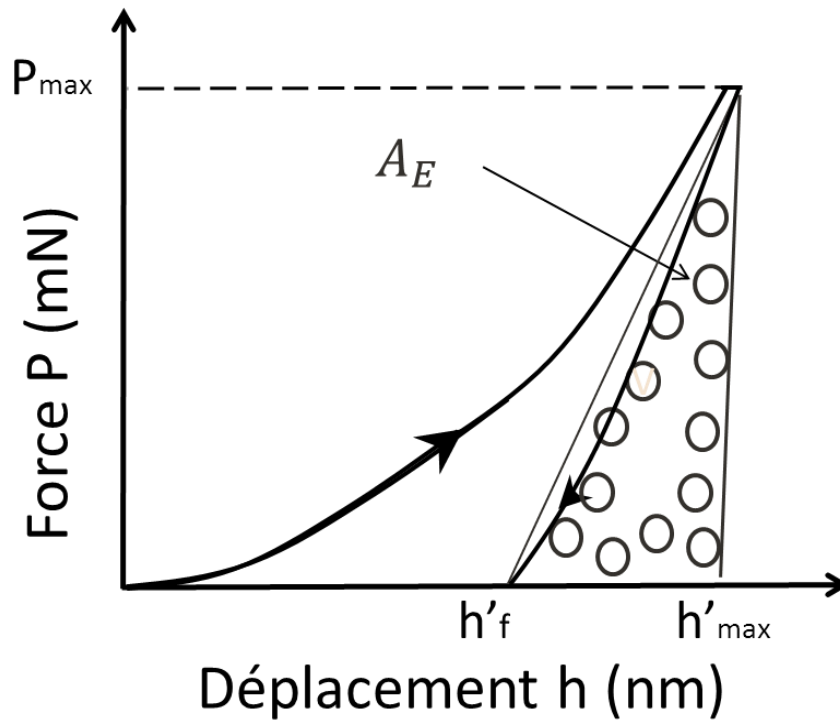


Figure B-9. Représentation schématique du travail par indentation et de l'aire A_E liée au retour élastique de l'indenteur.

La profondeur h'_{max} est la profondeur maximale atteinte lors de l'essai d'indentation et la profondeur h'_f , correspondant à la profondeur de l'empreinte après retrait total de l'indenteur est obtenue par lissage de la courbe au déchargement selon la méthodologie proposée par Oliver et Pharr [17]. Le travail total, W_T , d'indentation est la somme du travail élastique, W_E , et du travail plastique, W_P . Comme nous cherchons une méthode très simple pour fournir une estimation du module d'élasticité, nous pouvons écrire de manière extrêmement simplifiée :

$$W_T = \frac{P}{2}(h'_{max}) \quad (\text{B.14})$$

$$W_E = A_E = \frac{P}{2}(h'_{max} - h'_f) \quad (\text{B.15})$$

Le rapport entre les relations (B.15) et (B.14) permet d'obtenir la relation (B.8) mentionnée plus haut. Tentons maintenant d'introduire le module d'élasticité dans les expressions des énergies. Reprenons pour cela l'équation de Sneddon [11] présentée dans la partie bibliographique de ce mémoire (relation 1.2) que nous pouvons réécrire de la manière suivante :

$$P = E_n(v)\zeta(h')^m \quad (\text{B.16})$$

Où $E_n(v)$ est le module réduit qui tient compte de l'élasticité du matériau. Ici m prend la valeur de 2 puisque l'indenteur utilisé est de type Vickers et le paramètre ζ est fonction de la géométrie de contact.

Pendant le déchargement, le matériau se déforme élastiquement et la force appliquée est proportionnelle au déplacement et, par conséquent, à l'aire de contact. Dans l'équation de Sneddon, nous introduisons un facteur de déformation, Υ , et E_n^* le module réduit qui prend en compte l'élasticité du matériau indenté mais aussi de celui de l'indenteur. Puisque la charge est proportionnelle à la profondeur de pénétration pendant le déchargement, nous pouvons relier la force appliquée à l'aire de contact, Λ , par la relation:

$$P = E_n^* \Upsilon \Lambda \quad (\text{B.17})$$

L'aire de contact Λ représente l'aire réelle du pénétrateur en contact avec le matériau à la charge maximale et se définit par la relation suivante :

$$\Lambda = 4h_c^2(\sqrt{1 + \tan \theta}) \tan \theta \quad (\text{B.18})$$

Où l'angle θ est égal à 68°.

Le facteur Υ qui correspond à la déformation que subit le matériau au déchargement est :

$$\Upsilon = \frac{(h'_{max} - h'_f)}{h'_{max}} \quad (\text{B.19})$$

Ainsi, En remplaçant les équations (B.18) et (B.19) dans la relation (B.17), on obtient la relation suivante :

$$P = 4(h'_{max} - h'_f) \frac{h_c^2}{h'_{max}} (\sqrt{1 + \tan \theta}) \tan \theta E_n^* \quad (\text{B.20})$$

En introduisant la relation (B.20) dans la relation (B.15), on obtient l'équation :

$$W_E = X \cdot E_n^* \quad \text{avec } X = \frac{1}{2} \frac{(h'_{max} - h'_f)^2}{h'_{max}} \cdot \Lambda \quad (\text{B.21})$$

La **Figure B-10** représente la variation de l'énergie élastique, W_E , calculée expérimentalement en fonction du paramètre X de la relation (B.21) pour les matériaux étudiés.

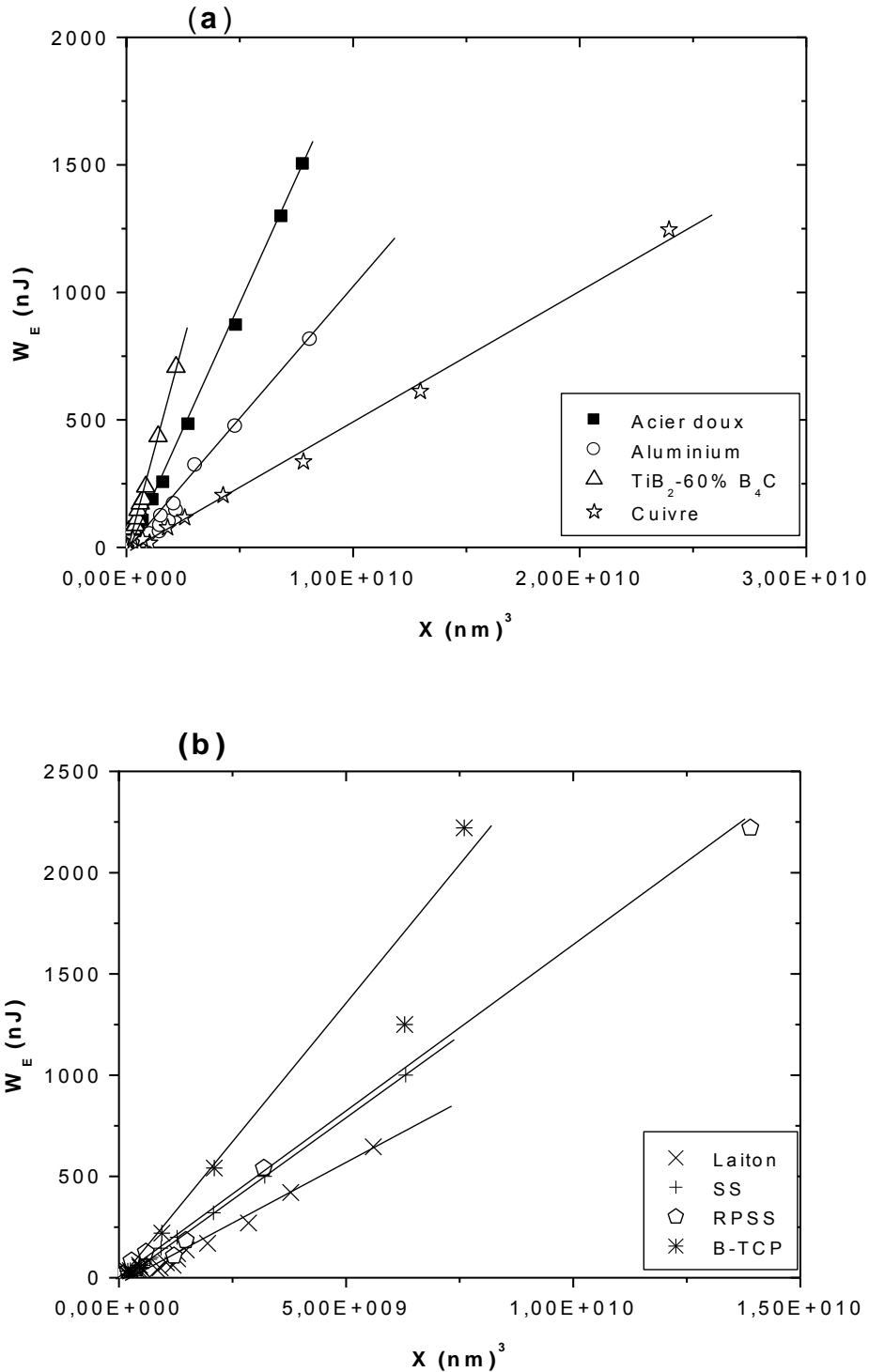


Figure B-10. Représentation du travail élastique en fonction du paramètre géométrique X .

La **Figure B-10** montre que la relation entre l'énergie élastique W_E et le paramètre géométrique X est bien linéaire comme le laissait présumé l'équation (B.21). Le coefficient de proportionnalité est directement relié au module d'élasticité réduit E_n^* . Le **Tableau B-4** présente les résultats que nous avons obtenus sur les matériaux étudiés.

Tableau B-4. Module réduit calculé selon la nouvelle approche énergétique simplifiée.

Matériaux	Aluminium	SS	Laiton	Acier doux	RPSS	TiB ₂ -60% B ₄ C	Cuivre	β-TCP
E_n^* (GPa)	89 ± 1	160 ± 1	90 ± 1	191 ± 1	174 ± 3	398 ± 4	53 ± 1	284 ± 7

Dans la **Figure B-11**, nous comparons les modules réduits obtenus à partir de la nouvelle approche énergétique et ceux obtenus à partir de la méthodologie d'Oliver et Pharr [17] et celle de Loubet *et al.* [18-20]. Nous remarquons que la nouvelle approche est globalement en bon accord avec les méthodes usuelles pour l'aluminium, le laiton, les aciers inoxydables SS et RPSS, l'acier doux et la céramique TiB₂-60% B₄C puisque leurs valeurs se situent proches de la droite identité. Par contre, l'écart observé entre les valeurs du module du cuivre et de la biocéramique β-TCP est plus important.

