

LML – CNRS UMR 8107
Université Lille 1

Habilitation à Diriger des Recherches

***Propriétés mécaniques par indentation
multi-échelles
des matériaux bio-sourcés aux céramiques***

Présentée par

Francine ROUDET

Le 16 Novembre 2015

Devant un jury composé de :

Caroline RICHARD	Professeur	<i>Université de Tours</i>	Rapporteur
Eric LE BOURHIS	Professeur	<i>Université de Poitiers</i>	Rapporteur
Jean-Louis ROBERT	Professeur	<i>Université Clermont-Ferrand 2</i>	Rapporteur
Alain IOST	Professeur	<i>Arts et Métiers Paris Tech</i>	Examineur
Arnaud TRICOTEAUX	Professeur	<i>U.V.H.C.</i>	Examineur
Didier CHICOT	Professeur	<i>Université Lille 1</i>	Examineur
Jacky LESAGE	Professeur	<i>Université Lille1</i>	Invité

Sommaire

Chapitre 1 : Curriculum Vitae

Activités d'Enseignements

Activités Pédagogiques et Administratives

1. Encadrement Pédagogique	16
2. Responsabilité Pédagogique.....	16
3. Conseils et Commissions	19

Activités de Recherche

1. Encadrement de thèses ou de master :	20
2. Encadrement de stage de recherche	23

Rayonnement

1. Comités d'organisation	24
2. Collaborations :.....	26
3. Programmes Internationaux	28
4. Comité de lecture.....	29
5. Liste des publications.....	29

Chapitre 2 : Activités de Recherche

Chapitre 2A : Composites

1. Verre/Epoxyde.....	39
2. Polyoléfine/écorce de riz et Polyoléfine/sciure de bois	42
3. Les matériaux bio-sourcés : Amidon de Pommes de terre/eau/glycérine	47
4. Matériaux recyclés.....	49
5. Conclusions	50

Chapitre 2B : Indentation des matériaux massifs

1. Indentation classique.....	59
2. Indentation instrumentée.....	65
3. Influence du défaut de pointe sur l'aire de contact.....	69
4. Critère de sélection du mode de déformation.....	72
5. Energie par indentation	77
6. Effet de taille en Indentation (ISE) Passage nano-micro	86
7. Passage nano-micro	93

Chapitre 3 : Perspectives

A court terme

1. Indentation cyclique..... 113
2. Fluage par indentation..... 114
3. Matériau bio-sourcés..... 116

A moyen terme

1. Projet INTERREG 119
2. Projet INCONEL 600 120

A long terme

1. Influence de la composition sur les propriétés mécaniques 121
2. Caractérisation de textile-composite..... 122
3. Caractérisation d'un composite céramique alumine/h-BN 123

Annexes

Liste des publications présentées

Remerciements

Ce travail n'aurait pas été possible sans le soutien des personnes de mon entourage professionnel et personnel que je tiens à remercier.

En premier lieu, je tiens tout d'abord à remercier les Pr. Jacky LESAGE et Pr. Didier CHICOT pour leur accueil et leur aide lors de ma reconversion thématique, leurs encouragements et mon intégration dans leur équipe.

De plus, je suis reconnaissante au Pr. Jacky Lesage pour mon intégration au sein de l'A3TS où l'échange avec les industriels, les équipes de recherche belge et française est constructif.

Un remerciement particulier au Pr. Didier CHICOT qui au cours de mon ERASMUS MUNDUS en Argentine a su me transmettre à distance cette envie de poursuivre dans le domaine de l'indentation, pour son soutien permanent, pour m'avoir guidée et conseillée dans la rédaction de cette Habilitation à Diriger des Recherches, et enfin pour la joie que j'ai de partager le même espace de travail.

Je remercie le Pr. Jorge FEUGEAS et la Pr. Liliana NOSEI pour l'accueil et les conseils prodigués lors de mon séjour en Argentine, sans oublier Juan BÜRGI et Javier GARCIA-MOLLEJA qui m'ont guidée dans la compréhension des dépôts plasma, et dont la collaboration est toujours d'actualité.

Ma reconnaissance va aussi vers le Pr. Alain IOST de l'ENSAM Paris'Tech avec lequel je collabore autour de la macroindentation instrumentée et au plaisir que j'ai de l'avoir dans mon jury. A Alex MONTAGNE pour le partage des expériences sur la machine d'essais.

Je tiens à remercier plus sincèrement le Pr. Caroline RICHARD, le Pr. Eric Le BOURHIS et le Pr. Jean-Louis ROBERT d'avoir accepté de rapporter ce mémoire et de participer à ce jury.

Je remercie Arnaud TRICOTEAUX qui a accepté de faire partie de mon jury.

Les doctorants, Stephania, Philémon et Alberto avec qui nous échangeons sur leurs travaux de thèse mais aussi sur leur culture, qui sont pour moi un enrichissement permanent.

Un grand merci à tous mes collègues du Département Génie Mécanique et Productique de l'IUT A : secrétaires, enseignants et enseignants-chercheurs, pour leur bonne humeur et le travail collaboratif que nous réalisons tous ensemble aussi bien sur des projets pédagogiques que scientifiques.

Au personnel de l'IUT A, et plus particulièrement mes directeurs de l'IUT A, Henri BOCQUET et Moulay-Driss BENCHIBOUN qui ont toujours été à mon écoute lors de mes différentes fonctions administratives. Je remercie également le personnel administratifs Séverine, Ludovic, Hilde, Martine et Christine pour le soin apporté à réalisation technique de ce mémoire.

J'adresse également mes remerciements aux collègues du FETEX ou de « Today Tomorrow Textiles » avec lesquels nous réalisons un travail considérable pour promouvoir les textiles innovants dans la région et plus particulièrement à Sandrine PESSE et Gaëlle PLOUVIER de l'ENSAIT, et à Anne-Sophie GIRAUD de l'UIT NORD.

Je suis reconnaissante à mes amis proches qui m'ont encouragée et écoutée avec patience.

J'adresse mes remerciements à mes parents, ma sœur, et ma famille qui malgré la distance me soutiennent et m'encouragent.

Enfin, tout mon parcours n'aurait jamais été possible sans le soutien sans faille de mon conjoint François, qui me suit, m'encourage depuis 30 ans, à mes enfants : Quentin, Gaël, Katel et Killian qui ont les yeux remplis d'admiration lorsque je leur parle de mon métier, et qui ont su trouver les mots justes pour me soutenir et m'encourager dans la rédaction de ce mémoire.

« L'obstination est le chemin de la réussite »

Charly Chaplin

CV Simplifié

Francine ROUDET, 46 ans

68 rue Joliot Curie

59274 Marquillies

Pacsée - 4 enfants

Formation

1986 : Bac F1 - Fabrication Mécanique - Lycée Professionnel Ferdinand Léger - Voiron (38)

1989 : DUT Génie Mécanique et Productique - Université Joseph Fournier - Grenoble (38)

1990 : DEUST Productique et Matériaux Nouveaux - Université de Metz (57)

1992 : Licence - Maîtrise Mécanique Sciences de l'Industrie - INSSET Saint-Quentin (02)

1993 : Diplôme d'Etudes Approfondies (DEA) Mécanique - Université Lille 1 (59)

1997 : Thèse de Doctorat - Université Lille 1 - Ecole Centrale de Lille

« Comportement en flexion trois points avec cisaillement prépondérant de composites verre/époxyde unidirectionnels : sous chargements monotone et cyclique »

Expérience Professionnelle

Avril – Juillet 1988 : Bureau d'Etudes chez Caterpillar - Grenoble (38)

Avril – Juillet 1989 : Institut Paul Langevin - Centre d'étude Nucléaire - Grenoble (38)

Mars – juillet 1990 : Bureau d'Etudes - FERRON - Voiron (38)

Juin - juillet 1991 : Bureau des Méthodes - Fromagerie Bel - Vendôme (41)

Juin – Août 1992 : Bureau d'études - GPH - Verrerie Saint-Gobain - Orléans (41)

Depuis Septembre 1999 : Maître de Conférences - Université Lille 1

IUT A - Département Génie Mécanique et Productique
Laboratoire de Mécanique de Lille - UMR CNRS 8107

Passion

2002 : Séjour de 8 mois en Amérique du Nord

2006 : Séjour de 6 mois en Amérique du Sud

2010 : Séjour de recherche ERASMUS MUNDUS de 6 mois à l'Université Nationale de Rosario en Argentine.

2013 et 2015 :Semi-marathon de Lille

Préambule

Le présent mémoire d'Habilitation à Diriger des Recherches concrétise un parcours qui m'a permis d'accéder au grade de Maître de Conférences. Il permettra au lecteur de mieux comprendre mes motivations et mon épanouissement dans le métier d'enseignant-chercheur.

Au cours de ma carrière d'enseignante-chercheuse, mes activités de recherche ont touché à différents aspects de la mécanique des matériaux qui m'ont permis d'élargir mes compétences. Durant toutes ces années, j'ai suivi un fil directeur menant du développement de matériaux nouveaux à leur caractérisation mécanique par indentation instrumentée.

C'est ainsi que ce mémoire, conduira le lecteur du domaine des matériaux composites organiques ou biodégradables, au domaine des revêtements plus ou moins épais déposés sur des substrats de différentes natures. Mes travaux n'auraient pas été possibles sans une connaissance des techniques d'observation et des procédés de fabrication ainsi que des méthodes de caractérisation mécanique. Mon désir de connaître toute la chaîne de l'élaboration m'a conduite, par exemple dans le cadre d'un programme **ERASMUS MUNDUS**, à séjourner 6 mois en *Argentine en 2010*, au sein de l'« Equipo de Física - CONICET UNR » dirigée par le **Pr. Jorge FEUGEAS** à l'Universidad Nacional de Rosario. L'objectif était de mieux connaître les procédés de dépôt de films minces que j'avais déjà pu appréhender lors de ma collaboration avec le **Pr. Lech PAWLOWSKI** de l'Ecole Nationale Supérieure de Chimie de Lille, aujourd'hui Professeur à l'Université de Limoges. En **2012**, j'ai obtenu un **Congé de Recherches ou Conversion Thématiques (CRCT)** pour 6 mois. Cette période m'a permis de recentrer mes recherches sur l'évaluation des propriétés mécaniques des matériaux par la technique d'indentation instrumentée. En Mars 2015, les différents chercheurs travaillant avec ou sur l'indentation se sont regroupés sous la dénomination **GIME Section NORD**. Ces chercheurs appartiennent aux institutions suivantes : Ecole des Mines de Douai, Université de Valenciennes, Université Lille1 (UMET CNR-UMR 8207 et LML CNRS-UMR 8107) et Ecole Nationale Supérieure des Arts et Métiers de Lille. Le but de ce groupement est de créer une synergie et une complémentarité des approches autour d'un pôle d'intérêt commun. Les actions en cours qui résultent de cette collaboration sont principalement des thèses codirigées, un programme INTERREG en cours de dépôt et l'organisation du congrès Indentation 2016 à Lille.

Pour permettre de bien apprécier mes activités de recherche, je dois préciser que mon intérêt va de la fabrication du matériau jusqu'à son recyclage en passant par la détermination de ses propriétés mécaniques.

Le métier d'enseignant-chercheur implique aussi différentes activités qui peuvent être d'ordre administratif et pédagogique. C'est pourquoi une partie de ce mémoire est consacrée à mon investissement et à mes responsabilités au cours de ma carrière professionnelle. J'ai été responsable de *l'option textile* de la 2^{ème} année du DUT Génie Mécanique et Productique (GMP) de 1999 à 2007, initiatrice et porteuse de la *Licence Professionnelle Textiles à Usages Techniques (LP TUT)* depuis 2007. Cette *Licence Professionnelle* s'intitule depuis la rentrée 2015 *Textiles Innovants (LP T-IN)*. J'ai pris la charge de Chef de Département Génie Mécanique et Productique dont on connaît la charge importante. Ces responsabilités administratives m'ont formée à la gestion du personnel, l'élaboration et le suivi de projets à court, moyen et long terme. Je mets aujourd'hui à profit cette expérience pour l'écriture et le suivi de recherche (CAPES COFICUB et divers projets collaboratifs). Notez que ces activités n'ont pas entravé mes travaux de recherche, mais tout au plus ralenti.

Chapitre 1

Curriculum Vitae

Chapitre 1

Curriculum Vitae

Sommaire

Activités d'Enseignement

Activités Pédagogiques et Administratives

1. Encadrement Pédagogique 16
2. Responsabilité Pédagogique..... 16
3. Conseils et Commissions 19

Activités de Recherche

1. Encadrement de thèses ou de master : 20
2. Encadrement de stage de recherche 23

Rayonnement

1. Comités d'organisation 24
2. Collaborations : 26
3. Programmes Internationaux 28
4. Comité de lecture 29
5. Liste des publications..... 29

Chapitre 1

Curriculum Vitae

Activités d'enseignement

Ma carrière d'enseignante a commencé en 1996 en qualité de vacataire à l'Ecole Centrale de Lille auprès d'étudiants en 1^{ère} année d'école d'ingénieur. Mes cours (64hTD/an) portaient sur la fabrication mécanique sur machines outils traditionnelles (tours, fraiseuses) et de métrologie. Ces enseignements s'appuyant sur les compétences acquises au cours de ma formation académique.

Entre 1998 et 2002, j'ai dispensé des cours magistraux à l'Ecole des Mines de Douai auprès d'étudiants de 2^{ème} année d'école d'ingénieur sur les propriétés physiques et mécaniques de la matière à raison de 24 h de cours magistraux par an. A l'Université Lille 1, j'ai enseigné à des élèves ingénieurs de 2^{ème} année de Polytech'Lille, la Science des Matériaux (SdM) sous forme de Travaux Dirigés (TD) à raison de 24h/an.

Mon recrutement en temps que Maître de Conférences en 1999, au département Génie Mécanique et Productique (GMP), à l'IUT A, m'a permis de dispenser les cours suivants aux étudiants de 1^{ère} et 2^{nde} année d'IUT GMP :

- Cours magistraux en 1^{ère} année :
 - **Dimensionnement des Structures** : les principes du Dimensionnement des Structures, applications aux cas simples : Traction, Dilatation, Cisaillement.
- Travaux Dirigés en 1^{ère} année :
 - **Mécanique** : les principes fondamentaux de la statique,
 - **Dimensionnement des Structures** : Traction, Dilatation, Cisaillement, Torsion, Flexion.
- Travaux Pratiques en 1^{ère} année :
 - **Fabrication mécanique** : mise en place des pièces, usinage traditionnel (tournage, fraisage),
 - **Métrologie** : contrôles de spécifications géométriques sur des pièces simples (parallélisme, concentricité, co-axialité, perpendicularité, étude statistique), utilisation d'une colonne de mesure,
 - **Science des Matériaux** : application du diagramme binaire Fe-C et Pb-Sn, diffraction X, traitements thermiques, propriétés mécaniques, faciès de rupture.
- Travaux Dirigés en 2^{ème} année :
 - **Dimensionnement des Structures** : jauges de déformation, cercle de Möhr, détermination du déplacement (calcul de la flèche, énergie de déformation, Castigliano), résolution de problèmes hyperstatiques (Ménabréa, Bresse, méthode des forces ou intégrale de Möhr).

- Travaux Pratiques en 2^{ème} année :
 - **Dimensionnement des Structures** : Flexion simple et déviée, contraintes internes, problème hyperstatique.
- Travaux Dirigés et Pratiques en LP TUT et LP ECPI :

Depuis la création de la licence professionnelle « *Textiles à Usages Techniques* » en 2007 (LP TUT), devenue « *Textiles Innovants* » (LP T-IN) en septembre 2015, j'interviens dans le module intitulé « **Composites** » dans lequel je présente la fabrication des fibres et matrices et la mise en œuvre des procédés d'élaboration. Cet enseignement est aussi dispensé aux étudiants de la licence professionnelle « *Eco-Conception des Produits Innovants* » (LP ECPI) depuis 2008. Les travaux pratiques concernent l'étude des propriétés mécaniques des diverses fibres textiles en utilisant l'essai de traction.

Depuis 3 ans, pour tous les enseignements, que ce soient les cours magistraux, travaux dirigés, énoncés de travaux pratiques et sujets d'examen, ces documents sont mis en ligne via la plate-forme MOODLE de l'Université Lille 1.

Activités Pédagogiques et Administratives

1. Encadrement Pédagogique

Dans le cadre de mes activités d'enseignement, j'encadre les étudiants de l'IUT GMP ou de la LP TUT en projets tutorés d'une durée de 100 heures par semestre/étudiant. Il s'agit de guider les étudiants dans le choix des orientations à prendre dans leur sujet, de les aider dans la résolution des difficultés rencontrées au cours du projet, en l'écriture du rapport, à cela s'ajoute la participation aux soutenances des autres projets tutorés. Pour assurer un suivi régulier, des rencontres avec les étudiants sont organisées environ tous les 15 jours.

Depuis 2007, je m'implique dans la formation par **contrat de professionnalisation** pour les étudiants en LP TUT, en les aidant à rédiger des lettres de motivation et CV, dans leur démarches de recherche d'entreprises et le suivi des étudiants dans le milieu industriel. C'est pour cela qu'en 2013, j'ai tout naturellement mis mon expérience au service des étudiants de seconde année d'IUT GMP, le contrat de professionnalisation étant proposé aux quelques étudiants qui redoublent un ou deux semestre(s) et n'ayant à refaire qu'une seule Unité d'Enseignements. Depuis septembre 2014, l'**alternance** est proposée à l'ensemble des étudiants de première année qui l'ont validée et qui souhaitent intégrer le monde de l'entreprise. Dans ce contexte, j'encadre des étudiants dans la relation entreprise-école.

2. Responsabilité Pédagogique

Les différentes responsabilités administratives que j'ai prises depuis 1999, sont les fonctions de Responsable de l'option « *Textiles* » au département GMP (1999), Chef de Département GMP (2002 à 2005), Responsable de la Licence Professionnelle « *Textiles à Usages Techniques* » (depuis 2007), Responsable des Etudes (depuis 2011) et Responsable des Emplois du Temps (2008-2009). Ces fonctions sont présentées par ordre d'importance en termes de responsabilité.

Chef de département Génie Mécanique et Productique

Mon souhait de devenir *Chef de département Génie Mécanique et Productique* fut motivé par mon désir de mieux connaître et d'appréhender les relations entre la direction de l'IUT A et les chefs des différents départements de l'IUT A ainsi que les choix stratégiques de l'établissement sur le court et long terme. Au travers de cette fonction, j'ai aussi dirigé l'équipe pédagogique, le personnel administratif et les techniciens de l'atelier. Il ne faut pas oublier les étudiants que j'ai placés au centre de ma mission de Chef de département. Mon objectif était de mener le département GMP vers de nouveaux projets comme l'évaluation du département ou le passage des enseignements annuel en semestre avec la mise en place du nouveau programme pédagogique national.

La fonction de *Chef de département Génie Mécanique et Productique* de décembre 2002 à décembre 2005, m'a appris à :

- Gérer 150 étudiants, une équipe de 30 enseignants et une équipe technique de 3 personnes, au travers des problèmes au quotidien ou plus ponctuels, de manifestations annuelles (rencontre avec les anciens, forum poursuites d'études...),
- Prendre des décisions au cours des réunions hebdomadaires avec les autres chefs de département de l'IUT A et le directeur de l'IUT pour définir les orientations stratégiques de l'IUT A,
- Mettre en place au sein du département GMP le nouveau Programme Pédagogique National (PPN), en passant de l'annualisation à la semestrialisation,
- Rédiger le premier dossier en vue de l'évaluation du département GMP,
- Elaborer les profils de poste des enseignants de conception et mathématiques, sélectionner les candidats et participer au jury,
- Elaborer la nouvelle formation de la licence professionnelle « *Textiles à Usages Techniques* », avec rédaction du contenu pédagogique, contact avec les industriels,
- Participer aux jurys de fin d'année pour les étudiants de 1^{ère} et 2^{ème} année d'IUT GMP.

Responsable de la Licence Professionnelle « Textiles à Usages Techniques »

Ma responsabilité dans la *Licence Professionnelle « Textiles à Usages Techniques »* découle de mon implication dans l'option « *Textiles* » que j'avais prise en charge à mon arrivée au département GMP en 1999. En 2000, mes contacts auprès de l'ENSAIT de Roubaix (Ecole Nationale Supérieure des Arts et Industries Textiles), pour répondre à un besoin de connaissances sur le textile au sein de l'option « *Textiles* », m'ont permis de tisser des relations avec les responsables administratifs de l'ENSAIT et une partie de l'équipe enseignante qui participe aujourd'hui à l'enseignement des matières textiles. L'évolution de cette option « *Textiles* » vers la *Licence Professionnelle « Textiles à Usages Techniques »* est venue du constat qu'il manquait de techniciens spécialisés alliant les connaissances liées aux textiles et celles liées à l'aspect organisation et gestion de production. C'est pour cela qu'en 2007, avec le soutien de l'ENSAIT, nous avons construit une formation de niveau bac+3, inexistante dans la région. Depuis le début, en s'appuyant sur l'intérêt d'une telle licence dans son offre globale de formation textile, l'ENSAIT s'est proposée comme partenaire puis est devenue co-habituée à délivrer le diplôme depuis 2011.

Porteuse dès la création de la *Licence Professionnelle « Textiles à Usages Techniques »* en 2007, j'en suis la *Responsable*. Cela me demande de poursuivre les tâches administratives similaires à celles de chef de département mentionnées ci-dessus. Avec des promotions réduites en effectif, j'assure la réalisation des emplois du temps, le suivi des projets tutorés, la recherche des contacts avec les industriels du textile pour trouver des stages ou réaliser des études spécifiques. J'organise les jurys de semestres, et la mise en place de nouveaux échanges avec d'autres institutions du textile comme la branche patronale **Union des Industries Textiles Nord** (UIT Nord) et les autres centres de formations : **Ecole Supérieure Arts Appliqués et Textile - ESAAT, CIA, INFORMA** dans le cadre de journée comme :

« *FETEX* » - **Forum Emploi TEX**tile créé en 2007 et jusqu'en 2013, qui se déroulait sur une journée. Ce forum regroupait des industriels de différents secteurs de l'industrie textile : habillement, décoration ou textiles techniques qui recrutent dans les différents domaines de la filière : stylisme/design, qualité, logistique, production, merchandising, e-commerce, achats,...et qui mettent à disposition des offres de stage ou d'emplois aux étudiants, néo-diplômés ou demandeurs d'emploi. La journée était rythmée par des présentations d'entreprises, des ateliers individuels et des conférences. En 2015 une nouvelle programmation du « *FETEX* » est prévue le 8 décembre avec de nouveaux partenaires académiques et industriels.

« *Today Tomorrow Textiles* » depuis 2012, cette manifestation sur 2 jours a pour vocation de faire découvrir les métiers liés aux textiles dans les secteurs de la mode, des textiles innovants et du design. Elle est proposée à un public formé de collégiens et lycéens.

« *EuroSKILLS* » en octobre 2014, où l'objectif des différents partenaires était de mieux faire connaître au « grand public » les métiers liés aux textiles.

D'autre part, au cours de la formation, j'essaye de donner une ouverture d'esprit aux étudiants en les impliquant dans des congrès ou conférences comme l'Association des Chimistes de l'Industrie Textile (ACIT...), des visites d'entreprises (Dickson, Tissage de la Lys,...) ou des forums (*FETEX*, *EuroSKILLS*...).

Ainsi, depuis 1999, cette implication avec le monde du textile m'a conduite à travailler avec le directeur de l'ENSAIT Jean-Marie CASTELAIN, et plus particulièrement avec son équipe administrative et pédagogique. Cette collaboration s'est poursuivie avec Isabelle VROMAN, Maître de Conférences, avec laquelle j'ai réalisé la maquette pédagogique de la licence professionnelle « *Textiles à Usages Techniques* » en accord avec Xavier FLAMBARD alors directeur de l'ENSAIT. Le nouveau programme pédagogique de la nouvelle licence professionnelle « *Textiles Innovants* » a été réalisé en partenariat avec l'ENSAIT et plus particulièrement avec **François RAULT**. Cet échange se poursuit au-delà de la partie enseignement, puisqu'une nouvelle thématique de recherche est en train de se mettre en place avec **François RAULT**, maître de conférences, pour comprendre les propriétés mécaniques des textiles non-tissés à base de fibres de lin à l'aide de la macro-indentation.

Responsable des études 1^{ère} ou 2^{ème} année

La fonction de *Responsable des études 1^{ère} ou 2^{ème} année* des étudiants GMP depuis 2011, me permet d'être au plus proche du quotidien des étudiants. Cette fonction consiste à relever les absences des étudiants, assurer le contact avec le relais handicap dans le cas d'étudiants ayant des difficultés d'apprentissage (dyslexie par exemple), des problèmes médicaux

(aménagement scolaire spécifique), ou la gestion des enseignements pour les sportifs de haut niveau, connaître les problèmes personnels des étudiants au cours de leur formation afin de les guider vers les structures adaptées comme le centre social ou le médecin de l'Université Lille 1. Ma présence lors des jurys de semestre me donne l'occasion d'expliquer les problèmes annexes rencontrés par les étudiants et d'en tenir compte dans la décision finale, mais aussi d'assurer le suivi des modules validés lors des redoublements. L'alternance de la responsabilité des études entre 1ère et 2ème année permet d'une part de mieux suivre les étudiants mais surtout de leur éviter d'avoir à expliquer de nouveau leur situation en début d'année scolaire à un autre responsable des études.

Responsable des emplois du temps

Entre 2009 et 2010, la fonction de *Responsable des emplois du temps* pour toute la formation IUT GMP comprend la gestion des 3 groupes TD en 2ème année et 4 en 1ère année. L'organisation des emplois du temps s'articule entre des groupes de TD de 24 étudiants et des groupes de TP de 12 étudiants pour les enseignements de sciences des matériaux par exemple et 8 étudiants pour les enseignements de fabrication mécanique. L'intérêt de prendre en charge cette fonction était de connaître l'interaction des matières les unes avec les autres, de mieux connaître l'évolution des enseignements au cours des 2 ans et d'en avoir une vue globale. L'organisation des emplois du temps implique la prise en compte des contraintes des enseignants de l'équipe pédagogique et des intervenants extérieurs, aussi bien lors de l'élaboration de l'emploi du temps que durant l'année scolaire, les contraintes des salles, et les contraintes de fin de semestre pour les évaluations.

3. Conseils et Commissions

Mon activité universitaire s'effectue en étant partie prenante dans diverses fonctions qui permettent de mieux connaître les enjeux de l'université, soit en faisant partie du conseil d'administration de l'Université Lille 1 ou de l'IUT A, de comités de sélection ou en intervenant dans des commissions. Les différents postes occupés sont présentés de façon chronologique et détaillés ci-dessous :

- Membre désigné du *Comité de sélection d'un poste d'enseignant du supérieur* au département GMP en 2013, 2014 et 2015. Un poste en 2013, 2 postes en 2014 et 1 poste en 2015,
- Membre désigné du *Comité de sélection d'un poste de Maître de conférences* à l'Université du Littoral Côte d'Opale à Dunkerque en 2011 et 2012,
- Membre élu dans le *corps Maître de conférences de la Commission de Spécialistes 60^{ème}* section de l'USTL (2007-2009), devenu le *vivier 60^{ème}* section depuis 2009,
- Membre élu du *CA de l'Université* de mars 2007 à mai 2008,
- *Responsable logistique* IUT A de Villeneuve d'Ascq de février 2007 à 2013,
- Membre nommé de la *commission Ad-Hoc de promotion des Maîtres de conférences* au passage hors classe depuis 2007,
- Membre nommé du *CS de l'ENSAIT* de Roubaix depuis 2004,
- Membre nommé du *CA de l'IUT A* de Villeneuve d'Ascq de mars 2002 à 2013,
- Membre nommé au *jury de fin d'année* de 2002 à 2005 et de *jury de semestre* depuis 2007. Interruption d'un an en 2010 par mon activité de recherche dans le laboratoire de Physique de l'Université Nationale de Rosario en Argentine dans le cadre d'un programme ERASMUS MUNDUS.

Activités de Recherche

Ma thèse intitulée « *Comportement en flexion trois points avec cisaillement prépondérant de composites verre-époxyde unidirectionnels : sous chargements monotone et cyclique* » m'a conduite à adapter l'essai de flexion 3 points dans la configuration de cisaillement prépondérant, à l'étude 2 matériaux composites verre/époxyde pour en déterminer les modalités de rupture et déterminer un modèle de prédiction de rupture. C'est en partie sur mes connaissances en technique d'observation sur Microscope Electronique à Balayage (MEB) type HITASCHI et mon expertise en microanalyse (système PGT) que mon recrutement en tant que Maître de Conférences a été effectué en 1999 au département GMP de l'IUT A de Villeneuve d'Ascq.

Grâce aux compétences acquises au cours de ma thèse, une partie de mes activités de recherche entre 1999 et 2001 a consisté à rechercher les causes de rupture des pièces mécaniques de façon prématurée. J'ai ainsi pu développer mon expertise en matière d'observations macroscopiques (faciès de rupture, amorçage de la fissuration), en polissage et attaques chimiques pour visualiser la microstructure des matériaux à analyser, de la Microscopie Electronique à Balayage (MEB), et de la microanalyse (système EDS) pour la quantification des éléments atomiques. Ces diverses approches ont été menées pour des structures en acier inoxydable, des briques réfractaires, des câbles en aluminium, des lamelles d'embrayage pour l'AINF, Renault, Beck-Crespel ou la fonderie Acierie de Denain. Compte tenu du peu d'implication que l'on me proposait au niveau de la recherche, j'ai choisi à partir de 2001, de réorienter mon domaine de recherche vers une nouvelle thématique en plein développement au Laboratoire de Mécanique de Lille (LML), à savoir l'indentation instrumentée développée par les Professeurs **Jacky LESAGE** et **Didier CHICOT**. Mon intégration est venue renforcer cette équipe grâce à mes compétences dans le domaine des matériaux composites et mes expertises industrielles. Ce changement de thématique a été conduit tout en menant en parallèle mon mandat de *Chef de département GMP* entre 2002 et 2005. Depuis une dizaine d'années, j'ai réorienté mes activités de recherche autour de l'indentation instrumentée, à toutes les échelles de mesure, pour la caractérisation mécanique de matériaux massifs, de films minces et de revêtements épais.

1. Encadrement de thèses ou de master :

Les encadrements et participation à l'encadrement de thèses et masters depuis 2009 m'ont permis d'approfondir des connaissances dans l'indentation des matériaux pour caractériser l'adhérence ou le fluage, dans la fatigue des matériaux et dans l'étude de nouveaux matériaux comme les polymères bio-sourcés.

Dans la suite, les pourcentages entre parenthèses représentent ma contribution à l'encadrement. Concernant les membres du jury, les noms en gras concernent les directeurs de thèse, et ceux en italique souligné les co-directeurs.

Thèse :

[Th1] **Johnny Angel MENDOZA DELGADO** (20%) – Thèse de mécanique soutenue le 29 novembre 2009 à Lille en France

Etudiant vénézuélien – Thèse en cotutelle avec l'Université Centrale du Venezuela à Caracas (Venezuela)

« *Détermination des propriétés mécaniques et des lois de comportement en fluage par indentation instrumentée* »

Jury : Le Bourhis E., Mauvoisin G., Pertuz A., **Lesage J.**, **Chicot D.**, Martinez M., *Puchi-Cabrera E.S.* (*)

(*) Professeur à l'Université Simon Bolivar (Caracas) (Venezuela)

Actuellement il est Professeur à l'Université Simon Bolivar (Caracas)

[Th2] **Wilfrido A. GONZALEZ H.** (50%) – Thèse de mécanique soutenue en décembre 2009 à Lille en France

Etudiant vénézuélien – Thèse en cotutelle avec l'Université de Caracas (Venezuela)

« *Etude du comportement en fatigue de l'acier SAE 1045 revêtu par projection thermique HVOF de l'alliage WC-10%Co-4%Cr* »

Directeurs de thèse : Pr. J. Lesage, Pr. D. Chicot

Jury : Le Bourhis E., Bemporad E., *Puchi-Cabrera E.S.* (*), **Chicot D.**, Pertuz A., Rivas A., Tricoteaux A.

(*) Professeur à l'Université Centrale du Venezuela (Caracas).

Actuellement il est Professeur à l'Université Centrale du Venezuela à Caracas

[Th3] **Alejandro SILVA VELA** (50%) – Thèse de mécanique soutenue en espagnol le 2 Novembre 2010 à AREQUIPA au Pérou

Etudiant péruvien - Thèse en cotutelle avec l'Université National de San Augustin d'Aréquipa au Pérou

« *Etude du comportement mécanique de composites multi-polymères avec addition d'écorce de riz et de compatibilisant* »

Jury : **J. Lesage**, *H. Canahua* (*), F. Roudet, E. Le Bourhis, J. Cardenas-Garcia (**), T. Cano- Farfan (*).

(*) Professeur à l'Université National de San Augustin d'Aréquipa au Pérou,

(**) Professeur à l'UCSM Arequipa Pérou.

Actuellement il est Professeur à l'Université National de San Augustin d'Aréquipa au Pérou

[Th4] **Michel YETNA** (20%) – Thèse de mécanique soutenue le 20 novembre 2014 à Lille en France

Etudiant camerounais - Thèse en co-tutelle avec l'Université de Yaoundé 1 au Cameroun

« *Développement des Méthodes d'analyse en Indentation Instrumentée* »

Jury : D. Chicot, *J-M Ndjaka* (*), Y. Benarioua, E. Le Bourhis, O. Bartier, G. H. Ben-Bolie (**), J. Lesage. (*), M. Staïa (***)

(*) Professeur à l'Université de Yaoundé I (Cameroun),

(**) Maître de Conférences à l'Université de Yaoundé I (Cameroun),

(***) Professeure à l'Université Centrale du Venezuela (Caracas).

Actuellement il est en Post-Doc au Laboratoire de Génie Civil et Génie Mécanique (LGCGM) de l'Institut National des Sciences Appliquées de Rennes (INSA) à l'Université de Rennes

[Th5] **Alberto MEIJIAS** (20%), co-tutelle avec le Venezuela – Thèse débutée en janvier 2014

Etudiant vénézuélien

« *Comportement mécanique sous indentation cyclique de revêtements électrolytiques Nickel-phosphore déposés sur un acier* »

Directeur de thèse : Pr. D. Chicot

Co-directeur : Pr. A. Pertuz, Professeur à l'Université Centrale du Venezuela à Caracas (Venezuela)

Il est enseignant à l'Université de Carabobo au Venezuela.

[Th6] **Philémon NOGNING KAMTA** (50%), bourse ERASMUS MUNDUS, Projet DREAM – thèse débutée en octobre 2014

Etudiant camerounais

« *Recherche d'un critère de sensibilité au fluage par indentation de divers aciers au chrome* »

Directeur de thèse : Pr. D. Chicot

[Th7] **Jonathan AMILRON** (20%) – Thèse débutée en décembre 2014

Etudiant péruvien.

« *Etude des propriétés thermo-mécaniques des matériaux polymères avec addition du résidu solide de pyrolyses* »

Directeur de thèse : Pr. S. Dusquesne de l'Ecole Supérieure de Chimie de Lille

Co-directeur : A. Silva Vela de l'Université National de San Augustin d'Aréquipa au Pérou

Master :

[M1] **Michel SANCHEZ** (75%) - DEA Mécanique - novembre à juillet 1995

« *Modélisation de la fissuration d'une éprouvette verre-époxyde unidirectionnelle soumise à de la flexion-cisaillement 3 points* »

[M2] **Atshusi INOUE** (75%) - DEA Mécanique - novembre à juillet 1997

« *Etude expérimentale en fatigue d'un composite unidirectionnel verre/époxyde RM9 sollicité en flexion 3 points avec cisaillement interlaminaire prépondérant* »

[M3] **Jonathan AMILRON (75%)** - Master recherche– du 7 mars 2011 au 30 juin 2011
« *Películas plásticas biodegradables de almidón* » avec l'Université National de San Augustin d'Aréquipa au Pérou

Actuellement, il est enseignant à l'Université Nationale de San Augustin d'Aréquipa au Pérou

2. Encadrement de stage de recherche

Les encadrements de projets concernent des étudiants en dernière année d'école d'ingénieurs au CESI à Arras dans le cadre de la découverte du milieu de la recherche ou du CNAM. Une étudiante est venue de l'Université de Belgique Katholeide Hogeschool Limburg, en Belgique, pour un projet de fin d'étude.

[P1] **Grégoire DESTAILLEURS, Franck DUPEUX, Valentin MAHY, Stéphane WEEMS (2009) (75%)**

- CESI à Arras – 1 mois – 4 étudiants
- « *Essais de traction sur des éprouvettes obtenues en polymères bio-sourcés obtenues par 2 modes d'élaboration : injection ou sous presse* ».
- Travail réalisé : Réalisation d'essais de traction monotone et leur dépouillement, interprétation des courbes et détermination d'un critère dans le but de voir l'influence du mode de fabrication vis-à-vis des propriétés mécaniques des nouveaux matériaux polymères élaborés.