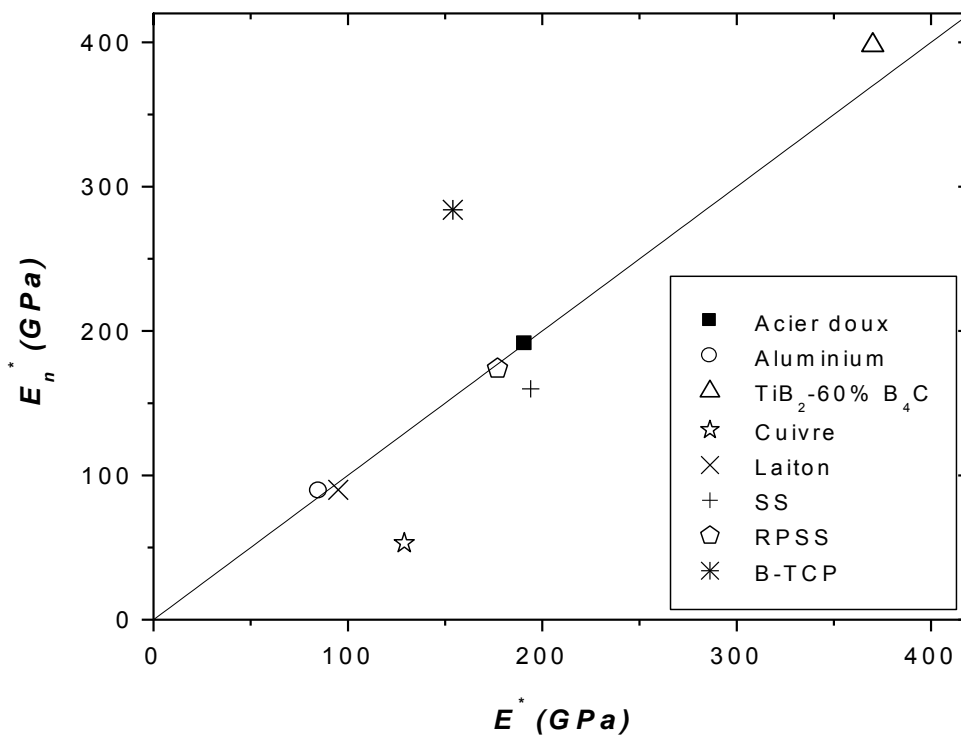


Figure B-11. Comparaison entre le module réduit obtenu à partir de la nouvelle approche énergétique et celui obtenu par la méthode classique.

B-IV. CONCLUSION

Dans ce chapitre, nous avons cherché à comparer les valeurs de dureté obtenues par les méthodes classiques et à partir des énergies d'indentation. En utilisant l'approche proposée par Stilwell et Tabor, nous avons obtenu des variations de grande amplitude de la dureté avec l'inverse de la profondeur d'indentation ce qui laissait supposer une sensibilité importante de l'approche énergétique avec l'effet de taille en indentation. Toutefois, la prise en compte du

défaut de pointe dans le calcul du volume de l'empreinte, en soustrayant simplement le volume de la partie indentée de la pointe au volume total d'une empreinte idéale, permettait de réduire quasiment à néant le soi-disant effet de taille. Nous montrons ici une fois de plus l'absolue nécessité de considérer le défaut de pointe dans tous types de calcul des propriétés mécaniques, que ce soit dans l'aire de contact ou dans le volume de l'empreinte. Nous verrons d'ailleurs dans le chapitre suivant qu'il faut améliorer encore la correction du défaut de pointe lorsque l'indentation est réalisée dans le domaine de la nanoindentation.

D'autre part, nous proposons une approche simple permettant d'estimer le module d'élasticité à partir de l'énergie élastique calculée à partir de l'aire sous la courbe d'indentation au déchargement. C'est une approche qui permet d'avoir un ordre de grandeur du module d'élasticité qui n'a pas vocation à supplanter les méthodes classiques d'Oliver et Pharr ou de Loubet *et al.*, mais qui permet toutefois de s'affranchir de la connaissance du mode de déformation autour de l'empreinte, lequel influe sur le calcul de l'aire de contact.

- PARTIE C -

AIRE DE CONTACT EN NANOINDENTATION

C-I. INTRODUCTION

Nous avons vu précédemment que pour la détermination des propriétés mécaniques des matériaux considérés massifs, homogènes et isotropes, il y a des précautions à prendre en particulier sur la rigidité de la machine, le défaut de pointe et les modes de déformation à la surface du matériau indenté. Par contre pour des matériaux revêtus de films minces, l'approche en indentation est encore plus délicate car le substrat peut interférer dans la mesure des propriétés. En effet, le substrat peut influencer la mesure de la dureté dès que la profondeur de pénétration de l'indenteur est supérieure à environ 10 % de l'épaisseur du film [69, 70]. Pour la détermination du module d'élasticité, le déplacement de l'indenteur doit être inférieur à une valeur limite, qui dépend des propriétés mécaniques à la fois du film et du substrat. Cette valeur est proche de 1 % environ de l'épaisseur du film dur déposé sur un substrat mou [71, 72] et elle peut atteindre 20 % pour un film mou déposé sur un substrat dur [73, 74]. Dans ces conditions, des modèles permettant de séparer l'influence du substrat du film doivent être appliqués. Pour éviter l'application de ces modèles pour lesquels les conditions d'application ne sont pas forcément maîtrisées et dont la précision du résultat peut dépendre de manière significative des paramètres de réglage intrinsèques à chaque modèle, une détermination directe des propriétés mécaniques des matériaux est parfois préférable. Mais une telle détermination nécessite des données d'indentation fiables à des profondeurs de pénétration très faibles. Cela concerne principalement le calcul de l'aire de contact. La fonction d'aire proposée par Oliver et Pharr est certes très précise mais elle fait intervenir de nombreux paramètres de lissage qui nécessite l'utilisation du mode CSM pour être parfaitement bien définie. Cependant, ce mode n'est pas toujours disponible sur les instruments de mesure. C'est le cas de notre instrument en microindentation fourni par la société CSM Instrument de Suisse. C'est pourquoi dans cette partie du mémoire, nous proposons une relation permettant de calculer l'aire de contact aussi précisément que possible pour le cas de très petites charges à partir d'une seule donnée, la longueur de la tronçure de la pointe de l'indenteur. Ce modèle est appliqué à la détermination du module d'élasticité et la dureté d'un film mince TiHfCN de 2,6 μm d'épaisseur par nanoindentation.

C-II. MODELES DE CALCUL DE L'AIRE DE CONTACT

La détermination de l'aire de contact se fait habituellement à l'aide de résultats d'indentation réalisés sur la silice fondue utilisée comme matériau de calibration en nanoindentation. Pour ce matériau, le module d'élasticité et le coefficient de Poisson sont parfaitement connus et valent respectivement 72 GPa et 0,17. En analysant la partie qui correspond au déchargement d'une courbe obtenue par indentation instrumentée, Oliver et Pharr [17] propose de relier l'aire de contact, A_C , au module réduit, E^* , par le moyen de la complaisance totale du system, C_T , et la rigidité de la machine, C_f , suivant la relation :

$$\sqrt{A_C} = \frac{\sqrt{\pi}}{2\beta} \frac{1}{C_T - C_f} \frac{1}{E^*} \quad (C.1)$$

Où β est un facteur de correction dont la valeur dépend de son auteur [38]. Dans notre cas $\beta = 1,034$ valeur déterminée par King [39] en utilisant la méthode par élément finis.

Le module réduit, E^* , est définie par la relation :

$$\frac{1}{E^*} = \frac{1-\nu^2}{E} + \frac{1-\nu_i^2}{E_i} \quad (C.2)$$

Où E_i et ν_i correspondent au module d'élasticité et au coefficient de Poisson de l'indenteur, respectivement 1140 GPa et 0,07 dans le cas du diamant [22]. E et ν sont quant à eux le module d'élasticité et le coefficient de Poisson de l'échantillon. L'application de cette relation au cas de la silice fondue donne un module réduit de 69,6 GPa.

Pour un indenteur Berkovich de forme parfaite, l'aire de contact de la relation (C.1), est une fonction de la profondeur de contact, h_C , et s'exprime de la manière suivante :

$$A_C = \pi h_C^2 \tan^2 \psi = 24,56 h_C^2 \quad (C.3)$$

Où $\psi = 70,3^\circ$ représente le demi-angle effectif d'un cône équivalent à un indenteur Berkovich et h_C est la profondeur de contact, c'est la profondeur sur laquelle le matériau reste en contact avec l'indenteur.

Pour prendre en compte l'émoussement de l'indenteur Berkovich, Oliver et Pharr [17] proposent la fonction d'aire de contact suivante :

$$A_C = 24,56 h_C^2 + C_1 h_C^1 + C_2 h_C^{1/2} + C_3 h_C^{1/4} + \dots + C_8 h_C^{1/128} \quad (C.4)$$

Le premier terme de la relation (C.4) décrit un indenteur pyramidal de forme parfaite. Les autres termes correspondent à la déviation du défaut de pointe de la forme conique. Les paramètres C_1 à C_8 sont des constantes déterminées expérimentalement. Dans la pratique, le nombre de coefficients de lissage de l'équation (C.4) est souvent limité à 4. En utilisant un logiciel d'analyse développé par la société « Agilent Technology », les valeurs suivantes ont été trouvées pour notre instrument : $C_1 = 1020 \text{ nm}$, $C_2 = 2180 \text{ nm}^{3/2}$, $C_3 = -19,290 \text{ nm}^{7/4}$ et $C_4 = 16,680 \text{ nm}^{15/8}$.

La **Figure C-1** représente le module réduit de la silice fondue en fonction du déplacement de l'indenteur. Le module réduit a été calculé à partir de l'équation (C.1) en prenant en compte l'aire de contact de la relation (C.4) proposée par Oliver et Pharr [17] et les constantes déterminées. On peut observer sur cette figure qu'après une profondeur de pénétration d'environ 5 à 10 nm, le module réduit est constant.

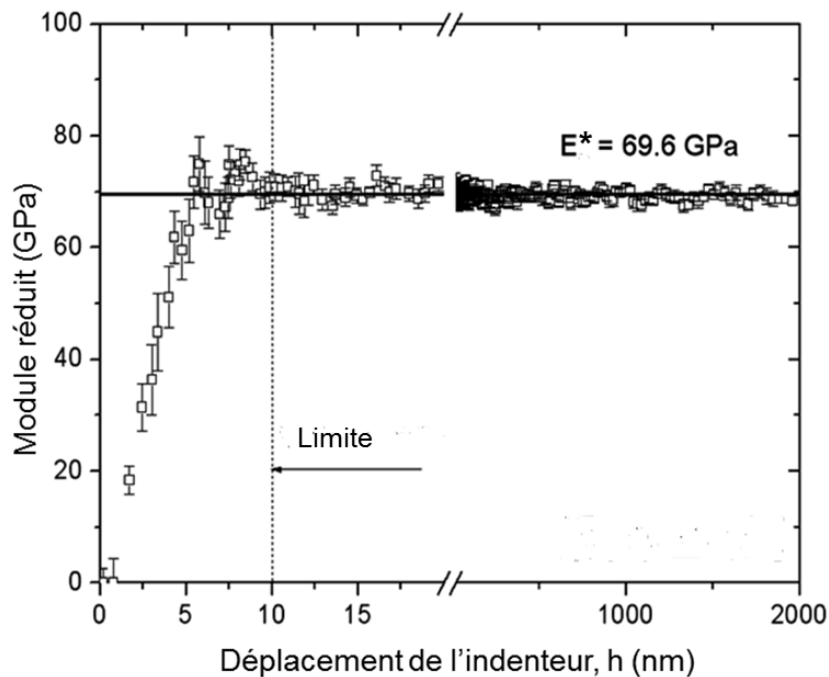


Figure C-1. *Module réduit de la silice fondue calculée à partir de l'expression de l'aire de contact d'Oliver et Pharr en fonction du déplacement de l'indenteur.*

Pour réduire le nombre de constantes qu'il faut déterminer, et aussi pour donner un sens physique aux paramètres d'ajustement, des polynômes de second degré décrivant la fonction d'aire de contact ont été proposés. Par exemple, Hermann et al. [75] propose de représenter la racine carrée de l'aire de contact comme une fonction linéaire de la profondeur de contact :

$$\sqrt{A_C} = ah_C + b \quad (\text{C.5})$$

Où a et b sont des paramètres d'ajustement.

Pour donner un sens physique aux paramètres a et b de la relation précédente, Thurn and Cook [76] proposent de réécrire la relation (C.5) de la manière suivante :

$$\sqrt{A_C} = \frac{h_C}{C_1} + \frac{C_2}{C_1} \quad (\text{C.6})$$

Avec $C_1 = \frac{1}{\sqrt{\pi} \tan \psi}$ et $C_2 = \frac{1}{2\pi R}$ et où R est le rayon de la pointe de l'indenteur.

De manière semblable, en introduisant le défaut de pointe de l'indenteur et l'angle au sommet, Troyon et Huang [39] propose la relation suivante:

$$\sqrt{A_C} = \alpha \cdot \sqrt{\pi} \tan \psi \cdot (h_C + h_b) \quad (\text{C.7})$$

Cependant cette relation simple n'est valable que pour des profondeurs de pénétration supérieure à une valeur limite égale à environ 200 nm. Il est clair que les équations (C.5) à (C.7) servent à représenter la racine carrée de l'aire de contact comme une fonction linéaire de la profondeur de contact. La Figure C-2 montre l'application d'une fonction linéaire pour représenter les résultats obtenus sur la silice fondue et le modèle d'Oliver et Pharr pour le calcul de la fonction d'aire de contact.

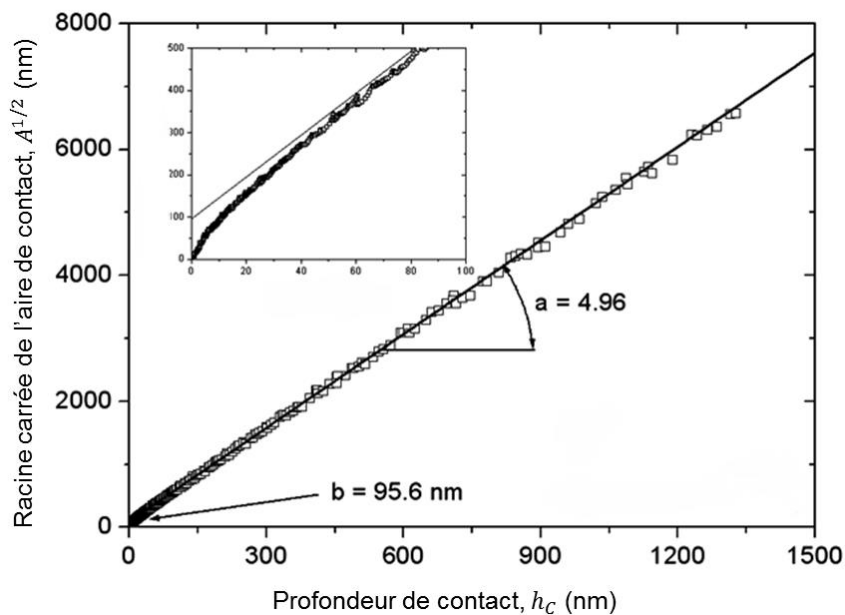


Figure C-2. Représentation de la racine carrée de l'aire de contact théorique calculée selon la méthodologie d'Oliver et Pharr en fonction de la profondeur de contact pour la silice fondue.

D'après la **Figure C-2**, il est clair que les fonctions d'aire de contact citées précédemment ne peuvent pas être appliquées à des profondeurs de pénétration très faibles puisque lorsque la profondeur de pénétration tend vers zéro, l'aire de contact présente une valeur finie, qui n'a pas de signification physique. Pour ces raisons, ces auteurs ont probablement limité l'utilisation des équations (C.5) à (C.7) aux profondeurs de pénétration supérieures à une valeur limite d'au moins 100 à 200 nm. Ainsi, la régression linéaire doit être effectuée après avoir atteint cette profondeur critique de pénétration, afin d'éviter la déviation de l'aire de contact entre la représentation linéaire et expérimentale clairement visible au début de la pénétration de l'indenteur (*zoom de la Figure C-2*).

Les coefficients de régression qui sont indiqués sur la **Figure C-2** ont été obtenus à partir de l'ajustement des données d'indentation comprises entre 200 nm et la profondeur de pénétration maximale. En raison de ces conditions de mesure, il est à remarquer que la pente est égale à 4,96 ce qui est exactement la valeur théorique de l'inverse de C_1 dans l'équation (C.6). Ce résultat indique que la valeur α de l'équation (C.7) de Troyon et Huang [39], est égal à 1. Le rayon R de l'équation (C-6), également calculé à partir de ces données, se trouve être égal à 75,4 nm, tandis que la longueur du défaut de pointe de l'indenteur, h_b , de l'équation (C.7) est égale à 19,3 nm.

En conclusion, les différents modèles peuvent être appliqués valablement dans un domaine de pénétration bien déterminés. Le choix dépendra donc de la plage de profondeurs requises pour l'analyse, qui à son tour dépend de la nature de l'échantillon et de ses caractéristiques. Dans tous les cas, il peut être observé que la plupart de ces modèles nécessite une procédure d'étalonnage pour la détermination des paramètres pour lequel le mode CSM est particulièrement aidant. Dans le cas de la microindentation et lorsque l'application du mode CSM n'est pas possible, le modèle de Troyon et Huang [39] impliquant l'utilisation du défaut de pointe sans paramètre d'ajustement est généralement utilisé dans un domaine de validité réduit à des profondeurs supérieures à une valeur d'environ 200 nm. Pour réduire ce domaine de validité à seulement quelques nanomètres, nous proposons un nouveau modèle de calcul d'aire de contact.

C-III. NOUVEAU MODELE D'AIRE DE CONTACT

Le nouveau modèle que nous proposons est basé sur les fonctions développées par Antunes et *al.* [77] et par Berla et *al.* [78]. Notre nouvelle fonction d'aire de contact consiste à additionner deux termes (*un linéaire et l'autre exponentiel*) de la manière suivante :

$$\sqrt{A_C} = (\sqrt{\pi} \tan \psi) \left[h_C + h_b \left(1 - \exp \left[-2 \frac{h_C}{h_b} \right] \right)^{3/2} \right] \quad (\text{C.8})$$

Où le défaut de pointe, h_b , peut être déterminé par une régression linéaire ou estimée à partir d'une observation en microscopie électronique.

C-III.1 Estimation du défaut de pointe

Pour la détermination du défaut de pointe de l'indenteur Berkovich, nous avons appliqué l'équation (C.8) à l'étude de la silice fondue. Pour déterminer sa valeur, la racine carrée de l'aire de contact a été tracée en fonction de la profondeur de contact, comme le montre la **Figure C-3**.

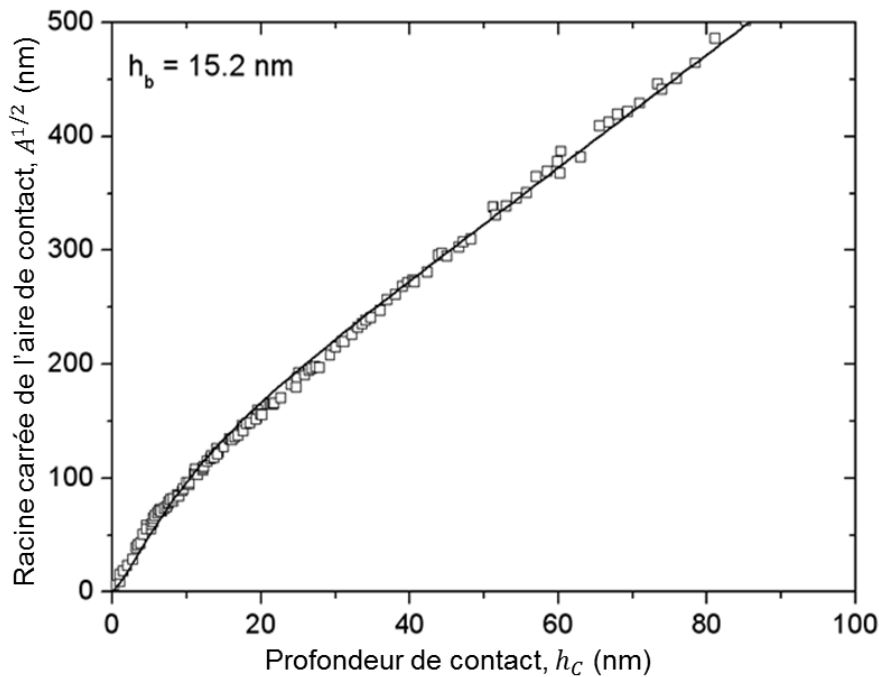


Figure C-3. Représentation de la racine carrée théorique de l'aire de contact calculée selon le nouveau modèle en fonction de la profondeur de contact sur la silice fondue.

Cette figure montre que l'équation (C.8) décrit de manière très satisfaisante les données expérimentales. La valeur de la longueur de la troncature est trouvée environ égale à 15,2 nm. Il est important de noter que la valeur de h_b peut également être estimée

Développement des méthodes d'analyse en indentation instrumentée.
approximativement par régression linéaire sur les grandes données de profondeur de pénétration supérieure à 200 nm, en négligeant le terme exponentiel et en évitant ainsi la procédure d'étalonnage et l'estimation du défaut par observation en microscopie. Cette méthode est analogue à l'utilisation du modèle de Troyon et *al.* [39] lorsqu'il est supposé que $\alpha = 1$. La valeur trouvée avec ce modèle donne sensiblement la même valeur du défaut de pointe, entre 15 et 20 nm.

Pour valider notre modèle, nous avons estimé la valeur de h_b par microscopie électronique à balayage à haute résolution. Le microscope utilisé est un microscope électronique à balayage à émission de champ de marque HITACHI, de type S-4300 SE/N. L'instrument permet l'utilisation d'une tension d'accélération comprise entre 0,5 et 30 kV, ce qui peut conduire à une résolution de 1,5 nm à un agrandissement de 500 000 X, à une pression de 10^{-6} Pa. La **Figure C-4** montre une photographie de la pointe du pénétrateur à très fort grossissement et à haute résolution.