[P2] **Stéphane KOLODZIEJSKI, Antoine FLAHAUT, Reda FAZAL (2011) (75%)**

- CESI à Arras – 1 mois – 3 étudiants
- « *Création d'un didacticiel pour la machine de microindentation instrumenté CSM* ».
- Travail réalisé : Prise en main du micro-indenteur de l'équipe afin d'en réaliser un didacticiel accessible pour tous. Essais sur différents matériaux. Calcul de la complaisance de la machine d'essais de microindentation instrumenté CSM.

[P3] **Karolien TILKIN (2013) (50%)**

- Université de Belgique Katholeide Hogeschool Limburg - 4 mois
- « *Study of creep and fatigue behavior by nanoindentation for SAC 405 solder* »
- C'est à partir d'une collaboration de l'équipe avec des membres de l'Université de Wroclaw en Pologne que l'étude sur le comportement au fluage-fatigue de l'alliage eutectique Plomb-Etain a été menée. En Pologne, les collègues ont développé une machine spécifique permettant de combiner les 2 types de sollicitations. En France, l'objectif étant de reproduire ces sollicitations en indentation.
- Travail réalisé : Nombreux essais de fluage seul (temps de maintien long à la charge d'indentation maximum) et de fatigue seule (cycles répétés à chargement constant) puis essais combinés. Etablissement d'une analyse type Manson-Coffin pour en représenter l'évolution de la profondeur d'indentation en fonction du nombre de cycles

[P4] **Victor JUBERT - Anthony MENDEZ - Nicolas THOREZ** (2014) (75%)

- CESI à Arras – 1 mois – 3 étudiants
- « *Détermination des propriétés mécaniques par indentation de différents matériaux revêtus d'Al₂O₃ et TiO₂ de différentes compositions et obtenus sous différentes procédés d'élaboration* »
- *Travail réalisé* : L'optimisation du mode d'élaboration et le lien avec les propriétés mécaniques à la composition chimique des dépôts étudiés a été effectuée par le biais d'une soixantaine d'essais qui ont été réalisés sur un macro-indenteur instrumenté CSM. L'application de différents modèles permet de séparer la contribution du substrat de la mesure pour accéder aux propriétés mécaniques. Ce projet est mené en collaboration avec l'Université de Limoges.

[P5] **Sébastien DELFOSSE** (2015) (80%)

- Ce projet de mémoire CNAM conduira Sébastien DELFOSSE à valider le diplôme d'ingénieur CNAM (En cours) – 1 étudiant
- « *Caractérisation mécanique par indentation de revêtements Al₂O₃-TiO₂ obtenus par projection thermique : influence de la composition sur les propriétés mécaniques* »
- Le travail de recherche est la poursuite des essais réalisés par les étudiants du CESI en 2014. Il s'agit d'optimiser le mode d'élaboration pour obtenir le meilleur comportement et d'en déterminer les propriétés mécaniques (dureté et module d'Young).
- *Travail réalisé* : Etude de différents revêtements et détermination des propriétés mécaniques en tenant compte du mode de déformation autour de l'empreinte. L'objectif est de déterminer les propriétés mécaniques par des essais d'indentation cycliques à chargement croissant afin d'étudier l'évolution de ces propriétés en fonction de la profondeur d'indentation.

Rayonnement

1. Comités d'organisation

Pour être au plus près des préoccupations industrielles, je me suis impliquée dans le bureau l'**Association de Traitement Thermiques et de Traitement de Surface (A3TS)** de la section Nord Belgique qui existe depuis 1997. Cet acronyme vient remplacer l'ATTT, l'Association des Techniciens du Traitement Thermique créée en 1969.

- Membre du bureau de l'**Association de Traitement Thermiques et de Traitement de Surface (A3TS)** depuis janvier 2012, vice-présidente depuis janvier 2015. Le bureau regroupe des industriels, des chercheurs et enseignants-chercheurs de Belgique et de la région Nord-Pas de Calais. Nous nous réunissons 6 fois/an. Cette association élabore et organise 2 journées thématiques par an où industriels et chercheurs viennent échanger leur point de vue sur des sujets d'actualité choisis par le bureau. Par exemple, les journées de 2012 portaient sur « *Phosphatation : Enjeux-Principe et application* » (mars 2012) et « *Pignonnerie : Quel traitement pour quel contact mécanique ?* » (octobre 2012). En mars 2013, la thématique abordée a été : « *Contrôle non destructif sur pièces traitées* », et en octobre 2014 « *Les déformations associées à*

la mise en œuvre des pièces mécaniques ». En mars 2015 le thème «*Protection et décoration des matériaux : peintures, prétraitements avant peinture, pollution, anodisation, passivation des inox* » a été réalisé à Fourmies dans le Nord. En décembre 2015, la journée scientifique se déroulera à Mons en Belgique. Le titre est « *Comment accroître la durée de vie des matériaux ?* ». Les thématiques proposées sont relayées par le bureau national de l'A3TS à Paris qui en assure la diffusion. Cette communication, plus celle que nous réalisons par le biais de nos différents réseaux permet d'accueillir, lors de chaque journée technique, environ une cinquantaine de personnes venant de toute la France.

En recherche et pour participer à la diffusion de la recherche et au rayonnement de l'Université Lille 1, j'ai participé à l'organisation de plusieurs congrès comme les **Rencontres Internationales sur la Projection Thermiques (RIPT)** (3 éditions), **Colloque National de la Recherche dans les IUT (CNRIUT)**. Pour l'année 2015, je suis engagée dans l'organisation des **30 ans du Laboratoire Mécaniques de Lille (LML)** pour décembre 2015 et l'organisation du **Colloque francophone de l'Indentation** qui se déroulera à Lille en 2016.

Les **Rencontres Internationales sur la Projection Thermiques (RIPT)** ont débuté à Lille en 2003 sous l'impulsion des Professeurs Jacky Lesage et Lech Pawlowski de l'**Ecole Nationale Supérieure de Chimie de Lille (ENSCL)**, avec la participation d'Alain Carette (ENSCL), du Pr. Didier Chicot du Laboratoire de Mécanique de Lille (LML) et de Patrick Orleans de la Mission Matériaux du CETIM. Le but de ce congrès est de faire se rencontrer des scientifiques et des industriels dont les préoccupations sont axées sur la projection thermique. Ce congrès a lieu sur 2 jours et se déroule tous les 2 ans. Depuis sa création et jusqu'en 2009, celui-ci avait lieu à Lille, depuis 2011, il se déroule à Limoges. En 2007 et 2009, j'ai été **Membre du Comité d'Organisation** des 3^{èmes} et 4^{èmes} **RIPT** à Lille. Mon implication dans l'organisation était de prendre contact avec les intervenants, de planifier les 3 sessions en parallèle avec 4 à 5 exposés par session. Toutes les interventions ont été publiées dans « *Surface and Coatings Technology* » (Elsevier), dont j'ai été membre du comité de lecture lors de la session de 2009. Ce congrès réunit des scientifiques de plus de 10 pays : Allemagne, Angleterre, Belgique, Chine, Espagne, Finlande, France, Italie, Pologne, Suisse, Venezuela autour de la projection thermique.

Le **Colloque National de la Recherche dans les IUT** a lieu tous les ans. Il a pour objectif de faire se rencontrer les enseignants-chercheurs, enseignants, ingénieurs, doctorants ou post-doctorants travaillant dans les IUT ou affiliés à un laboratoire hébergé dans un IUT, afin de mettre en avant les thématiques de recherche étudiées. Ce congrès est hébergé, chaque année, par un des IUT de France. En juin 2009, j'ai été **chairwoman** de la session «*Mécanique des Matériaux*» lors du 15^{ème} **CNRIUT** qui s'est déroulé à Lille.

Les **30 ans du LML**, est un événement exceptionnel qui se déroulera en décembre 2015 à Lille. Pour l'organiser, il a été décidé par l'équipe de direction du LML d'impliquer une personne, volontaire, par équipe de recherche, soit 5 personnes. Ce groupe de travail s'implique dans l'organisation du planning des deux journées, l'invitation des personnalités extérieures, le choix du thème central de cet événement et toute la logistique (lieux pour déjeuner et pour le gala au soir), la gestion du budget et la recherche de subventions exceptionnelles auprès des différentes institutions comme l'Université, les écoles partenaires et le CNRS.

Depuis mars 2009 le **Groupe Indentation Multi Echelle (GIME)** a pour objectif de fédérer la communauté française travaillant autour de l'indentation. Il organise le congrès sur l'indentation qui a lieu tous les 2 ans. En 2014, il a eu lieu du 10 au 12 décembre à Strasbourg. Il réunit toute la communauté scientifique de l'indentation. La 5^{ème} édition se déroulera en 2016 à Lille. Le comité d'organisation, dont je fais partie, réunit des personnes des Arts et Métiers Paris-Tech, de l'Université de Valenciennes, de l'école des Mines de Douai et bien sûr de l'Université Lille 1. En plus de cela, il diffuse depuis 2013 une newsletter qui est hébergée par la **SF2M**. En Mars 2015, les chercheurs issus de l'Ecole des Mines de Douai, de l'Université de Valenciennes, de l'Université Lille 1 : *UMET et LML UMR CNRS* et de l'ENSAM, Arts et Métiers Paris-Tech se sont regroupés, autour de cette thématique qu'est l'indentation, pour créer **GIME Section NORD**. Ce groupe régional a pour but de mettre en synergie ses compétences complémentaires ; il formalise ainsi des collaborations existantes depuis longtemps mais qui se sont renforcées ces dernières années par des co-encadrements de thèse ou de Master, dans le montage de projet et dans la production scientifique. Actuellement, un projet INTERREG est en cours de dépôt avec l'Université de Mons et Materiana de Mons en Belgique. Le projet, déposé en juillet 2015, a reçu le feu vert pour la deuxième étape. Il sera déposé fin septembre 2015.

2. Collaborations :

Au cours de ces années, je me suis impliquée dans les collaborations développées par l'équipe tant au niveau national qu'international, et qui ont permis de mettre en commun nos compétences avec celles de chercheurs d'autres universités, de faire interagir des domaines de recherches aux antipodes comme l'analyse dynamique moléculaire quantique avec l'indentation, de s'appuyer sur des savoirs associés aux procédés d'élaboration de revêtements comme le dépôt par projection thermique. Toutes ces collaborations ont permis, le plus souvent la rédaction d'article en commun, le développement de collaborations scientifique et technique institutionnelles et au co-encadrement de thèses.

Au niveau régional et national :

▪ **LILLE – Région Nord-Pas-de-Calais**

- Laboratoire LGCgE – **Pr. Ali ZAOUI** [A6, A9]

Expertise dans la modélisation par dynamique moléculaire dans le but de déterminer les propriétés mécaniques des matériaux (module d'élasticité ou la dureté). Les résultats obtenus ont été confrontés avec ceux issus des expérimentations par indentation.

- Laboratoire MSMP, **Arts et Métiers Paris Tech**, Ecole Nationale des Arts et Métiers, **Pr. Alain IOST** [A3]

Collaboration portant sur le développement et l'amélioration de la compréhension des phénomènes physiques intervenant dans l'indentation aux différentes échelles de mesure, de la nano à la macroindentation instrumentée. J'ai travaillé notamment d'avantage sur la macroindentation dans le cadre, par exemple, d'un projet CNAM avec le laboratoire de céramiques de Limoges (Projet de **Sébastien DELFOSSE**), ou encore dans les expérimentations conduites dans le cadre de la thèse d'**Alberto MEJIAS** [Th5].

- Equipe Dépôts par projection thermique, **ENSCL**, Ecole Nationale Supérieure de chimie de Lille, **Pr. Lech PAWLOWSKI** [A8, A10, A11, A13, A14]

Dans le cadre de cette collaboration, j'ai apporté mon expertise sur la caractérisation (microscopie et microanalyse) des dépôts par projection thermique, élaborés à l'ENSCL par l'équipe du Pr. Lech PAWLOWSKI, expert dans les techniques de dépôts.

- **DOUAI, Ecole des Mines, EMDouai, MPE-GCE - Ghislain LOUIS** [A3, A6, A9, A12]

En collaboration avec le Pr. Didier CHICOT, Ghislain LOUIS a développé un microindenteur sous microscope électronique à balayage qui permet de visualiser les déformations autour des empreintes d'indentation ou encore l'apparition et la propagation des fissures [A2].

- **LIMOGES**

- Centre d'Ingénierie en Traitements et Revêtements de surface Avancés, **Régis AUMAITRE** et **Guillaume BOUSCARRAT** [A4]

Expert dans le domaine de l'élaboration des céramiques en couches plus ou moins épaisses.

- Université de Limoges, Centre Européen de la Céramique (CEC), **Hélène AGEORGES** et notre équipe encadrons les travaux de **Sébastien DELFOSSE** dans le cadre de son mémoire CNAM sur la classification de dépôts de films minces TiHfTCN de différentes épaisseurs pour en optimiser l'application.

Au niveau International :

Amérique du Sud :

- **VENEZUELA**, School of Metallurgical Engineering and Materials Science, Caracas – Equipe **Pr. Mariana STAÏA** et **Pr. Eli-PUCHI-CABRERA** [A3, A4, A5, A7, A16, A18, A19]
 - Le **Pr. Mariana STAÏA** est reconnue pour ses contributions dans l'optimisation des paramètres relatifs à la tribologie et à l'obtention des dépôts de couches minces. [A3, A4, A5, A7, A16, A18, A19],
 - Expert dans la caractérisation des propriétés des matériaux et de leur comportement sous sollicitations diverses. Approche expérimentale et numérique. Le **Pr. Eli PUCHI-CABRERA** est expert dans la prise en compte et la modélisation de la plasticité des matériaux. [A3, A4, A5, A7].
- **ARGENTINE**, Instituto de Física Rosario de l'équipe du **Pr. Jorge FEUGEAS** « *Etude des paramètres de dépôt de nitrure d'aluminium sur des substrats en aluminium par le biais d'un dépôt plasma* » - Séjour Erasmus-Mundus de 6 mois à Rosario (publication avec corrections soumises).
- **PEROU**, Université de San Augustin d'Aréquipa « *Etude du comportement mécanique des polymères biosourcés* » **Alexandro SILVA VELA** (Cotutelle de thèse) [Th3]. Ce travail est poursuivi actuellement avec la thèse de **Jonathan ALMIRON** en collaboration avec le **Pr. Sophie DUQUESNE** de l'ENSCL.

Europe

- **ITALIE**, Université de « Rome Tre », Département d'ingénierie de Mécanique et Industrie – **Edoardo BEMPORAD** [A15]

Le **Pr. Edoardo BEMPORAD** s'intéresse à la caractérisation mécanique et physique des matériaux. Il dispose d'équipements pointus comme un FIB qui a permis entre autres de visualiser les déformations sous une empreinte d'indentation. Lors de divers travaux, il nous a apporté ses compétences sur les films minces.

- **POLOGNE** : co-encadrement dans le cadre d'une thèse de doctorat.

Amérique du Nord

- **ETATS-UNIS**, Department of Mechanical and Aerospace Engineering – University of Buffalo, **Andres SOOM** [A17]
Relation entre effet de taille en indentation et préparation de surface ; Modélisation développée sur l'analyse d'un acier inoxydable.

Afrique

- **CAMEROUN** - Université de Yaoundé, **Pr. Jean-Marie NDJAKA**, co-encadrement des travaux de la thèse de **Michel YETNA** [Th4][A1] et de celle de **Philémon NOGNING KAMTA** [Th6].

3. Programmes Internationaux

- **ERASMUS MUNDUS - DREAM : Philémon NOGNING KAMTA**, a obtenu le financement d'une thèse depuis octobre 2014, son étude porte sur la pertinence d'un critère de fluage en indentation pour la caractérisation de différents aciers au chrome. Elle vise à comparer les résultats obtenus par indentation (quelques minutes) à ceux obtenus de manière classiques (quelques mois, voire années). On en comprend l'enjeu industriel. Cette étude est réalisée en partenariat avec l'UMET de l'Université Lille 1 et l'école des Mines de Douai.
- **Programme COFECUB – CAPES 2014** avec le **BRESIL**, et plus particulièrement avec le Laboratório de Tecnologia Submarina (LTS) de l'Universidade Federal do Rio de Janeiro. Cette collaboration est réalisée avec **Bianca PINHEIRO** et **Ilson Paranhos PASQUALINO** sur l'utilisation de la diffraction des rayons X pour l'étude et la modélisation de la phase d'amorçage en fatigue. Dans le cadre de cette collaboration une thèse en cotutelle est menée avec un échange de 15 jours des équipes brésilienne et française dans les pays respectifs afin de collaborer à des échanges scientifiques.
- **DIRVED (DIR**ection de la **Recherche**, de la **Valorisation** et des **Etudes Doctorales**) du 7 mars au 30 juin 2011 : Accueil de **Jonathan ALMIRON** de l'Université de San Augustin d'Aréquipa au Pérou pour une période de 17 semaines dans le cadre d'un projet de Master Recherche [M3]. Le sujet proposé est la « *Películas plásticas biodegradables de almidón con quitosano* » Ce projet est la continuité du programme PCP France-Pérou présenté ci-dessous. Depuis décembre 2014, **Jonathan ALMIRON** réalise sa thèse à l'Ecole de Chimie de Lille sous la direction du **Pr. Sophie DUQUESNE**. Le sujet est « *Etude des propriétés thermo-mécaniques des matériaux polymères avec addition du résidu solide de pyrolyses* ». Je suis co-encadrante pour la partie caractérisation mécanique. Après une étude chimique de ces nouveaux matériaux avec l'Ecole de Chimie, mes compétences seront utilisées sur la caractérisation mécanique de ces matériaux à l'aide d'essais en macro-indentation.
- **ERASMUS MUNDUS – Francine ROUDET** - du 20 juillet 2010 au 26 janvier 2011, avec l'Universidad Nacional de Rosario en Argentine dans l'Instituto de Fisica Rosario (CONICET-UNR) dirigé par le **Pr. Jorge FEUGEAS**. Cet échange avait pour but de

mieux connaître les principes de déposition de couches minces par le procédé plasma afin de comprendre les mécanismes mis en jeu lors de la mise en œuvre. Cet échange s'est concrétisé par une publication au congrès TALMA en Argentine portant sur la technique de dépôt du film mince d'Al₂O₃, d'une présentation orale au congrès Indentation de Strasbourg en décembre 2014 portant sur la détermination du module d'Young et la dureté de films d'épaisseur nanométrique en confrontant les modules existants, une publication est en cours de révision dans Thin Solid Films.

- **Programme PCP France-Pérou (2005-2009)** : Ce programme vise à étudier les conditions d'utilisation de fibres naturelles comme l'écorce de riz mais aussi d'autres fibres tirées de l'exploitation forestières pour renforcer des matières plastiques issues du recyclage ou des matières plastiques elles-mêmes biodégradables. Les composites ainsi obtenus deviennent alors des matériaux bio-sourcés au contraire de ceux obtenus à partir de fibres synthétiques ou de verre. L'essai d'indentation instrumentée permet de remonter aux propriétés mécaniques, dureté et module d'élasticité, de ces nouveaux matériaux. Cette collaboration s'est concrétisée par la thèse en co-tutelle d'**Alejandro SILVA VELA** [Th3].

4. Comité de lecture

- Referee pour la revue « **Surface and Coating** » depuis **2008**.
- **Proceedings** des 3^{èmes} Rencontres Internationales sur la Projection Thermique publiés dans une édition spéciale de la revue **Surface and Coatings Technology (2009)**.
- Evaluation d'un projet de recherche scientifique et technique présenté au **FONCyT** (Fondo par la Investigación Científica y Tecnología) d'**Argentine**, par un jeune chercheur dans le cadre de la promotion de nouvelle thématique de recherche (**2011**).
- Evaluation d'articles pour le Colloque National de la **Recherche** dans les IUT (**2009**).

5. Liste des publications

Publications de rang A :

- A1. Roudet F, Chicot D, Decoopman X, Iost A., Bürgi J., Nosei L., Feugeas J., Garcia-Molleja J. - *Mechanical properties modelling by nanoindentation of very thin aluminium nitride films* - Thin Solid Films (Revised September 2015).
- A2. Yetna N'jock M, Chicot D, Ndjaka JM, Lesage J, Decoopman X, Roudet F, Mejias A. - *A criterion to identify sinking-in and piling-up in indentation of materials* – Int. J. Mech. Sci. (2015) 145-150. Cité 4 fois
- A3. Chicot D., Puchi-Cabrera E.S., Iost A., Staia M.H., Decoopman X., Roudet F., Louis G. - *An analysis of the Indentation Size Effect in Copper and its alloys* – Mater. Sci. Technol. 29 (7) (2013) 868-876. Cité 3 fois
- A4. Chicot D., Puchi-Cabrera E.S., Aumaitre R., Bouscaarrat G., Dublanche-Tixier C., Roudet F., Staia M.H. - *Elastic modulus of TiHfCN thin films by instrumented indentation* - Thin Solid Films 522 (2012) 304-313. Cité 4 fois
- A5. Chicot D., Puchi-Cabrera E.S., Decoopman X., Roudet F., Lesage J., Staia M.H. - *Diamond-like carbon film deposited on nitrated 316L stainless steel substrate : A hardness depth-profile modelling* – Diam. Relat. Mater. 20 (10)(2011) 1344-1352. Cité 6 fois
- A6. Chicot D., Mendoza J., Zaoui A., Mouis G., Lepingle V., Roudet F., Lesage J. - *Mechanical properties of magnetite (Fe₃O₄), hematite (α-Fe₂O₃) and goethite (α-*

- FeO.OH*) by instrumented indentation and molecular dynamics analysis – Mater. Chem. Phys. 129 (3) (2011)862-870. [Cité 17 fois](#)
- A7. Chicot D., Gil L., Silva K., Roudet F., Puchi-Cabrera E.S., Staia M.H., Teer D.G. - *Thin film hardness determination using indentation loading curve modelling* - Thin Solid Films 518 (19) (2010) 5565-5571. [Cité 15 fois](#)
- A8. Kozerski S., Pawlowski L., Jaworski R., Roudet F., Petit F. -*Two zones microstructure of suspension plasma sprayed hydroxyapatite coatings* – Surf. Coat. Technol. 204 (9) (2010) 1380-1387. [Cité 33 fois](#)
- A9. Chicot D., Roudet F., Zaoui A., Louis G., Lepingle V. - *Influence of visco-elasto-plastic properties of magnetite on the elastic modulus: Multicyclic indentation and theoretical studies* – Mater. Chem. Phys. 119 (2) (2010) 75-81. [Cité 27 fois](#)
- A10. Jaworski R., Pawlowski L., Pierlot C., Roudet F., Kozerski S., and Petit F. - *Recent Developments in Suspension Plasma Sprayed Titanium Oxide and Hydroxyapatite Coatings* - J. Therm. Spray Technol. (1-2) (2010) 240-247. [Cité 11 fois](#)
- A11. Jaworski R., Pawlowski L., Pierlot C., Roudet F., Kozerski S., and Petit F. - *Suspension plasma sprayed oxide and hydroxyapatite coatings* – Proc. Int. Therm. Spray Technol. (2009) 156-161. [Cité 2 fois](#)
- A12. Chicot D., Roudet F., Lepingle V., Louis G. - *Strain gradient plasticity to study hardness behavior of magnetite (Fe₃O₄) under multicyclic indentation* – J. Mater. Res. 24 (3) (2009) 749-759. [Cité 9 fois](#)
- A13. Jaworski R., Pawlowski L., Roudet F., Kozerski S., Petit F. - *Characterization of mechanical properties of suspension plasma sprayed TiO₂ coatings using scratch test* – Surf. Coat. Technol. 202 (12) (2008) 2644-2653. [Cité 42 fois](#)
- A14. Pawlowski L., R. Jaworski, Roudet F., Kozerski S. and Le Maguer A. - *Influence of suspension plasma spraying process parameters on TiO₂ coatings microstructure* – J. Therm. Spray Technol. 17. (1) (2008) 73-81. [Cité 27 fois](#)
- A15. Chicot D., Bemporad E., Galtieri G., Roudet F., Alvisi M. and Lesage J. - *Analysis of data from various indentation techniques for thin films intrinsic hardness modelling* - Thin Solid Films 516. (8) (2008) 1964-1971. [Cité 6 fois](#)
- A16. Chicot D., Mercier D., Roudet F., Silva K., Staia M.H. and Lesage J. - *Comparison of instrumented Knoop and Vickers hardness measurements on various soft materials and hard ceramics* - J. Eur. Ceram. Soc. 27(4) (2007) 1905-1911. [Cité 19 fois](#)
- A17. Chicot D., Roudet F., Soom A. and Lesage J. - *The interpretation of instrumented hardness measurements on stainless steel with different surface preparations* - Surf. Eng. 23 (1) (2007) 32-39. [Cité 18 fois](#)
- A18. Staia M.H, D’Alessandria M., Quinto D.T., Roudet F., Marsal Astort M. - *High-temperature tribological characterization of commercial TiAlN coatings* – J. Phys. Cond. Matter 18 (32), art. No. S04 (2006) S1727-S1736. [Cité 25 fois](#)
- A19. Chicot D., Pertuz A., Roudet F., Staia M.H., Lesage J. - *New developments for fracture toughness determination by Vickers indentation* - Mater. Sci. Technol. 20 (7) (2004) 877-884. [Cité 18 fois](#)
- A20. Roudet F., Desplanques Y, Degallaix S. - *Fatigue of glass/epoxy composite in three-point-bending with predominant shearing* – Int. J. Fat. 24 (2002) 327-337. [Cité 16 fois](#)
- A21. Roudet F., Degallaix S. - *Effet du matage en fatigue par flexion trois points avec cisaillement prépondérant dans un V/E-UD* - CRAS (Paris) (1999) Série Iib 327 (14) 1363-1369. [Cité 1 fois](#)

Revue sans comité de lecture :

- B1. Roudet F., Mendoza J., Duarte G., Lesage J., Chicot D. - *Un facteur d'échelle en dureté pour représenter l'effet de taille en nano et en microindentation* – Matér. Tech. 96 (2009) 43-52.

Actes de colloques à comité de lecture :

- C1. Roudet F., Chicot D., Decoopman X., Iost A., Bürgi J., Molleja J., Feugeas J. – *Propriétés mécaniques par indentation d'un film mince nanométrique de nitrure d'aluminium* - 4^{ème} Congrès Indentation 2014, Strasbourg.
- C2. Chicot D., Pertuz A., Roudet F., Lesage J. - *Indentation Vickers et Knoop, conversion des duretés* - 16^{ème} Congrès Français de Mécanique CFM 2003, Nice.
- C3. Staia M.H., Valentine T., Bartuli C., Lewis D.B., Roman A., Lesage J., Chicot D., Mesmacque G. - *Part II: Tribological performance of Cr₃C₂ – 25% NiCr plasma sprayed coatings at different pressures* – Surf. and Coat. Techno. 146-147 (2001) 563-570.
- C4. Roudet F., Desplanques Y., Degallaix S. - *Fatigue of glass/epoxy composite in three-point-bending with predominant shearing* – Inter. J. of Fat. 24 (2-4) (2002) 327-337
- C5. Roudet F., Inoué A., Degallaix S. - *Isotropie transverse en fatigue-cisaillement d'un matériau composite unidirectionnel verre/époxyde* - 11^{èmes} Journées Nationales sur les Composites (JNC11), Arcachon, 18-20 (Novembre 1998). Comptes rendus des JNC11, J. Lamon & D. Baptiste Eds., AMAC Publ, Vol III, 1055-106.
- C6. Roudet F., Tolba B., Degallaix S., Risson T., Salvia M. - *Fatigue damage by mode II in a unidirectional glass/epoxy composite* - 1st Int. Conf. on Fatigue of Composites (ICFC1), Paris, 3-5 (June 1997). Texte paru dans Proceedings of ICFC-1, S. Degallaix, C. Bathias & R. Fougères Eds, SF2M Publ, 307-314.
- C7. Roudet F., Tolba B., Desplanques Y., Degallaix S. - *Comportement en fatigue par flexion-cisaillement d'un composite unidirectionnel verre/époxyde* - 10^{èmes} Journées Nationales sur les Composites (JNC10), Paris, 29-31 (Octobre 1996). Comptes rendus des JNC10, D. Baptiste & A. Vautrin Eds., AMAC Publ, Vol I (1996) 573-582

Communication à des congrès, symposium :

- D1. Bürgi J., García Molleja J., Nosei L., Roudet F., Ferrón J., Feugeas J. - *Desarrollo de capas de AlN Sobre Aleaciones de aluminio como protección superficial contra la corrosión y el desgaste* - Congreso de TALMA (2011).
- D2. Chicot D, Pertuz A, Roudet F, Staia MH, Lesage J. - *Elastic modulus calculation from a new Vickers-Knoop hardness conversion* - 8th International Conference on the Science of Hard Materials 2004, ICSHM8, San Juan, Porto Rico, (8-12 novembre 2004).
- D3. Chicot D., Pertuz A., Roudet F., Staia M.H., Lesage J. - *Vickers and Knoop indentations for elastic modulus calculation* - Jornadas de Investigación de la Facultad de Ingeniería, JIFI 2004
- D4. Roudet F., Degallaix S. - *Three-point bending test with predominant shearing on a glass/epoxy unidirectional composite* - (2000), 4th Eur Mech. Conf Symp “Composite testing”

Indicateurs bibliométriques	h-index : 11	Nombre de citations : 297
------------------------------------	---------------------	----------------------------------

Chapitre 2

Activités de Recherche

Chapitre 2A

Activités de Recherche

Composites

Sommaire

1. Verre/Epoxyde.....	39
2. Polyoléfine/écorce de riz et Polyoléfine/sciure de bois	42
3. Les matériaux bio-sourcés : Amidon de Pommes de terre/eau/glycérine	47
4. Matériaux recyclés.....	49
5. Conclusions	50

Glossaire - Composites

Verre-Epoxyde

EM10	Composite à fibre de verre E et résine époxyde M10
RM9	Composite à fibre de verre R et résine époxyde M9
σ_{12}	Cisaillement interlaminaire dans le plan 12 (MPa)
σ_{13}	Cisaillement interlaminaire dans le plan 13 (MPa)
σ_{23}	Cisaillement interlaminaire dans le plan 23 (MPa)
h	Epaisseur éprouvette (mm)
l	Distance entre appuis (mm)
f_{\min}	Flèche minimale (mm)
f_{\max}	Flèche maximale (mm)
$N_{10\%}$	Perte de charge pour 10% du nombre de cycles

Polyoléfine/écorce de riz et Polyoléfine/sciure de bois

LDPE	Low Density Polyethylene
MDPE	Medium Density Polyethylene
HDPE	High Density Polyethylene
UHMPWE	Ultra High Molecular Weight Polyethylene)
PP	Polypropylene
PVC-C	Poly Vinyl Chlorid - C
DSC	Calorimétrie Différentielle à balayage
ATD	Analyse différentielle

Matériaux recyclés

VHU	Véhicule Hors Usage
PPHD	Polypropylene High Density
PPLD	Polypropylene Low Density

Composites

Depuis ma thèse, l'étude des matériaux hétérogènes est au centre de mes préoccupations.

En effet, dans un premier temps, je me suis intéressée aux composites à base de fibre de verre E ou R avec une résine époxyde M10 ou M9. La bonne flexibilité de la fibre de verre a conduit à son utilisation comme âme dans les pales d'hélicoptère. C'est pour caractériser son mode de sollicitation en fatigue/flexion avec une rupture par délaminage que l'essai de flexion trois points a été revisité afin de prendre en compte les modes de dégradation des composites employés.

Dans un second temps, à partir de 2005, les composites bio-sourcés sont venus compléter mon domaine de connaissances. La réalisation de nouveaux matériaux, avec la participation de l'Ecole de Chimie de Lille, et leur caractérisation mécanique a été au centre de mes préoccupations dans le cadre de l'encadrement de la thèse d'Alejandro SILVA VELA [Th3] et le co-encadrement de la thèse de Jonathan ALMIRON [Th7].

1. Verre/Epoxyde

Les matériaux composites étudiés pendant ma thèse, sont des composites unidirectionnels à fibres de verre E ou R avec une résine époxyde M10 ou M9 (EM10 – RM9) utilisés dans les âmes des pales d'hélicoptère afin d'assurer une bonne flexibilité de celles-ci. Le mode de sollicitation rencontré se définit par de la flexion-cisaillement. Le mode de rupture observé sur des pales d'hélicoptère hors-service montre une rupture centrée dans le cœur de l'éprouvette qui se caractérise par un délaminage interlaminaire par fatigue. Les montages d'essai mécanique pour obtenir cette sollicitation n'existent pas. Le but de la thèse a été d'obtenir un comportement interlaminaire dans l'éprouvette sollicitée afin de se rapprocher des conditions réelles de rupture des pales. Les montages d'essai permettant d'étudier une rupture interlaminaire dans toutes les directions $\sigma_{12}, \sigma_{13}, \sigma_{23}$ sont : l'essai Iosipescu [ISO67], l'essai cube développé par Hassaïni D. [HAS95], et l'essai de flexion 3 points ASTM D2344-84. Ainsi, l'essai de flexion 3 points présenté sur la figure 1a montre les conditions expérimentales pour obtenir un mode de sollicitation mixte de flexion et de cisaillement, tout en assurant une rupture par cisaillement interlaminaire. De plus, cet essai est plus simple à mettre en œuvre. La variation du rapport de l'épaisseur de l'éprouvette (h) sur la distance entre appuis (l) permet de se positionner dans le cas de la flexion pure (si $l/h > 16$) ou dans le cas du cisaillement pur si ce rapport est inférieur à 5, ou encore dans le cas d'une configuration mixte avec un rapport l/h de 7,5, inférieure à la limite de 9 comme l'illustre la figure 1b [ROU02].

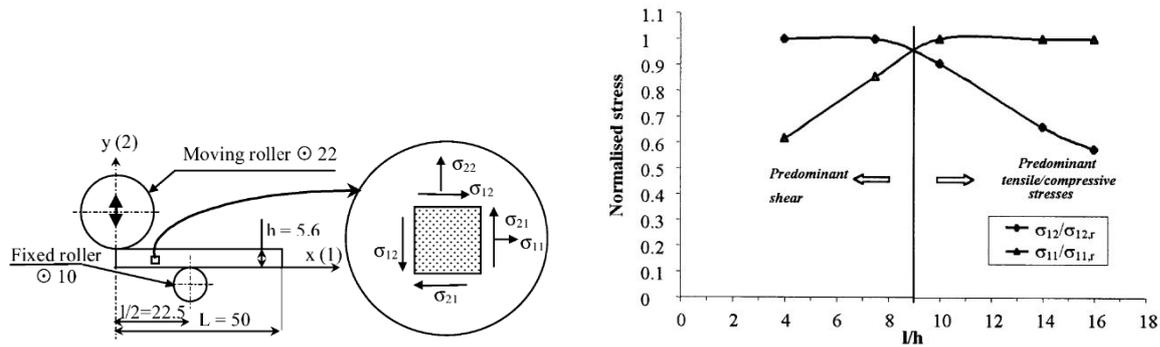


Fig 1 : a - Description de l'essai de flexion 3 points avec cisaillement prépondérant

b - Rapport $\frac{\sigma_{12}}{\sigma_{12,r}}$ et $\frac{\sigma_{11}}{\sigma_{11,r}}$ fonction du rapport l/h [ROU02]

Les essais ont été conduits sous chargements monotones et cycliques afin d'observer la rupture par fatigue en flexion avec cisaillement prépondérant. C'est pourquoi ma thèse s'intitulait « *Comportement en flexion trois points avec cisaillement prépondérant de composites verre-époxyde unidirectionnels : sous chargements monotone et cyclique* ».

Les matériaux composites unidirectionnels verre/époxyde EM10 et RM9 ont été étudiés sous sollicitations monotones et cycliques. Le composite EM10 contient une fraction volumique de fibre de 60 % et des fibres de verre E de $16 \pm 1,4 \mu\text{m}$ de diamètre. Dans les deux modes de sollicitation, la rupture de l'éprouvette se manifeste par un délaminage en mode II dans le plan moyen de celle-ci, et s'initie sous le plot mobile pour évoluer vers l'un des plots fixes. Cette tendance a été démontrée numériquement à l'aide du code de calcul ABAQUS. La figure 2 montre le type de courbe expérimentale obtenue. Celle-ci peut être découpée en 3 parties : ① chute brutale de la charge provenant des phénomènes de matage, ② chute progressive au cours duquel le critère de rupture sera défini, ③ chute brutale de la charge qui traduit la rupture par délaminage.

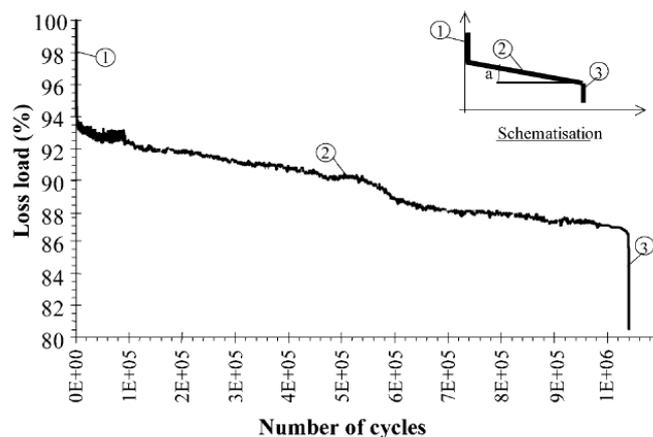


Fig 2 : Courbe expérimentale de fatigue [ROU02]

Sous sollicitations de fatigue, les essais ont été effectués à flèche imposée sous un rapport de flèche $R = \frac{f_{\min}}{f_{\max}} = 0,1$. La dégradation par matage sous les différents plots conduit à une dégradation superficielle de la peau de l'éprouvette. Les résultats expérimentaux sont exprimés en termes de pseudo-courbe de Wöhler amplitude de flèche appliquée en fonction de la perte de charge pour 10 % du nombre de cycles notée $N_{10\%}$ [ROU96, 97, 98, 99]. La figure 3 montre que le critère de durée de vie à 10% de perte de charge ($N_{10\%}$) traduit au mieux la défaillance de l'éprouvette. L'endommagement par matage est pris en compte pour modéliser la pseudo-courbe de Wöhler sous la forme $\varepsilon_{\max} = A - B \cdot \log N_{10\%}$ [ROU02].

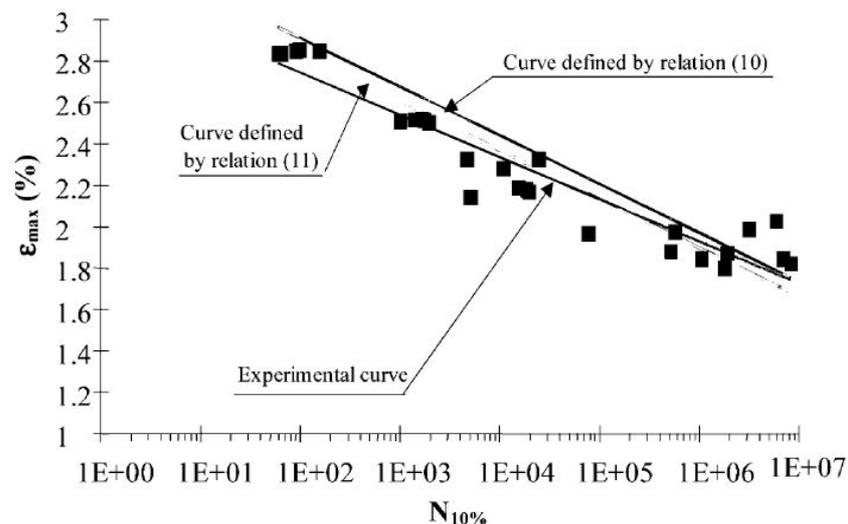


Fig 3 : Pseudo courbe de Wöhler et points expérimentaux [ROU02]

Les faciès de rupture observés par microscopie électronique à balayage révèlent un grand nombre de micromécanismes de rupture comme une rupture de la matrice en forme de dents de scies (Fig 4a), des ruptures de fibres (Fig 4b) ou des décohésions fibres/matrice (Fig4c). Les relevés par ultra-sons ont mis en évidence que la matrice se rompait la première suivie d'une rupture rapide des fibres.

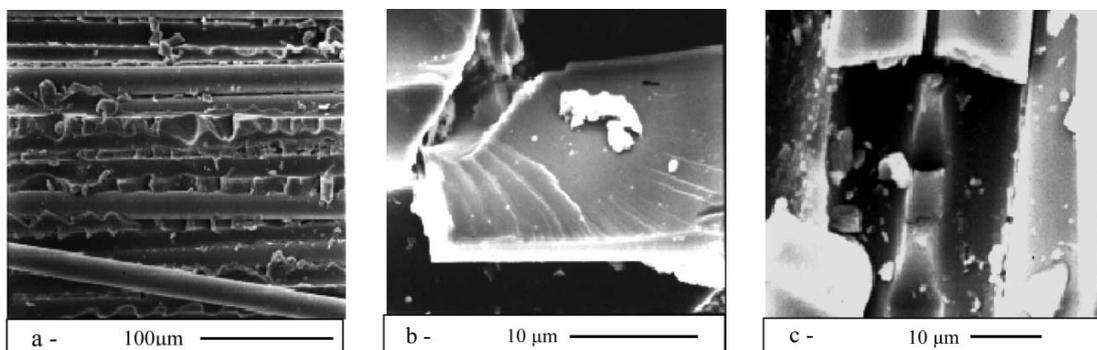


Fig 4 : Faciès de rupture observés au Microscope Electronique à Balayage : a- rupture de la matrice en dents de scies, b- rupture de fibre, c- décohésion fibres/matrice [ROU02]

L'isotropie transverse n'a pu être établie pour le matériau EM10, car la plaque en ma possession ne permettait pas de faire une découpe dans les deux directions de sollicitation. Ce travail a été mené sur le composite RM9 (figure 5) contenant une fraction volumique de fibre de 60%, avec un diamètre de $16 \pm 1,4 \mu\text{m}$.

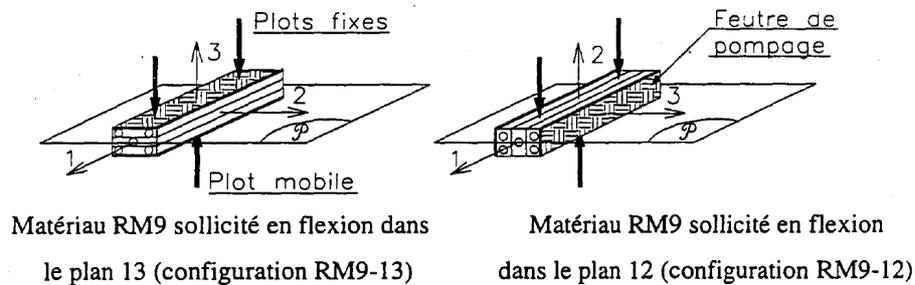


Fig 5 : Configuration du composite RM9 pour étudier l'isotropie transverse [ROU96]

En termes d'essais de fatigue, les courbes expérimentales charge-nombre de cycles sont voisines dans les deux configurations, et la rupture en mode II est identique. En terme de durée de vie en fatigue, celles-ci sont plus faibles dans la configuration RM9-13. Cela s'explique par le fait que le plan (13) n'est pas protégé par l'empreinte du drapage, ce qui favorise la création de la fissure dans le plan (12). Les essais menés ne permettaient pas de conclure sur l'isotropie transverse du matériau, mais démontraient que le comportement du composite RM9 est lié à l'effet « structure » plus qu'à l'effet « matériau ».

2. Polyoléfine/écorce de riz et Polyoléfine/sciure de bois

Dans le cadre du Programme PCP France-Pérou (2005-2009), la thématique portait sur l'étude des conditions d'utilisation de fibres naturelles comme l'écorce de riz mais aussi d'autres fibres tirées de l'exploitation forestière pour renforcer des matières plastiques issues du recyclage ou des matières plastiques elles-mêmes biodégradables. Les polyoléfines forment la plus importante famille des plastiques. Elles comprennent les polyéthylènes (LDPE, MDPE, HDPE et UHMWPE), les polypropylènes (PP homopolymère et PP copolymère), le polychlorure de vinyle (PVC) et le polychlorure de vinyle surchloré (PVC-C). Les polyoléfines étudiées ici, étaient du polyéthylène haute et basse densité (HDPE et LPDE) ou du polypropylène (PP) issus des déchets ménagers. Les composites ainsi obtenus deviennent alors entièrement biodégradables au contraire de ceux obtenus à partir de fibres synthétiques ou du verre. C'est dans ce cadre là et avec ces objectifs que j'ai co-encadré la thèse d'Alejandro SILVA VELA, thèse en co-tutelle avec l'Université Nationale de San Augustin d'Arequipa et l'Université Lille 1.

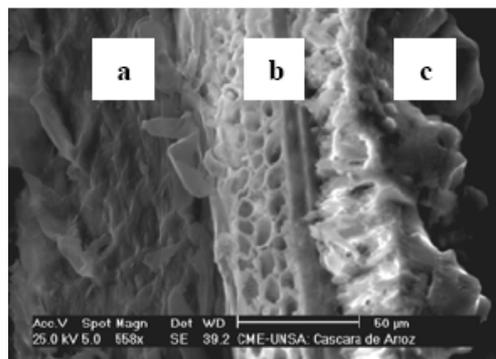
L'étude bibliographique [STR05, TAI00, LIA08] des propriétés mécaniques des mélanges de polyoléfines (HDPE ou LDPE et PP) recyclées montre que la rigidité, la limite d'élasticité et la résistance maximale n'augmentent pas sensiblement par comparaison aux propriétés de leurs composants individuels, ce qui laisse supposer qu'il n'y a pas d'effet de synergie. L'ajout de compatibilisant sur des mélanges de PP vierge et PE recyclé augmente l'allongement et la résistance à l'impact [BER02]. Par contre, il a été montré que l'addition d'agent compatibilisant dans des mélanges de HDPE et de fibres végétales augmente la résistance maximale en traction [PAN07] mais pas la rigidité de ces polyoléfines renforcées. L'ajout de compatibilisant dans les HDPE ou PP et l'écorce de riz augmente la résistance en

traction et réduit la vitesse d'extrusion [PAN07]. Pour le mélange HDPE et l'écorce de riz, la rigidité est augmentée, mais non sa résistance mécanique [FEV10]. Le mélange écorce de riz et PP montre une augmentation de module d'Young mais une diminution de l'allongement à rupture est observée [FUA95, PRE02].

Pour le mélange de polymères étudiés ici, nous avons établi un plan d'expériences qui s'appuyait sur les 3 étapes suivantes :

- 1) Mélange de polyoléfines recyclées avec 30% LDPE, 40% HDPE et 30% PP correspondant à la composition des plastiques recyclés dans la ville d'Arequipa, au Pérou,
- 2) Ajout d'écorce de riz,
- 3) Ajout d'agent compatibilisant pour lier la matrice aux écorces de riz.

La figure 6 présente la coupe d'une écorce de riz avec ses différentes morphologies. L'écorce de riz a été concassée pour atteindre une taille de 0,5 mm. La figure 7a montre les résultats de la calorimétrie différentielle à balayage (DSC) réalisée, entre autre, sur l'écorce de riz. Une perte homogène en masse résiduelle entre 100 et 250°C, suivi d'une dégradation irréversible au-delà de 250°C est enregistrée, ce qui indique que l'écorce de riz est thermiquement stable jusqu'à 250° C. Les résultats de l'analyse thermodifférentielle (ATD) (figure 7b) indique une perte en poids d'humidité de 5% jusqu'à 200°C et une perte en poids importante entre 300°C et 400°C qui correspondent aux pics de combustion de composants volatiles et de la structure en carbone. Ces informations nous permettent de confirmer que l'écorce de riz ne pourra pas se dégrader lors de l'élaboration des polymères qui ont des températures de fusion de 200°C.



- a - Surface interne
- b - Section transversale poreuse
- c - Superficie externe

Fig 6 : Vue en coupe d'une écorce de riz

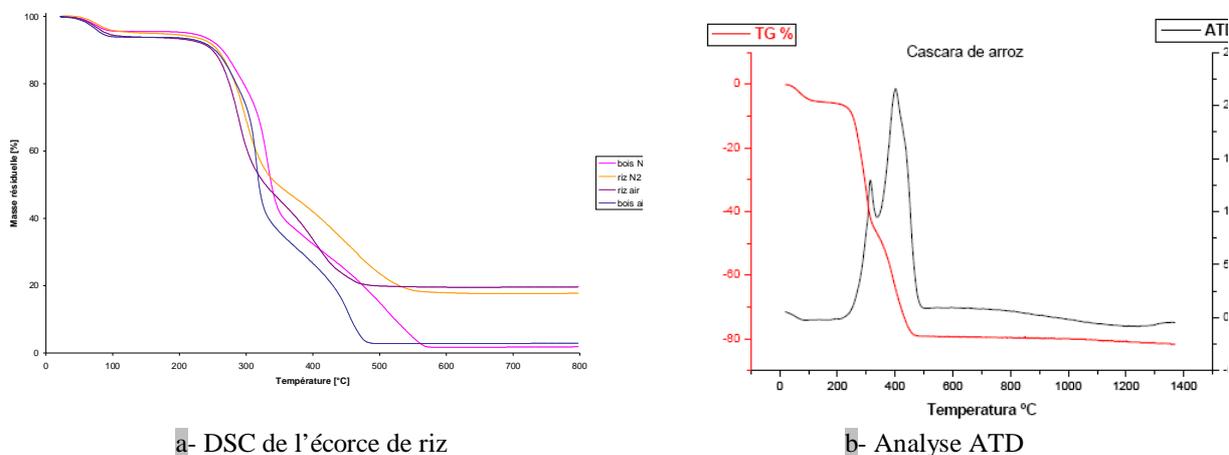


Fig 7 : Analyse chimiques sur l'écorce de grain de riz [Th3]

Les mélanges de polyoléfines utilisés ont été préparés et moulés par compression ou par injection au laboratoire de l'Ecole Nationale Supérieure de Chimie de Lille (ENSCL) de l'Université Lille1. Les essais de traction ont été réalisés au Laboratoire de Mécanique de Lille (LML) situé à l'Institut Universitaire de Technologie A de l'Université Lille 1.

La microanalyse du mélange de polyoléfines, d'écorces de riz et de compatibilisant indique que l'écorce de riz contient de la silice en surface externe où la concentration varie entre la crête et le canal de surface. Ceci signifie que les couches lignocellulosiques ne contiennent pas de silice (figure 8).

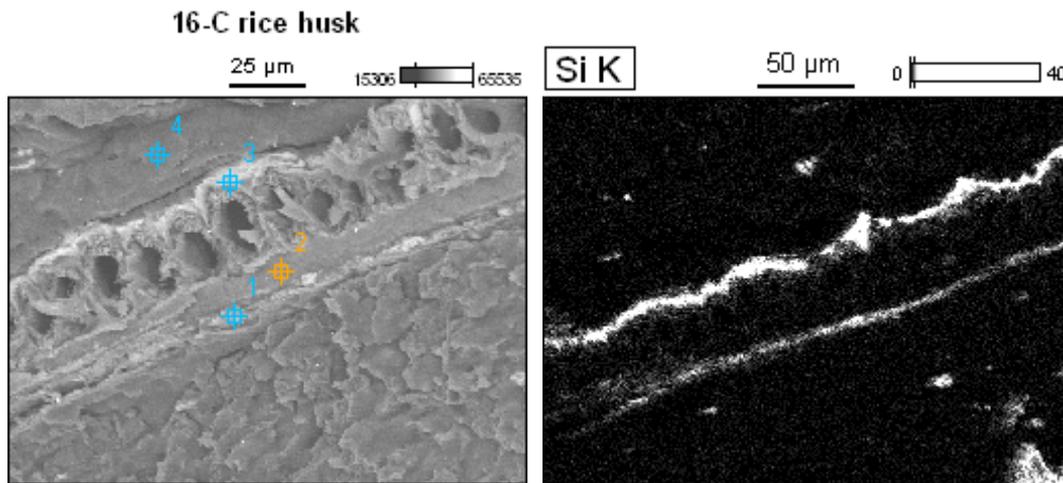
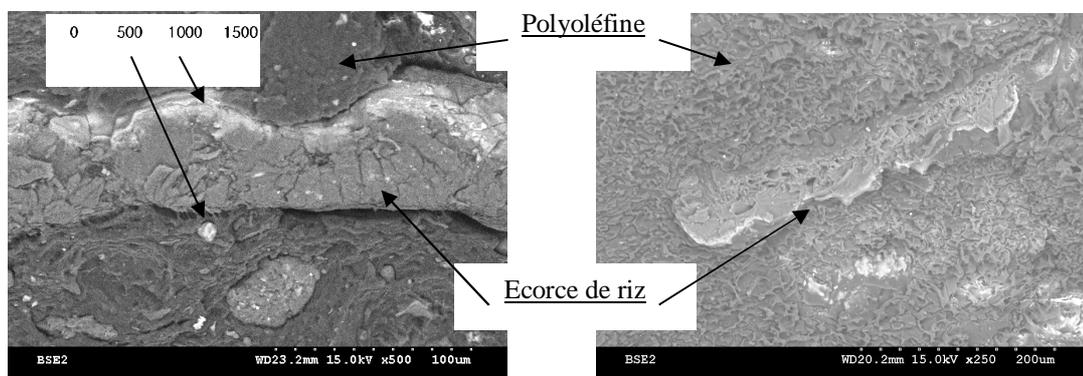


Fig 8 : Microanalyse pour le composite obtenu par compression de composition : 70 % de mélange + 20 % enveloppe de riz + 10 % compatibilisant

Sur la figure 9a, où l'observation est réalisée sur un polymère sans compatibilisant, on observe quelques adhésions entre le mélange polymère avec la surface interne de l'écorce de riz, c'est-à-dire sur la couche de lignocellulosique où la quantité de silice est la plus faible. Sur la figure 9b, qui concerne un mélange de polymère avec comptabilisant, on constate une adhérence prédominante entre les composants oléfiniques du polymère et les surfaces interne et externe de l'écorce de riz.



a- Mélange polyoléfine + écorce de riz

b- Mélange polyoléfine + écorce de riz+ compatibilisant

Fig 9 : Adhérence de mélanges de polyoléfine à l'écorce de riz

Les essais de traction menés sur les éprouvettes obtenues soit par compression soit par injection, montrent que le module d'Young évolue en fonction des mélanges de polymères. Tout comme le montrent Strapasson [STR05], Tai [TAI00] et Premalal [PRE02], il a été également mis en évidence que l'addition seule de l'écorce de riz concassée réduit les propriétés mécaniques de traction mais que l'addition d'un agent compatibilisant augmente l'aptitude à la déformation du mélange polymère. Cependant aucune influence notable du compatibilisant n'a été observée sur les propriétés de traction en présence d'écorce de riz.

Les valeurs des propriétés de traction des éprouvettes élaborées par injection ou par compression montrent une différence plus marquée entre les modes d'élaboration. Quels que soient les mélanges obtenus, les éprouvettes élaborées par compression ont un module d'Young supérieur de 5 à 38 % à celui obtenu par l'injection. Devant la difficulté de comparer rationnellement les courbes expérimentales, nous avons eu l'idée de développer un nouveau paramètre : la capacité de charge. Celle-ci est définie sur la courbe contrainte nominale-déformation nominale comme le rapport entre la contrainte maximale et la déformation maximale (figure 10). Ce paramètre permet de connaître l'influence du pourcentage d'écorce de riz et du compatibilisant sur le mélange pur de polymère.

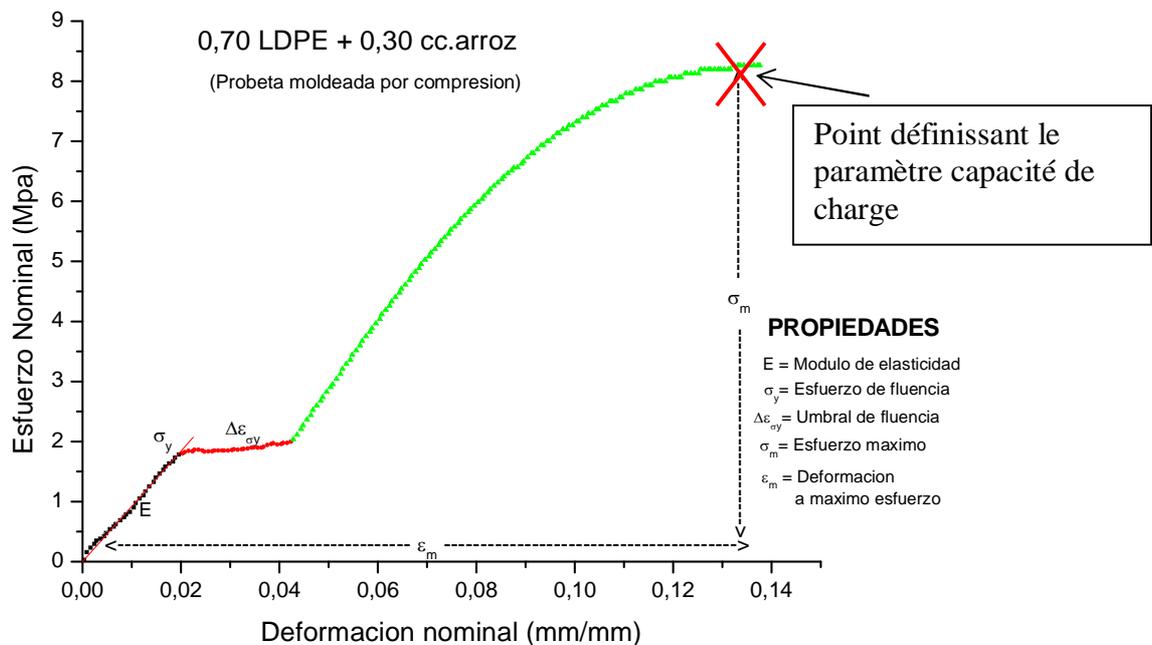


Fig. 10 : Exemple de courbe contrainte nominale- déformation nominale pour calculer le paramètre capacité de charge pour le mélange 70% de LDPE+30% d'écorce de riz [Th3]

Cependant, comme l'illustre la figure 11 la représentation du paramètre capacité de charge en fonction des différents mélanges montre une variation importante des résultats qui empêche de conclure valablement sur l'effet de la composition.

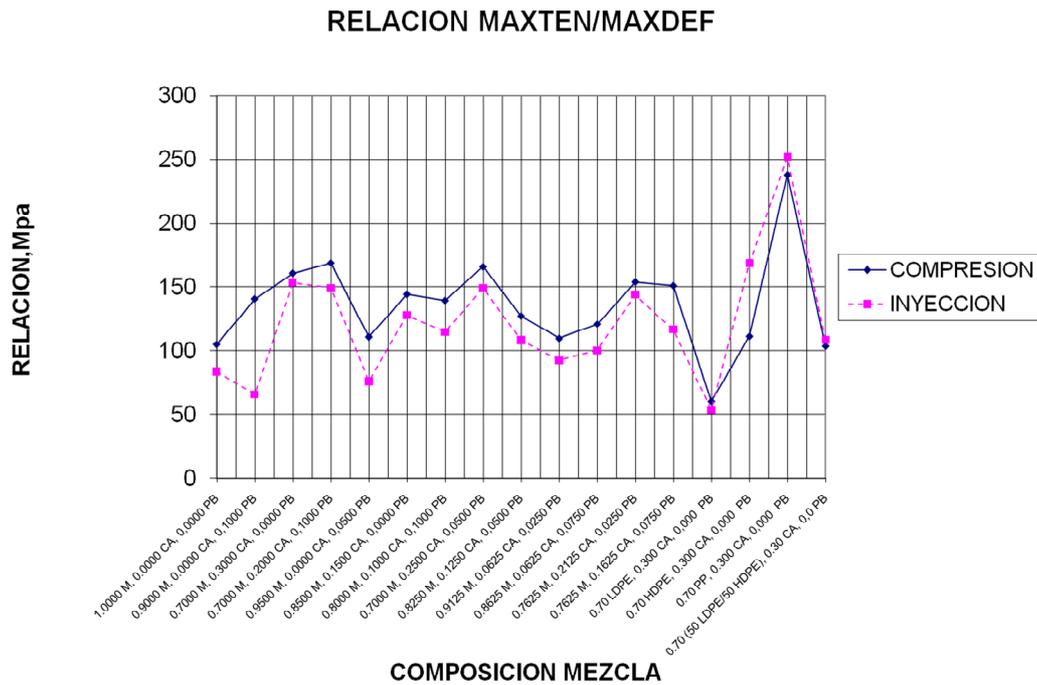


Fig. 11 : Evolution du paramètre capacité de charge pour toutes les compositions de polyoléfine+écorce de riz avec et sans additif [Th3]

La représentation graphique (figure 12) du pourcentage d'écorce de riz, avec ou sans additif, en fonction du paramètre capacité de charge permet d'observer des comportements linéaires représentés par des droites pratiquement superposées. Ceci indique que la résistance à la rupture des différents mélanges étudiés est peu sensible à l'ajout ou non d'additif dans les compositions. Alors que le pourcentage de composition d'écorce de riz joue un rôle plus important dans la résistance à la rupture et donc dans la formulation de nouvelles compositions.

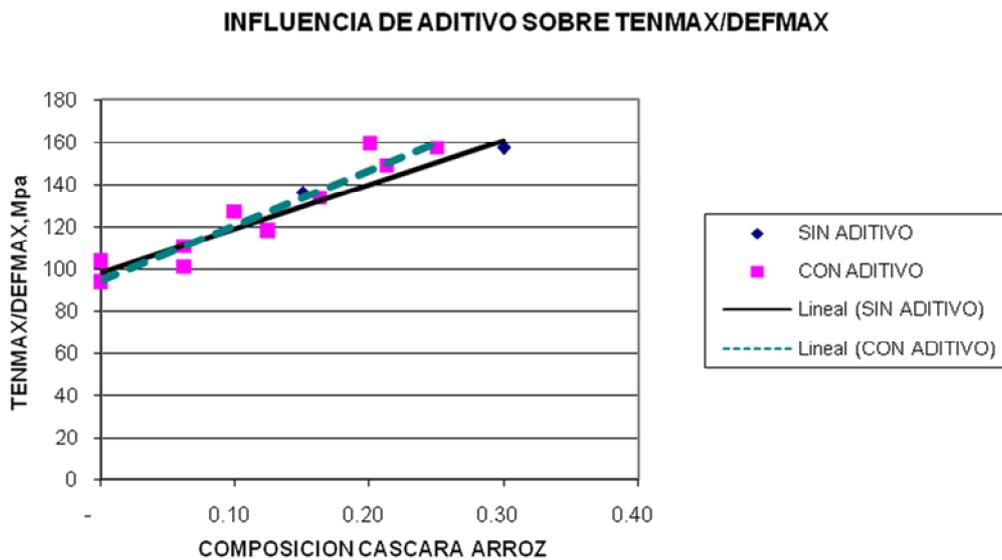


Fig. 12 : Influence de l'écorce de riz sur le paramètre capacité de charge de mélange polyoléfine [Th3]

D'une manière générale, on observe que l'addition d'écorce de riz et d'agent additif à un mélange de polymère à l'origine immiscible, améliore sensiblement le paramètre « capacité de charge » aux conditions maximales de déformation tandis que l'addition d'un agent compatibilisant seul n'augmente que légèrement le paramètre « capacité de charge » [Th3].

Du point de vue du processus physico-chimique permettant d'élaborer de tels matériaux, on peut conclure que l'addition de compatibilisant améliore l'adhérence entre les composants polymères et l'écorce de riz, la déformation du polymère et par voie de conséquence la limite à rupture. Les composites élaborés dans ces conditions peuvent donc constituer une alternative pour la valorisation des résidus plastiques et agricoles. Le paramètre « capacité de charge », que nous avons proposé, renseigne sur la capacité globale de résistance et de déformation aux conditions à rupture en fonction du pourcentage d'écorce de riz, et peut être considéré comme un facteur de conception pertinent. Ce paramètre peut donc être utilisé valablement pour déterminer systématiquement le seuil limite d'utilisation de l'écorce de riz par les concepteurs et les industries de mélanges de polymères renforcés avec des fibres. Les composites élaborés dans ces conditions peuvent donc constituer une alternative pour la valorisation des résidus plastiques et agricoles.

3. Les matériaux bio-sourcés : Amidon de Pommes de terre/eau/glycérine

De Février à Juillet 2010, le travail de **Jonathan AMILRON** dans le cadre de son master recherche portait sur la mise en œuvre et la caractérisation de polymères biodégradables à base d'amidon de pommes de terre/eau/plastifiant. L'amidon est extrait de la pomme de terre « Rosada de Canchán », le gélifiant est de la « Glicerina USP AL 99,5% » dénommé « SOLVAY ». Les analyses par diffraction thermique ont été menées avec l'équipement SDT Q600 de l'Ecole de Chimie de Lille. La **figure 13** montre deux courbes. La courbe A enregistre la perte de poids en fonction de la température (°C), la courbe B représente le flux de chaleur en fonction de la température. La courbe B a permis de déterminer deux pics cristallins à 64,50°C et 299,60°C, et deux pics de fusion à 361,15°C et 499,40°C comme le montre la **figure 13** et en accord avec les travaux de Lawel [LAW08]. La courbe A indique la perte en poids de l'échantillon. La température de mélange des 3 éléments est située entre 78°C et 84°C avec un malaxage durant 5 minutes. 8 compositions différentes ont été étudiées en faisant varier les pourcentages de liant (20 g ou 25 g), d'amidon de pomme de terre (55 g ou 60 g) et d'eau (12 g ou 18 g), pour obtenir des plaques d'une masse comprise entre 87 et 103 g. Les plaques ont été élaborées par emporte-pièces en exerçant une pression de 100 MPa pendant 30 minutes à une température de 60°C entre plateaux. Les plaques obtenues possédaient des porosités de tailles variables (**figure 14**), provenant de l'inclusion d'air dans le mélange et/ou de l'évaporation de l'eau lors de l'élaboration des plaques. La détermination du pourcentage de porosité par le biais de l'analyse d'images n'a pas été probante compte tenu du caractère transparent des plaques et de la dispersion volumique de la porosité. Ainsi, son calcul a été réalisé à partir du calcul théorique de la masse d'une plaque sans porosité et comparé à la masse des plaques réelles. Le pourcentage de porosité varie entre 7,61% et 21,10% comme l'illustre la **figure 14b**.

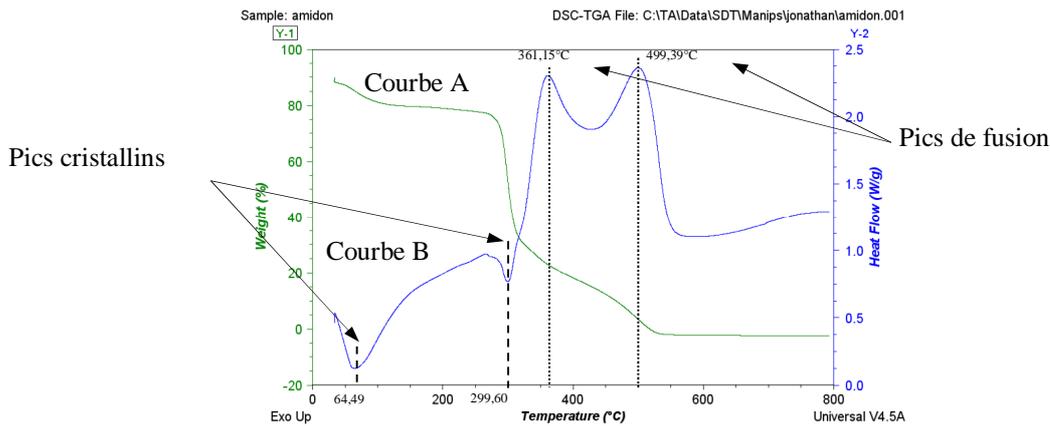
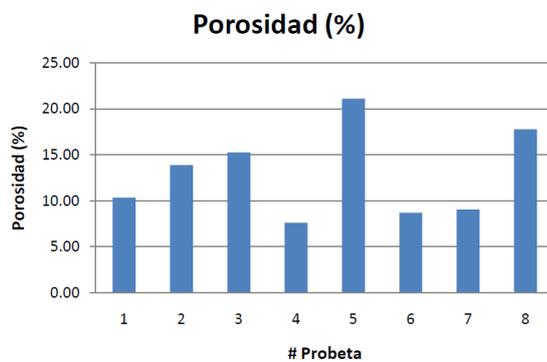


Fig 13 : Pics cristallins et de fusion pour l'amidon de pomme de terre [M3]



a - Observation macroscopique des porosités observées dans les plaques



b - Pourcentage de porosités entre les 8 mélanges obtenus [M3]

Fig. 14 : a - Porosités observées dans les plaques ; b - Pourcentage de porosités entre les 8 mélanges obtenus [M3]

Les différentes recherches ont permis de mettre en évidence l'importance de la proportion des différents constituants (amidon de pommes de terre, eau, liant) sur les propriétés mécaniques de traction. Dans le cadre de mon CRCT (Congés pour Recherches ou Conversions Thématiques) en septembre 2012, des essais d'indentation ont été réalisés sur ces matériaux. Les premiers essais n'ont pas été concluants car les plaques obtenues après fabrication étaient transparentes et de très faibles duretés. Ainsi l'empreinte laissée à l'échelle de la microindentation était difficilement exploitable car peu visible par rapport à la quantité importante de porosité dans le matériau, mais aussi du retour élastique du fond d'empreinte compte tenu de la nature même de ce matériau. Par conséquent, l'utilisation de l'essai d'indentation pour l'étude mécanique de ce type de matériau est pour moi un nouveau défi car il doit être adapté à la spécification de ces matériaux. Je vais poursuivre cette étude dans le cadre de la thèse que **Jonathan AMILRON** [Th7].

Les essais de traction menés sur les 8 lots, ont permis de déterminer une contrainte à rupture variant selon la composition. Afin de prendre en compte la dispersion des résultats, 7 essais de traction par lot ont été réalisés, sous un chargement uniforme à une vitesse de déplacement de 50 mm/min suivant la norme ASTM D 882-91. La **figure 15** montre que la résistance à rupture est plus élevée pour les éprouvettes ayant un plus fort grammage d'amidon. Les éprouvettes 6.1 et 6.2 du lot 6 montrent que cette composition (60 g d'amidon+18 g d'eau+ 20 g de liant) atteint des contraintes à rupture avoisinant 10 MPa par rapport aux autres

compositions. Par comparaison les travaux de Mali [MAL06] montrent que la résistance à la traction de l'amidon de Yuca évolue entre 9 et 17 MPa, et celle de l'amidon de maïs entre 3,8 et 4,3 MPa. Les essais de traction réalisés montrent que l'amidon de pommes de terre permet d'obtenir des contraintes à rupture supérieures à celles du maïs.

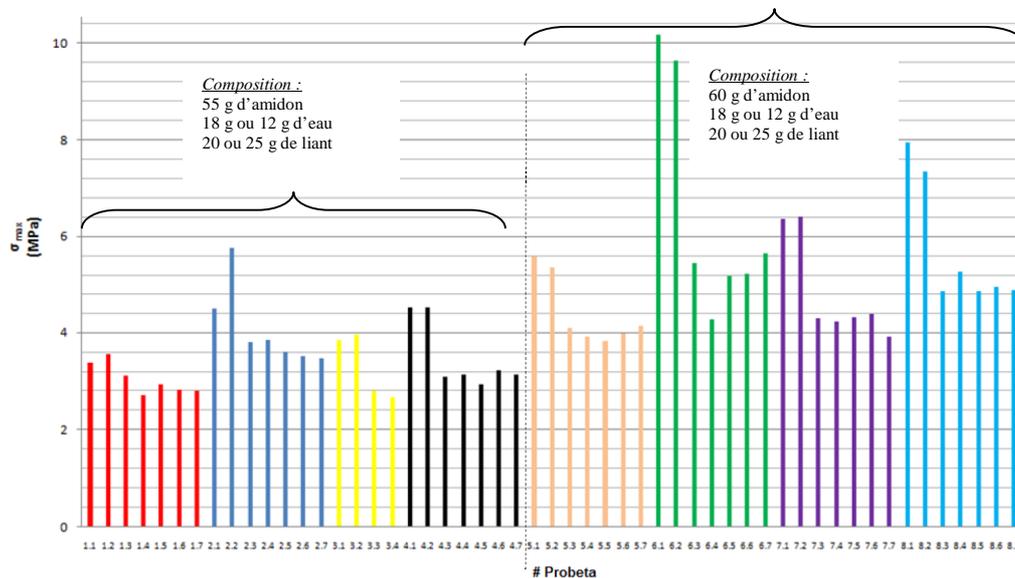


Fig 15 : Contrainte à rupture des éprouvettes pour les 8 lots étudiés [M3]

4. Matériaux recyclés

La thèse de **Jonathan Amilron** a commencé en décembre 2014. Cette thèse est réalisée en cotutelle entre l'Ecole de Chimie de Lille et l'Universidad de San Augustin à Arequipa au Pérou. Dans ce cadre, **Jonathan Amilron** vient par période de 3 mois par an en France, le reste du temps il enseigne à l'Universidad Católica de Santa María de Aréquipa au Pérou, et cela pour 3 ans.

L'intitulé de sa thèse est « *Etude des propriétés thermo-mécaniques des matériaux polymères avec addition du résidu solide de pyrolyses* ». Il est dirigé par la **Pr. Sophie DUQUESNE** de l'Ecole de Chimie de Lille et **Dr. Alejandro SILVA** de l'Universidad de San Augustin à Arequipa au Pérou. L'objectif de la thèse est la valorisation du matériau solide obtenu dans la pyrolyse plastique de véhicule hors usage (VHU). Le matériau est fourni par l'entreprise du Groupe Galloo Recycling située en Belgique et l'entreprise du Groupe BAUDELET Environnement située dans la région Nord-Pas de Calais.