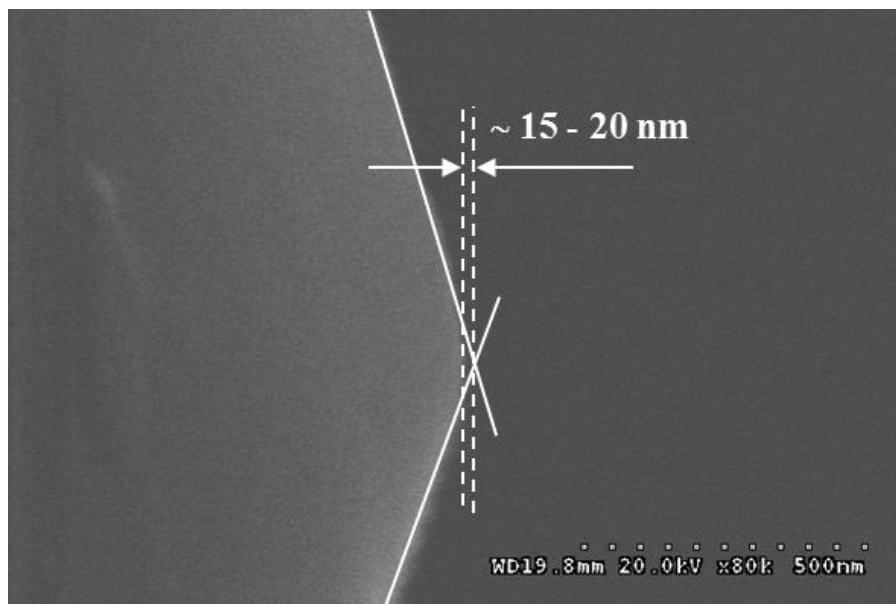


Figure C-4. *Estimation de la taille du défaut de pointe de l'indenteur Berkovich par microscope électronique à balayage à haute résolution en utilisant un faisceau d'électrons secondaires de tension d'accélération égale à 20 kV, un grossissement de x 80K et 51 μ A de courant.*

Dans notre cas, la longueur de troncature de l'indenteur utilisé est comprise entre 15 et 20 nm, conformément aux valeurs obtenues par ajustement à l'aide des différentes fonctions d'aire de contact. Dans tous les cas, le modèle proposé peut remplacer avantageusement le

Développement des méthodes d'analyse en indentation instrumentée.
 modèle d'Oliver et Pharr pour étudier les déplacements de l'indenteur sur les très faibles profondeurs inférieures à 100 nm. Il est clair que le modèle d'Oliver et Pharr faisant intervenir au moins 4 coefficients de lissage reste, et restera, le plus précis. C'est pourquoi nous suggérons l'application de notre modèle que dans les cas où le mode CSM n'est pas disponible sur l'équipement d'indentation.

C-III.2 Application au cas de la silice fondue

La **Figure C-5** représente la variation du module réduit en fonction du déplacement de l'indenteur en utilisant la nouvelle fonction d'aire de contact.

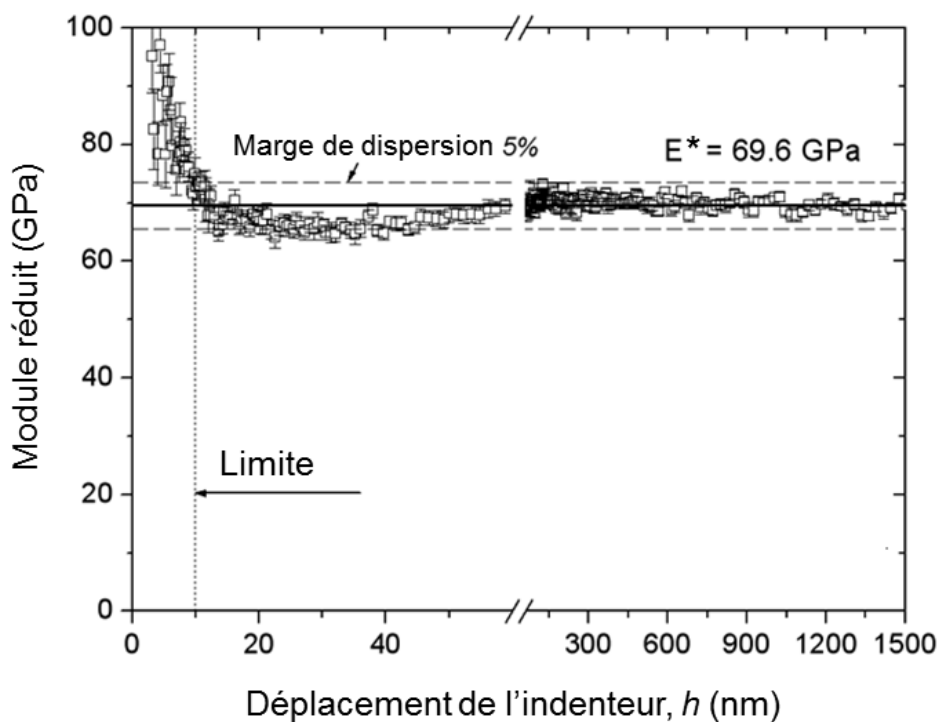


Figure C-5. *Module réduit de la silice fondue en fonction du déplacement de l'indenteur en utilisant la nouvelle fonction d'aire de contact.*

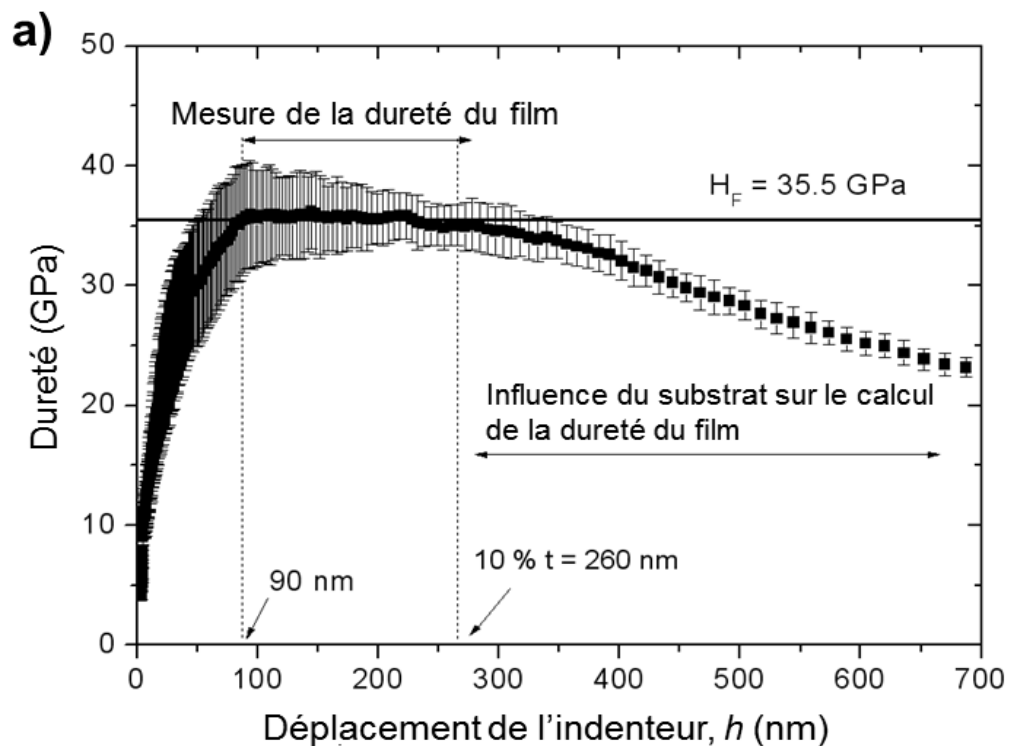
La **Figure C-5** montre que, lorsqu'on utilise la fonction d'aire de contact définie à l'équation (C.8) pour le calcul du module réduit de la silice fondue, que la prédiction est très correcte pour les déplacements du pénétrateur supérieurs à environ 50 nm, alors qu'un écart entre 10 et 50 nm de la profondeur de pénétration peut être observé. A noter que cet écart est tout à fait acceptable puisque la variation se situe seulement entre $\pm 5\%$ de la valeur moyenne du module réduit, ce qui est une déviation standard pour un module d'élasticité. En outre, il est important de noter que l'application des modèles d'Antunes et *al.* [77] et de

Berla et al. [78] montrent la même variation typique pour les plus faibles profondeurs de pénétration, contrairement au modèle d'Oliver et Pharr [17], qui est très précis jusqu'à une profondeur proche de 10 nm, comme indiqué sur la **Figure C-1**. Cependant, l'avantage d'un tel modèle par rapport à celui proposé par Oliver et Pharr [17] est que la fonction d'aire de contact peut être estimée à partir de la connaissance d'un seul paramètre, à savoir le défaut de pointe, qui peut être estimé par observation en microscopie électronique à balayage. Nous allons maintenant appliquer le nouveau modèle à la détermination des propriétés mécaniques du film mince de TiHfCN d'épaisseur de 2,6 μm .

C-III.3 Application à l'étude du film mince TiHfCN

a) Détermination de la dureté.

La dureté du matériau revêtu est calculée avec la nouvelle fonction d'aire. Cette dureté est représentée en fonction du déplacement de l'indenteur sur la **Figure C-6a**.



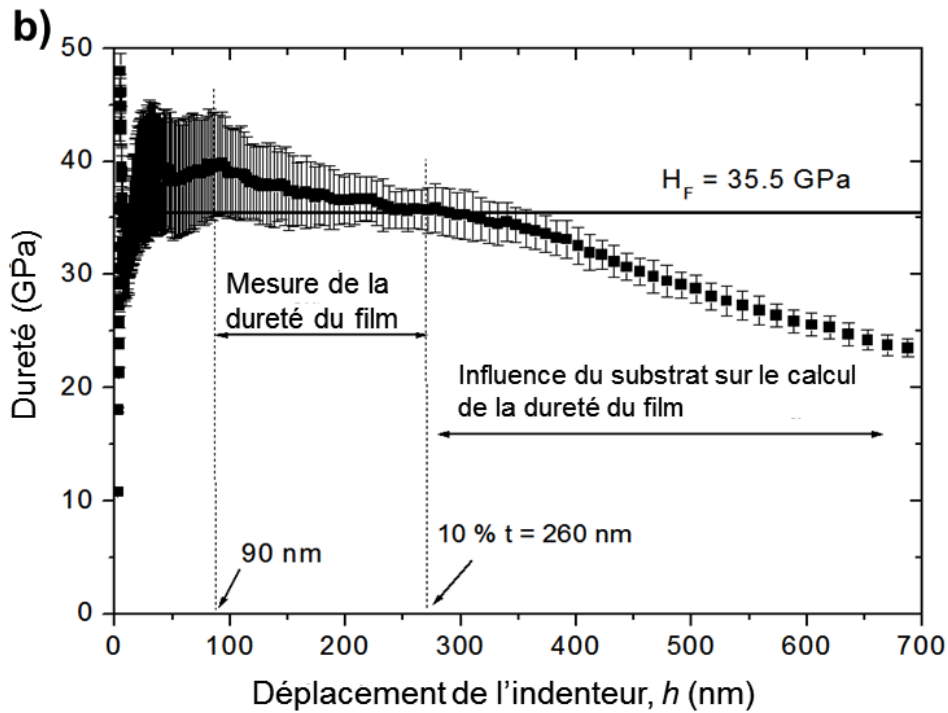


Figure C-6. Détermination de la dureté du film mince de TiHfCN en utilisant (a) l'équation (C.8) pour calculer la dureté et (b) l'équation (C.7) du modèle de Troyon.