Au cours de son premier séjour passé en France, **Jonathan Amilron** a réalisé des éprouvettes à partir de Polypropylène Homopolymère (PP) haute et basse densités (PPHD et PPLD) issus de déchets provenant des industries automobiles. Après séparation des différents composants, il les a classés en fonction de leur densité. Les polymères sont fondus par pyrolyse pour réaliser des éprouvettes de traction. La caractérisation chimique est effectuée à l'Ecole de Chimie de Lille, la caractérisation mécanique se fait au sein de notre équipe au moyen d'essais de traction pour déterminer le module d'Young et l'allongement à rupture. Ces résultats seront confrontés à ceux réalisés en macro-indentation où les courbes charge-déplacement permettront de déterminer le module d'Young et la dureté. Deux approches sont

envisagées : soit l'application du modèle de Feng and Nang [FEN02] ou la détermination de la dureté par l'énergie de déformation. Dans l'état actuel des choses, aucune des deux approches ne peut être privilégiée.

5. Conclusions

Il est à noter que, seulement la partie 1 « *Verre-Epoxyde* » a fait l'objet de communications internationales [ROU97] [ROU02] car elle est l'aboutissement de ma thèse. Les parties 2 à 4 n'ont fait l'objet d'aucune publication écrite car les études menées sont en amont et se situent à un niveau exploratoire qui n'a pas permis d'obtenir des résultats publiables.

La thèse menée par **Alejandro SILVA** [Th3], n'a pas abouti à une publication mais a permis de réaliser une collaboration entre l'Ecole de Chimie de Lille et l'Université de San Augustine d'Arequipa qui a conduit à la thèse de **Jonathan AMILRON** sur les sujets des polymères ressourcés issus du milieu automobile.

De manière générale, les 4 thématiques développées dans ce premier chapitre mettent en évidence mes compétences dans la caractérisation des matériaux non métalliques au niveau :

- des propriétés mécaniques comme la détermination du module d'Young par essai de traction ou indentation,
- des lois de prédiction des durées de vie par le biais de modèles analytique ou numérique,
- d'un paramètre « capacité de charge » qui permet de définir la composition optimum d'un nouveau polymère, par le biais d'analyse analytique.

Le développement de nouvelles formulations de matériaux composites ou bio-sourcés nécessite de connaître leurs propriétés mécaniques. La caractérisation par le biais de l'essai d'indentation instrumentée à différentes échelles de mesure (nano, micro et macro) est une nouvelle approche pour ce type de matériaux et mon implication avec l'Ecole de Chimie de Lille permet de faire rencontrer deux milieux scientifiques complémentaires pour caractériser un nouveau matériau.

Une autre étude est en cours de développement avec le laboratoire **GEMTEX** de l'ENSAIT, et plus particulièrement **François RAULT** et **Philippe VROMAN**, sur les matériaux mélangeant du lin à du Polypropylène pour obtenir un non-tissé. Ce nouveau matériau est largement utilisé dans l'industrie automobile pour ses capacités d'absorption des vibrations et ses propriétés phoniques. Le but est de déterminer les propriétés mécaniques ainsi que d'étudier le comportement de ces nouveaux matériaux en vue d'optimiser leurs procédés d'obtention et de développer leurs domaines d'utilisation. Il s'agit de nouveaux matériaux bio-sourcés qui présentent la caractéristique d'être très hétérogènes de part leur composition et leur mode d'élaboration. Les différentes échelles de mesure (nano, micro, macro) seront largement mises à contribution pour la caractérisation de ces nouveaux matériaux hétérogènes. Cette collaboration s'appuiera aussi sur une relation privilégiée avec le laboratoire MPSP des Arts et Métiers Paris-Tech.

Références Bibliographiques par ordre alphabétique

Partie 2A

- [BER02] Bertin S., Robin J. - *Study and characterization of virgin and recycled LDPE/PP blends* – Eur. Poly. J. 38 (2002) 2255-2264
- [FEN02] Feng G., Ngan A.H.W - *Effect of creep and thermal drift on modulus measurement using depth-sensing indentation* – J. Mater. Res. 17 (2002) 660-668
- [FEV10] Fevaro S.L., Lopes M.S., Vieira de Carvalho Neto A.G., Rogerio de Santana R., Radovanovic E. - *Chemical, morphological, and mechanical analysis of rice husk/post-consumer polyethylene composites* - Composites Part A: App. Sci. Manu. 41 (2010) 154-160
- [FUA95] Fuad M.Y.A., Ismail Z., Ishak Z.A.M., Omar A.K.M. - *Application of rice husk ash as fillers in polypropylene: Effect of titanate, zirconate and silane coupling agents* - Eur. Poly. J. 31 (1995) 885-893
- [HAS95] Hassaïni D. – *L'essai Cube : nouveau dispositif d'essai de cisaillement pour composite stratifié* – Actes du 12^{èmes} congrès Français de Mécanique, Strasbourg (1995) 373-376.
- [IOS67] Iosipescu N. - *New accurate procedure for single shear testing of metals* - J. Mater. 2 (3) (1967) 537-566
- [LAW08] Lawal O.S., Lechner M.D, Kulicke W.M - *The synthesis conditions, characterizations and thermal degradation studies on an etherified starch from an unconventional source* - Polymer Degradation and Stability 93(8) (2008) 1520-1528
- [LIA08] Liang S., Yang H., Wang K., Zhang Q., Du R., Fu Q. - *Unique crystal morphology and tensile properties of injection-molded bar of LLDPE by adding HDPE with different molecular weights* - Acta Mater. 56 (2008) 50-59
- [M3] Amilron J. - *Películas plásticas biodegradables de almidón con quitosano* - du 7 mars 2011 au 30 juin 2011
- [MAL06] Mali S., Grossamn M.V.E, Garcia M.A, Martino M.N, Zaritzky N.E. – *Effect of controlled storage on thermal, mechanical and barrier properties of plasticized films from different starch sources* – J. Food Eng. (75) (2006) 453-460
- [PAN07] Panthapulakkal S., Sain M. - *Agro-residue reinforced high-density polyethylene composites: Fiber characterization and analysis of composite properties* - Composites Part A: App. Sci. Manu. 38 (2007) 1445-1454
- [PRE02] Premalal H.G.B., Ismail H., Baharin A. - *Comparison of the mechanical properties of rice husk powder filled polypropylene composites with talc filled polypropylene composites* – Poly. Test. 21 (2002) 833-839
- [ROU02] Roudet F., Desplanques Y., Degallaix S. - *Fatigue of glass/epoxy composite in three-point-bending with predominant shearing* - Int. J. Fat. 24 (2-4) (2002) 327-337 **Cité 16 fois**
- [ROU96] Roudet F., Tolba B., Desplanques Y., Degallaix S.- *Comportement en fatigue par flexion-cisaillement d'un composite unidirectionnel verre/époxyde* - 10^{èmes} Journées Nationales sur les Composites (JNC10), Paris, 29-31 Octobre 1996. Comptes-rendus des JNC10, D. Baptiste & A. Vautrin Eds., AMAC Publ, Vol I - 573-582
- [ROU97] Roudet F., Tolba B., Degallaix S., Risson T., Salvia M.- *Fatigue damage by mode II in an unidirectional glass/epoxy composite* - 1st Int. Conf. on Fatigue of Composites (ICFC1), Paris, 3-5 June 1997. Texte paru dans Proceedings of ICFC-1, S. Degallaix, C. Bathias & R. Fougères Eds, SF2M Publ - 307-314
- [ROU98] Roudet F., Inoué A., Degallaix S. - *Isotropie transverse en fatigue-cisaillement d'un matériau composite unidirectionnel verre/époxyde* - 11^{èmes} Journées Nationales sur les Composites (JNC11), Arcachon, 18-20 Novembre 1998. Comptes-rendus des JNC11, J. Lamon & D. Baptiste Eds., AMAC Publ, Vol III 1055-106
- [ROU99] Roudet F., Degallaix S.- *Effet du matage en fatigue par flexion trois points avec cisaillement prépondérant dans un V/E-UD* – C.R.A.S. (Paris) (1999) Série IIb - 327 (14) 1363-1369 **Cité 1 fois**
- [STR05] Strapasson R., Amico S., Pereira M., Sydenstricker T. - *Tensile and impact behavior of polypropylene/low density polyethylene blends* – Poly. Test. 24 (2005) 468-473

- [TAI00] Tai C.M., Li R.K.Y., Ng C.N. - *Impact behaviour of polypropylene/polyethylene blends* – Poly.Test. 19 (2000) 143-154
- [Th3] Thèse d'Alejandro SILVA VELA, « *Etude du comportement mécanique de composite multi-polymères avec addition d'écorce de riz et de compatibilisant* » Soutenue le 2 Novembre 2010
- [Th7] Thèse de Jonathan AMILRON, avec la Pr. Sophie DUSQUENE de l'Ecole Supérieure de Chimie de Lille – depuis décembre 2014 « *Etude des propriétés thermo-mécaniques des matériaux polymères avec addition du résidu solide de pyrolyses* »

Figures – Partie 2A

- Fig. 1 a- Description de l'essai de flexion 3 points avec cisaillement prépondérant
b- Rapport $\frac{\sigma_{12}}{\sigma_{12,r}}$ et $\frac{\sigma_{11}}{\sigma_{11,r}}$ fonction du rapport l/h [ROU02]
- Fig. 2 Courbe expérimentale de fatigue [ROU02]
- Fig. 3 Pseudo courbe de Wöhler et points expérimentaux [ROU02]
- Fig. 4 Faciès de rupture observés au Microscope Electronique à Balayage :
a- rupture de la matrice en dents de scies, b- rupture de fibre, c- décohésion fibres/matrice
- Fig. 5 Configuration du composite RM9 pour étudier l'isotropie transverse [ROU96]
- Fig. 6 Vue en coupe d'une écorce de riz
- Fig. 7 Analyse chimiques sur l'écorce de grain de riz [Th3] :
a- DSC de l'écorce de riz ; b- Analyse ATD
- Fig. 8 Microanalyse pour le composite obtenu par compression de composition : 70 % de mélange + 20 % enveloppe de riz + 10 % compatibilisant
- Fig. 9 Adhérence de mélanges de polyoléfine à l'écorce de riz :
a- Mélange polyoléfine + écorce de riz
b- Mélange polyoléfine + écorce de riz+ compatibilisant
- Fig. 10 Exemple de courbe contrainte nominale- déformation nominale pour calculer le facteur de capacité de charge pour le mélange 70% de LDPE+30% d'écorce de riz [Th3]
- Fig. 11 Evolution du paramètre capacité de charge pour toutes les compositions de polyoléfine+écorce de riz avec et sans additif [Th3]
- Fig. 12 Influence de l'écorce de riz sur le paramètre capacité de charge de mélange polyoléfine [Th3]
- Fig. 13 Pics cristallins et de fusion pour l'amidon de pomme de terre [M3]
- Fig. 14 a - Porosités observées dans les plaques ; b – Pourcentage de porosités entre les 8 mélanges obtenus [M3]
- Fig. 15 Contrainte à rupture des éprouvettes pour les 8 lots étudiés [M3]

Indentation des matériaux massifs

Sommaire

1. Indentation classique.....	59
2. Indentation instrumentée.....	65
3. Influence du défaut de pointe sur l'aire de contact.....	69
4. Critère de sélection du mode de déformation.....	72
5. Energie par indentation.....	77
6. Effet de taille en Indentation (ISE) Passage nano-micro.....	86
7. Passage nano-micro.....	93

Glossaire - Partie 2B

A	Aire de contact
A_{Ch}	Aire de contact proposée par Chicot
A_{CP}	Aire de contact projetée
A_{CR}	Aire de contact réelle
C_f	Compliance
d	Moyennes des diagonales des empreintes
Δ_{ISE}	Paramètre d'amplitude d'effet de taille
E_{OP}	Module d'élasticité proposé par Oliver et Pharr
E_{LA}	Module d'élasticité proposé par Loubet
E_R	Module d'élasticité réduit en GPa
E_{Rth}	Module d'élasticité réduit théorique
h'	Profondeur corrigée
h_b	Défaut de pointe
h_b^*	Défaut de pointe après retrait de l'indenteur
h_c	Profondeur de contact entre l'indenteur et le matériau
h_{CS}	Profondeur
h_{CP}	Profondeur pile-up
h_f	Profondeur finale
h_{max}	Profondeur maximale pour une charge maximale P_{max}
h_{mes}	Profondeur mesurée
h_p	Profondeur résiduelle après retrait total de l'indenteur
h_r	Profondeur résiduelle
H	Dureté
H_{IT}	Dureté de pénétration
HK	Dureté Knoop
HK_R	Dureté Knoop réelle
HM	Dureté Martens
HME	Dureté Meyer
H_0	Macro dureté
h^*	Longueur caractéristique
H_{LSF}	Facteur d'échelle en indentation
HT	Dureté totale
HT_C	Dureté totale corrigée
HT_0	Dureté totale initiale
HT_U	Dureté totale calculée par l'énergie
HP_C	Dureté plastique corrigée
HP_0	Dureté plastique initiale

HP_U	Dureté plastique calculée par l'énergie
HV	Dureté Vickers
HV_p	Dureté Vickers projetée
P_{\max}	Charge maximale
U	Energie d'indentation
U_T	Energie d'indentation totale
U_P	Energie d'indentation plastique
V	Volume d'empreinte
V_P	Volume plastique
V_T	Volume d'empreinte pour le déplacement maximal pour un indenteur conique
V_P^C	Volume plastique corrigé
V_T^C	Volume total corrigé

Indentation des matériaux massifs

1. Indentation classique

Pour les matériaux minéraux, l'échelle de Mohs (1812) permet de mesurer la dureté des minéraux à partir d'un test de rayure. Le principe est basé sur la comparaison de la capacité d'un minéral à rayer un autre. Cela a abouti à la classification de 10 minéraux. Dans le cas des matériaux métalliques, le test de dureté par rayure a nécessité le développement d'un matériel spécifique : le scléomètre à rayures. Martel conçut, dès 1895, une autre façon de mesurer la dureté en développant un essai de pénétration dynamique par la chute d'un pénétrateur sur la surface du matériau et la mesure de l'empreinte laissée après rebondissement. Le nombre de dureté était, par définition, égal au rapport de l'énergie du pénétrateur sur le volume de l'empreinte [BAT07].

Brinell en 1900 ou Meyer en 1908 ont développé les essais de dureté statiques pour déterminer la dureté des matériaux métalliques [BAT07] en utilisant un indenteur de forme sphérique.

La caractérisation des propriétés mécaniques des matériaux métalliques a été généralisée avec l'utilisation de l'essai d'indentation Vickers qui utilise un indenteur de forme pyramidale à base carrée. L'avantage de cet essai est qu'il est simple d'utilisation. Le nombre de dureté (H) défini comme le rapport de la charge appliquée sur l'aire représentative du contact représente la résistance à la déformation plastique d'un matériau par un indenteur rigide.

Ainsi, depuis ses origines, l'essai de dureté a beaucoup évolué pour accéder à des propriétés mécaniques spécifiques. Pour cela certaines modifications sont intervenues sur :

- **La forme de l'indenteur**, ainsi l'indenteur de forme sphérique (bille) permet d'accéder à la caractérisation de force de pression et définit la dureté Brinell. L'indenteur Knoop de forme pyramidale à base losange, permet de connaître la résistance d'adhésion entre un revêtement et le substrat et de mieux réaliser des filiations de dureté. La forme pyramidale permet d'obtenir des empreintes géométriquement semblables entre elles lorsque la charge augmente [FRA05].
- **La matière de l'indenteur**, l'acier trempé est utilisé pour les indenteurs sphériques et Rockwell bille, le carbure de tungstène pour l'indenteur Brinell, le carbure pour l'indenteur Berkovich. Le diamant employé pour les indenteurs Rockwell cône, Vickers, Knoop et Berkovich évite la déformation du pénétrateur dans le cas des mesures sur des matériaux très durs [FRA05].
- **Le pilotage de l'essai** qui peut être continu ou cyclique. Les paramètres comme le temps de maintien, les vitesses de chargement et déchargement contrôlées et la

température peuvent être incluses dans les essais de pilotage. Le pilotage cyclique permet de faire des corrélations avec des essais d'écroutissage. Le couplage cycle continu et le temps de maintien long permet de se rapprocher des essais de fluage, de mettre en avant les propriétés viscoélastique, viscoplastique des matériaux par exemple. Les essais pouvant être conduits jusqu'à une température de 800° C [STA06],

- **L'enregistrement des données en cours d'essai** comme la charge, le déplacement, la vitesse, les mesures des empreintes des diagonales de l'indenteur de façon automatique et la température sont enregistrés en continu. Cela donne un accès au comportement intime du matériau. Les enregistrements continus de la charge au cours de l'essai donnent l'accès à la détermination du module d'Young, du fluage ou de la relaxation de pénétration,
- **L'échelle de l'essai** a évolué au cours des années en passant de la macro-dureté, vers la micro-dureté et la nano-dureté. Le passage d'un essai vers l'autre permet de mettre en avant un facteur d'échelle.

La relation permettant de calculer la dureté est définie de manière générale par le rapport de la charge appliquée sur une aire représentative du contact indenteur/matériau.

$$H = \frac{P_{\max}}{A} \quad (\text{équ.1})$$

Où H est la dureté du matériau en MPa, P_{\max} la charge appliquée en N et A l'aire de contact en mm².

En effet, dans le cas d'une indentation classique et si l'indenteur utilisé est une pyramide à base carrée, l'empreinte laissée dans le substrat correspond à la surface des faces de l'empreinte pyramidale. Son calcul peut se faire à partir des diagonales du carré laissé dans le plan du matériau. Ainsi, l'aire A se déduit uniquement de la mesure des diagonales dont on calcule usuellement la moyenne pour réduire les effets de planités du matériau ou de perpendicularité de l'axe du pénétrateur avec la surface du matériau.

Le problème rencontré pour l'utilisation de l'équation 1 est la définition retenue pour l'aire de contact. Deux définitions sont généralement adoptées pour calculer cette aire de contact A .

Dans la définition de la dureté Vickers, l'aire de contact A est définie par **l'aire réelle de contact** entre le matériau et l'indenteur. La figure 1a représente cette **aire de contact réelle** A_{CR} . Par contre pour les duretés Martens, Meyer, Knoop et H_{IT} c'est **l'aire de contact projetée** A_{CP} qui est considérée dans le calcul de la dureté comme l'illustre la figure 1b.

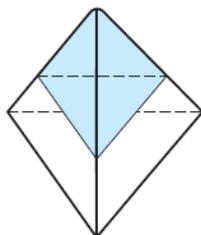


Fig 1a : Aire de contact réelle A_{CR}
d'un indenteur pyramidal

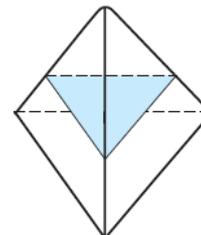


Fig 1b : Aire de contact projetée A_{CP}
d'un indenteur pyramidal

La norme NF EN ISO 6507-1 de juin 1998 définit l'essai de dureté Vickers comme la résistance à l'enfoncement d'un indenteur diamant de forme pyramidale de base carrée, dont l'angle des deux faces opposées est de 136° .

La dureté Vickers HV se détermine à partir de la charge P appliquée, l'angle de 136° de l'indenteur et la mesure de la moyenne des mesures des longueurs des diagonales de l'empreinte nommée d . La dureté Vickers se définit par l'équation 2 :

$$HV = \frac{2P \sin \frac{136^\circ}{2}}{d^2} = 1,8544 \frac{P}{d^2} \quad (\text{éq. 2})$$

Où H s'exprime en MPa, P la charge appliquée en N, d la longueur de la diagonale en mm

La normalisation de l'écriture de la dureté Vickers indique que le symbole HV est suivi de la charge utilisée en kilogramme force et du temps de maintien en seconde : ex : $HV10/20$.

Les charges imposées pour réaliser l'essai de dureté Vickers sont : 49,03 ; 98,07 ; 196,1 ; 294,2 ; 490,3 ; 784 et 980,7 N. La charge la plus communément utilisée est celle de 294,2 N. La gamme de charges entre 49 et 980 N peut être définie de façon à ce que la diagonale d soit supérieure à 0,4 mm, mais inférieure aux deux tiers de l'épaisseur de l'échantillon.

Il est admis que la dureté Vickers HV d'un matériau massif est définie comme le rapport entre la charge appliquée P et l'aire de contact réelle A_{CR} (éq. 2), pour un indenteur de forme pyramidale à base carrée.

La dureté Knoop, HK , utilise un indenteur pyramidale à base losange. Elle se définit par le rapport de la charge appliquée P sur l'aire de contact projetée A_{CP} . La dureté Knoop se calcule avec la relation suivante :

$$HK = \frac{P}{A_{CP}} = \frac{P}{\frac{L^2 \tan(\frac{\varphi}{2})}{2 \tan(\frac{\theta}{2})}} = 14,229 \frac{P}{L^2} \quad (\text{éq. 3})$$

Où HK s'exprime en MPa, P la charge appliquée en N, A_{CP} l'aire de contact projetée en mm^2 , L la largeur de la diagonale en mm, φ de 130° et θ de $172^\circ 5'$ qui sont les angles entre 2 arêtes opposées de l'indenteur.

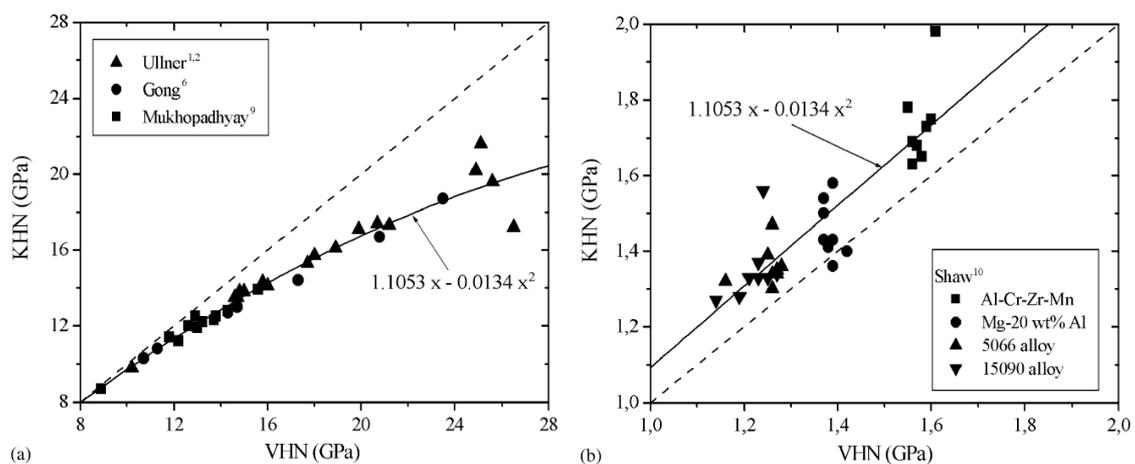
Dans l'objectif de comparer valablement ces deux mesures de dureté, des précautions s'imposent car les aires de contact considérées sont distinctes. En effet, nous avons vu que pour la dureté Vickers c'est l'aire de contact réelle A_{CR} qui est prise en compte, alors que pour la dureté Knoop c'est l'aire de contact projetée A_{CP} qui est utilisée. Ainsi, une comparaison directe entre ces deux valeurs de dureté est foncièrement fautive, c'est pour cela que nous avons proposé en 2007 d'étudier [CHI07a] les variations de dureté pour des matériaux ductiles

et des céramiques dures. Les différentes données expérimentales ont été relevées dans la littérature.

Pour les matériaux durs, les données expérimentales sur les céramiques commerciales (nitrure de silicium, carbure de silicium et oxyde d'aluminium) ont été extraites des travaux d'Ullner *et al.* [ULL01]. Les données expérimentales de Gong [GON02] fournissent les informations pour des céramiques massives de nitrure de silicium ayant différentes couches d'oxydes d'yttrium et lanthanum. Pour les alliages métalliques, les données proviennent des travaux de Shaw [SHA96]. Toutes ces données expérimentales sont rassemblées sur la figure 2 où la dureté Knoop HK est représentée en fonction de la dureté Vickers HV (notée VHN dans l'article) pour une gamme de valeurs allant de 0 à 30 GPa. La variation de la dureté Knoop en fonction de la dureté Vickers peut être représentée par la fonction analytique suivante :

$$HK = 1,1053HV - 0,0134HV^2 \quad (\text{éq. 4})$$

Où les duretés sont exprimées en GPa



a - Matériaux ayant une dureté élevée

b - Matériaux ayant une dureté faible

Fig 2 : Comparaison entre dureté Knoop et Vickers pour toute la gamme de matériaux

La figure 2-a montre que pour les matériaux ayant une dureté élevée, les valeurs de dureté Knoop sont toujours inférieures aux duretés Vickers. Alors que sur la figure 2-b, les matériaux ayant une dureté plus faible, le phénomène inverse est observé. D'un point de vue mathématique, la résolution de l'équation 4, indique que le point de transition d'un comportement à l'autre a lieu pour une valeur de 7,9 GPa, ce qui s'explique difficilement. D'autre part, Mukhopadhyay *et al.* [MUK90] proposent de relier ces deux nombres de dureté uniquement à l'aide d'un coefficient de calibration, ce qui ne semble pas non plus cohérent compte tenu du fait du changement de dureté observé à la valeur de 7,9 GPa. Shaw [SHA96] explique ce changement de comportement par des phénomènes de friction entre le matériau et l'indenteur. Cette hypothèse n'est pas justifiée car lorsque les essais sont réalisés en présence d'un lubrifiant le même phénomène est observé. Law [LAW81] et Gong [GON02] proposent alors que ce changement de comportement soit lié au retour élastique qui se produit après le chargement, et qui résulte d'un défaut entre la zone plastique près de l'indenteur et la zone déformée élastiquement. Cependant Law et Gong, négligent le fait que les zones de retour élastique sont différentes pour chaque indenteur. Ainsi cette autre hypothèse peut être, elle aussi, être écartée.

Afin de pouvoir comparer les duretés Knoop et Vickers sur toute la gamme de chargement, Zhang et Sakai [ZHA04a] proposent l'application d'un cône équivalent provenant d'une méthode analytique pour laquelle tous les comportements des indenteurs Vickers et Knoop sont décrits de la même façon. Cela se traduit par le rapport entre la profondeur de pénétration totale et la profondeur totale induite à la charge maximale. Cependant, ce rapport ne peut être connu qu'en utilisant l'analyse optique en 3D. C'est ainsi que Zhang et Sakai [ZHA04a] ont proposé que les duretés Vickers et Knoop pouvaient être calculées en considérant l'aire projetée de l'indentation résiduelle A_{CP} . En prenant en compte l'aire projetée, la dureté Vickers définie par l'équation 1 peut s'écrire sous la forme, équivalente à la dureté Meyers :

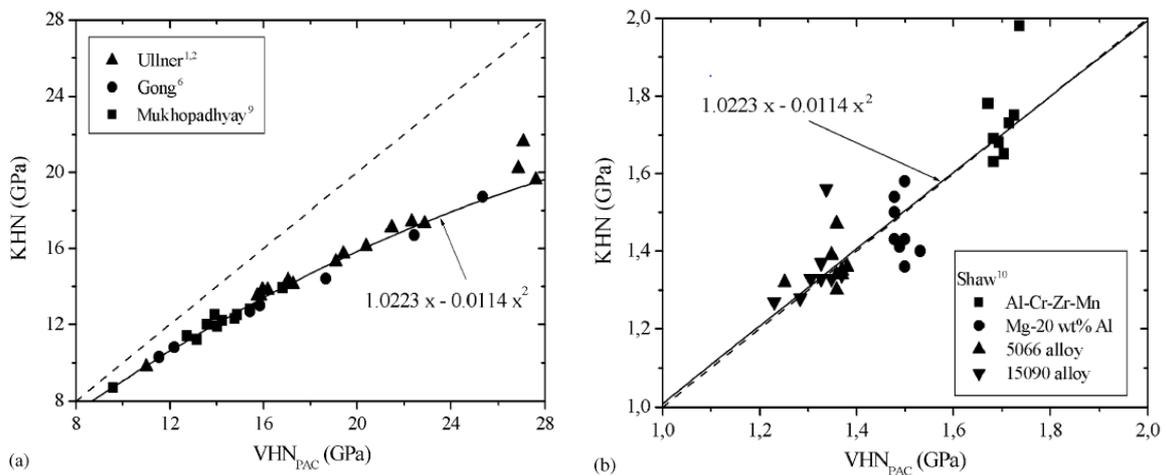
$$HV_p = \frac{P}{A_{CP}} = 2 \frac{P}{d^2} \quad (\text{éq. 5})$$

De ce fait, la dureté Vickers projetée HV_p peut être comparée à la dureté Knoop HK , notée KHN dans l'article, formulée dans l'équation 3 (figure 3). Dans ce cas, le polynôme reliant la dureté Knoop HK à la dureté Vickers projetée, HV_p (notées respectivement KHN et VHN_{PAC} dans les figures extraites de l'article [CHI07a]) recalculé en considérant l'aire projetée devient :

$$HK = 1,0223HV_p - 0,0114HV_p^2 \quad (\text{éq. 6})$$

Où les duretés sont exprimées en GPa

La limite de dureté passe de 7,9 GPa à 2 GPa, qui correspond à un changement de comportement du matériau qui n'existe pas dans la réalité. Ce résultat n'est pas encore satisfaisant car cette limite devrait être égale à 0 GPa pour les faibles valeurs de dureté.



a - Matériaux ayant une dureté élevée

b - Matériaux ayant une dureté faible

Fig 3 : Comparaison entre la dureté Knoop HK et Vickers HV_p calculée avec des aires de contact projetées

C'est pourquoi nous avons proposé de calculer la dureté Knoop en considérant l'aire réelle de contact après retrait de l'indenteur. Ainsi, l'aire de contact réelle A_{CR} de l'indenteur Knoop se déduit par les triangles délimités par a , b , et c comme le montre la figure 4.

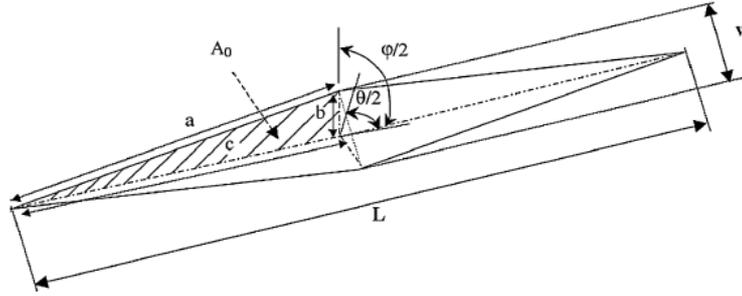


Fig 4 : Paramètres géométriques utilisés pour le calcul de l'aire de contact réelle A_{CR} avec $\varphi = 130^\circ$ et $\theta = 172^\circ 30'$

Où l'aire A_0 , pour chacun des quatre triangles visualisés sur la figure 4, peut être calculée comme suit :

$$A_0 = \sqrt{s(s-a)(s-b)(s-c)} \text{ avec } s = \frac{a+b+c}{2} \quad (\text{éq. 7})$$

L'équation 8 montre que a, b et c peuvent s'exprimer comme des fonctions de L et des deux angles φ et θ .

$$a = \frac{L}{2} \left(1 + \frac{\tan^2 \varphi}{\tan^2 \theta} \right)^{1/2} ; b = \frac{L}{2} \left(\frac{1}{\cos \varphi \tan \theta} \right) \text{ et } c = \frac{L}{2 \sin \theta} \quad (\text{éq. 8})$$

En portant ces expressions dans l'équation 7 pour exprimer l'aire de contact, la dureté Knoop HK_R (notée KHN_{TAC}) obtenue avec l'aire de contact réelle A_{CR} peut s'écrire sous la forme de l'équation 9 et peut être comparée à l'équation 5 de la dureté Vickers :

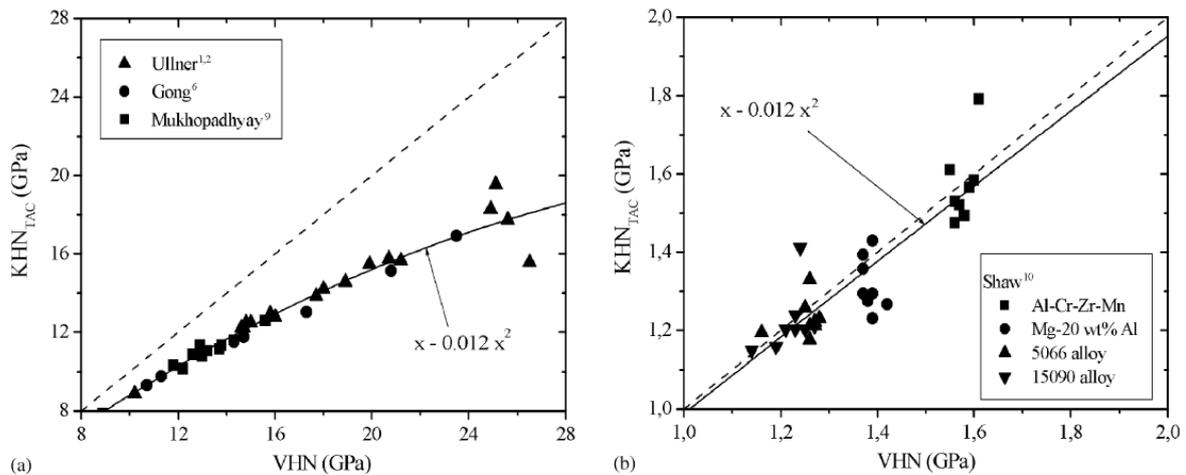
$$HK_R = \frac{P}{A_{CR}} = 12,873 \frac{P}{L^2} \text{ avec } A_{CR} = 4A_0 \quad (\text{éq. 9})$$

Cependant, avant de comparer les duretés Vickers et Knoop, il est intéressant de noter que la dureté Knoop définie avec l'aire réelle (éq. 9) et la dureté Knoop avec l'aire projetée (éq. 6) ne diffèrent entre elles que d'un coefficient de 1,1053 qui correspond au rapport de 14,229/12,873. Notez également que ce coefficient est exactement le même que celui devant le terme HV de l'équation 4. Ainsi les points expérimentaux représentant HK_R en fonction de HV sont représentés par :

$$HK_R = HV - 0,012HV^2 \quad (\text{éq. 10})$$

Dans cette relation, il est important d'observer que le coefficient devant HV vaut 1, ainsi les deux valeurs de dureté obtenues sont égales seulement lorsque la valeur de dureté tend vers zéro. Le fait que l'équation 10 ne passe pas par une dureté critique, démontre qu'aucune modification de comportement n'est obtenue pour toute la gamme des données de dureté sélectionnées, ce qui correspond à la réalité des faits. Comme l'on peut l'observer sur la figure

5, la dureté réelle Knoop HK_R est toujours en-dessous de la dureté Vickers HV , et cela pour toute la gamme de dureté avec une amplification de la différence pour les matériaux les plus durs.



a - Matériaux ayant une dureté élevée

b - Matériaux ayant une dureté faible

Fig 5 : Comparaison entre la dureté Knoop réelle HK_R et Vickers HV calculées avec des aires de contact réelles

Même si encore en 2015, les auteurs continuent de comparer les duretés Vickers et Knoop sans prendre en compte l'importance des aires de contacts, Chicot *et al.* [CHI07a] rappellent que les comparaisons réalisées sans cette précaution d'usage, ne permettent pas de réaliser des comparaisons significatives.

Comme le propose Li *et al.* [LI02] d'autres méthodes de calcul de la dureté par l'indentation sont possibles, elles sont basées sur la différence entre l'aire de contact sous la charge et l'aire projetée résiduelle de l'indentation après la décharge complète. Cela permet alors de prendre en compte les déformations au voisinage de l'indenteur comme la déflexion des faces (*sink-in*), ou la formation d'un bourrelet (*pile-up*) qui sont la conséquence du retour élastique de l'empreinte d'indentation et qui dépendent du comportement du matériau. Il ne faut pas oublier le retrait élastique à la pointe de l'indenteur, lequel dépend de la forme de l'indenteur utilisé.

Comme nous venons de le voir, le choix de l'aire de contact, réelle ou projetée, est déterminant sur la valeur du nombre de dureté. Toutefois, même si on choisit une des deux définitions, une autre question se pose « *Comment prendre en compte la déformation autour de l'empreinte, formation d'un bourrelet (pile-up) ou déflexion des faces (sink-in) et ceci avant ou après retrait de l'indenteur ?* ». C'est l'indentation instrumentée qui permettra de répondre à cette question.