La **Figure C-6a** montre clairement que la dureté mesurée est constante et égale à $35,5 \pm 3$ GPa entre 90 et 260 nm. A noter que l'application du modèle de Troyon et *al.* [35] donne une variation de la dureté dans cette même plage de profondeurs de pénétration et que la dureté tend à diminuer lorsque le déplacement de pénétrateur augmente comme le montre la **Figure C-6b**. Le modèle d'Oliver et Pharr a aussi été appliqué sur les données d'indentation obtenues pour le film mince de TiHfCN et le résultat obtenu est très similaire au résultat présenté dans **Figure C-6a**, ce qui confirme la bonne mise en place de l'aire de contact de l'équation (C.8).

Toutefois, on peut noter que le changement de dureté observé sur la **Figure C-6a** apparaît lorsque le déplacement de l'indenteur est proche de 260 nm, ce qui correspond à 10 % de l'épaisseur du film. Ce point confirme la règle générale du 10 % donnée par [69, 70]. Pour les plus faibles déplacements, une diminution rapide de la dureté est observée pour des profondeurs inférieures à 90 nm. Notez que cette valeur est très élevée par rapport aux 10 nm obtenus sur l'échantillon d'étalonnage pour la variation du module d'élasticité. Cette différence a de quoi interpeller. Afin d'en comprendre ou d'en expliquer l'origine, nous avons représenté la variation de dureté calculée avec les mêmes données expérimentales utilisées pour le module d'élasticité de la silice fondue et en utilisant la nouvelle fonction d'aire de

contact. La **Figure C-7** montre aussi que la dureté de la silice change à la même valeur de profondeur.

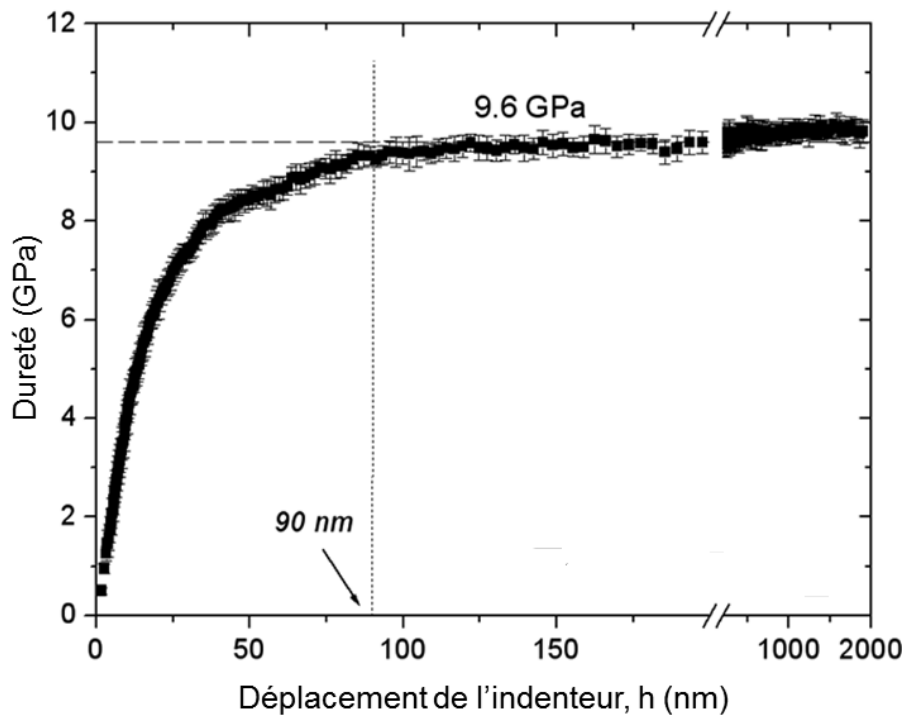


Figure C-7. *Variation de la dureté obtenue sur la silice fondue, en utilisant la nouvelle fonction d'aire de contact de l'équation (C.7).*

Il est intéressant de noter que la valeur limite de 90 nm est observée pour la dureté alors que 10 nm est obtenue pour l'étude du module réduit de la silice avec les mêmes données expérimentales (**Figure C-5**). De la même manière, si la calibration de l'aire de contact se fait à partir de la variation de la dureté de la silice à 9,6 GPa, il est possible d'obtenir une dureté constante dès 10 nm de profondeur, avec bien évidemment des coefficients de la relation d'Oliver et Pharr différents. Par contre, c'est le module d'élasticité qui va varier jusqu'à la profondeur de 90 nm. Nous n'avons pas d'explications à ce phénomène mais il montre clairement le rôle prépondérant de la calibration de l'aire de contact. Il est à noter que la nouvelle fonction qui ne fait pas appel à des coefficients de calibration conduit à une variation de la dureté en extrême surface jusqu'à la profondeur de 90 nm. Quelle que soit l'approche que l'utilisateur va adopter, nous lui conseillons d'étudier la variation de dureté dans un intervalle de déplacements en accord avec la variation de dureté obtenu sur l'échantillon de calibration, c'est à dire pour des profondeurs de pénétrations supérieures à 90 nm au lieu de 10 nm, qui est la valeur trouvée lors de l'étalonnage avec le module réduit. Enfin, la **Figure C-6a** montre que la dureté du film est constante entre 90 et 260 nm, ce qui

confirme que le film de TiHfCN n'est pas sensible à l'effet de taille. En conclusion, la dureté du film mince TiHfCN est égale à $35,5 \pm 3$ GPa.

b) Détermination du module d'élasticité.

La **Figure C-8** représente la variation du module d'élasticité réduit du couple substrat/film en fonction du déplacement de l'indenteur. Ici, le module réduit est calculé à partir du nouveau modèle d'aire de contact de l'équation (C-8).

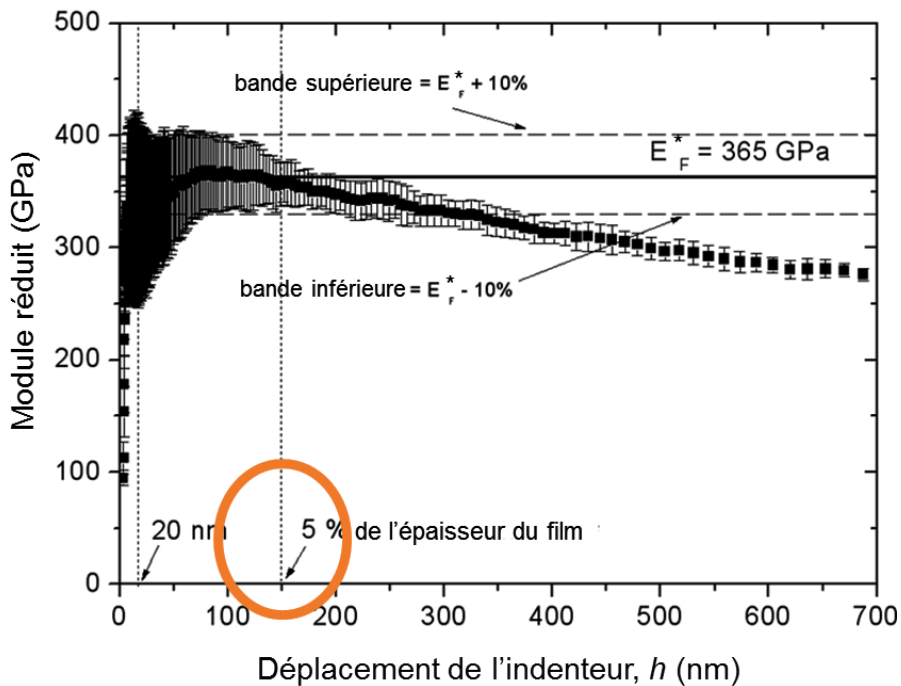


Figure C-8. *Variation du module réduit obtenue sur la silice fondue, en utilisant la nouvelle fonction d'aire de contact de l'équation (C-8).*

La valeur du module d'élasticité tend à devenir constante pour des déplacements du pénétrateur inférieurs à une valeur voisine à 150 nm, ce qui correspond environ à 5 % de l'épaisseur du film d'épaisseur de $2,6 \mu\text{m}$. Dans cette étendue de déplacement de l'indenteur, le module réduit est égal à 365 GPa, avec une variation de l'ordre de $\pm 10\%$ autour de cette valeur moyenne. Cette bande de dispersion est indiquée par les limites supérieure et inférieure sur la **Figure C-8**. Pour des profondeurs de pénétration supérieures à 150 nm, le module d'élasticité réduit diminue dû à l'influence du substrat sur la mesure. Dans cette zone, le module réduit décroît vers la valeur correspondant à celle du substrat. En conclusion, le module d'élasticité du film TiHfCN est égal à 490 GPa si l'on considère une valeur de 0,3 pour le coefficient de Poisson en l'absence de valeur disponible pour ce

Développement des méthodes d'analyse en indentation instrumentée.

matériau. En outre, nous pouvons noter que le domaine de validité de l'analyse de la variation de module d'élasticité commence à partir de 20 nm en fonction de la limite obtenue avec l'analyse de la silice fondue, contrairement de la variation de la dureté qui est limitée à 90 nm.

Par ailleurs, il nous semble intéressant de comparer la mesure directe obtenue ci-dessus avec les prévisions de modèles permettant de séparer la contribution du substrat. En effet, pour des épaisseurs de film plus faibles, il est possible de ne pas obtenir une zone de valeurs constantes du module d'élasticité d'où l'importance des modèles. Dans un travail précédent de l'équipe [79], différents modèles ont été testés sur le même film mince. Parmi les modèles [80-83], celui d'Antunes et al. [83] a conduit à la meilleure prédiction. Ce modèle propose une représentation du module du composite comme une combinaison de ceux du substrat et du film en fonction de la profondeur de pénétration, h , et l'épaisseur du film, t , par l'intermédiaire d'un paramètre ϕ précédemment proposés par Gao et al. [82]. La relation est la suivante :

$$\frac{|1/E_C^* - 1/E_S^*|}{|1/E_F^* - 1/E_S^*|} = \phi = \frac{2}{\pi} \arctan \xi + \frac{1}{2\pi(1-\nu)} \left[(1 - 2\nu)\xi \ln \left(\frac{1+\xi^2}{\xi^2} \right) - \frac{1}{1+\xi^2} \right] \quad (\text{C.9})$$

Où pour l'indenteur Berkovich, ξ est égal à $(t/[h \cdot \tan \psi])$ et ψ correspond au demi-angle équivalent d'un indenteur conique.

La **Figure C-9** représente l'inverse du module réduit en fonction du paramètre ϕ comme le suggère l'équation (C.9). Cette figure montre que la variation peut être correctement représentée par une droite sur une large gamme de valeurs de ϕ . D'après la relation (C.9), lorsque la droite est extrapolée à une valeur de $\phi = 0$, le module réduit du composite est égal à celui du substrat. Par contre, lorsque $\phi = 1$ le module réduit est celui du film. Dans notre cas, le module réduit prend la valeur de 390 GPa, ce qui conduit à un module élastique de 540 GPa pour le film mince. Ce résultat diffère d'environ 10 % de la valeur de 490 GPa trouvé précédemment au moyen de la détermination directe du module réduit du film. Ceci est attendu car le modèle ne prévoit pas de mesurer une valeur constante du module réduit sur une certaine étendue de profondeurs.

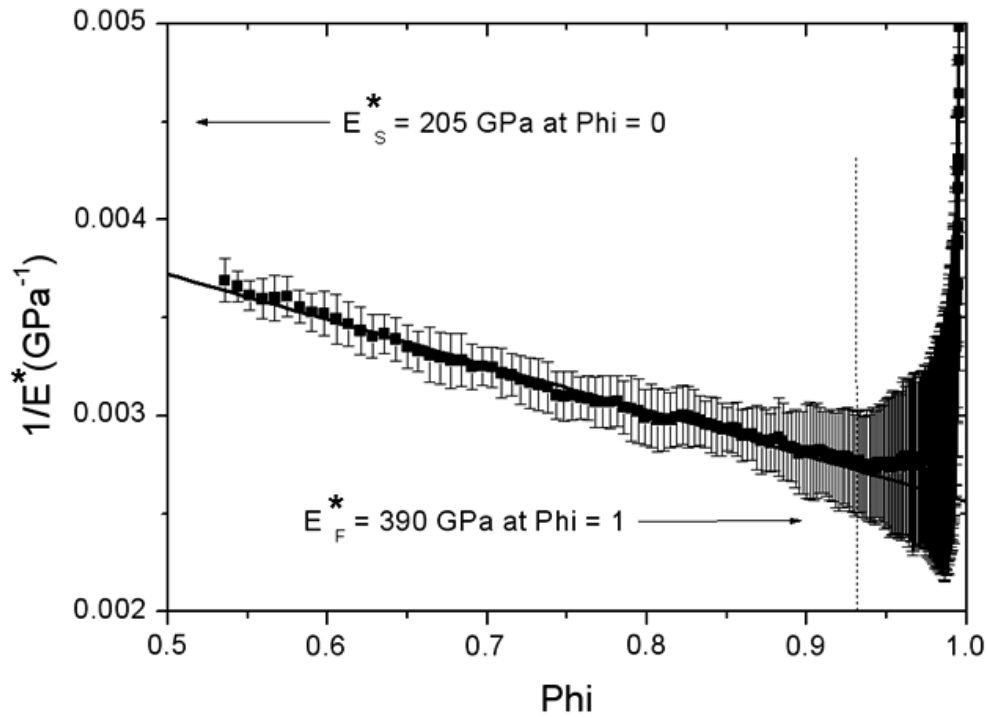


Figure C-9. *Modèle d'Antunes et al. [83] représentant l'inverse du module réduit en fonction du paramètre Phi de Gao et al. [82] appliqué aux données de nanoindentation obtenues sur le film mince de TiHfCN.*

Il est important de noter que la différence entre la valeur prédite par la fonction de Gao *et al.* [82] et la valeur réelle peut s'écarter dans une large mesure en fonction des propriétés élastiques du film et du substrat ainsi que de l'épaisseur du film. Pour estimer cet écart entre les deux valeurs de module élastique réduit, une représentation schématisée de la variation du module en fonction de phi est présentée sur la **Figure C-10**. L'écart est indiqué par ΔE égal à $(Ef_A - Ef_p)$, où Ef_A représente le module réduit effectif du film et Ef_p représente la valeur prédite par le modèle. L'amplitude de cette différence est liée à la distance totale au-dessus de laquelle le substrat n'interfère pas avec la mesure du module d'élasticité, c'est-à-dire lorsque le déplacement du pénétrateur est inférieure à une fraction donnée de l'épaisseur du film h_{film} , et au rapport entre le module du substrat et le film (E_F^*/E_S^*) . L'amplitude entre mesure directe et prédiction du module réduit sera maximale lorsque l'épaisseur du film aura une valeur élevée, et lorsque les modules d'élasticité du film et de substrat seront très différents.

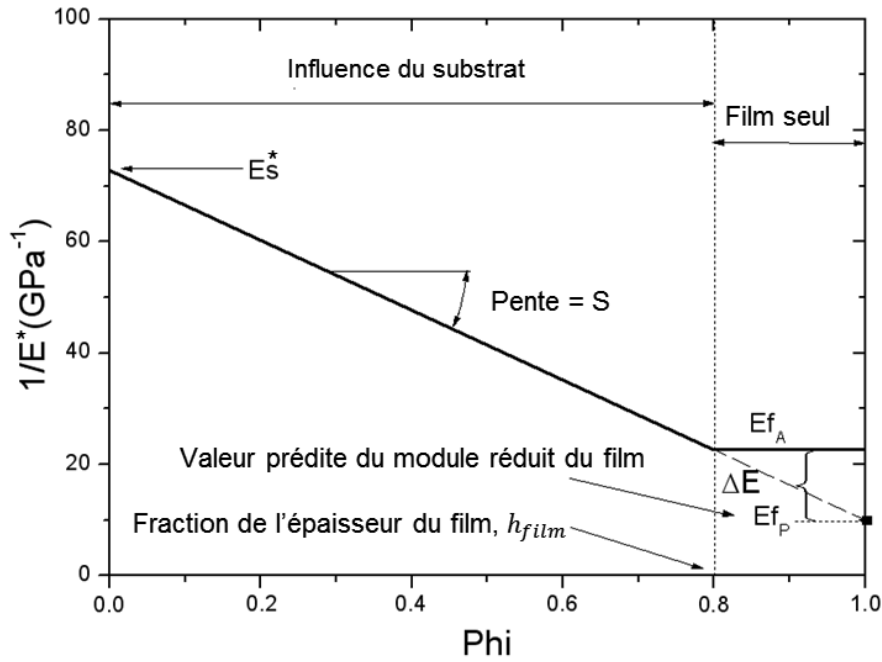


Figure C-10. Schématisation du modèle d'Antunes et al. [83] représentant l'inverse du module réduit en fonction du paramètre Φ de Gao et al. [82].

C-IV. CONCLUSION

La détermination de valeurs cohérentes des propriétés mécaniques de matériaux par indentation nécessite clairement la prise en compte de l'influence du défaut de pointe du pénétrateur. Par conséquent, pour calculer l'aire de contact, une approche alternative est proposée à celle d'Oliver et Pharr dans laquelle seule la longueur du défaut de pointe du pénétrateur est introduite dans un modèle mathématique à deux termes. Il a été montré que l'aire de contact obtenue par calibration et la caractérisation mécanique d'un film mince en utilisant le modèle proposé donne des résultats très corrects et équivalents à ceux qui ont été obtenus en utilisant la fonction polynomiale d'Oliver et Pharr. Notre modèle est en tous cas préférable à celui de Troyon pour les profondeurs de pénétration inférieures à environ 200 nm. En outre, la fonction d'aire de contact que nous proposons présente des caractéristiques supplémentaires intéressantes :

- i) La fonction peut être appliquée lorsque la longueur du défaut de pointe est estimée par microscopie électronique à haute résolution.
- ii) La fonction peut être facilement calibrée en effectuant un ajustement linéaire de données sur les grandes profondeurs en négligeant les profondeurs de pénétration inférieures à environ 200 nm.

Compte tenu de tous ces aspects, on peut conclure que le modèle proposé peut effectivement être utilisé en tant que fonction d'aire de contact même si une déviation de 5 % a été observée lors de la détermination du module d'élasticité pour des distances inférieures à 50 nm. Enfin, bien que le modèle proposé décrive spécialement des pénétrateurs pyramidaux à trois faces, il pourrait être étendu pour décrire des pénétrateurs coniques en faisant une estimation du défaut de pointe du pénétrateur. Lorsque ce modèle est appliqué à la caractérisation mécanique du film mince de TiHfCN, les valeurs de $35,5 \pm 3$ GPa et 490 ± 50 GPa ont été trouvés respectivement pour la dureté et le module d'élasticité du film.

CONCLUSION GENERALE

Un des objectifs de l'équipe de recherche est de déterminer les propriétés mécaniques et le comportement mécanique de matériaux complexes multi-composants ou modifiés en surface soit par déposition d'un film ou d'un revêtement, soit par action mécanique désirée ou subie comme dans le cas du frottement. Il s'agit en particulier d'appréhender le comportement de patins de frein constitués de plus d'une trentaine d'éléments aux comportements et propriétés très différentes, et ce avant et après usure par freinage. Pour cela, l'indentation instrumentée est apparue comme une technique très appropriée à ce genre d'étude. Par conséquent, avec l'objectif de déterminer des propriétés fiables et représentatives, une bonne maîtrise de la technique et de l'analyse des données se montre indispensable. C'est pourquoi, l'équipe a d'abord cherché à développer les méthodes d'analyse sur des matériaux massifs et homogènes comme peuvent être considérés les aciers, les alliages d'aluminium et de cuivre mais aussi des céramiques dont le comportement mécanique est totalement différent de ces matériaux plus usuels. Nous avons donc focalisé nos travaux sur l'influence que peuvent avoir certains phénomènes ou aspects de l'indentation comme l'influence de la rigidité sur la mesure du déplacement de l'indenteur ou encore l'influence du défaut de pointe sur les calculs d'aire de contact ou de volume d'empreinte. Nous avons également cherché à prédire le mode de déformation du matériau par indentation au voisinage de l'empreinte, mode qui influe sur le calcul de l'aire de contact.

Les principales conclusions de ce travail de thèse sont :

- 1) Il est possible de prédire le mode de déformation à partir d'un simple critère exprimé comme étant le rapport entre la profondeur résiduelle et la profondeur maximale d'indentation. Lorsque ce rapport est inférieur à 0,83, c'est le mode *sinking-in* (*déflexion des faces de l'empreinte*) qui prédomine et pour une valeur supérieure c'est le mode *piling-up* (*bourrelet de déformation en surface*). Pour calculer ce rapport, les données doivent être nécessairement corrigées en prenant en compte la rigidité de l'instrument et le défaut de pointe.
- 2) Le calcul de dureté peut se faire à partir du travail par indentation. Le résultat est comparable à la dureté Meyer calculée en considérant la surface projetée et la profondeur maximale atteinte pendant l'essai d'indentation. En l'absence de la correction liée au défaut de pointe, la dureté se montre sensible à l'effet de taille qui

n'est autre ici qu'un artefact. En effet, la prise en compte du défaut de pointe dans le calcul du volume de l'empreinte lorsque l'indenteur est à sa position maximale permet de réduire drastiquement, voire d'annihiler totalement cet effet de taille. Le calcul du volume de l'empreinte que nous proposons consiste à retrancher au volume du cône idéal de hauteur égale à la profondeur maximale plus la longueur de la troncature, le volume représentatif de l'émoussement, c'est-à-dire le volume d'un cône de hauteur du défaut de pointe. Son calcul est simple et il donne de bons résultats.