2. Indentation instrumentée

Une autre façon de calculer la dureté d'un matériau est d'utiliser l'indentation instrumentée dont l'application est définie dans la norme NF EN ISO 14577-1 de juin 2003. Cette méthode a été développée avec l'arrivée de la nanoindentation car l'accès à la mesure des diagonales pouvaient, dans certains cas, s'avérer très compliquée. Elle s'est maintenant étendue aux essais de micro-dureté puis macro-dureté. Dans ce principe, l'essai d'indentation instrumenté

consiste à mesurer en continu l'enfoncement de l'indenteur en fonction de la charge appliquée. La **figure 6** montre schématiquement une courbe charge-déplacement qui serait obtenue par application d'un indenteur pyramidal. L'avantage de cet essai est qu'il permet à partir de cette courbe charge-profondeur d'atteindre plusieurs profondeurs représentatives de l'enfoncement :

1. h_{\max} : profondeur maximale pour la charge maximale P_{\max} ,
2. h_r : profondeur résiduelle qui s'obtient par la tangente à la courbe au déchargement,
3. h_p : profondeur résiduelle après le retrait total de l'indenteur,
4. h_c : profondeur de contact entre l'indenteur et le matériau.

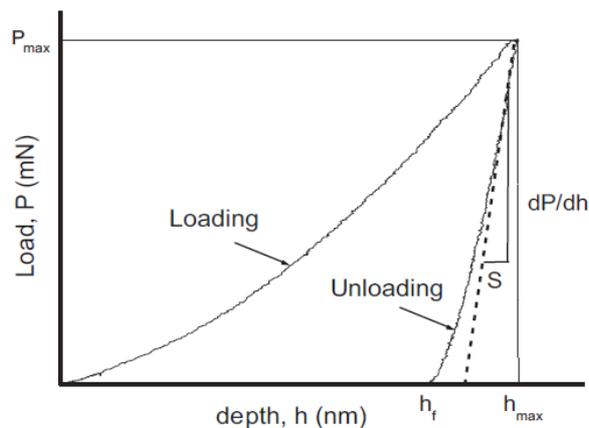


Fig 6 : Courbe schématique force-déplacement de l'indenteur obtenue pour un essai d'indentation instrumentée avec un indenteur Vickers

S'il peut être intéressant d'accéder à ces différentes valeurs de profondeurs, cela complique pourtant l'analyse des propriétés mécaniques du fait que chacune de ces valeurs pourrait être utilisée pour calculer l'aire de contact. L'inconvénient en est une multiplication des calculs de dureté. Ainsi, la dureté Martens HM se définit comme étant le rapport de la force appliquée par l'aire de surface de pénétration à la charge maximale, donc en considérant la profondeur maximale.

La dureté Martens est codée sous la forme suivante : $HM\ 0,5/20/20$, où le premier chiffre correspond à la force d'essai en Newton, le second à sa durée d'application et le dernier terme au temps de maintien en secondes.

La dureté Martens est donc différente de la dureté Meyer qui utilise quant à elle l'aire projetée dans sa définition.

La dureté Martens ne s'applique, en général, que pour des indenteurs à base pyramidale et s'écrit sous la forme de l'**équation 11**, où l'expression de l'aire de contact réelle A_{CR} diffère selon le type d'indenteur choisi :

$$HM_{CR} = \frac{P}{A_{CR}} = \frac{P}{26,43 \cdot h_{\max}^2} \quad (\text{équ. 11})$$

avec pour un indenteur Vickers $A_{CR} = \frac{4 \sin(\alpha/2)}{\cos(\alpha/2)^2} h_{\max}^2$ (éq. 12)

avec pour un indenteur Berkovich $A_{CR} = \frac{3\sqrt{3} \tan \alpha}{\cos \alpha} h_{\max}^2$ (éq. 13)

Où α est le demi-angle au sommet du cône équivalent, $\alpha = 70,3^\circ$

Pour tenir compte des déformations autour de l’empreinte, on utilise plutôt la dureté H_{IT} qui se définit comme le rapport de la force maximale appliquée P_{\max} à l’aire de surface de contact projetée A_{CP} à une distance h_c qui correspond à la plus grande surface de contact projetée. Cette profondeur h_c est la profondeur dite de contact entre l’indenteur et le matériau. Son calcul a été proposé par Oliver et Pharr [OLI92] dans le cas d’une déflexion des faces (*sink-in*) de l’empreinte. Elle sera notée h_{CS} . Dans le cas de la formation d’un bourrelet (*pile-up*), c’est la méthodologie proposée par Loubet *et al.* [LOU93] qu’il faut appliquer. h_c sera alors notée h_{CP} . La figure 7 montre schématiquement comment se comporte le matériau dans ces deux modes de déformation. Ces modes de déformation, au voisinage de l’indenteur, sont fonction du matériau sollicité, de la surface indentée qui réagira différemment face à la nature et la forme de l’indenteur et les propriétés mécaniques du matériau.

Dans le cas de l’indentation classique, ces déformations ont un moindre effet sur la mesure de la dureté, car il est reconnu que la longueur des diagonales reste la même pendant l’indentation et après le retrait de l’indenteur. Dans le cas de l’indentation instrumentée, les propriétés mécaniques comme la dureté et le module d’élasticité sont calculées avec le contact réel entre l’indenteur et le matériau à chaque instant. Ainsi, il est évident qu’une déformation en mode *sink-in* ou *pile-up* affectera de façon très notable les calculs d’aire de contact.

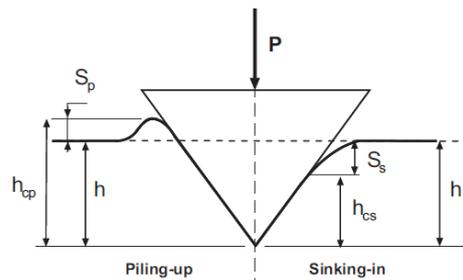


Fig 7 : Représentation h_{CP} dans le cas du Pile-up et h_{CS} pour le Sink-in

Dans le calcul de la dureté H_{IT} , c’est donc la profondeur h_c qui est prise en compte et son expression générale est la suivante :

$$H_{IT} = \frac{P_{\max}}{A_{CP}} \quad (\text{éq. 14})$$

Dans le cas d'essais utilisant un indenteur Vickers ou Berkovich de géométrie parfaite, l'aire de contact projetée A_{CP} est proportionnelle au carré de la profondeur de contact h_c , et s'exprime selon l'équation 15 suivante :

$$A_{CP} = 24,56h_c^2 \quad (\text{éq. 15})$$

La profondeur de contact h_{CS} définie par Oliver et Pharr [OLI04] se calcule à l'aide de l'équation 16 :

$$h_{CS} = h_{\max} - \varepsilon(h_{\max} - h_p) \quad \text{ou encore} \quad h_{CS} = h_{\max} - \varepsilon \frac{P_{\max}}{S} \quad (\text{éq. 16})$$

Où ε est une constante fonction de la géométrie de l'indenteur. Pour les indenteurs pyramidaux ou sphériques $\varepsilon = \frac{3}{4}$, dans le cas d'un indenteur plat $\varepsilon = 1$ et pour un indenteur conique, $\varepsilon = \frac{2(\pi - 2)}{\pi} = 0,73$. Le plus souvent la valeur de $\varepsilon = 0,75$ est prise comme valeur de référence. h_{\max} la profondeur maximale, P_{\max} la force maximale et S la pente de la courbe au déchargement qui représente la rigidité de contact comme définie sur la figure 6.

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

$$P = B(h - h_f)^m \quad (\text{éq. 17})$$

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

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

$$S = \left. \frac{dP}{dh} \right|_{h=h_{\max}} = mB(h_{\max} - h_f)^{m-1} \quad (\text{éq. 18})$$

Dans le cas du pile-up, Loubet [LOU93] définit la profondeur de contact sous la forme de l'équation 19 :

$$h_{CP} = \eta \left(h_{\max} - \frac{P_{\max}}{S} \right) \quad (\text{éq. 19})$$

Où η est toujours égal à 1,2

Loubet [LOB93] et Oliver et Pharr [OLI04] ont décrit les aires de contact sous l'indenteur en fonction du mode de déformation observé sous celui-ci, cependant le choix d'une équation ou de l'autre ne peut se faire qu'en connaissant préalablement le mode de déformation du matériau. Souvent, si le comportement du matériau est inconnu, la plupart des auteurs prennent par défaut le modèle développé par Oliver et Pharr sans doute par méconnaissance du modèle de Loubet. Cependant le choix va conditionner très fortement les valeurs de module et de dureté du matériau étudié.

C'est pourquoi, nous proposons dans le paragraphe 4 « *Critère de sélection du mode de déformation* » une méthode analytique via un critère relié aux profondeurs, pour distinguer le mode de déformation.

Pour cela, nous nous sommes appuyés sur le calcul du module d'Young en considérant les deux modes de déformation. En effet, le module réduit E_R se calcule à partir de la pente au déchargement S et de l'aire de contact sous la forme :

$$E_R = \frac{S}{2} \sqrt{\frac{\pi}{A_{CP}}} \quad (\text{équ. 20})$$

Si E_R prend en compte les paramètres matériaux qui sont ceux de l'indenteur (E_i, ν_i) et ceux du matériau étudié (E_m, ν_m), il peut alors s'écrire sous la forme de l'équation 21 :

$$\frac{1}{E_R} = \frac{1-\nu_m^2}{E_m} - \frac{1-\nu_i^2}{E_i} \quad (\text{équ. 21})$$

Mais avant de traiter du critère de sélection du mode de déformation, il convient d'aborder l'influence du défaut de pointe toujours dans la mesure de l'aire de contact.

3. Influence du défaut de pointe sur l'aire de contact

Nous avons montré que dans le cas d'un indenteur parfait, l'aire de contact est directement proportionnelle au carré de la profondeur. Malheureusement en pratique, la pointe de l'indenteur est émoussée de par son utilisation. Ainsi, la vraie aire de contact est modifiée et ne pas prendre en compte cet émoussement peut avoir un effet considérable sur la détermination des propriétés mécaniques et ceci d'autant plus que l'échelle de mesure est petite. Si on peut s'accorder qu'en macroindentation cette correction n'est pas nécessaire, ce n'est pas le cas en microindentation et encore moins en nanoindentation. En microindentation et pour des valeurs de pénétration de l'indenteur supérieures à environ 100-200 μm selon l'ampleur de l'émoussement, la relation proposée par Loubet [LOU93] reprise par Troyon [TRO06] est parfaitement adaptée. Ils proposent simplement d'ajouter le défaut de pointe h_b , pris comme la distance entre la pointe du cône parfait et le sommet de l'indenteur émoussé, à la profondeur mesurée dans l'expression de l'aire de contact (équation 22).

$$A_{CP} = 24,56(h_c + h_b)^2 \quad (\text{équ. 22})$$

On s'aperçoit très vite que cette équation ne suffit pas dans le domaine de la nanoindentation. Dans ce cas, Oliver et Pharr [OLI04] proposent une relation complexe avec des coefficients de lissage dont le nombre peut atteindre 8. Cette relation est la suivante :

$$A = \sum_{n=0}^8 C_n (h_c)^{2-n} = C_0 h^2 + C_1 h + C_2 h^{1/2} + C_3 h^{1/4} + \dots + C_8 h^{1/128} \quad (\text{équ. 23})$$

$C_0 \dots C_8$ sont des constantes déterminées par lissage de la courbe

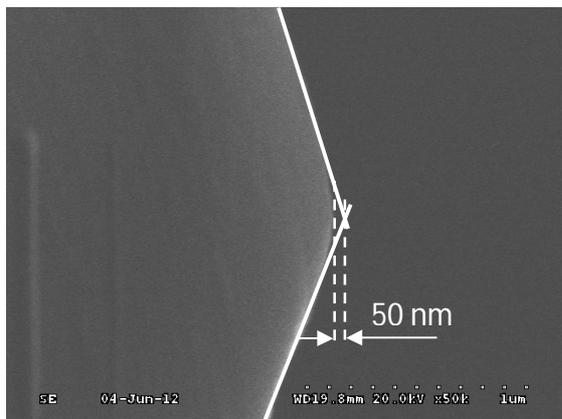
Malheureusement, la détermination de tous ces coefficients nécessitent un grand nombre de points qui ne peut s'obtenir raisonnablement qu'avec le mode CSM (Continuous Stiffness Measurement).

C'est pourquoi pour palier à ce problème en l'absence du mode CSM, Chicot *et al.* [CHI13] proposent une relation où seul le terme h_b est l'inconnu. L'équation 24 est applicable jusqu'à de très faibles profondeurs, environ une dizaine de nanomètres.

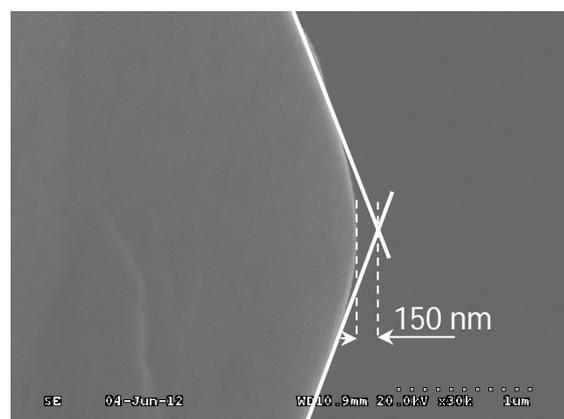
$$A_{Ch} = \pi \tan^2 \psi \cdot \left[h_c + h_b \left(1 - \exp \left[-2 \frac{h_c}{h_b} \right] \right)^{3/2} \right]^2 \quad (\text{équ. 24})$$

Où la longueur effective de l'émoussement de la pointe, h_b , est déterminée par une analyse de régression ou estimée par une observation au microscope électronique à balayage.

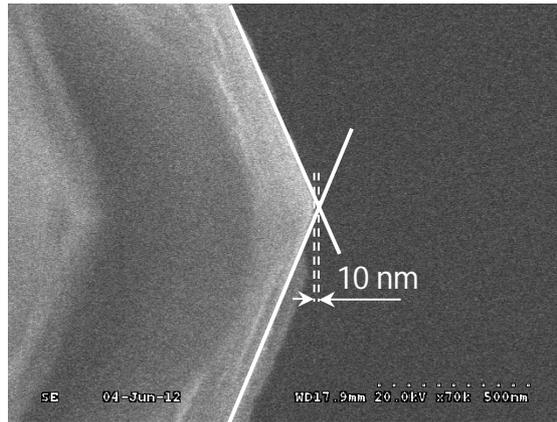
En pratique, il suffit seulement, si l'on peut dire, de mesurer ce défaut de pointe. Pour cela, nous avons utilisé un Microscope Electronique à Balayage (MEB) pour observer les défauts de pointes émoussées des indenteurs (figure 8). Ainsi, pour un indenteur Vickers après 8 ans d'utilisation régulière la profondeur émoussée de l'indenteur h_b atteint la valeur de 150 nm, pour un indenteur Berkovich après 3 ans d'utilisation régulière h_b est de 50 nm, et dans le cas d'un indenteur Knoop neuf, le défaut de pointe relevé n'est que de 10 μm .



a - indenteur Vickers



b - indenteur Berkovich



c- indenteur Knoop

Fig 8 : Défaut de pointe pour les indenteurs Vickers, Berkovich et Knoop [CHI13]

Cependant ces valeurs indicatives sont relevées à un instant donné et sont appelées à augmenter en fonction du temps d'utilisation de l'indenteur, et tendre vers une asymptote. Toutefois, nous avons montré que, malgré l'ampleur du défaut de pointe, la dureté était constante si on le prenait en compte comme le montre la figure 9.

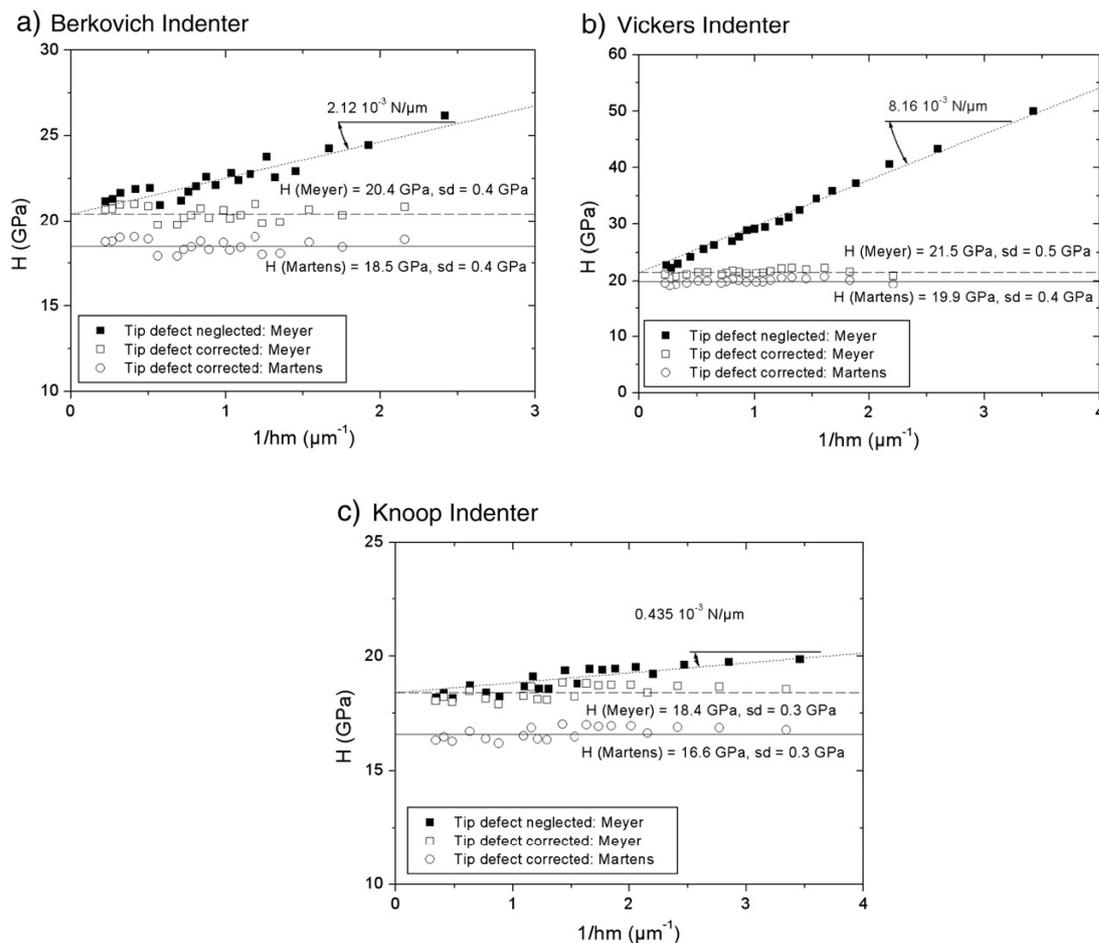


Fig 9 : Nombres de duretés Martens de Meyer calculés à partir des différentes formes d'indenteurs en considérant ou pas le défaut de pointe de l'indenteur

4. Critère de sélection du mode de déformation

Si nous partons maintenant du constat que le comportement du matériau étudié est complètement inconnu, la question que l'on est en droit de se poser est : « *Quel modèle doit-on utiliser pour calculer la dureté et le module d'un matériau ?* ». L'étude menée par Oliver et Pharr en 2004 [OLI04] montre que leur approche est basée sur le mode de déformation de type sink-in développé en 1992 [OLI92]. Cependant, les auteurs font remarquer que leur approche n'est pas correcte lorsque l'empreinte a un comportement de type pile-up. Les auteurs présentent des résultats expérimentaux provenant d'un matériau monolithique qui a un comportement élasto-plastique et qui ne dépend pas des mécanismes de déformation comme le fluage et la visco-élasticité. Comme le font remarquer Oliver et Pharr la dureté est basée sur la relation de chargement et non sur le déchargement ce qui a pour conséquence de ne pas prendre en compte les phénomènes de recouvrement que l'on peut observer sur certains matériaux. Doener et Nix [DOE86] approximent la courbe de déchargement par l'équation 17 et font l'hypothèse que le déchargement se réalise de façon verticale, donc abrupte. C'est pour cela que généralement, sur les courbes de déchargement, les données comprises entre 40 et 98% de la charge maximale sont utilisées pour déterminer les paramètres de lissage de l'équation.

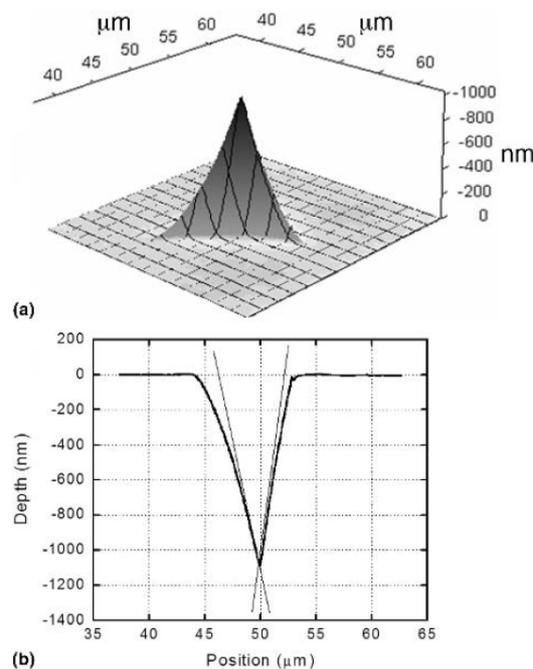


Fig 10 : Image topographique d'un indenteur Berkovich dans la silice fondue obtenue en utilisant un système d'image quantitatif : **a** - Image complète en 3D montrant la courbure des faces, **b** - Section de la pointe de l'indenteur entre une arête et le milieu de la face opposée [OLI04]

Afin de prendre en compte les problèmes de courbure générés (figure 10) entre la surface du matériau et l'indenteur, la courbe de déchargement peut alors s'écrire sous la forme de l'équation 25, en faisant l'hypothèse que la pression p est équivalente à la dureté H . Il est à noter que cette formule n'est valable que dans le cas des indenteurs coniques.

$$\frac{P}{P_{\max}} = 0,858 \left[\frac{E_R}{\sqrt{P_{\max}} H} (h - h_f) \right]^{1,38} \quad (\text{éq. 25})$$

Une autre approche par éléments finis montre que la déformation autour de l’empreinte est aussi liée au rapport du module réduit (noté E_{eff} sur la figure 11) sur le champ de contraintes, $\frac{E_R}{\sigma_y}$, et, la sensibilité ou non du matériau à l’écrouissage. Le pile-up est

généralement observé sur des matériaux qui ont un grand rapport $\frac{E_R}{\sigma_y}$ et qui sont peu ou pas

écrouissables. L’étude numérique a été réalisée sur des matériaux ayant un module d’Young de 70 GPa et un coefficient de poisson de 0,25, avec des champs de contraintes allant de 0,114 à 26,62 GPa afin de couvrir toute la gamme de comportement plastique des matériaux allant des matériaux métalliques aux céramiques comme l’illustre la figure 11.

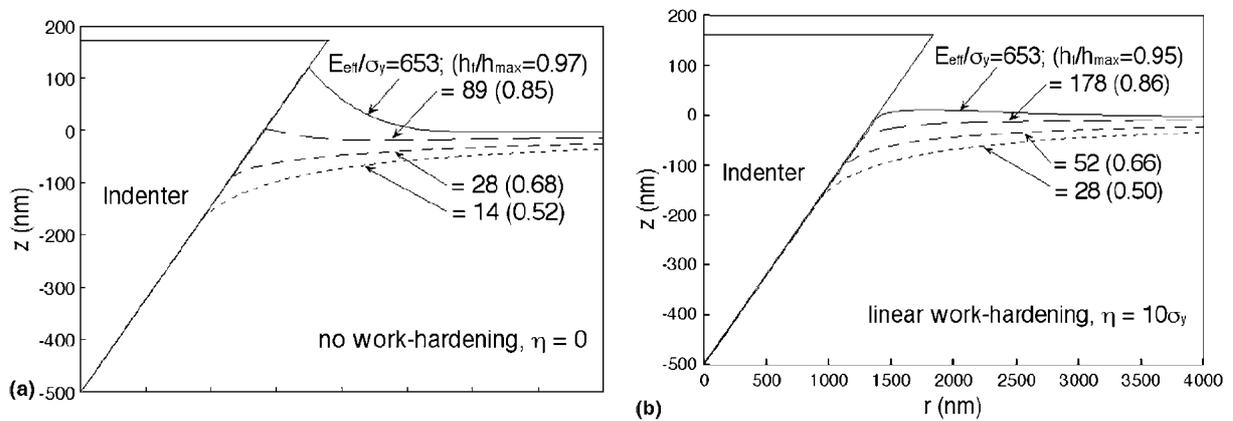


Fig 11 : Simulation numérique de profil de contact sous chargement pour un indenteur conique pour des matériaux sans écrouissage (a) et des matériaux ayant un écrouissage linéaire avec un taux d’écrouissage $\eta = 10\sigma_y$ (b) [BOL98]

Les auteurs ont ajouté le rapport h_f/h_{\max} comme information complémentaire au rapport E_r/σ_y . Le rapport h_f/h_{\max} varie entre 0 et 1, où 0 correspond à un comportement complètement élastique et 1 à un comportement plastique-rigide. Ainsi le pile-up est observé lorsque le rapport h_f/h_{\max} est proche de 1, mais il est aussi intéressant de noter que lorsque ce rapport $h_f/h_{\max} < 0,7$ un léger pile-up est observé numériquement, les résultats obtenus par éléments finis convergent avec le calcul de l’aire de contact réelle, et cela quel que soit le comportement à l’écrouissage du matériau. Si $h_f/h_{\max} > 0,7$, Oliver et Pharr indiquent qu’il faut faire attention à l’utilisation de leur méthode de calcul surtout lorsque le matériau est sensible à l’écrouissage. En effet, cette méthode peut générer une grande erreur sur le calcul de l’aire de contact. Si le pile-up est important, les valeurs de H et E ne peuvent se déduire à partir de l’aire de contact réelle.

Les travaux développés par Michel Yetna [YET15] au cours de sa thèse, en microindentation, permettent à partir des résultats de la courbe force-profondeur de déterminer le mode de déformation d’un matériau. Pour ce faire, 8 matériaux ayant des propriétés mécaniques

différentes ont été étudiés, couvrant la gamme des céramiques avec une dureté élevée aux métaux cuivreux ou à base d'aluminium ayant des duretés beaucoup plus faibles. La rugosité de tous ces matériaux était $R_a = 0,2 \mu\text{m}$. Les essais de dureté charge-déchargement ont été effectués avec un temps de maintien de 15 s. Pour tous les matériaux étudiés, une bonne reproductivité de la courbe de chargement a été obtenue et cela quelque soit l'indenteur utilisé (Vickers ou Berkovich). La **figure 12** illustre cette observation dans le cas de l'aluminium 6061-T6.

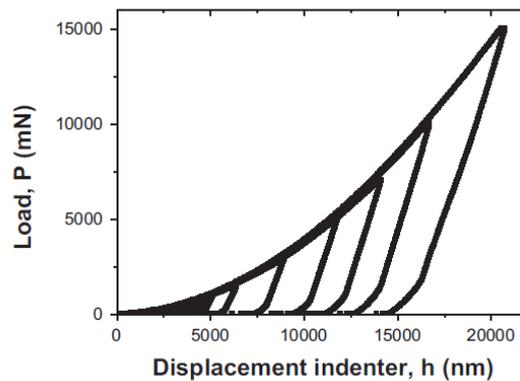


Fig 12 : Courbe charge-déplacement obtenue à partir d'essais de microindentation instrumentée utilisant un indenteur Vickers appliqué à l'alliage d'aluminium 6061-T6

Comme nous avons pris le parti dans l'équipe de déterminer la complaisance (rigidité de l'instrument) à chaque essai, la complaisance totale a été représentée en fonction de l'inverse de la racine carrée de l'aire de contact. La **figure 13** montre la régression linéaire réalisée cette fois-ci sur le laiton pour les indenteurs Vickers et Berkovich.

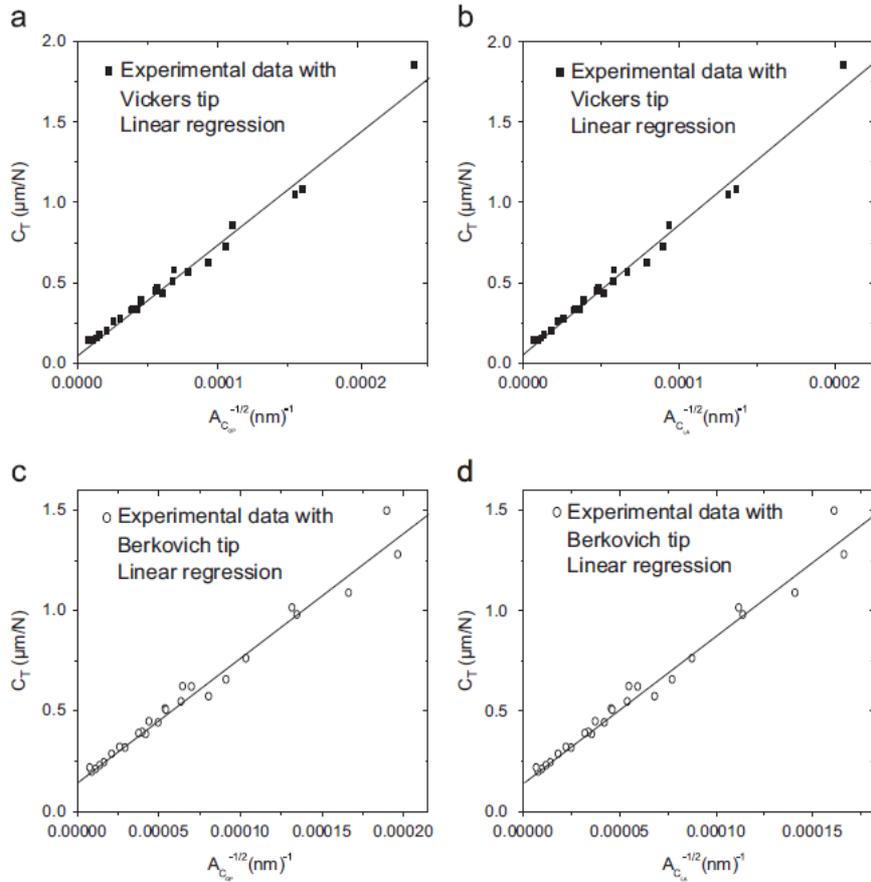


Fig 13 : Rigidité de contact pour le laiton en fonction de l'inverse du carré de l'aire de contact pour l'indenteur Vickers (a,b) et Berkovich (c,d) en utilisant les méthodes de Olivers et Pharr [OLI92] et Loubet *et al.* [LOU93]

Il est intéressant de noter que la complaisance C_f , que l'on associe à la nature de l'essai, à la forme de l'indenteur, à la dimension de l'échantillon et au montage, a la même valeur en utilisant les équations d'Oliver et Pharr (équ. 15 et 16) ou celle de Loubet (équ. 15 et 19). Dans le cas d'un indenteur Vickers, la complaisance C_f vaut respectivement 0,042 et 0,044. Pour un indenteur Berkovich la complaisance C_f est de 0,140 et 0,141. Le calcul de la complaisance C_f permet de corriger les valeurs de profondeurs à partir de l'équation 26 définie par Fischer-Cripps [FIS06].

$$h' = h_{mes} - C_f P \quad (\text{équ. 26})$$

Où h' est la profondeur corrigée, h_{mes} est la profondeur mesurée,
 C_f la complaisance et P la charge appliquée

Après correction des profondeurs, nous avons calculé les modules d'élasticité en considérant l'un et l'autre des modes de déformation en l'appliquant à des matériaux de modules connus.

Le **tableau 1** rassemble l'ensemble des valeurs obtenues avec les indenteurs Vickers et Berkovich ainsi que la valeur du module d'Young théorique.

Elastic modulus	Vickers indenter		Berkovich indenter		E_{th}
	E_{OP}	E_{LA}	E_{OP}	E_{LA}	
Low carbon Steel	227	191	237	199	200
Brass	113	95	125	106	86
Aluminium	102	85	89	76	72
Copper	154	129	-	-	131
SS	228	194	-	-	188
RPSS	177	150	-	-	165
β -TCP	154	142	-	-	160
TiB ₂ -60%B ₄ C	370	345	33	300	365

Tableau 1 : Comparaison des modules E_{OP} et E_{LA} calculés en utilisant les méthodes d’Oliver et Pharr [OLI92] et de Loubet [LOU93] avec des indenteurs Vickers et Berkovich et le module théorique E_{th} [YET15]

On observe que dans le cas des matériaux ayant une dureté faible, comme l’acier faiblement allié, le laiton, l’aluminium, le cuivre et le SS, le module d’Young théorique E_{th} est proche de celui défini par la méthode de Loubet quel que soit l’indenteur utilisé. La déformation observée serait alors du type pile-up. Dans le cas des matériaux β -TCP ou TiB₂-60%B₄C qui ont des duretés plus élevées, les valeurs de modules sont proches de ceux calculés par la méthode d’Oliver et Pharr dans le cas d’un indenteur Vickers. Le mode de déformation au voisinage de l’indenteur est du type sink-in. Cependant, on observe que dans le cas du matériau RPSS, les 2 approches peuvent convenir, ce qui est visible sur la figure 14 puisque les points calculés suivent la droite identité. Cela démontre alors que les 2 modes de déformation peuvent coexister. La figure 15 en illustre une représentation.

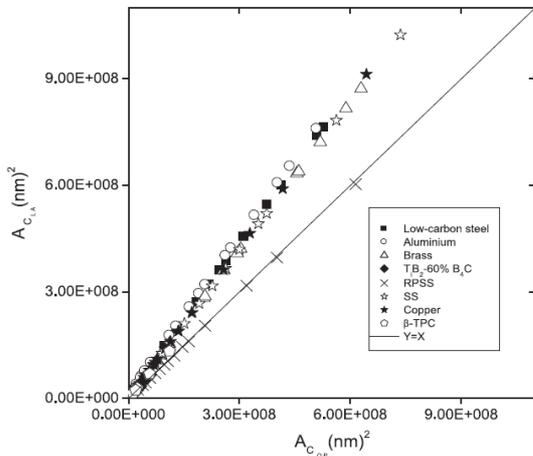


Fig 14 : $A_{C_{OP}}$ versus $A_{C_{LA}}$ pour tous les matériaux [YET15]

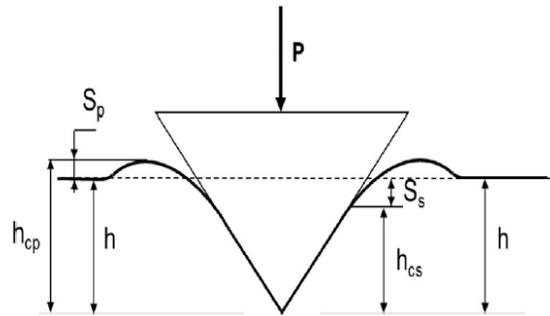


Fig 15 : Représentation schématique d’une déformation simultanée de type pile-up et sink-in [YET15]

En suivant un raisonnement similaire à celui développé par Giannakopoulos et Suresk [GIA99] dans une étude de l’indentation par éléments finis, nous utilisons le rapport Δ (équ. 27) entre la profondeur finale h_f et la profondeur d’indentation maximale h_{max} .

$$\Delta = \frac{h_f}{h_{max}} \quad (\text{équ. 27})$$

Les valeurs de Δ obtenues sont rassemblées dans le [tableau 2](#) pour les indenteurs Berkovitch et Vickers.

	Vickers indenter	Berkovich indenter
Low-carbon steel	0.94 ± 0.02	0.94 ± 0.01
Brass	0.90 ± 0.03	0.91 ± 0.02
Aluminum	0.90 ± 0.02	0.88 ± 0.02
Copper	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 ± 0.1	0.55 ± 0.05

Tableau 2 : Valeurs moyennes expérimentales de Δ , obtenues pendant un essai d'indentation instrumentée avec des indenteurs Vickers et Berkovich [\[YET15\]](#)

On constate que Δ est supérieur à 0,83 pour des matériaux ayant une déformation de type pile-up, et inférieure à 0,83 pour une déformation de type sink-in. Ainsi pour le matériau RPSS, pour lequel nous n'avons proposé aucun mode de déformation prépondérant, on constate que la valeur de Δ est égale à 0,83. Ainsi, Δ peut devenir un critère pour préciser à partir de quelle valeur il y a une déformation de type pile-up ou de type sink-in. Il est intéressant de constater que l'étude numérique d'Oliver et Pharr [\[OLI04\]](#) corrobore nos résultats, pour des matériaux sans écrouissage ([figure 10-a](#)) puisqu'ils observent bien un changement de mode de déformation de type sink-in en pile-up au voisinage de la valeur de 0,85.

Ainsi ce nouveau critère Δ donne une information sur le mode de déformation au voisinage de l'indenteur, ce qui permet d'en déduire le comportement du matériau et donc de choisir la méthodologie adaptée pour calculer l'aire de contact et par conséquent les valeurs de la dureté et du module d'élasticité.

5. *Energie par indentation*

Pour permettre de s'affranchir de la connaissance liée à la déformation sous l'indenteur de type pile-up ou sink-in, il est intéressant d'exploiter la courbe dureté-déplacement de l'indenteur en considérant l'énergie nécessaire à l'enfoncement du pénétrateur qui se calcule indépendamment de la déformation au voisinage de l'indenteur. Pour contourner les problèmes liés à l'effet de taille en indentation (ISE, cf. paragraphe 6 « *Effet de taille en indentation* »), Stilwell [\[STI61\]](#) et Lawn [\[LAW81\]](#) sont les premiers à proposer de calculer le nombre de dureté à partir de l'énergie d'indentation qui est basée sur le travail des mécanismes de pénétration de l'indenteur et du recouvrement élastique de l'indenteur. Plus récemment Sakai [\[SAK93\]](#) définit le travail d'indentation comme l'énergie nécessaire pour créer un volume unité de déformation. Ainsi la dureté H peut être définie en se basant sur une approche énergétique par :

$$H = \frac{U}{V} \quad (\text{équ. 28})$$

Où U représente l'énergie d'indentation et V le volume d'empreinte

Cependant, cette équation est valable pour des matériaux ayant un comportement purement élastique. Dans le cas de matériau parfaitement plastique, et sans recouvrement élastique après retrait de l'indenteur, le nombre de dureté de l'équation 28 peut être défini à partir de la vraie mesure de la résistance à la déformation plastique [\[FIS04\]](#) et nommé HT :

$$HT = \frac{U_T}{V_T} \quad (\text{éq. 29})$$

Où U_T représente l'énergie totale d'indentation qui se calcule à partir de l'aire complète sous la courbe de chargement (zones grise et noire sur la figure 16) et V_T le volume d'empreinte pour le déplacement maximal dans le cas d'un indenteur conique.

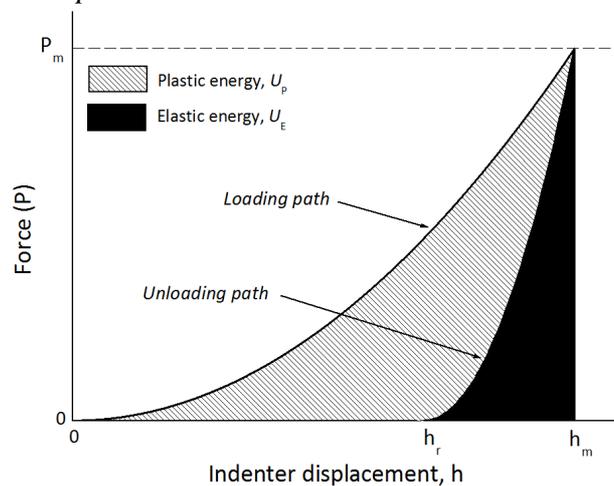


Fig 16 : Identification des énergies d'indentation sous la courbe force-déplacement de l'indenteur

Cependant dans le cas de l'équation 29 le volume V_T correspond au calcul du volume d'un cône parfait pour le déplacement maximal qui correspond à la zone grisée sur la figure 17. Toutefois, nous avons montré, au paragraphe 3 « Influence du défaut de pointe sur l'aire de contact », que le défaut de pointe a une importance dans le calcul du nombre de dureté, c'est pour cela qu'il faut en tenir compte pour la détermination du déplacement maximal de l'indenteur h_{\max} . Ainsi, le nouveau volume à prendre comme référence, est celui délimité par les lignes noires continues auquel il faut soustraire le cône provenant du défaut de pointe (triangle noir). Dans ces conditions, nous démontrons que V_T évolue vers un volume total corrigé nommé V_T^C :

$$V_T^C = \frac{\pi}{3} \tan^2 \alpha [(h_{\max} + h_b)^3 - h_b^3] \quad (\text{éq. 30})$$

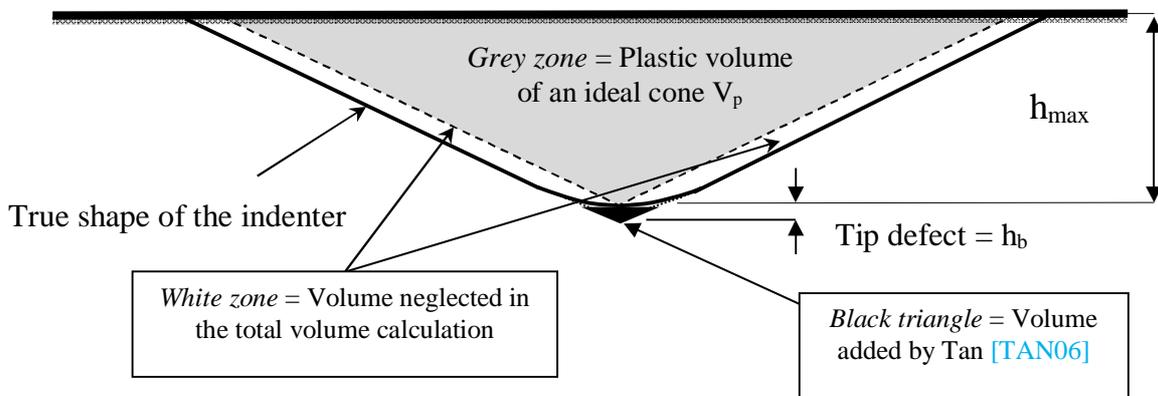


Fig 17 : Coupe de l'empreinte d'un cône et représentation du défaut de pointe en fond d'empreinte

Dans le cas de matériau élasto-plastique, Sakai [SAK93] démontre qu'un recouvrement élastique apparaît après retrait de l'indenteur, ce qui se traduit par un retour de matière en fond d'empreinte. Dans ce cas, il faut considérer le volume résiduel de l'indenteur après son retrait V_p et l'énergie dans le travail plastique entre le chargement et le déchargement U_p . La détermination du nombre de dureté peut aussi être définie à partir des énergies élastique et plastique (équation 31) calculées sous les courbes de chargement et de déchargement respectivement.

$$HP = \frac{U_p}{V_p} \quad (\text{équ. 31})$$

Le volume plastique est plus complexe à déterminer car le retrait de l'indenteur implique une augmentation du demi-angle α en α^* après le retour élastique. Ainsi, la profondeur résiduelle h_r est, elle aussi, affectée par le défaut de pointe, et la profondeur provenant du défaut de pointe h_b devient h_b^* . En considérant ces nouveaux paramètres, et au moyen de quelques simplifications mathématiques le volume plastique corrigé s'écrit :

$$V_p^c = \frac{\pi}{3} \tan^2 \alpha \left(\frac{h_r}{h_{\max}} \right) \cdot [(h_{\max} + h_b)^3 - h_b^3] \quad (\text{équ. 32})$$

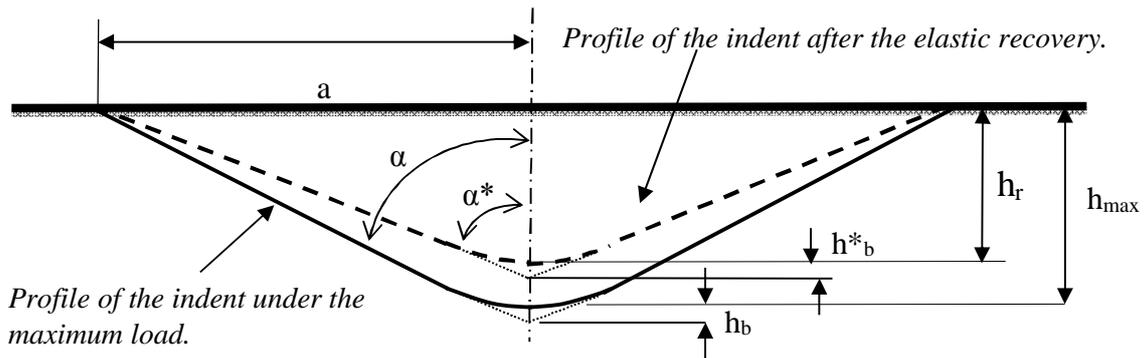


Fig 18 : Coupe de l'empreinte d'un cône et représentations de son profil après retrait de l'indenteur et du retour élastique en fond d'empreinte représenté par des lignes en pointillés

Il est intéressant de noter que le volume plastique corrigé peut être relié au volume total corrigé par le même facteur de proportionnalité que Sakai [SAK93] avait établi entre le volume plastique avec le volume total. Ce facteur est fonction de la profondeur finale h_f et de la profondeur maximale h_{\max} ,

$$V_p^c = V_T^c \cdot \left(\frac{h_f}{h_{\max}} \right) = V_T^c \xi \quad (\text{équ. 33})$$

Dans le cas des matériaux parfaitement plastiques, Sakai [SAI93] propose une autre façon de calculer le nombre de dureté à partir de l'énergie totale U_T et la charge appliquée $P^{3/2}$. Ainsi l'équation 34 permet de calculer la dureté à partir d'un seul paramètre qui est la charge.

$$U_T = \left(\frac{1}{3} \sqrt{\frac{1}{\alpha_0 \tan^2 \alpha}} \right) \cdot \frac{1}{\sqrt{HT_U}} \cdot P^{3/2} \quad (\text{équ. 34})$$

Où $\alpha_0 = 2$ pour un indenteur Vickers

Ce type d'expressions a également été proposé par Tuck [TUC01] et Beegan [BEE05] sous la forme :

$$HT_U = \frac{k}{9} \cdot \frac{P^3}{U_T^2} \quad \text{et} \quad HP_U = \frac{k}{9} \cdot \frac{P^3}{U_P^2} \quad (\text{éq. 35})$$

qui peuvent s'écrire sous la forme :

$$U_T = \frac{k^{1/2}}{3} \cdot \frac{1}{\sqrt{HT_U}} \cdot P^{3/2} \quad \text{et} \quad U_P = \frac{k^{1/2}}{3} \cdot \frac{1}{\sqrt{HP_U}} \cdot P^{3/2} \quad (\text{éq. 36})$$

Où HT_U et HP_U représentent les duretés totale et plastique calculées par l'énergie

L'avantage des équations 34 à 36 est que la dureté se déduit de la pente entre l'énergie et la charge à la puissance 3/2. On trouve alors une seule valeur de dureté. Par conséquent le phénomène d'effet de taille en indentation (ISE) n'existe pas.

Le tableau 3 résume les données calculées pour les 8 matériaux (cf. paragraphe 4 « Critère de sélection du mode de déformation ») testés en microindentation. On y trouve :

- le rapport $\frac{h_f}{h_{\max}}$ qui donne une information sur le mode de déformation : pile-up ou/et sink-in (cf. paragraphe 4 « Critère de sélection du mode de déformation »),
- la dureté totale corrigée HT_C qui prend en compte le défaut de pointe de l'indenteur,
- la dureté plastique corrigée HP_C qui prend en compte le défaut de pointe de l'indenteur,
- la dureté Vickers, HV , qui utilise l'aire réelle d'indentation,
- la dureté Meyer, HME , qui utilise l'aire projetée d'indentation.

Matériau	Alu.	Cuivre	Laiton	Acier	SS	RPSS	TiB ₂	B-TCP
$\frac{h_f}{h_{\max}}$	0,91	0,92	0,90	0,94	0,91	0,83	0,45	0,80
Mode de déformation*	PU	PU	PU	PU	PU	--	SI	SI
HT_C (GPa)	1,6±0,2	1,4±0,1	1,1±0,2	1,6±0,2	2,8±0,1	4,4±0,1	22,8±1,8	7,9
HP_C (GPa)	1,6±0,2	1,3±0,1	1,1±0,2	1,7±0,2	2,8±0,2	4,3±0,2	22,8±1,8	4,8
HV (GPa)	1,5±0,1	1,1±0,1	1,4±0,2	1,6±0,3	2,5±0,2	4,1±0,4	20,9±1,6	4,9±0,2
HM (GPa)	1,9±0,2	1,2±0,1	1,5±0,2	1,7±0,3	2,6±0,2	4,4±0,4	22,6±1,7	5,3±0,2

SS = Stainless Steel

RPSS = Rapid Prototyping Stainless Steel

* PU = Pile-Up, SI = Sink-In

Tableau 3 : Rapport $\frac{h_f}{h_{\max}}$ et mode de déformation, nombre de dureté calculés avec l'énergie totale corrigée, l'énergie plastique corrigée ainsi que les duretés Vickers et Meyer

Les valeurs calculées dans le [tableau 3](#) montrent que les duretés totale corrigée et plastique corrigée sont similaires ce qui montre que la déformation en fond d’empreinte n’influence pas le calcul de la dureté. Le calcul de la dureté Meyer se rapproche des duretés précédentes, ce qui démontre qu’il est important de prendre en compte l’aire projetée d’indentation, la confirmation de ce constat sera réalisée un peu plus loin. La variation de la dureté en fonction de la charge a été étudiée à partir de la relation de Li et Bradt [\[LI93\]](#) :

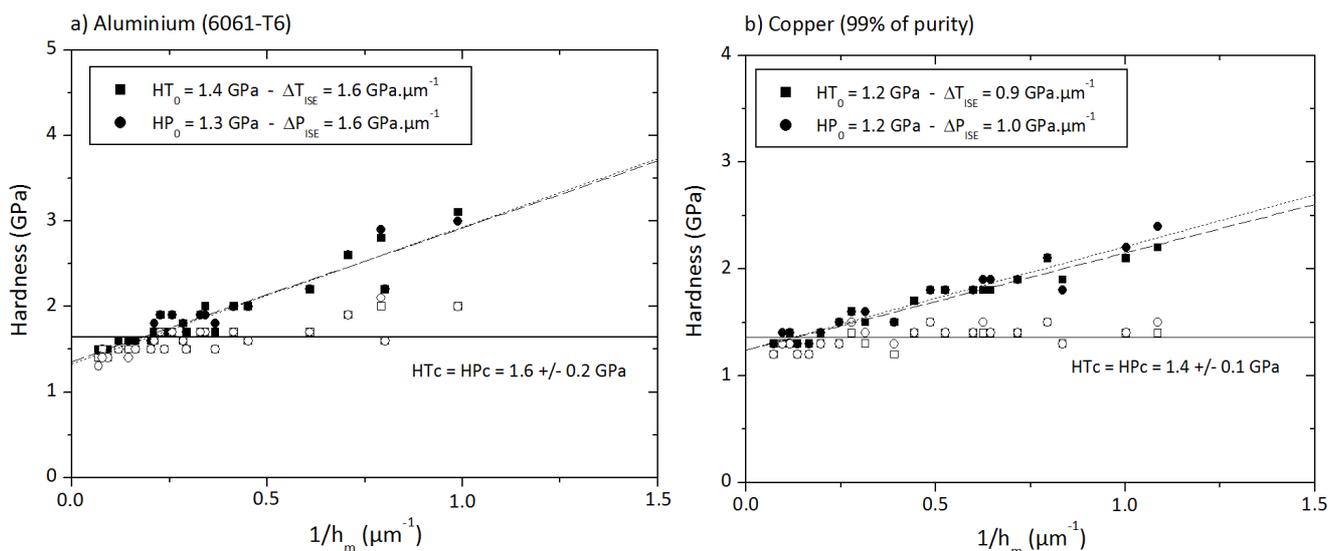
$$H = H_0 + \frac{\Delta_{ISE}}{h} \quad (\text{éq. 37})$$

Où H_0 représente la macro dureté, c’est-à-dire la dureté obtenue pour une charge infinie, Δ_{ISE} est le paramètre représentant l’amplitude de l’effet de taille.

Sur la [figure 19](#), l’importance de prendre en compte l’effet de taille en indentation est montrée en traçant la dureté en fonction de l’inverse du déplacement de l’indenteur. Ainsi, pour 7 matériaux sur les 8 étudiés les conclusions suivantes peuvent être avancées :

- Lorsque le défaut de pointe est négligé (symboles noirs) la dureté varie de façon linéaire et l’effet de taille en indentation a pour valeur la pente de la droite. Les duretés initiales totale HT_0 et plastique HP_0 sont équivalentes.
- Lorsque le défaut de pointe est pris en compte, la dureté totale corrigée HT_c et la dureté plastique corrigée HP_c varient de façon constante et sont équivalentes. Ainsi, le nombre de dureté est indépendant de la charge appliquée.

L’exception à ces conclusions est faite pour le matériau β -TCP ([figure 19-h](#)) qui évolue selon une fonction polynomial quadratique. Cette variation est attribuée au fait des fissures observées le long des diagonales de l’empreinte.



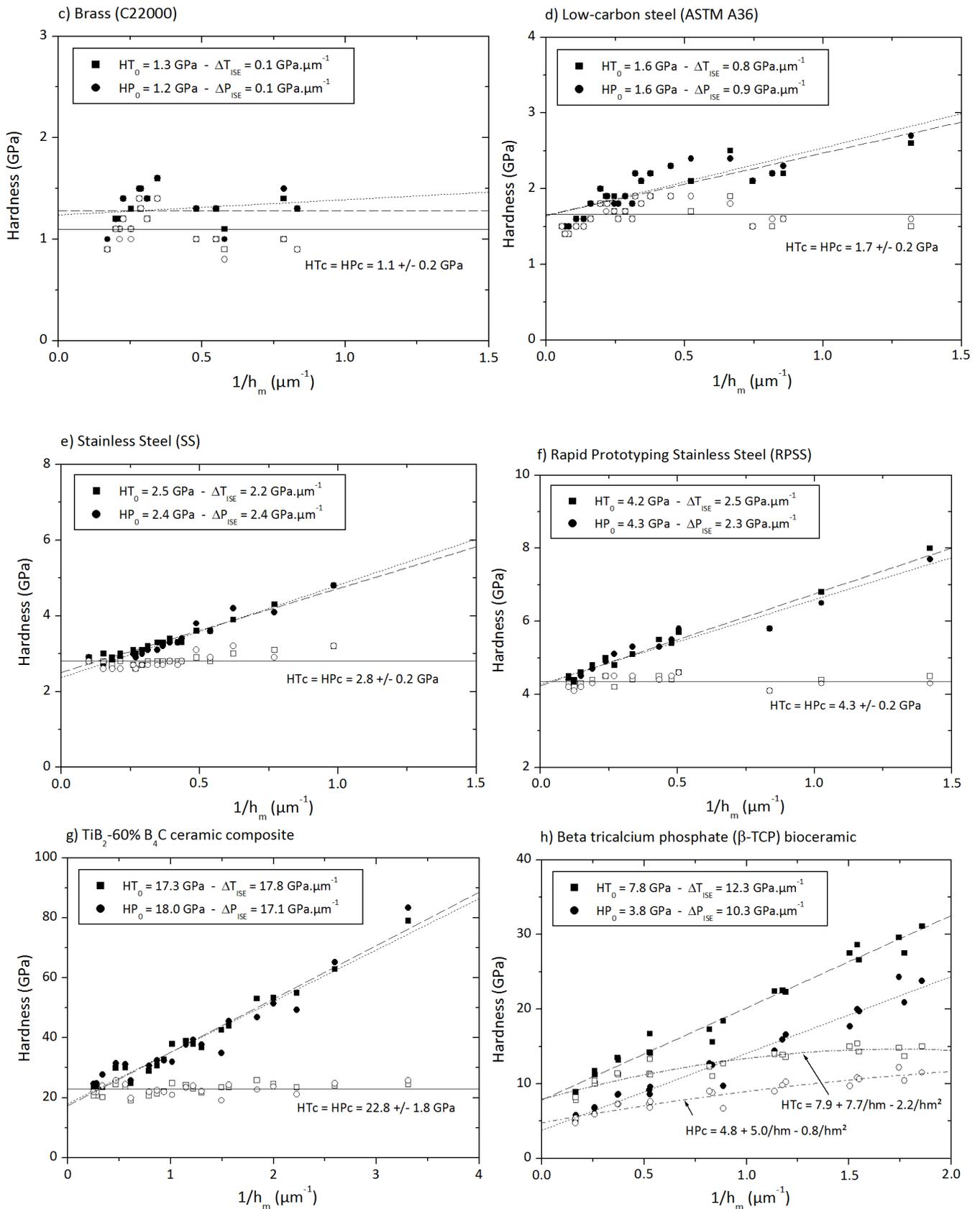


Fig 19 a-h : Duretés totale et plastique avec défaut de pointe négligé (symboles noirs) et duretés totale et plastique corrigées (symboles blancs)

A ce stade de la discussion, il est intéressant de se poser la question suivante « *Quelle est la bonne méthode de calcul du nombre de dureté ?* ». En effet la méthode de la dureté plastique corrigée, avec prise en compte du défaut de pointe HP_C et la méthode de dureté totale corrigée HT_C donnent le même résultat de dureté sans prendre en compte le comportement mécanique du matériau. Les travaux de Stiwell et Tabor [STI61] démontrent que l'énergie d'indentation plastique U_p sur l'énergie d'indentation totale U_T est égal au rapport $\frac{h_f}{h_{max}}$. De cette relation et avec l'équation 33, on peut effectivement en conclure que :

$$\frac{HP_C}{HT_C} = \frac{U_p}{U_T} \cdot \frac{V_T}{V_p} = 1 \quad (\text{éq. 38})$$

L'équation 38 démontre que les duretés totale corrigée et plastique corrigée sont identiques comme nous pouvons le constater dans le tableau 3.

Pour répondre à la question, la comparaison des différentes duretés a été effectuée avec les duretés de référence Vickers, qui prend en compte dans son calcul l'aire réelle de l'empreinte, et la dureté Meyer qui s'appuie sur l'aire projetée de l'empreinte. Afin de comparer les duretés les unes aux autres, la prise en compte du défaut de pointe est intégrée à chacune de ces deux relations de base, tout en sachant que l'influence de l'effet de taille en indentation sera négligée. Comme l'illustre la figure 20 les nombres de dureté Vickers et Meyer exprimés en fonction de la dureté totale ou plastique montrent une évolution linéaire, ce qui indique que ces différentes duretés sont équivalentes.

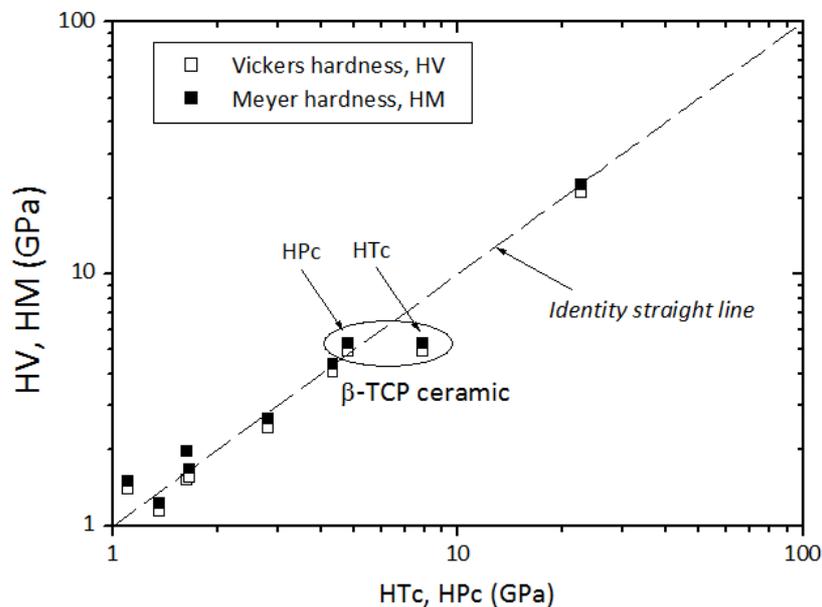
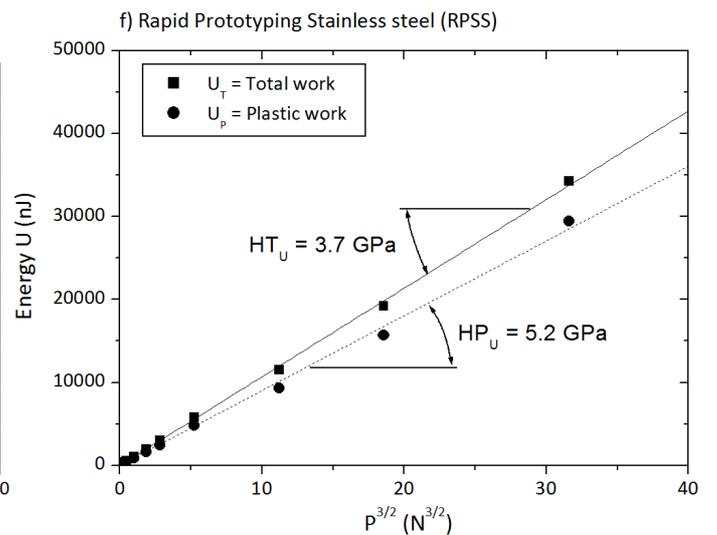
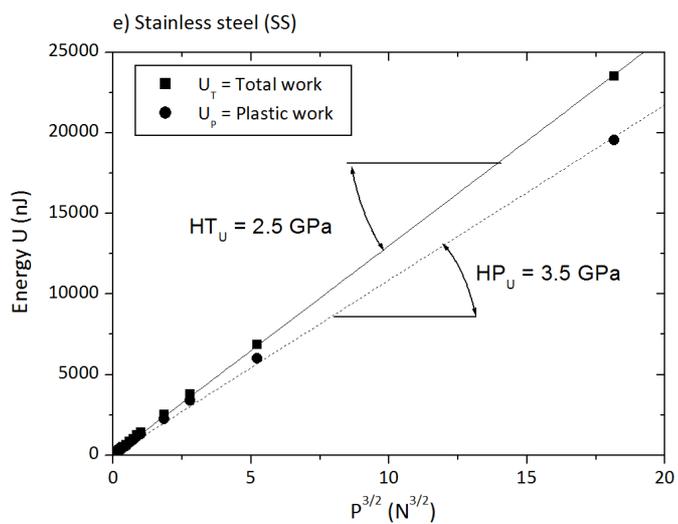
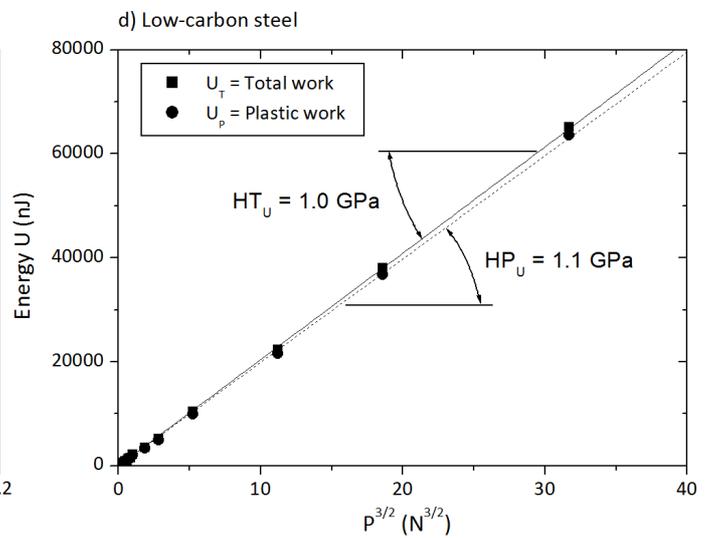
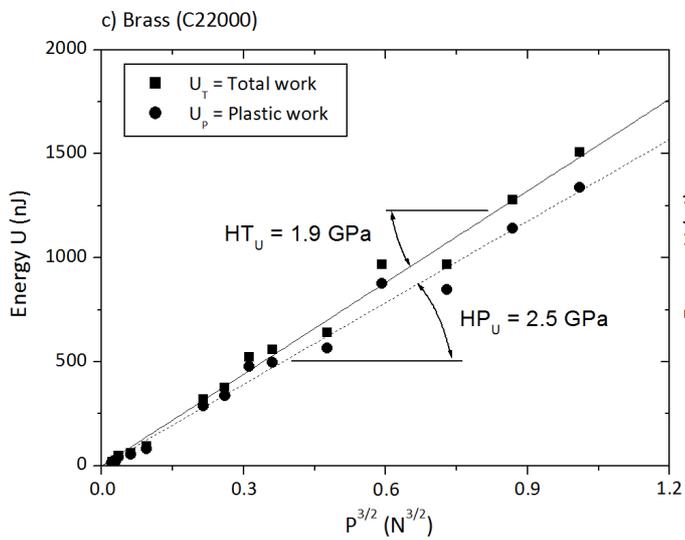
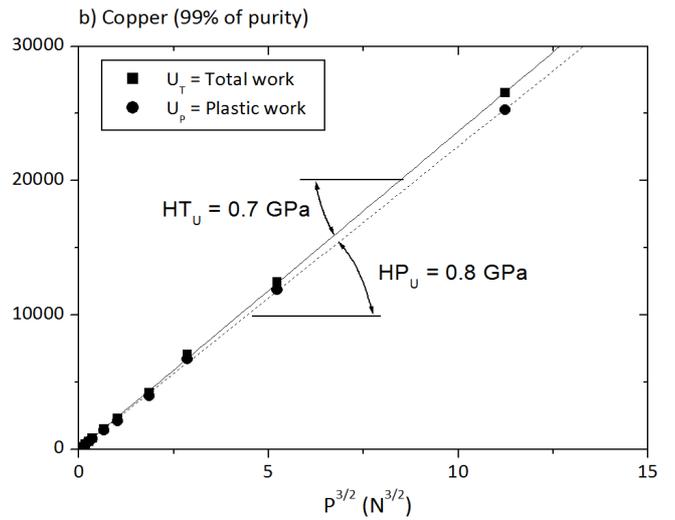
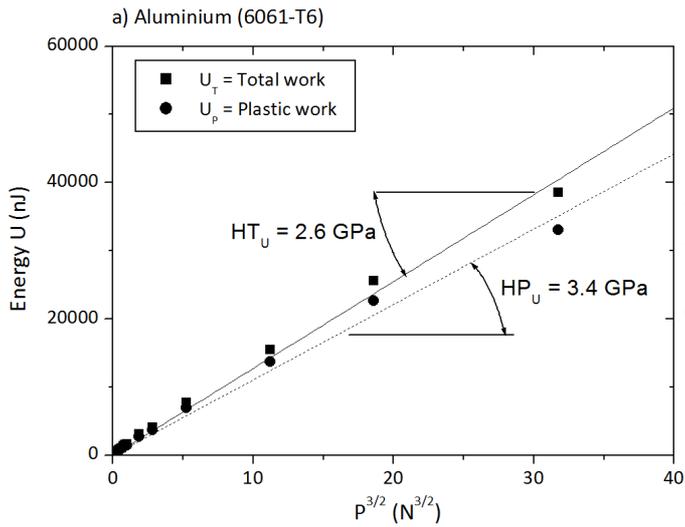


Fig 20 : Duretés Vickers et Meyer en fonction des duretés totale et plastique calculées à partir de l'énergie d'indentation

Les figures 21 a-h expriment l'énergie U définie dans l'équation 36 en fonction de la charge P à la puissance $3/2$, qui présente l'avantage de ne faire intervenir qu'un seul paramètre. Les pentes calculées représentent alors les duretés totale et plastique extrapolées de l'équation 36.



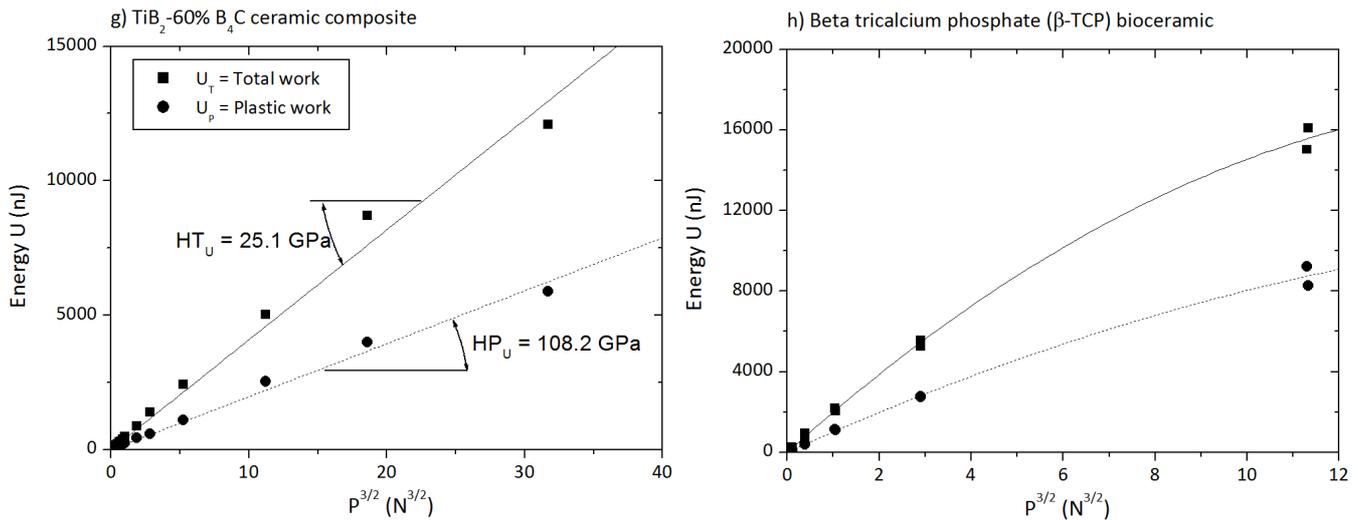


Fig 21 a-h : Duretés total et plastique calculées à partir de l'équation 36 pour les 8 matériaux

Contrairement aux duretés HT_C et HP_C trouvées précédemment, les duretés HT_U et HP_U suivent bien une régression linéaire mais ne sont pas équivalentes, ce qui est en opposition avec l'équation 38. Ce même constat a été effectué par Beegan *et al.* [BEE05] qui ont comparé différents calculs de duretés : l'énergie totale divisée par le volume, l'énergie plastique divisée par le volume plastique et la mesure d'aire par AFM (Microscopie à Force Atomique) pour caractériser un échantillon de cuivre. Cette dernière mesure permet d'accéder à l'aire réelle de contact, elle montre aussi une grande influence de l'effet de taille en indentation. Les mesures obtenues avoisinent celles de l'aire de contact réelle et montrent un nombre de dureté constant. Ce qui n'est pas le cas si on ne prend pas en compte le défaut de pointe dans l'énergie d'indentation.

Matériau	Alu.	Cuivre	Laiton	Acier	SS	RPSS	TiB2	B-TCP
$HT_C = HP_C$ (GPa)	1,6	1,4	1,1	1,7	2,8	4,3	22,8	6,3
HT_U (GPa)	2,6	0,7	1,9	1,0	2,5	3,7	25,1	--
HP_U (GPa)	3,4	0,8	1,1	1,7	2,8	4,3	22,8	6,3

SS = Stainless Steel

RPSS = Rapid Prototyping Stainless Steel

Tableau 4 : Duretés plastique et totale calculées à partir de l'équation 35 pour les 8 matériaux

Ainsi pour calculer la dureté à partir de l'équation 35, nous proposons de prendre en compte le coefficient de proportionnalité entre les volumes plastique et total pour exprimer l'énergie plastique en fonction de la charge à la puissance 3/2 comme suit, où le coefficient de proportionnalité fait intervenir la dureté totale et non plus la dureté plastique :

$$U_p = \frac{k^{1/2}}{3} \cdot \frac{\xi}{\sqrt{HT_U}} \cdot P^{3/2} \quad \text{avec} \quad \xi = \frac{h_f}{h_{max}} \quad (\text{éq. 39})$$

Il est intéressant de remarquer que le nombre de dureté HT_C est similaire à la dureté Meyer HME et ne correspond pas à la dureté HIT généralement utilisée qui, elle, prend en

compte la déformation de type sink-in, méthode développée par Oliver et Pharr, au voisinage de l'indenteur, ou pile-up par la méthode développée par Loubet.