- 3) A partir de l'énergie d'indentation, nous proposons un calcul rapide mais relativement approximatif du module d'élasticité à partir des mêmes données de profondeur. Le rapport profondeur résiduelle sur profondeur maximale semble donc être un paramètre pertinent pour représenter le comportement mécanique du matériau.
- 4) Pour les utilisateurs dont l'appareil d'indentation instrumentée ne dispose pas du mode de mesure de la rigidité en continu lors du chargement, nous proposons un modèle de calcul de l'aire de contact qui donne d'excellents résultats, comparables à ceux obtenus avec le modèle d'Oliver et Pharr pour quasiment les mêmes profondeurs d'empreinte. Même s'il est clair que le modèle d'Oliver et Pharr est le plus précis d'entre tous les modèles disponibles à ce jour, notre modèle n'en reste pas moins intéressant car il peut s'affranchir de la procédure de calibration. En effet, il ne nécessite que la connaissance de la longueur de la troncature du défaut de pointe que l'on peut estimer à partir d'observations à forts grossissements par microscopie électronique à balayage, par exemple. Ce modèle a été appliqué pour la détermination des propriétés mécaniques d'un film mince de quelques microns d'épaisseur. Nous sommes arrivés à la conclusion que des modèles d'aire de contact trop approximatif dans ces gammes de profondeurs pouvaient conduire à des conclusions erronées. En particulier, la variation de la dureté aurait pu être attribuée à l'effet de taille en indentation.
- 5) D'autre part, nous avons mis en avant un problème lié à l'utilisation de modèles de détermination du module d'élasticité en séparant la contribution du substrat. En effet, les modèles supposent une variation continue et linéaire entre la valeur du module du substrat et celle du film. Ces modèles ne permettent pas de prévoir une valeur constante du module pour une certaine gamme de profondeurs. Les

Développement des méthodes d'analyse en indentation instrumentée.
prédictions s'écartent de la valeur théorique d'autant plus que l'épaisseur du film est grande et que les propriétés du substrat et du film sont différentes.

L'ensemble de ces résultats est très important et confirme, si nécessaire, l'absolue nécessité de considérer le défaut de pointe dans la détermination des propriétés mécaniques, même aux niveaux de chargement pratiqués dans le domaine de la microindentation, ce qui était jusqu'alors souvent omis ou négligé.

La suite à ce travail consiste à appliquer les méthodologies d'analyse et les corrections à apporter à l'étude de matériaux plus complexes comme ceux entrant dans le cadre d'un système de freinage qui est le cœur des préoccupations de l'équipe de recherche. La spécificité des matériaux utilisés rend plus complexe l'analyse étant donné que tout au long de l'enfoncement du pénétrateur, l'indenteur va rencontrer une diversité de particules, phases et la matrice présents dans le matériau, avec un effet combiné selon le volume indenté. Une analyse en microindentation sur toute la courbe au chargement nous paraît nécessaire et pouvoir fournir des renseignements intéressants sur la répartition des phases, elles-mêmes caractérisées par nanoindentation. Cela devrait permettre d'estimer une taille d'empreinte à partir de laquelle les propriétés mesurées deviendront constantes, laissant supposer une certaine homogénéité du matériau, et donc une certaine représentativité du matériau, à cette échelle de mesure. Pour éviter le choix de la définition de la dureté, l'analyse basée sur le travail fourni par l'indentation nous paraît une piste à approfondir pour l'étude de ce type de matériaux.

Enfin, il m'est apparu clairement tout au long de mon travail de thèse que l'indentation instrumentée était une des techniques les mieux adaptées à l'étude mécanique des matériaux, quelle qu'en soit sa nature. C'est pourquoi je préconise son utilisation avec toutes les réserves d'usage sur les corrections à apporter et les précautions à prendre dans l'interprétation des résultats obtenus.

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [1] A. Martens, *Handbuch der Materialienkunde für den Maschinenbau*. Springer (1898).
- [2] J. B. Pethica, *Microhardness tests with penetration depths less than the ion implanted layer thickness*. Pergamon Press Oxford (1982) pp. 147-156.
- [3] R. L. Smith, G. E. Sandland, *An accurate method of determining the hardness of metals with particular reference to those of high degree of hardness*. Proc. Inst. Mech. Eng. 1 (1922) pp. 623–641.
- [4] D. Newey, M.A. Wilkens, H.M. Pollock, *An ultra-low-load penetration hardness tester*. J. Phys. E. Sci. Instrum. 15 (1982) pp. 119-193.
- [5] D. Stone, W.R. Lafontaine, P. Alexopoulos, T-W. Wu, C. Y. Li, *An investigation of hardness and adhesion of sputter-deposited aluminum on silicon by utilizing a continuous indentation test*. J. Mater. Res. 3 (1988) pp. 141-147.
- [6] V.P. Alechin, G.S. Berlin, *On the method for the micro mechanical test of materials using micro indentation*. Zavodskaja Laboratorija. 4 (1972) p. 488-495.
- [7] F. Frohlich, P. Grau, W. Grellmann, *Performance and analysis of recording microhardness tests*. Phys. Status Solidi (a). 42 (1977) pp. 79-89.
- [8] J. B. Pethicia, R. Hutchings, W.C. Oliver, *Hardness measurement at penetration depths as small as 20 nm*. Philos. Mag. A 48 (1983) pp. 593-606.
- [9] W.C. Oliver, R. Hutching, J.B. Pethicia, *Microindentation techniques in materials and engineering*. ASTM STP889. P.J. Blau and B.R. Lawn, Eds. Amer. Soc. Test. Mater. (1986) pp. 90-108.
- [10] M.F. Doerner, W.D. Nix, *A Method of Interpreting the Data from Depth Sensing Indentation Instruments*. J. Mater. Res. 1 (4) (1986) pp. 601-609.
- [11] I.N. Sneddon, *The relation between load and penetration in the axisymmetric Boussinesq problem for a punch of arbitrary profile*. Int. J. Engng. Sci. 3 (1965) pp. 47-57.
- [12] H. Hertz, *Über die Berührung fester elastischer Körper (On the contact of elastic solids)*. J. Reine Angew. Math. 70 (1882) pp. 156-171.
- [13] J. Menčík, G. Rauchs, J. Bardon, A. Riche, *Determination of elastic modulus and hardness of viscoelastic-plastic materials by instrumented indentation under harmonic load*. J. Mater. Res. 20 (2005) pp. 2660-2669.
- [14] M. Yetna N'Jock, D. Chicot, X. Decoopman, J. Lesage, J.M. Ndjaka, A. Pertuz, *Mechanical tensile properties by conventional spherical indentation using a strain hardening exponent of indentation*. Int. J. Mech. Sci. 75 (2013) pp. 257-264.
- [15] M. Dao, N. Chollacoop, K.J. Van Vliet, T.A. Venkatesh, S. Suresh, *Computational modeling of the forward and reverse problems in instrumented sharp indentation*. Acta Mater. 49 (2001) pp. 3899-3918.

- [16] A. Pertuz, *L'indentation Vickers et Knoop des matériaux massifs ou revêtus : dureté, ténacité et adhérence. Thèse de l'Université de Lille1* (2003).
- [17] W.C. Oliver, G.M. Pharr, F.R. Brotzen, *On the generality of the relationship among contact stiffness, contact area, and elastic modulus during indentation. J. Mater. Res.* 7 (3) (1992) pp. 613-617.
- [18] J.L. Loubet, M. Bauer, A. Tonck, S. Bec, B. Gauthier-Manuel, *Mechanical properties and deformation behavior of materials having ultra-fine microstructures. Kluwer Academic Publishers* (1993) pp. 429-447.
- [19] S. Bec, A. Tonck, J.M. Georges, E. Georges, J.L. Loubet, *Improvements in the indentation method with a surface force apparatus. Philos. Mag.* A74 (1996) pp. 1061-1072.
- [20] G. Hochstetter, A. Jimenez, J.L. Loubet, *Strain-rate effects on hardness of glassy polymers in the nanoscale range. Comparison between quasi-static and continuous stiffness measurements. J. Macro. Sci. Phys.* B38 (1999) pp. 681-692.
- [21] S.I. Bulychev, V.P. Alekhin, M.K. Shorshorov, A.P. Ternovskii, G.D. Shnyrev, *Determination of Young's modulus according to indentation diagram. Zavodskaya Laboratoriya.* 41 (1975) pp. 1137-1140.
- [22] J.E. Field, R.H. Telling, *Fracture and erosion of diamond, Diamond Related Mater.* 8 (1999) pp. 850-854.
- [23] A.E. Giannakopoulos, S. Suresh, *Determination of elastoplastic properties of materials by instrumented sharp Indentation. Scripta Materialia* 40 (10) (1999) pp. 1191-1198.
- [24] N.A. Stillwell, D. Tabor, *Elastic Recovery of Conical Indentations. Proc. Phys. Soc. Lond.* 78 (1961) pp. 169-179.
- [25] M.Kh. Shorshorov, S.I. Bulychev, V.O. Alekhin, *Work of plastic and elastic deformation during indenter indentation. Sov. Phys. Dokl.* 26 (1981) pp. 769-771.
- [26] Fischer-Cripps, *Nanoindentation. Second edition, Springer* (2004) pp. 21-104.
- [27] A.E. Giannakopoulos, P.L. Larsson, R. Vestergaard, *Analysis of Vickers indentation. Int. J. Solids and Structures* 31 (1994) pp. 2679-2708
- [28] Y. Murakami, K. Tanaka, M. Itokazu, A. Shimamoto, *Elastic analysis of triangular pyramidal indentation by the finite-element method and its application to nano-indentation measurement of glasses. Phil. Mag. A.* 69 (1994) pp. 1131-1153.
- [29] G. Pharr, W. Oliver, *An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments. J. Mater. Res.* 7 (1992) pp. 1564-1583.
- [30] M. Sakai, *Energy principle of the indentation-induced inelastic surface deformation and hardness of brittle materials. Acta. Metal. Mater.* 41 (1993) pp. 1751-1758.