Pour compléter cette étude, Cheng et Chang [CHE98a, CHE98b] estiment pouvoir définir le pile-up en venant calculer les énergies sous les courbes charge-décharge. Ainsi, l'aire sous la courbe de chargement représente l'énergie totale d'indentation U_T , l'aire sous la courbe de déchargement visualise le travail récupéré pendant le déchargement U_P . Le rapport décrit dans l'équation 40 traduit le travail incompressible par rapport travail total :

$$\frac{U_T - U_P}{U_T} = 1 - 5 \frac{H}{E_R} \quad (\text{éq. 40})$$

En combinant les équations 1 et 42, on obtient alors :

$$\frac{4 P_{\max}}{\pi S^2} = \frac{H}{E_R^2} \quad (\text{éq. 41})$$

Ainsi, les équations 40 et 41 permettent de déterminer la dureté H et le module d'Young réduit E_R sans prendre en compte l'aire de contact. De plus, les paramètres U_T, U_P, P_{\max} et S sont mesurables directement sur la courbe charge/décharge. Cependant, il faut être attentif au fait que l'équation 40 est un peu dépendante du comportement d'écrouissage du matériau, qui traduira un comportement de type pile-up ou sink-in, entraînant l'introduction de coefficient correcteur. Cela se confirme lors du calcul de la rigidité S , Oliver et Pharr [OLI04] introduisent dans l'équation 42 de la rigidité S , un paramètre adimensionnel β qui vient traduire la déviation de la rigidité causée par le manque de symétrie axiale dans les indenteurs pyramidaux. Ainsi, dans le cas de petite déformation, pour un matériau élastique déformé par un indenteur plat rigide axisymétrique, β a comme valeur de base l'unité. Cependant, plusieurs études par éléments finis [BOL98, HAY99] ont montré que β varie entre 1,0226 et 1,085. Ces valeurs sont fonction du type d'indenteur choisi et du comportement du matériau. D'après Oliver et Pharr, la valeur de $\beta = 1,05 \pm 0,05$ semble être le meilleur compromis.

$$S = \beta \frac{2}{\sqrt{\pi}} E_R \sqrt{A} \quad (\text{éq. 42})$$

6. Effet de taille en Indentation (ISE) Passage nano-micro

Nous avons vu qu'il existait différentes façons de calculer la dureté (aire réelle, aire projetée ou avec l'énergie) et que l'on pouvait considérer dans ce calcul différentes profondeurs d'indentation. En pratique, on constate que, quelle que soit la définition de la dureté retenue, le nombre de dureté varie avec la charge appliquée. Ce phénomène est appelé « effet de taille en indentation » ou *Indentation Size Effect*. Il peut être associé à plusieurs causes comme le durcissement par écrouissage, la rugosité, la déformation autour de l'empreinte, la forme de l'indenteur, l'énergie de surface, la variation de composition, l'anisotropie [CHE04], et même la préparation des échantillons (nettoyage et dégraissage [NIX 98]).

Les modèles mathématiques expriment soit la charge soit la dureté en fonction de la diagonale d , ce qui leur permet d'être exploitables dans le cas d'essai d'indentation classique.

Dans le cas de l'indentation instrumentée, nous avons accès aux différentes profondeurs d'empreinte. Le passage de la diagonale à la profondeur d'empreinte est purement géométrique, pour l'indenteur Vickers par l'égalité $d = 7h$, dans le cas de l'indenteur Berkovich les termes en d sont substitués aux termes en h .

Depuis 1885 où Kick [KIC85] a commencé à mettre sous forme mathématique la dépendance de la dureté avec la charge (équ. 43), beaucoup de modèles ont été développés, souvent dépendant de la charge appliquée comme les modèles de Meyer [MEY08], Hays [HAY73] ou Bückle [BUC73].

$$P = A_0 d^2 \quad (\text{équ. 43})$$

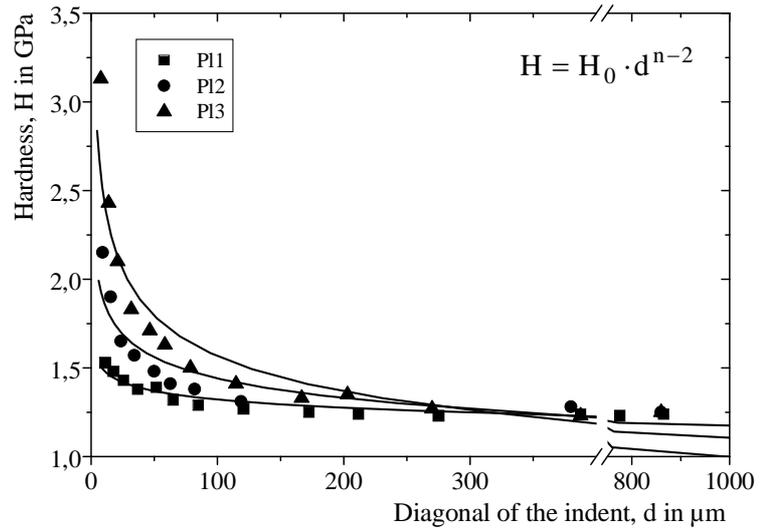
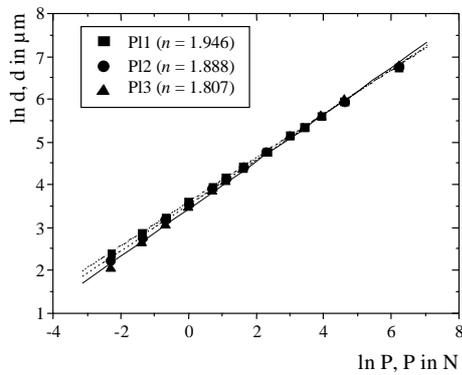
Notons que les premiers modèles (les plus anciens), ont été développés en indentation classique qui consiste à mesurer les dimensions de l'empreinte et que les plus récents ont été proposés en même temps que l'arrivée de l'indentation instrumentée qui, pour sa part, permet d'accéder à la profondeur de pénétration. Mais, bien évidemment, il est possible d'appliquer les modèles plus anciens en indentation instrumentée, il suffit de remplacer la diagonale d par la profondeur h , dans les relations.

Les modèles proposés par Kick (1885) à Li (1993) [CHI07b], peuvent être représentés sous une forme polynomiale (équ. 44) et ils peuvent être finalement considérés comme un ajustement de la loi de Meyer :

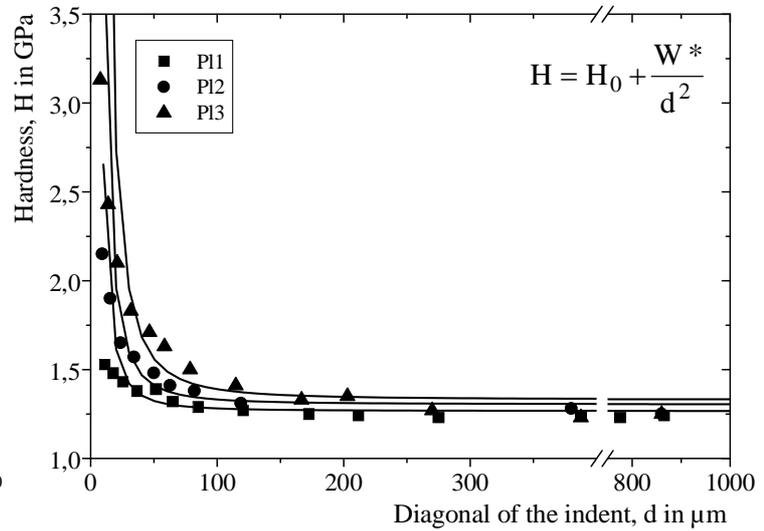
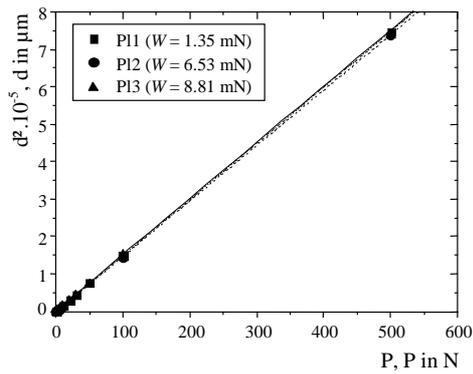
$$P = C_0 + C_1 d + C_2 d^2 + \dots \quad (\text{équ. 44})$$

Où P est la charge appliquée, C_0 la charge permettant d'initier une déformation plastique (équivalente à U), d la diagonale de l'empreinte.

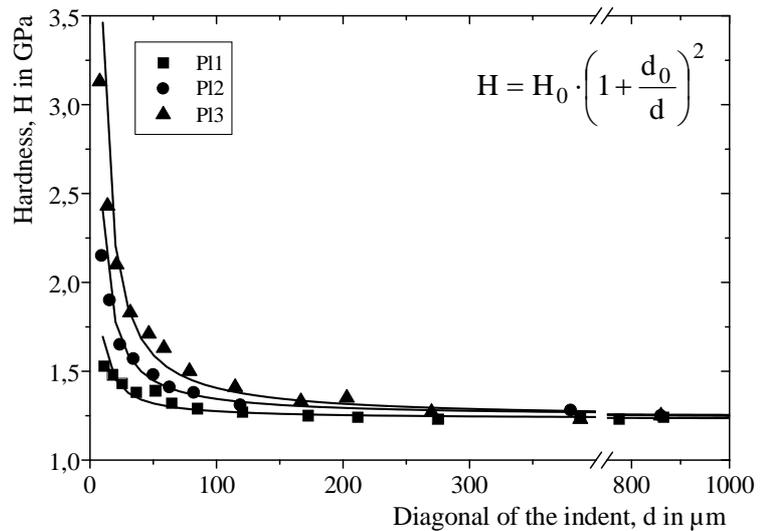
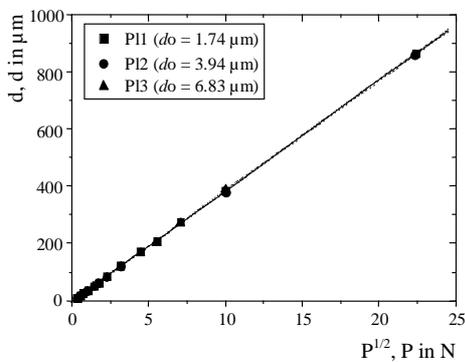
L'application de ces différents modèles polynomiaux, comme Meyer, Hays, Bull et Li, dans le cas d'échantillons polis différemment, permet de représenter l'évolution des points expérimentaux (figure 22), malheureusement, les paramètres utilisés souffrent tous d'un manque de signification physique. De plus, le tracé des courbes log-log de la charge P en fonction de la diagonale d (figure 22-graphe de gauche) et les courbes de dureté H en fonction de la diagonale de l'empreinte d avec $H_0 = 1,23$ GPa (figure 22-graphe de droite) montrent que l'effet de taille en indentation ne peut être mis en évidence car toutes les courbes sont confondues.



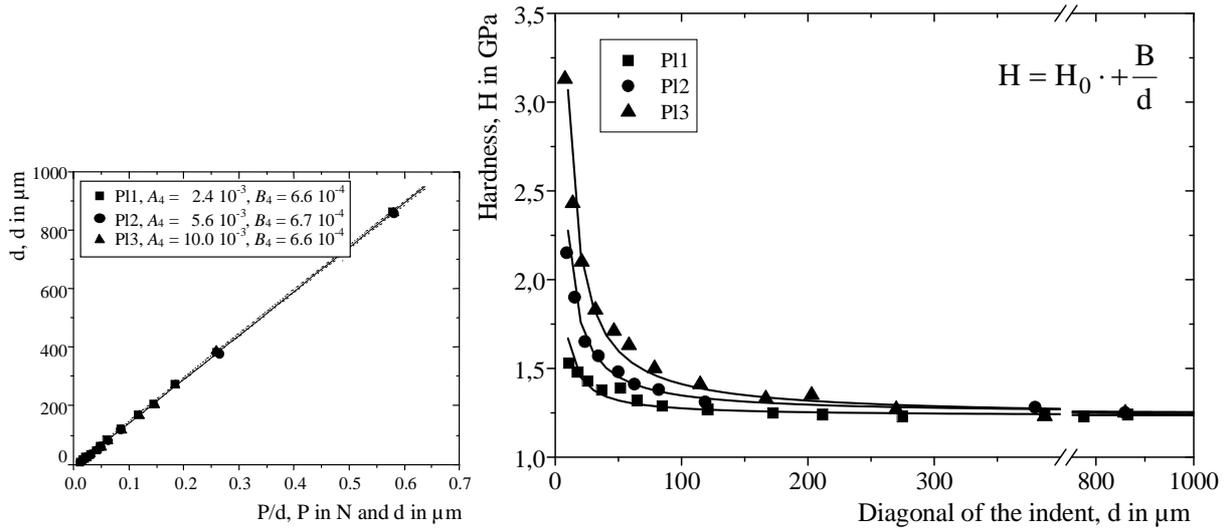
(a) Loi de Meyer



(b) Modèle de Hays.



(c) Modèle de Bull.



(d) Modèle de Li.

Fig 22 : Représentation de la charge appliquée et de la dureté en fonction de la diagonale de l'indenteur pour les modèles de Meyer (a), Hays (b), Bull (c) et Li (d)

Une autre approche pour traduire l'effet de taille en indentation consiste à utiliser les modèles de gradient de contraintes en plasticité. Cela a été appliqué dans le cadre des matériaux polymères où l'effet de taille en indentation ne peut pas être expliqué par des phénomènes de dislocations, comme c'est le cas pour les matériaux métalliques. Cependant plusieurs auteurs s'accordent à dire que la déformation dépend du facteur de charge. En se basant sur la théorie moléculaire, Chong and Lam [CHO99][LAM00] ont cherché à exprimer la dureté en fonction d'une longueur caractéristique représentative de la dépendance de la dureté avec la charge (équ. 45).

$$\frac{H}{H_0} = 1 + \left(\frac{h^*}{h} \right)^{1/2} \quad (\text{équ. 45})$$

Où H_0 est généralement appelé macrodureté et la distance, h^* , est la longueur caractéristique représentative de la dépendance de la dureté avec la charge, qui dépend des dislocations statistiquement stockées

Pour Huang *et al.* [HUA06] la divergence entre les résultats expérimentaux et l'équation 45 provient du défaut de pointe qui influence les faibles pénétrations et/ou le volume de stockage des dislocations géométriquement nécessaires (GND).

Au début des années 2000, Nix et Gao [NIX 98][GAO99] proposent un nouveau modèle (équ. 46) introduisant le concept de gradient de contraintes en plasticité basé sur la théorie des dislocations de Taylor– *Strain Gradient Plasticity* (SGP). Nix et Gao basent leur raisonnement sur les lois expérimentales qui ont besoin des mécanismes de la théorie des gradients de contraintes en plasticité. Ils ont démontré que le comportement en dureté de matériaux cristallins peut être représenté par le concept des dislocations géométriquement nécessaires (GND) pour accommoder la déformation plastique. La différenciation entre le

modèle de Chong and Lam (équ. 45) et celui de Nix et Gao (équ. 46) réside dans la séparation du terme $\frac{h^*}{h}$ qui représente le processus de déformation permanent.

$$\frac{H}{H_0} = \left(1 + \frac{h^*}{h}\right)^{1/2} \quad (\text{équ. 46})$$

Où H_0 est généralement appelé macrodureté et la distance, h^* , est la longueur caractéristique représentative de la dépendance de la dureté avec la charge

En 2004, Abu Al-Rub and Voyiadjis [ABU04] développent une nouvelle relation entre la microdureté H et le facteur d'échelle h^* utilisant les résultats de la microdureté pour des indenteurs de formes conique et pyramidale. La relation entre la microdureté H , la macrodureté H_0 et le facteur d'échelle h^* est donnée dans l'équation. 47, qui reprend l'équation 46 en introduisant une puissance β :

$$\left(\frac{H}{H_0}\right)^\beta = 1 + \left(\frac{h^*}{h}\right)^{\beta/2} \quad \text{ou} \quad \left(\frac{H}{H_0}\right)^\beta = 1 + \left(\frac{d^*}{d}\right)^{\beta/2} \quad (\text{équ. 47})$$

Ainsi si β est égal à 2, on retrouve la relation de Nix and Gao (équ. 46) pour les matériaux métalliques, et si β est égal à 1 on obtient la relation définie par Chong and Lam dans le cas des polymères [CHO99][LAM00] (équ. 45). Cependant le modèle de Chong et Lam n'est pas performant pour les fortes charges.

Zhang et Zu [ZHA04b] ont étudié l'influence de la rugosité dans le cas de la nano-dureté. Dans l'équation 47, ils ont introduit des contraintes superficielles apparentes pour représenter l'énergie dissipée par unité de surface. Ils ont analysé que l'énergie « encaissée » pour une charge donnée contenait un travail superficiel et global. La prise en compte de ces phénomènes sont intégrés dans les modèles de Nix and Gao [NIX 98][GAO99] et Chong and Lam [CHO99][LAM00], qui prennent alors la forme de l'équation 48 pour les matériaux métalliques et de l'équation 49 pour les polymères.

$$H = H_0 \left(1 + \frac{d^*}{d}\right)^{1/2} + 2,2406 \frac{f}{d} \quad (\text{équ. 48})$$

$$H = H_0 \left[1 + \left(\frac{d^*}{d}\right)^{1/2}\right] + 2,2406 \frac{f}{d} \quad (\text{équ. 49})$$

Zhang *et al.* [ZHA04b] associent le premier terme à la contribution volumique à l'effet de taille en indentation. Le second terme est précédé d'un facteur numérique 2,2406 pour un indenteur Vickers, et 1,1827 pour un indenteur Berkovich. Le paramètre f décrit les contraintes superficielles apparentes mais la faiblesse de ce paramètre fait qu'il n'est pas associé directement à un paramètre de contrainte. Enfin, ce second terme traduit la contribution des contraintes superficielles à l'effet de taille en indentation.

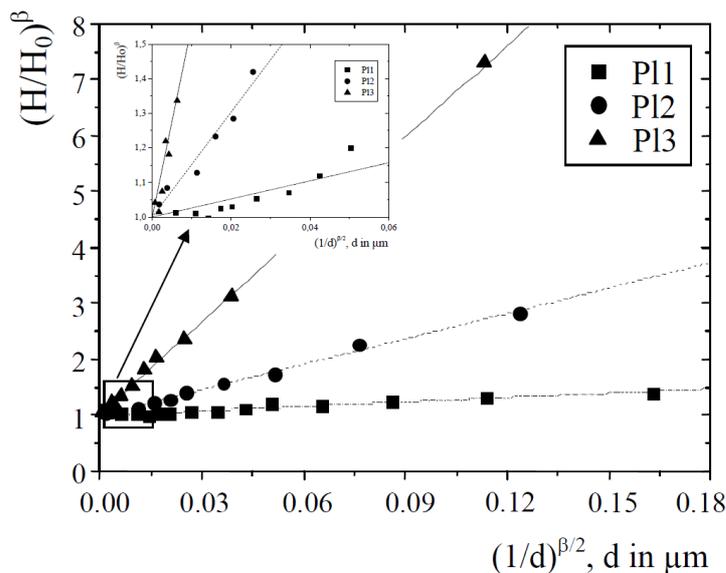
Finalement, on pourrait combiner l'approche d'Abu Al-Rub à celle proposée par Zhang et Zu en proposant une seule relation sous la forme :

$$H = H_0 \left[1 + \left(\frac{d^*}{d} \right)^{\beta/2} \right]^{1/\beta} + 2,2406 \frac{f}{d} \quad (\text{éq. 50})$$

Nous avons appliqué ces modèles à l'étude de l'influence du polissage sur la dureté d'un même acier poli de façons différentes soit :

- *PI1* : Polissage manuel de grade 80 à 1200 puis électrolytique pendant 20 s (carrés),
- *PI2* : Polissage manuel de grade 80 à 1200 puis polissage diamant 6-3 et 1µm (ronds)
- *PI3* : Polissage manuel de grade 80 à 1200 (triangle),
- *PI4* : Surface meulée avec un équipement commercial : deux passes de 0,2 mm de profondeur de coupe.

La figure 23 illustre l'application du modèle de Abu Al-Rub and Voyiadjis (éq. 47) qui ne donne pas une bonne corrélation expérimentale aux fortes charges [CHI07b].



Polissage	d^*	β
<i>PI1</i>	3,58	1,51
<i>PI2</i>	18,31	1,87
<i>PI3</i>	43,15	2,13

Fig 23 : Effet de taille d'indentation avec les modèles de Abu Al-Rub et Voyiadjis

La figure 23 montre alors que l'effet de taille en indentation est quasiment inexistant dans le cas d'un polissage électrolytique, et que cet effet de taille en indentation évolue avec la rugosité superficielle de l'échantillon. Cependant même pour des charges élevées, aucune valeur stable de dureté n'est mesurable.

Afin de palier à cela, l'insertion de la constante d_0 permet de définir un nouveau modèle [CHI07b] qui introduit une longueur de diagonale critique à partir de laquelle la dureté est constante (éq. 51). Au-delà de cette valeur, le nombre de dureté H obtenu est égal à la valeur de la macro-dureté H_0 démontrant ainsi qu'à partir d'une certaine charge l'effet de taille en indentation n'existe plus pour les charges élevées et est indépendant de la charge appliquée. En deçà de cette valeur, l'effet de taille existe pour les faibles charges :

$$\left(\frac{H}{H_0}\right)^\beta = 1 + \left[d^* \left(\frac{1}{d} - \frac{1}{d_0} \right) \right]^{\beta/2} \quad (\text{éq. 51})$$

Où d^* (μm) indique une longueur critique

Dans le cas d'une éprouvette meulée, le modèle d'Abu Al-Rub et Voyiadjis et l'application de l'équation 51 conduisent aux valeurs des paramètres d'ajustement d^* , β et d_0 rassemblées dans le [tableau 5](#).

	Modèle Abu Al-Rub		Modèle éq. 51		
	d^*	β	d^*	β	d_0
<i>Pl1</i>	3,58	1,51	0,12	0,74	92
<i>Pl2</i>	18,31	1,87	11,82	1,55	212
<i>Pl3</i>	43,15	2,13	34,25	1,79	359
<i>Pl4</i>	357,30	1,67	211,30	1,02	765

Tableau 5 : Valeurs des différents paramètres d'ajustement

Il est intéressant de noter que pour les deux modèles les valeurs de d^* évoluent de façon croissante en fonction du degré de polissage, permettant ainsi de mettre en avant que ce paramètre est lié à l'écrouissage du matériau et donc à l'augmentation de la densité des dislocations en surface des échantillons.

Pour les deux modèles, le paramètre β , qui ne peut normalement prendre que la valeur de 1 ou 2 pour traduire un matériau métallique ou un polymère, montre qu'il n'évolue pas en fonction de la finesse de polissage, ce qui ne permet pas de l'associer à un comportement physique.

Enfin, le paramètre d_0 introduit dans notre modèle détermine une valeur de diagonale critique qui évolue de façon croissante en fonction de la finesse de la rugosité de surface.

Pour l'échantillon meulé que nous n'avons pas présenté dans la [figure 23](#), la variation de la dureté en fonction de la diagonale montre un comportement autre. En effet, la [figure 24](#) révèle deux zones distinctes. La Zone I montre que pour des fortes charges le rapport de dureté

$\left(\frac{H}{H_0}\right)^\beta$ évolue de façon croissante jusqu'à atteindre une dureté constante. Cette évolution s'explique par le fait que plus les charges sont faibles plus la profondeur d'indentation, donc la zone plastique sous l'indenteur, sera circonscrite dans la zone de dislocations, atteignant alors la valeur de 4,04 GPa qui correspond à un matériau écroui, ce qui met en évidence que la notion d'effet de taille d'indentation intervient.

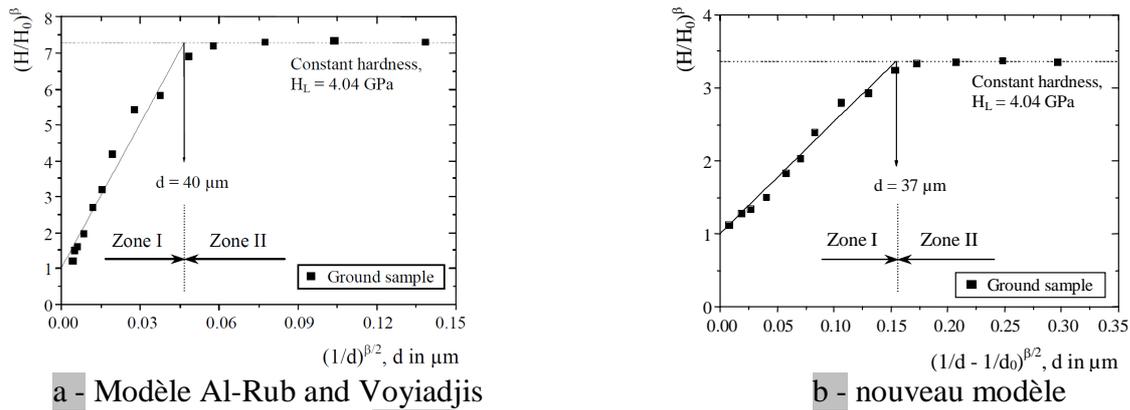


Fig 24 : Cas des échantillons meulés

Dans la Zone II, la dureté est constante pour cette gamme de charges et pour les échantillons meulés, aucun effet de taille en indentation n'est visible. Il est évident que le meulage peut multiplier les dislocations jusqu'à une valeur limite de surface [BLE04]. Près de la surface de l'échantillon, la microstructure de l'acier inoxydable est presque homogène. Ainsi, la valeur de la dureté constante pourrait être attribuée à l'impossibilité de créer plus de dislocations durant l'essai de dureté. Cette observation renforce le lien entre la création de dislocations, lesquelles apparaissent pendant le procédé de déformation plastique par indentation ce qui crée l'effet de taille d'indentation.

L'intérêt de ce travail a été de démontrer que l'effet de taille en indentation peut provenir de la préparation de la surface de l'échantillon qui se traduit ici par un écrouissage plus ou moins marqué en fonction du polissage. Notez que la dureté du matériau écroui (4GPa) est environ 4 fois plus élevée que celle obtenue à cœur du matériau. Les deux modèles utilisés sont équivalents pour de faibles charges. Par contre, le nouveau modèle permet de mieux représenter la variation de la dureté aux fortes charges du fait qu'il laisse supposer que la dureté est constante au-delà d'une certaine charge.

7. Passage nano-micro

Toutefois, dans le cas de monocristaux soigneusement préparés, on observe encore un effet de taille en indentation. Lorsque l'on applique le modèle de Nix et Gao à des résultats de nano et de microindentation, sur ce type de matériaux, on s'aperçoit que la macro-dureté H_0 et le facteur d'échelle h^* déduits des essais de micro-dureté diffèrent de ceux déterminés en nano-dureté. En effet, la figure 25 illustre la représentation dans ces deux cas pour un cristal de magnétite.

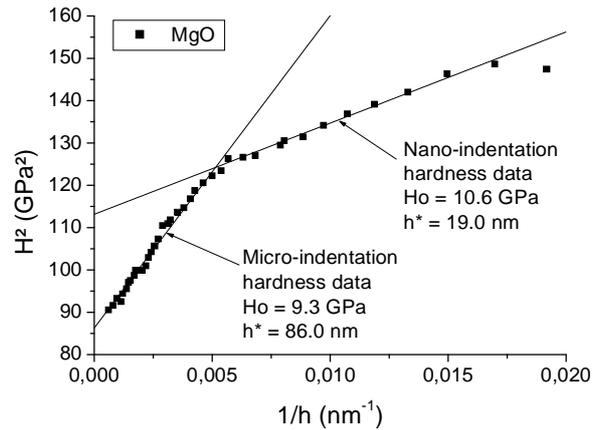


Fig 25 : Carré de la dureté, H^2 , en fonction de l'inverse de la profondeur d'empreinte, $1/h$, relatif au MgO en utilisant la théorie du « Strain gradient Plasticity » dans le domaine de la nano et de la microindentation pour un cristal de magnétite [ROU09]

Dans le cas des essais de nanoindentation, après analyse de nombreux travaux [LIM99, LIU01, SWA02a, SWA02b, ELM03, ELM04, FEN04, DUR05, KIM06], Huang *et al.* [HUA06] ont conclu que les résultats obtenus en nanoindentation ne pouvaient être représentés par la relation de Nix et Gao (équ. 45). La divergence entre cette relation et les résultats expérimentaux en nanoindentation s'explique au travers de deux facteurs :

- un est lié à l'effet prépondérant du défaut de pointe à faible pénétration,
- l'autre au volume de stockage des dislocations géométriquement nécessaires à la déformation, pour prendre en compte le changement permanent de la forme de la surface. Cette densité de dislocations est notée ρ_G .

Comme nous l'avons déjà expliqué au paragraphe 3 « Influence du défaut de pointe sur l'aire de contact », les défauts de pointe que nous avons étudiés ont été mesurés entre 10 à 150 nm en fonction de l'usure de l'indenteur, mais il peut atteindre dans certains cas jusqu'à 500 nm. Pour le représenter, on peut utiliser une sphère comme le montre la figure 26 [ROU09].

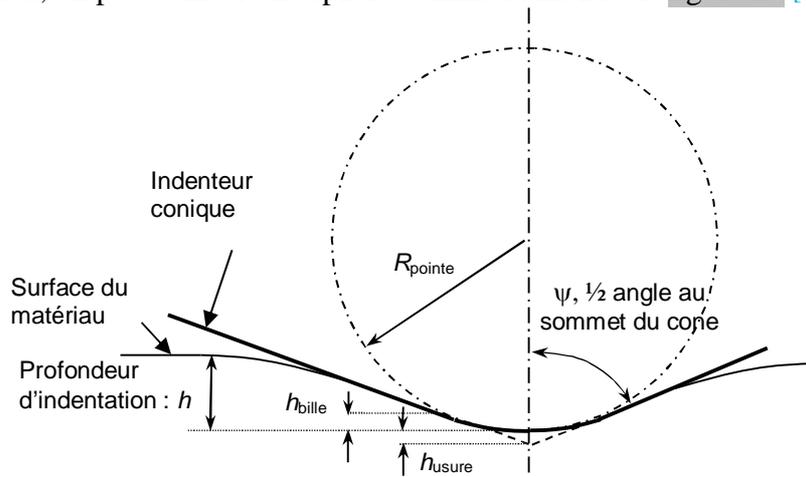


Fig 26 : Schéma d'un indenteur conique montrant l'usure de la pointe (R_{pointe}) et les paramètres caractéristiques utilisés pour décrire l'effet de pointe : h_{usure} pour comparer un cône parfait avec un indenteur et h_{bille} correspondant à la profondeur d'indentation de la partie sphérique [ROU09]

Les hauteurs de bille h_{bille} et d'usure h_{usure} sont voisines de 5 à 3 nm pour un indenteur neuf, et 30 nm pour un indenteur émoussé. Dans certains cas, cette valeur peut atteindre plusieurs centaines de nanomètres, qui est une valeur très élevée pour des essais en nanoindentation. Il faut donc la prendre en compte comme nous l'avons déjà mentionné au paragraphe 3 « *Influence du défaut de pointe sur l'aire de contact* ». Toutefois, cela n'empêche pas d'observer un changement de comportement entre nanoindentation et microindentation. Ce passage nano-micro indentation provient principalement de la manière dont la déformation plastique a lieu, mais aussi la nature du réseau de dislocations (densité et arrangement) ou encore du volume de stockage des dislocations. Tout comme Zong *et al.* [ZON06] nous proposons de départager la zone de nanoindentation de la zone de microindentation par deux droites (figure 25). Le passage nano-micro s'explique pour notre part par la notion d'uniformité d'espacement des dislocations géométriquement nécessaires pour accommoder la déformation plastique, mais aussi par un accroissement de la taille de zone plastique en nanoindentation démontré par Durst *et al.* [DUR05] en analyse par éléments finis.

La première approche menée pour lier la microindentation à la nanoindentation est basée sur la théorie « Strain Gradient Plasticity » développée par Nix et Gao. Cette théorie met en jeu le vecteur de Burger b , la densité de dislocations statiquement stockées ρ_s et le module de cisaillement μ .

En micro dureté les paramètres $H_{0_{micro}}$ et h_{micro}^* s'expriment sous la forme :

$$H_{0_{micro}} = 3\sqrt{3}\alpha\mu b\sqrt{\rho_{s(micro)}} \quad \text{et} \quad h_{micro}^* = \frac{81}{2}b\alpha^2 \tan^2 \theta \left(\frac{\mu}{H_{0_{micro}}} \right)^2 \quad (\text{équ. 52})$$

Où α est une constante évoluant entre 0,3 et 0,5 selon la théorie de Tabor, et θ l'angle entre la surface de l'indenteur conique et la surface du matériau.

Dans le cas de la nano-dureté, l'équation 52 prend la forme suivante si on introduit la notion d'accroissement de taille de zone plastique qui a été développé par Durst *et al.* en utilisant le facteur correctif f .

$$H_{0_{nano}} = 3\sqrt{3}\alpha\mu b\sqrt{\rho_{s(nano)}} \quad \text{et} \quad h_{nano}^* = \frac{81}{2} \frac{1}{f^3} b\alpha^2 \tan^2 \theta \left(\frac{\mu}{H_{0_{nano}}} \right)^2 \quad (\text{équ. 53})$$

Où f est un coefficient correctif, défini par Durst *et al.* [DUR05], pour le calcul de la densité maximum de dislocations, de 1,9 ou 1,44 pour Nix et Gao

Il est intéressant de noter que les équations 52 et 53 définissent bien les deux modes d'indentation comme on l'observe sur la figure 25. Le changement de pente peut être associé à l'uniformité du réseau de dislocations et à l'accroissement de la zone plastique dans le cas de la nano-dureté. Cependant, l'inconvénient de ces équations est qu'il est impossible de comparer les couples $(H_0, h^*)_{micro}$ et $(H_0, h^*)_{nano}$. C'est pour cela que nous avons proposé une seconde approche basée sur l'équation 45 en écrivant le carré de la dureté en fonction de l'inverse de la profondeur d'indentation.

$$H^2 = H_0^2 + \frac{H_0^2 \cdot h^*}{h} \quad \text{avec } H_{LSF} = \sqrt{H_0^2 \cdot h^*} = H_0 \sqrt{h^*} \quad (\text{éq. 54})$$

Le terme H_{LSF} désigne notre facteur d'échelle de dureté (LSF : Length-Scale Factor) qui s'exprime en $\text{MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$, qui a l'avantage de s'exprimer avec une unité équivalente à une ténacité.

En adoptant ce facteur d'échelle en indentation et en utilisant les équations 52 et 53, on peut exprimer H_{LSF} dans les différentes échelles comme suit :

$$\begin{array}{ll} \text{Microindentation (éq. 55)} & \text{Nanoindentation (éq. 56)} \\ H_{LSF_{micro}} = \frac{9}{\sqrt{2}} \alpha \tan \theta \cdot \mu \sqrt{b} & H_{LSF_{nano}} = \frac{3\sqrt{3}}{\sqrt{2}} \alpha \tan \theta \cdot \mu \sqrt{b} \quad \text{avec } f = 1,44 \end{array}$$

La pertinence de ce facteur d'échelle H_{LSF} est vérifiée à partir de données d'indentation bibliographiques obtenues sur des essais menés en nanoindentation et microindentation. Le **tableau 6** rassemble les valeurs utiles de macrodureté et de longueur caractéristique qui permettent de calculer les valeurs expérimentales du facteur d'échelle en dureté. Ainsi, et sans fixer au préalable la valeur du coefficient α , nous pouvons représenter la valeur expérimentale de H_{LSF} , c'est-à-dire $H_0 \sqrt{h^*}$, en fonction du produit théorique $\mu \sqrt{b}$ (figure 27).

Matériaux	μ (GPa)	b (nm)	$H_{0_{nano}}$ (GPa)	h^*_{nano} (μm)	$H_{0_{micro}}$ (GPa)	h^*_{micro} (μm)	Réf.
Ag (100)	26,4	0,286	---	---	0,340	0,757	[MA95]
Ag (110)			---	---	0,361	0,432	
Cu (111)	42	0,256	---	---	0,581	1,600	[NIX98]
Cu			---	---	0,834	0,464	
MgO	126	0,298	10,6	0,019	9,3	0,086	[HUA06]
Ni	76	0,25	1,24	0,34	0,76	3,05	
Ag	33,6	0,29	0,71	0,26	0,25	5,42	[ZON06]
Au	30,4	0,29	1,02	0,06	0,28	4,66	
LIGA Ni	73	0,25	---	---	2,6	0,34	[LOU06]
Ir	217	0,27	---	---	2,47	2,89	[QIN07]

Tableau 6 : Représentation de la valeur expérimentale du facteur d'échelle en dureté $H_0 \cdot h^{*1/2}$ en fonction du produit théorique $\mu \cdot b^{1/2}$ pour les différents matériaux analysés

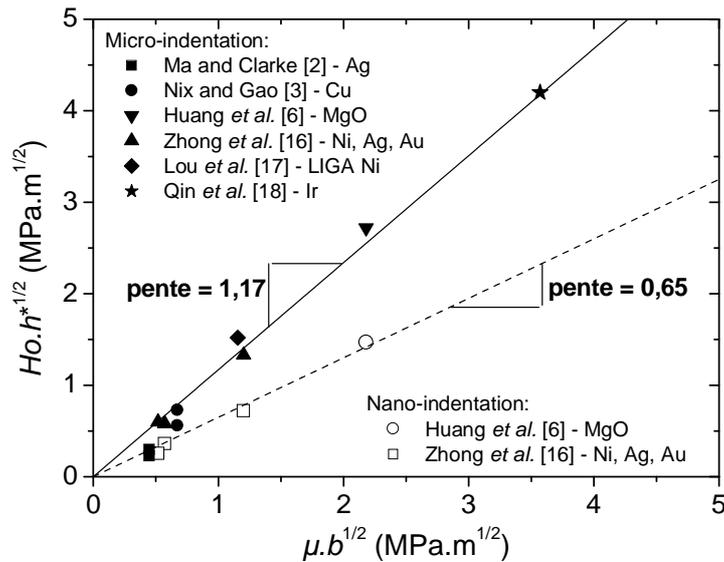
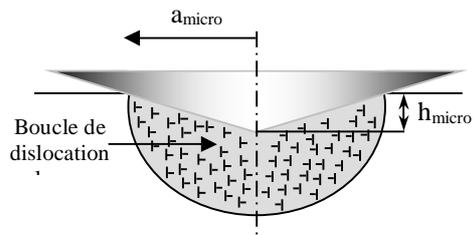
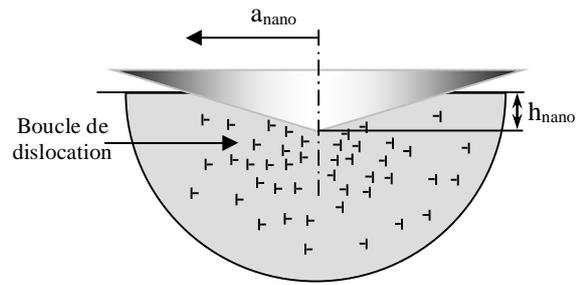


Fig 27 : Représentation de la valeur expérimentale du facteur d'échelle en dureté $Ho.h^{*1/2}$ en fonction du produit théorique $\mu.b^{1/2}$ pour les différents matériaux analysés.