- [31] J.R. Tuck, A.M. Korsunsky, S.J. Bull, R.I. Davidson, M. Sakai, *On the application of the work-of-indentation approach to depth-sensing indentation experiments in coated systems*. **Surf. Coat. Technol.** 137 (2001) pp. 217-224.
- [32] Z. Xiang, W. Fenghui, H. Jianye, L. Tiejun, *Determining the mechanical properties of solid oxide fuel cell by an improved work of indentation approach*. **J. Pow. Sour.** 201 (2012) pp. 231-235.
- [33] J. Gubicza, A. Juhász, P. Tasnádi, P. Arató, G. Vörös, *Determination of hardness and elastic modulus from continuous Vickers indentation testing*. **J. Mater. Sci.** 31 (1996) pp. 3109-3114.
- [34] B.R. Lawn, V.R. Howes, *Elastic recovery at hardness indentations*. **J. Mater. Sci.** 16 (1981) pp. 2745-2752.
- [35] N. Panich, V. Kraivichien, S. Yong, *Finite element simulation of nano-indentation of bulk materials*. **J. Sci. Res.** 29 (2004) pp. 145-153.
- [36] Hibbitt, Karlsson, Sorensen, Inc., ABAQUS, Version 6.3, User's Manual, Pawtucket, RI (2002).
- [37] K.E. Peterson, *Silicon as a Mechanical Material*. **Proc. IEEE.** 70 (1982) pp. 420-475.
- [38] R. Von Mises, *Mechanik der festen körper im plastisch deformablen zustand göttin*. **Nachr. Math. Phys.** 1 (1913) pp. 582-592.
- [39] M. Troyon, L. Huang, *Critical examination of the two-slope method in nanoindentation*. **J. Mater. Res.** 20(8) (2005) pp. 2194-2198.
- [40] J. Gong, H. Miao, Z. Peng, *Analysis of the nanoindentation data measured with a Berkovich indenter for brittle materials: effect of residual contact stress*. **Acta Mater.** 52 (2004) pp. 785-793.
- [41] L. M.C. André, D. J. Shuman, R. R. Machado, M. S. Andrade, *Determination of the compliance of an instrumented indentation testing machine*. **Proc. of HARDMEKO** (2004) pp. 1-6.
- [42] D. Chicot, F. Roudet, A. Zaoui, G. Louis, V. Lepingle, *Influence of visco-elasto-plastic properties of magnetite on the elastic modulus: Multicyclic indentation and theoretical studies*. **Mater. Chem. Phys.** 119 (2010) pp. 75-81.
- [43] R.B. King, *Elastic analysis of some punch problems for a layered medium*. **Int. J. Solids Struct.** 23 (1987) pp. 1657-1664.
- [44] H. Dao, N. Chollacoop, K.J. Van Vliet, T.A. Venkatesh, S. Suresh, *Computational modeling of the forward and reverse problems in instrumented sharp indentation*. **Acta Mater.** 49 (2001) pp. 3899-3918.
- [45] J. Woirgard, J.C. Dargenton, C. Tromas, V. Audrier, *A new technology for nanohardness measurements: principle and application*. **Surf. Coat. Technol.** 100 (1998) pp. 103-109.

- [46] J.C. Hay, A. Bolshakov, G.M. Pharr, *A critical examination of the fundamental relation used in the analysis of nanoindentation data.* **J. Mater. Res.** 14(1999) pp. 2296-2305.
- [47] D. Chicot, P. de Baets, M.H. Staia, E.S. Puchi-Cabrera, G. Louis, Y. Perez Delgado, J. Vleugels, *Influence of tip defect and indenter shape on the mechanical properties determination by indentation of a TiB₂-60%B₄C ceramic composite.* **Int. J. Ref. Met. Mater.** 38 (2013) pp. 102-110.
- [48] J.M. Antunes, J.V. Fernandes, L.F. Menezes, B.M. Chaparro, *A new approach for reverse analyses in depth-sensing indentation using numerical simulation.* **Acta Mater.** 55 (2007) pp. 69-81.
- [49] J. Alcala, A.C. Barone, M. Anglada, *The influence of plastic hardening on surface deformation modes around Vickers and spherical indents.* **Acta Mater.** 49 (2000) pp. 3451-3464.
- [50] H. O'Neil, Chapman Hall, New Jersey (1951).
- [51] V. Marx, H. Balke, *A critical investigation of the unloading behavior of sharp indentation.* **Acta Mater.** 45 (1997) pp. 3791-3800.
- [52] Y.T. Cheng, C.M. Cheng, *Effects of sinking-in and piling-up on estimating the contact area under load in indentation.* **Phil. Mag. Let.** 78 (1998) pp. 115-120.
- [53] Z.H. Xu, D. Rowcliffe, *Method to determine the plastic properties of bulk materials by nanoindentation.* **Phil. Mag. A** 82 (2002) pp. 1893-1901.
- [54] R. Saha, W.D. Nix, *Effect of the substrate on the determination of thin film mechanical properties by nanoindentation.* **Acta Mater.** 50 (2002) pp. 23-38.
- [55] A.E.Giannakopoulos, S.Suresh, *Determination of elastoplastic properties by instrumented Sharp indentation.* **Scripta Mater.** 40 (10) (1999) pp. 1191-1198.
- [56] H. Li, A. Ghosh, Y.H. Yan, R.C. Bradt, *The frictional component of the indentation size effect in low load microhardness testing.* **J. Mater. Res.** 5 (1993) pp. 1028-1032.
- [57] Y.T. Cheng and C.M. Cheng, *Scaling, dimensional analysis, and indentation Measurements.* **Mater. Sci. Eng.** 44 (2004) pp. 91-149.
- [58] E. Meyer, *Investigations of hardness testing and hardness.* **Zeit. Phy.** 9 (1908) pp. 66-74.
- [59] H.Li, R.C. Bradt, *The effect of indentation-induced cracking on the apparent microhardness.* **J. Mater. Sci.** 31 (1996) pp. 1065-1070.
- [60] W.D. Nix, H. Gao, *Indentation size effects in crystalline materials: A law for strain gradient plasticity.* **J.Mech. Phys. Solids.** 46 (1998) pp. 411-425.
- [61] E. Costa Santos, M. Shiomia, K. Osakadaa, T. Laoui, *Rapid manufacturing of metal components by laser forming.* **Int. J. Mach. Tools Manuf.** 46 (2006) pp. 1459-1468.

- [62] P.P. Bandyopadhyay, D. Chicot, C.S. Kumar, X. Decoopman, J. Lesage, *Influence of sinking-in and piling-up on the mechanical properties determination by indentation: A case study on rolled and DMLS stainless steel. Mater. Sci. Eng. A.* 576 (2013) pp. 126-133.
- [63] A. Tricoteaux, E. Rguiti, D. Chicot, L. Boilet, M. Descamps, A. Leriche, J. Lesage, *Influence of Porosity on the Mechanical Properties of Microporous β -TCP Bioceramics by Usual and Instrumented Vickers Microindentation. J. Euro. Ceram. Soc.* 31 (2011) pp. 1361-1369.
- [64] S.G. Huang, K. Vanmeensel, O.J.A. Malek, O. VanderBiest, J. Vleugels, *Microstructure and mechanical properties of pulsed electric current sintered B4C–TiB2 composites. Mater. Sci. Eng. A* 528 (2011) pp. 1302-1309.
- [65] D. Chicot, F. Roudet, A. Soom, J. Lesage, *Interpretation of instrumented hardness measurements on stainless steel with different surface preparations. Surf. Eng.* 23 (2007) pp. 1-8.
- [66] M. Navarro, A. Michiardri, O. Lastano, J.A. Planell, *Biomaterials in orthopaedics. J. Royal Society Interface* 5 (2008) pp. 1137-1158.
- [67] R.R. Ambriz, C. Fronstey, G. Mesmacque, *Determination of the tensile behavior at middle strain rate of AA6061-T6 aluminum alloy welds. Int. J. Imp. Eng.* 60 (2013) pp. 107-119.
- [68] P.G. Sanders, J.A. Eastman, J.R. Weertman, *Elastic and tensile behavior of nanocrystalline copper and palladium. Acta Mater.* 45 (1997) pp. 4019-4029.
- [69] H. Bückle, *The Science of Hardness Testing and Its Research Applications*, in: J.W. Westbrook, H. Conrad (Eds.), American Society for Metals, OH (1973) 453.
- [70] Y. Sun, T. Bell, S. Zheng, *Finite element analysis of the critical ratio of coating thickness to indentation depth for coating property measurements by nanoindentation. Thin Solid Films.* 258 (1995) pp. 198-204.
- [71] T. Chudoba, N. Schwarzer, F. Richter, *Steps towards a mechanical modeling of layered systems. Surf. Coat. Technol.* 154 (2002) pp. 140-151.
- [72] F. Cleymand, O. Ferry, R. Kouitat, A. Billard, J. Von Stebut, *Influence of indentation depth on the determination of the apparent Young's modulus of bi-layer material: Experiments and numerical simulation. Surf. Coat. Technol.* 200 (2005) pp. 890-893.
- [73] T. Ohmura, S. Matsuoka, K. Tanaka, T. Yoshida, *Nanoindentation load–displacement behavior of pure face centered cubic metal thin films on a hard substrate. Thin Solid Films* 385 (2001) pp. 198-204.
- [74] Z.H. Xu, D. Rowcliffe, *Finite element analysis of substrate effects on indentation behaviour of thin films. Thin Solid Films* 447-448 (2004) pp. 399-405.

- [75] K. Herrmann, K. Hasche, F. Pohlenz, R. Seemann, Characterization of the geometry of indenters used for the micro- and nanoindentation method. **Measurement**. 29 (2001) pp. 201-207.
- [76] J. Thurn, R.F. Cook, Simplified area function for sharp indenter tips in depth-sensing indentation. **J. Mater. Res.** 17 (2002) pp. 1143-1146.
- [77] J.M. Antunes, A. Cavaleiro, L.F. Menezes, M.I. Simoes, J.V. Fernandes, Ultra-microhardness testing procedure with Vickers indenter. **Surf. Coat. Technol.** 149 (2002) pp. 27-35.
- [78] L.A. Berla, A.M. Allen, S.M. Han, W.D. Nix, A physically based model for indenter tip shape calibration for nanoindentation. **J. Mater. Res.** 25 (2010) pp. 735-745.
- [79] D. Chicot, E.S. Puchi-Cabrera, R. Aumaitre, G. Bouscarrat, C. Dublanche-Tixier, F. Roudet, M.H. Staia, Elastic modulus of TiHfCN thin films by instrumented indentation. **Thin Solid Films** 522 (2012) pp. 304-313.
- [80] M.F. Doerner, W.D. Nix, A method for interpreting the data from depth-sensing indentation instruments. **J. Mater. Res.** 1 (1986) pp. 601-609.
- [81] J. Mencik, D. Munz, E. Quandt, E.R. Weppelmann, M.V. Swain, Determination of elastic modulus of thin layers using nanoindentation. **J. Mater. Res.** 12 (1997) pp. 2475-2484.
- [82] H. Gao, C.H. Chiu, J. Lee, Elastic contact versus indentation modeling of multi-layered materials. **Int. J. Solids Struct.** 29 (1992) pp. 2471-2492.
- [83] J.M. Antunes, J.V. Fernandes, N.A. Sakharova, M.C. Oliveira, L.F. Menezes, On the determination of the Young's modulus of thin films using indentation tests. **Int. J. Solids Struct.** 44 (2007) pp. 8313-8334.