Les deux pentes calculées, pour les 2 types d'essai, sont pour la microindentation de 1,17 et pour la nanoindentation 0,65. Le calcul de α à partir des équations (54) et (55) permet de définir une valeur proche de 0,5 pour les deux modes d'indentation. Ce résultat confirme la valeur définie par la théorie de Nix et Gao, et confirme la cohérence de ce facteur d'échelle. Ce résultat démontre que la valeur du coefficient est indépendante de la nature du matériau contrairement à ce que prévoit la théorie de Taylor et que le facteur f vaut bien 1,44 dans le cas de la nanodureté. Enfin, ce résultat démontre aussi que le champ de dislocations est plus uniforme en microdureté. D'un point de vue physique, la nanoindentation correspond au début du processus de la déformation plastique. Dans ce cas, les dislocations sont générées dans un champ non uniforme, principalement localisées au voisinage de la pointe de l'indenteur. L'émoussement de l'indenteur laisse à penser que le glissement des dislocations est orienté dans les directions normales à la surface arrondie de l'extrémité de l'indenteur. Lorsque la charge d'indentation augmente, le rayon de la zone plastique augmente. Par conséquent, l'arrangement des dislocations tend à être homogène dans le voisinage de l'empreinte face à l'extension de la zone plastique. La figure 28a représente de manière schématique la zone de déformation plastique sous l'empreinte proposée par Nix et Gao [NIX98]. De manière analogue, nous proposons la figure 28b pour représenter les phénomènes associés à la déformation en nanoindentation. On peut raisonnablement envisager que les dislocations sont rassemblées dans une région localisée en bout d'indenteur dans un volume de déformation plus grand par rapport aux dimensions de l'empreinte comme le suggère Durst *et al.* [DUR05]. Cette représentation fait converger ces deux approches.



a- Régime en microindentation
par Nix et Gao



b- Régime en nanoindentation
par Roudet

Fig 28 : Dislocations géométriquement nécessaires créées par un indenteur rigide conique où la structure des dislocations est idéalement représentée par une boucle de dislocation circulaire [NIX98] [ROU09].

Références Bibliographiques par ordre alphabétique

Partie 2B

- [ABU04] Abu Al-Rub R.K. and Voyiadjis G.Z. – *Analytical and experimental determination of material intrinsic length scale of strain gradient plasticity theory from micro-and nanoindentation experiments* - Int. J. Plast 20 (2004) 1139-1182
- [BAT07] Balta Calleja F. J., Fakirov S. - *Microhardness of Polymers* - Cambridge Solid State Science Series - broché - août 2007, ISBN : 0521041821 9780521041829
- [BEE05] Beegan D., Chowdhury S. and Laugier M.-T. - *Work of indentation methods for determining copper film hardness* - Surf. Coat. Technol. 192 (2005) 57-63
- [BLE04] Bléhaut H., Chicot D., Flahaut P. et Lesage J. – Rev Metall. CITI SGM 12 (2004) 1043-1052
- [BOL98] Bolshakov A., Pharr G.M - *Influences of pileup on the measurement of mechanical properties by load and depth sensing instruments* - J. Mater. Research 13 (1998) 1049-1058
- [BUC73] Bückle H. – *The Science of hardness testing and its research applications* – Eds J.H. Westbrook and H. Conrad – Metals Park, OH, American Society of Metals (1973)199
- [CHE04] Cheng Y.T., Cheng C.M. - *Scaling, dimensional analysis, and indentation measurements* - Mater. Sci. and Eng. R: Reports 44 (4-5) (2004) 91-149
- [CHE98a] Cheng Y.T. and Cheng C.M. - *Relationships between hardness, elastic modulus, and the work of indentation* - J. Appl. Phys. Lett 73 (1998) 614-616
- [CHE98b] Cheng Y.T. and Cheng C.M. - *Scaling approach to conical indentation in elastic-plastic solids with work hardening* - J. Appl. Phys. Lett 84 (1998) 1284-1291
- [CHI07a] Chicot D., Mercier D., Roudet F. Silva K. Staia M.H., Lesage J. – *Comparison of instrumented Knoop and Vickers hardness measurements on various soft and hard ceramics* – JECS 27 (2007) 1905-1911. **Cité 17 fois**
- [CHI07b] Chicot D., Roudet F., Soom A., J. Lesage – *Interpretation of instrumented hardness measurements on stainless steel with different surface preparations* – Surface Engineering 23(1) (2007) 32-39 **Cité 12 fois**
- [CHI13] Chicot D., De Baet P., Staia M.H., Puchi-Cabrera ES., Louis G., Delgado Y and al. – *Influence of tip defect and indenter shape on the mechanical properties determination by indentation of a TiB₂-60% B₄Ceramic composite* – Inter J Refract Met Hard Mater 38 (2013) 102-110
- [CHO99] Chong A.C.M. and Lam D.C.C. – *Strain gradient plasticity effect indentation hardness of polymers* - J. Mater. Res. 14 (1999) 4103-4110
- [DOE86] Doener M.F., Nix W.D. – *A method for interpreting the data from depth-sensing indentation instrument* - J. Mater. Res. 1 (4) (1986) 601-609
- [DUR05] Durst K., Backes B., Goken M. - *Indentation size effect in metallic materials: correcting for the size of the plastic zone* - Scripta Materialia 52 (11) (2005) 1093-1097
- [ELM03] Elmustafa A.A., Stone D.S. - *Indentation size effect: large grained aluminum versus nanocrystalline aluminum-zirconium alloys* - J. Mech. Phys. Sol. 51 (2) (2003) 357-381
- [ELM04] Elmustafa A.A., Ananda A.A., Elmahboub W.M. - *Dislocation mechanics simulations of the bilinear behavior in micro- and nanoindentation* - J. Mater. Res. 19 (3) (2004) 768-779
- [FEN04] Feng G., Nix W.D. - *Indentation size effect in MgO* - Scripta Materialia 51 (6) (2004) 599-603
- [FIS04] Fischer-Cripps A.C. - *Critical review of analysis and interpretation of nanoindentation test data* - Surf. Coat. Technol. 200 (2006) 4153-4165
- [FIS06] Fischer-Cripps A.C – *Critical review of analyses and interpretation of nanoindentation test data* – Surf. Coat. Technol. 200 (2006) 4153-4165
- [FRA05] François D. - *Essais mécaniques des métaux - Essais de dureté* – Tech. Ing. – M4160 (2005) 2-16
- [GAO99] Gao H., Huang Y., Nix W.D., Hutchinson J.W. - *Mechanism-based strain gradient plasticity – I. Theory* - J. Mech. Phys. Sol. 447 (1999) 1239-1263
- [GIA99] Giannakopoulos A.E., Suresh S. - *Determination of elastoplastic properties of materials by instrumented sharp indentation* – Sc. Mater 50 (2002) 23-38
- [GON02] Gong J, Wang J and Guan Z. – *A comparison between Knoop and Vickers hardness of silicon nitride ceramics* – Mater. Lett. 56 (6) (2002) 941-944
- [HAY73] Hays C., Kendall E.G. – *An analysis of Knoop Microhardness* – Metallography 6 (1973) 275-282
- [HAY99] Hay J.C, Bolshakov A., Pharr G.M - *A critical examination of the fundamental relations used in the analysis of nanoindentation* - J. Mater. Res.14 (1999) 2296-2305

- [HUA06] Huang Y., Zhang F., Hwang K.C., Nix W.D., Pharr G.M., Feng G. – *A model of size effects in nanoindentation* - J. Mech. Phys. Sol. 54 (8) (2006) 1668-1686
- [KIC85] Kick F. - *Das Gesetz der proportionalen Widerstände und seine Anwendungen* - Felix, Leipzig, Germany (1885)
- [KIM06] Kim J.Y., Lee B.W., Read D.T., Kwon D. – *Influence of tip bluntness on the size-dependent nanoindentation hardness* - Scripta Materialia 52 (5) (2005) 353-358
- [LAM00] Lam D.C.C. and Chong A.C.M. – *Effect of cross-link density on strain gradient plasticity in epoxy* - Mater. Sci. Eng. A 281 (2000) 156-161
- [LAW81] Lawn B.-R. and Howes V.-R. - *Elastic Recovery at Hardness Indentations* - J. Mater. Sci. 16 (1981) 2745-2752
- [LI02] Li Z., Cheng Y.T., Chandrasekar S. – *On two indentation hardness definitions* - Surf. Coat. Technol. 154(2-3) (2002) 124-130
- [LI93] Li H. and Bradt R.-C. - *The microhardness indentation load/size effect in rutile and cassiterite single crystals* - J. Mater. Res. 28 (4) (1993) 917-926
- [LIM99] Lim Y.Y., Chaudhri M.M. - *The effect of the indentation nanohardness of ductile metals: an experimental study on polycrystalline work-hardness and annealed oxygen-free copper* - Phil. Mag. A – Physics of condensed matter. Structure, Defects and Mechanical Properties, 79 (12) (1999) 2979-3000.
- [LIU01] Liu Y., Ngan A.H.W. – *Depth dependence of hardness in copper single crystals measured by nanoindentation* - Scripta Materialia, 44 (2) (2001) 237-241
- [LOU06] Lou J., Shrotriya P., Allameh S., Buchheit T., Soboyejo W.O. – *Strain gradient plasticity length scale parameters for LIGA Ni MEMs thin films* - Mater. Sci. Eng. A 441 (1-2) (2006) 299-307
- [LOU93] Loubet J.L., Bauer M., Tonck A., Gauthier Manuel B. – *Nanoindentation with a surface force apparatus* – Mechanical properties and deformation behaviour of materials having ultra-fine structures. NATO ASI 233 (1993) 429-447
- [MA95] Ma Q., Clarke D.R. – *Size dependence of the hardness of silver crystals* – J. Mater. Res. 10 (4) (1995) 853-863
- [MEY08] Meyer E. - *Untersuchungen über Härteprüfung und -Härte* - Z Ver Deutsche Ing 52 (1908) 645-665
- [MUK90] Mukhopadhyay A.K., Datta S.K., Chakraborty D. – *On the microhardness of silicon nitride and sialon ceramics* – J. Eur. Ceram. Soc. 6(5) (1990) 303-311
- [NIX 98] Nix W.D. and Gao H. – *Indentation size effect in crystalline materials: a law for strain gradient plasticity* - J. Mech. Phys 46 (1998) 411-425
- [OLI04] Oliver W.C., Pharr G.M. – *Measurement of hardness and elastic modulus by instrumented indentation: Advanced in understanding and refinements to methodology* – J. Mater. Res. 19 (1) (2004) 3-20
- [OLI92] Oliver W.C., Pharr G.M. - *Improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments* - J. Mater. Res. - 7 (1992) 1564-1583
- [QIN07] Qin J., Huang Y., Hwang K.C., Song J., Pharr G.M. – *The effect of indenter angle on the microindentation hardness* – Acta Materialia 55 (18) (2008) 6127-6132
- [ROU09] Roudet F., Mendoza J., Duarte G., Lesage J., Chicot D. – *Hardness length-scale factor to represent the nano and micro-indentation size effect* – Matériaux et Techniques 96 (2009) 43-52
- [SAK93] Sakai M. - *Energy principle of the indentation induced in elastic surface deformation and hardness of brittle materials* - Acta Met. Mater. 41 (6) (1993) 1751-1758
- [SHA96] Shaw C., Li Y. and Jones H. – *Effect of load and lubrication on low load hardness of rapidly solidified light alloy* – Mater. Lett. 28(1-3) (1996) 33-36
- [STAI06] Staia M.H., D'Alessandria M., Quinto D.T., Roudet F., Marsal Astort M. - *High Temperature Tribological Characterization of Commercial TiAlN Coatings* – J. Phys. Cond. Matters – 18 (32) (2006) S1727-S1736 *Cité 25 fois*
- [STI61] Stilwell N.A. and Tabor D. - *Elastic recovery of conical indentation* - Proc. Phys. Soc. Lond. 78 (1961) 169-179
- [SWA02a] Swadener J.G., George E.P., Pharr G.M. - *The correlation of the indentation size effect measured with indenters of various shapes* - J. Mech. Phys. Sol. 50 (4) (2002) 681-694
- [SWA02b] Swadener J.G., Misra A., Hoagland R.G., Nastasi A. - *A mechanistic description of combined hardening and size effects* - Scripta Materialia, 47 (5) (2002) 343-348
- [TAN06] Tan M. - *A study of indentation work in homogeneous materials* - J. Mater. Res. 21 (6) (2006) 1363-1376
- [TRO06] Troyon M., Huang L. – *Comparison of different analysis methods in nanoindentation and influence on the correction factor for contact area* – Surf. Coat. Technol. 201 (2006) 1613-1619
- [TUC01] Tuck J.-R., Korsunsky A.-M., Bull S.-J and Davidson R.-I. - *On the application of the work-of-indentation approach to depth-sensing indentation experiments in coated systems* - Surf. Coat. Technol. 137 (2) (2001) 217-224

- [ULL01] Ullner C., Germak A., Le doussal H., Morremme R., Reich R. and Vandermeulen X. – *Hardness testing on advanced technical ceramics* – J. Eur. Ceram. Soc. 21(4) (2001) 439-451
- [YET15] Yetna N’jock M., Chicot D., Ndjaka J.M., Decoopman X., Roudet F., Mejias A. – *A criterion to identify sinking-in and piling-up indentation of materials* – Int. J. Mech. Sci.90 (2015) 145-150
- [ZHA04a] Zhang J., Sakai M. – *Geometrical effect of pyramidal indenters on elastoplastic contact behaviors of ceramics and metals* – Mater. Sci. Eng. A381 (2004) 62-70.
- [ZHA04b] Zhang T.T., Xu W.H., Zhao M.H. - *The role of plastic deformation of rough surfaces in the size-dependent hardness* - Acta Mater. 52 (2004) 57-68
- [ZON06] Zong Z., Lou L., Adewoye O.O., Elmustafa A.A., Hammad F., Soboyejo W.O. – *Indentation size effects in the nano- and micro—hardness of fcc single crystal metals* - Mater. Sci. Eng. A 434 (1-2) (2006) 178-187

Equations – Partie 2B

Équ. 1

$$H = \frac{P_{\max}}{A}$$

Équ. 2

$$HV = \frac{2P \sin \frac{136^\circ}{2}}{d^2} = 1,8544 \frac{P}{d^2}$$

Équ. 3

$$HK = \frac{P}{A_{CP}} = \frac{P}{\frac{L^2 \tan(\varphi/2)}{2 \tan(\theta/2)}} = 14,229 \frac{P}{L^2}$$

Équ. 4

$$HK = 1,1053HV - 0,0134HV^2$$

Équ. 5

$$HV_p = \frac{P}{A_{CP}} = 2 \frac{P}{d^2}$$

Équ. 6

$$HK = 1,0223HV_p - 0,0114HV_p^2$$

Équ. 7

$$A_0 = \sqrt{s(s-a)(s-b)(s-c)} \text{ avec } s = \frac{a+b+c}{2}$$

Équ. 8

$$a = \frac{L}{2} \left(1 + \frac{\tan^2 \varphi}{\tan^2 \theta} \right)^{1/2} ; b = \frac{L}{2} \left(\frac{1}{\cos \varphi \tan \theta} \right) \text{ et } c = \frac{L}{2 \sin \theta}$$

Équ. 9

$$HK_R = \frac{P}{A_{CR}} = 12,873 \frac{P}{L^2} \text{ avec } A_{CR} = 4A_0$$

Équ. 10

$$HK_R = HV - 0,012HV^2$$

Équ. 11

$$HM_{CR} = \frac{P}{A_{CR}} = \frac{P}{26,43 \cdot h_{\max}^2}$$

Équ. 12

$$A_{CR} = \frac{4 \sin(\alpha/2)}{\cos(\alpha/2)^2} h_{\max}^2$$

Équ. 13

$$A_{CR} = \frac{3\sqrt{3} \tan \alpha}{\cos \alpha} h_{\max}^2$$

Équ. 14

$$H_{IT} = \frac{P_{\max}}{A_{CP}}$$

Équ. 15

$$A_{CP} = 24,56h_c^2$$

Équ. 16

$$h_{CS} = h_{\max} - \varepsilon(h_{\max} - h_p) \text{ ou encore } h_{CS} = h_{\max} - \varepsilon \frac{P_{\max}}{S}$$

Équ. 17

$$P = B(h - h_f)^m$$

Équ. 18

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

$$\text{Équ. 19} \quad h_{CP} = \eta \left(h_{\max} - \frac{P_{\max}}{S} \right)$$

$$\text{Équ. 20} \quad E_R = \frac{S}{2} \sqrt{\frac{\pi}{A_C}}$$

$$\text{Équ. 21} \quad \frac{1}{E_R} = \frac{1 - v_m^2}{E_m} - \frac{1 - v_i^2}{E_i}$$

$$\text{Équ. 22} \quad A_{CP} = 24,56(h_c + h_b)^2$$

$$\text{Équ. 23} \quad A = \sum_{n=0}^8 C_n (h_c)^{2-n} = C_0 h^2 + C_1 h + C_2 h^{1/2} + C_3 h^{1/4} + \dots + C_8 h^{1/128}$$

$$\text{Équ. 24} \quad A_{Ch} = \pi \tan^2 \psi \cdot \left[h_c + h_b \left(1 - \exp \left[-2 \frac{h_c}{h_b} \right] \right)^{3/2} \right]^2$$

$$\text{Équ. 25} \quad \frac{P}{P_{\max}} = 0,858 \left[\frac{E_R}{\sqrt{P_{\max}} H} (h - h_f) \right]^{1,38}$$

$$\text{Équ. 26} \quad h' = h_{mes} - C_f P$$

$$\text{Équ. 27} \quad \Delta = \frac{h_f}{h_{\max}}$$

$$\text{Équ. 28} \quad H = \frac{U}{V}$$

$$\text{Équ. 29} \quad HT = \frac{U_T}{V_T}$$

$$\text{Équ. 30} \quad V_T^C = \frac{\pi}{3} \tan^2 \alpha \left[(h_{\max} + h_b)^3 - h_b^3 \right]$$

$$\text{Équ. 31} \quad HP = \frac{U_P}{V_P}$$

$$\text{Équ. 32} \quad V_P^C = \frac{\pi}{3} \tan^2 \alpha \left(\frac{h_r}{h_{\max}} \right) \cdot \left[(h_{\max} + h_b)^3 - h_b^3 \right]$$

$$\text{Équ. 33} \quad V_P^C = V_T^C \cdot \left(\frac{h_f}{h_{\max}} \right) = V_T^C \xi$$

$$\text{Équ. 34} \quad U_T = \left(\frac{1}{3} \sqrt{\frac{1}{\alpha_0 \tan^2 \alpha}} \right) \cdot \frac{1}{\sqrt{HT_U}} \cdot P^{3/2}$$

$$\text{Équ. 35} \quad HT_U = \frac{k}{9} \cdot \frac{P^3}{U_T^2} \quad \text{et} \quad HP_U = \frac{k}{9} \cdot \frac{P^3}{U_P^2}$$

$$\text{Équ. 36} \quad U_T = \frac{k^{1/2}}{3} \cdot \frac{1}{\sqrt{HT_U}} \cdot P^{3/2} \quad \text{et} \quad U_P = \frac{k^{1/2}}{3} \cdot \frac{1}{\sqrt{HP_U}} \cdot P^{3/2}$$

$$\text{Équ. 37} \quad H = H_0 + \frac{\Delta_{ISE}}{h}$$

$$\text{Équ. 38} \quad \frac{HP_C}{HT_C} = \frac{U_P}{U_T} \cdot \frac{V_T}{V_P} = 1$$

$$\text{Équ. 39} \quad U_P = \frac{k^{1/2}}{3} \cdot \frac{\xi}{\sqrt{HP_U}} \cdot P^{3/2} \quad \text{avec} \quad \xi = \frac{h_f}{h_{\max}}$$

$$\text{Équ. 40} \quad \frac{U_T - U_P}{U_T} = 1 - 5 \frac{H}{E_R}$$

$$\text{Équ. 41} \quad \frac{4 P_{\max}}{\pi S^2} = \frac{H}{E_R^2}$$

$$\text{Équ. 42} \quad S = \beta \frac{2}{\sqrt{\pi}} E_R \sqrt{A}$$

$$\text{Équ. 43} \quad P = A_0 d^2$$

$$\text{Équ. 44} \quad P = C_0 + C_1 d + C_2 d^2 + \dots$$

$$\text{Équ. 45} \quad \frac{H}{H_0} = 1 + \left(\frac{h^*}{h} \right)^{1/2}$$

$$\text{Équ. 46} \quad \frac{H}{H_0} = \left(1 + \frac{h^*}{h} \right)^{1/2}$$

$$\text{Équ. 47} \quad \left(\frac{H}{H_0} \right)^\beta = 1 + \left(\frac{h^*}{h} \right)^{\beta/2} \quad \text{ou} \quad \left(\frac{H}{H_0} \right)^\beta = 1 + \left(\frac{d^*}{d} \right)^{\beta/2}$$

$$\text{Équ. 48} \quad H = H_0 \left(1 + \frac{d^*}{d} \right)^{1/2} + 2,2406 \frac{f}{d}$$

$$\text{Équ. 49} \quad H = H_0 \left[1 + \left(\frac{d^*}{d} \right)^{1/2} \right] + 2,2406 \frac{f}{d}$$

$$\text{Équ. 50} \quad H = H_0 \left[1 + \left(\frac{d^*}{d} \right)^{\beta/2} \right]^{1/\beta} + 2,2406 \frac{f}{d}$$

$$\text{Équ. 51} \quad \left(\frac{H}{H_0} \right)^\beta = 1 + \left[d^* \left(\frac{1}{d} - \frac{1}{d_0} \right) \right]^{\beta/2}$$

$$\text{Équ. 52} \quad H_{0\text{micro}} = 3\sqrt{3}\alpha\mu b \sqrt{\rho_{s(\text{micro})}} \quad \text{et} \quad h_{\text{micro}}^* = \frac{81}{2} b \alpha^2 \tan^2 \theta \left(\frac{\mu}{H_{0\text{micro}}} \right)^2$$

$$\text{Équ. 53} \quad H_{0\text{nano}} = 3\sqrt{3}\alpha\mu b \sqrt{\rho_{s(\text{nano})}} \quad \text{et} \quad h_{\text{nano}}^* = \frac{81}{2} \frac{1}{f^3} b \alpha^2 \tan^2 \theta \left(\frac{\mu}{H_{0\text{nano}}} \right)^2$$

$$\text{Équ. 54} \quad H^2 = H_0^2 + \frac{H_0^2 \cdot h^*}{h} \quad \text{avec} \quad H_{\text{LSF}} = \sqrt{H_0^2 \cdot h^*} = H_0 \sqrt{h^*}$$

$$\text{Équ. 55} \quad H_{\text{LSFmicro}} = \frac{9}{\sqrt{2}} \alpha \tan \theta \cdot \mu \sqrt{b}$$

$$\text{Équ. 56} \quad H_{\text{LSFnano}} = \frac{3\sqrt{3}}{\sqrt{2}} \alpha \tan \theta \cdot \mu \sqrt{b} \quad \text{avec} \quad f = 1,44$$

Figures – Partie 2B

- Fig 1a Aire de contact réelle A_{CR} d'un indenteur Vickers
- Fig 1b Aire de contact projetée A_{CP} d'un indenteur Vickers
- Fig 2 Comparaison entre dureté Knoop et Vickers pour toute la gamme de matériaux
a – Matériaux ayant une dureté élevée
b - Matériaux ayant une dureté faible
- Fig 3 Comparaison entre la dureté Knoop HK et Vickers HV_P calculée avec des aires de contact projetées :
a – Matériaux ayant une dureté élevée
b - Matériaux ayant une dureté faible
- Fig 4 Paramètres géométriques utilisés pour le calcul de l'aire de contact réelle A_{CR} avec $\varphi=130^\circ$ et $\theta=172^\circ30'$
- Fig 5 Comparaison entre la dureté Knoop réelle HK_R et Vickers HV calculées avec des aires de contact réelles :
a – Matériaux ayant une dureté élevée
b - Matériaux ayant une dureté faible
- Fig 6 Courbe schématique force-déplacement de l'indenteur obtenue pour un essai d'indentation instrumentée avec un indenteur Vickers
- Fig 7 Représentation h_{cp} dans le cas du Pile-up et h_{cs} pour le Sink-in
- Fig 8 Défaut de pointe pour les indenteurs Vickers, Berkovich et Knoop [CHI13]
a - Indenteur Vickers
b – Indenteur Berkovich
c – Indenteur Knoop
- Fig 9 Nombres de duretés Martens de Meyer calculés à partir des différentes formes d'indenteurs en considérant ou pas le défaut de pointe de l'indenteur
- Fig 10 Image topographique d'un indenteur Berkovich dans la silice fondue obtenue en utilisant un système d'image quantitatif :
a – Image complète en 3D montrant la courbure des faces,
b – Section de la pointe de l'indenteur à la face opposée en ligne continue [OLI04]
- Fig 11 Simulation numérique de profil de contact sous chargement pour un indenteur conique pour des matériaux sans écrouissage (a) et des matériaux ayant un écrouissage linéaire avec un taux d'écrouissage $\eta = 10\sigma_y$ [BOL98]
- Fig 12 Courbe charge-déplacement obtenue à partir d'essais de microindentation instrumentée utilisant un indenteur Vickers appliqué à l'alliage d'aluminium 6061-T6
- Fig 13 Rigidité de contact pour le laiton en fonction de l'inverse du carré de l'aire de contact pour l'indenteur Vickers (a,b) et Berkovich (c,d) en utilisant les méthodes de Olivers et Pharr [OLI92] et Loubet *et al.* [LOU93]
- Fig 14 A_{COP} versus A_{CLA} pour tous les matériaux [YET15]
- Fig 15 Représentation schématique d'une déformation simultanée de type pile-up et sink-in [YET15]
- Fig 16 Identification des énergies d'indentation sous la courbe force-déplacement de l'indenteur
- Fig 17 Coupe de l'empreinte d'un cône et représentation du défaut de pointe en fond d'empreinte
- Fig 18 Coupe de l'empreinte d'un cône et représentations de son profil après retrait de l'indenteur et du retour élastique en fond d'empreinte représenté par des lignes en pointillées
- Fig 19 a-h Duretés totale et plastique avec défaut de pointe négligé (symboles noirs) et duretés totale et plastique corrigées (symboles blancs)
- Fig 20 Duretés Vickers et Meyer en fonction des duretés totale et plastique calculées à partir de l'énergie d'indentation
- Fig 21 a-h Duretés total et plastique calculées à partir de l'équation 36 pour les 8 matériaux
- Fig 22 Représentation de la charge appliquée et de la dureté en fonction de la diagonale de l'indenteur pour les modèles de Meyer (a), Hays (b), Bull (c) et Li (d)

- Fig 23 Effet de taille d'indentation avec les modèles de Abu Al-Rub et Voyiadjis
- Fig 24 Cas des échantillons meulés
- Fig 25 Carré de la dureté, H^2 , en fonction de l'inverse de la profondeur d'empreinte, $1/h$, relatif au MgO en utilisant la théorie du « Strain gradient Plasticity » dans le domaine de la nano et de la microindentation pour un cristal de magnétite. [ROU09]
- Fig 26 Schéma d'un indenteur conique montrant l'usure de la pointe (R_{pointe}) et les paramètres caractéristiques utilisés pour décrire l'effet de pointe : h_{usure} pour comparer un cône parfait avec un indenteur et h_{bille} correspondant à la profondeur d'indentation d'une bille [ROU09]
- Fig 27 Représentation de la valeur expérimentale du facteur d'échelle en dureté $Ho.h^{*1/2}$ en fonction du produit théorique $\mu.b^{1/2}$ pour les différents matériaux analysés
- Fig 28 Dislocations géométriquement nécessaires créées par un indenteur rigide conique où la structure des dislocations est idéalement représentée par une boucle de dislocation circulaire [NIX98] [ROU09].
- a- Régime en microindentation par Nix et Gao,
 - b- Régime en nanoindentation par Roudet

Tableaux – Partie 2B

Tableau 1	Comparaison des modules $E_{R_{OP}}$ et $E_{R_{LA}}$ calculés en utilisant les méthodes d'Oliver et Pharr [OLI92] et de Loubet [LOU93] avec des indenteurs Vickers et Berkovich et le module réduit théorique $E_{R_{th}}$ [YET15]
Tableau 2	Valeurs moyennes expérimentales de Δ , obtenues pendant un essai d'indentation instrumentée avec des indenteurs Vickers et Berkovich [YET15]
Tableau 3	Rapport $\frac{h_r}{h_m}$ et mode de déformation, nombre de dureté calculés avec l'énergie totale corrigée, l'énergie plastique corrigée, Vickers et Meyer
Tableau 4	Duretés plastique et totale calculées à partir de l'équation 35 pour les 8 matériaux
Tableau 5	Valeurs des différents paramètres d'ajustement
Tableau 6	Représentation de la valeur expérimentale du facteur d'échelle en dureté $H_0 \cdot h^{*1/2}$ en fonction du produit théorique $\mu \cdot b^{1/2}$ pour les différents matériaux analysés

Chapitre 3

Perspectives

Sommaire

A court terme

1. Indentation cyclique..... 113
2. Fluage par indentation..... 114
3. Matériau bio-sourcés..... 116

A moyen terme

1. Projet INTERREG..... 119
2. Projet INCONEL 600 120

A long terme

1. Influence de la composition sur les propriétés mécaniques 121
2. Caractérisation de textile-composite..... 122
3. Caractérisation d'un composite céramique alumine/h-BN 123

Chapitre 3

Perspectives

Dans ce manuscrit, j'ai présenté plusieurs facettes de la fonction de Maître de Conférences que j'ai exercée jusqu'à aujourd'hui. Concernant les perspectives, je ne présenterai que celles relatives à la partie recherche.

A court terme

Les travaux de thèse d'**Alberto MEJIAS** et **Philémon NOGNING KAMTA** concernent des perspectives à court terme car les thèses sont en cours et sont essentiellement orientées vers l'étude des matériaux métalliques. La thèse d'**Alberto MEJIAS** devrait être soutenue en juin 2016, celle de **Philémon NOGNING KAMTA** en fin 2017. La thèse de **Jonathan AMILRON** en collaboration avec l'ENSCL est orientée sur les matériaux polymères recyclés et devrait être soutenue début 2018.

1. Indentation cyclique

La thèse d'**Alberto MEJIAS** « *Comportement mécanique sous indentation cyclique de revêtements électrolytiques Nickel-phosphore déposés sur un acier* » a pour but d'étudier l'indentation multi cyclique par microindentation afin de reproduire le mode Continuous Stiffness Measurement (CSM), très utile en nanoindentation. Pour l'étude des matériaux revêtus, l'essai de nanoindentation en mode CSM est en effet très apprécié car il permet d'enregistrer la variation des propriétés mécaniques, la dureté et le module d'élasticité, en fonction du déplacement de l'indenteur. Ceci permet d'observer l'influence de l'hétérogénéité sur la mesure mais aussi de détecter le moment où le substrat va interférer sur la mesure. On peut alors avec certitude déterminer les propriétés du film seul ou, tout au moins, savoir sur quelle étendue de données les modèles permettant de séparer la contribution du substrat dans la mesure pourront être appliqués. Un des problèmes majeurs de la nanoindentation est que cet essai est très sensible à la rugosité de surface, à l'hétérogénéité de la microstructure et à la porosité. D'autre part, pour des revêtements plus épais que l'on obtient typiquement en projection thermique et qui peuvent atteindre quelques dizaines voire centaines de microns d'épaisseur, la nanoindentation ne peut que fournir des informations très localisées. Il est donc très utile pour obtenir les propriétés mécaniques de chaque phase constituant le revêtement mais il ne peut permettre d'accéder au comportement global.

C'est pourquoi nous utilisons l'essai d'indentation instrumentée aux échelles micro et macro. Par contre, le mode CSM, en tout cas sur nos instruments, n'est généralement pas disponible à ces échelles. C'est pourquoi nous avons pensé à appliquer les essais de micro et macroindentation sous chargement cyclique en utilisant le mode de chargement progressif (Fig 1a-b). Il s'agit, en quelque sorte, de changer d'échelle et d'obtenir en macroindentation ce que l'on obtiendrait en nanoindentation par la moyenne de nombreux essais. Pour cela, il faut d'abord s'assurer que le mode cyclique n'affecte pas la mesure des propriétés. Bien que certains travaux affirment qu'il existe une variation du module d'élasticité en fonction de la

profondeur, variation à partir de laquelle les auteurs élaborent des théories sur la mesure de la ténacité des matériaux ductiles, il apparaît qu'en prenant soin des effets affectant la mesure, comme le défaut de pointe, les variations constatées disparaissent en tout ou partie. Il faut donc être très prudent quant à l'analyse des phénomènes que l'on peut observer. Ceci dit, de premiers essais sur matériaux massifs montrent que le module reste constant et les valeurs sont tout à fait en accord avec les résultats publiés. La thèse d'**Alberto MEJIAS** sur ce sujet est bien avancée et les conditions d'essais en termes de vitesse de chargement, de nombre de cycles et de temps de maintien à l'issue de chaque cycle sont maintenant connues. La suite des travaux portera sur l'étude de matériaux revêtus hétérogènes épais.

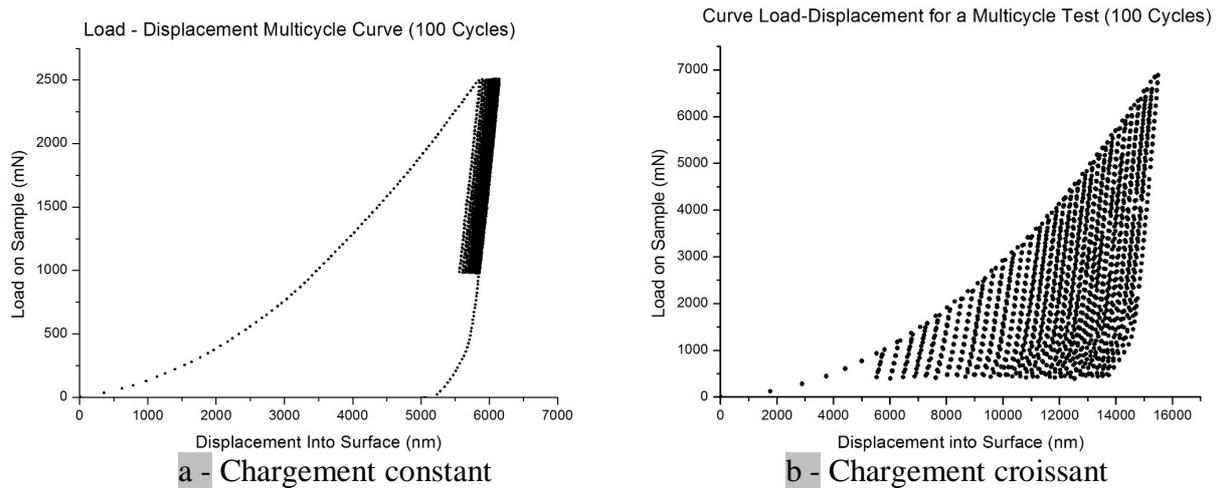


Fig 1 : Courbes charge-déplacement

2. Fluage par indentation

La problématique abordée par **Philémon NOGNING KAMTA** au travers de sa thèse concerne un problème industriel important lié au comportement au fluage des matériaux. La thèse intitulée « *Recherche d'un critère de sensibilité au fluage par la méthode d'indentation de divers aciers au chrome* » est réalisée en collaboration avec l'UMET de l'Université Lille 1 et l'école des Mines de Douai. L'objectif de la thèse n'est pas de substituer l'essai classique de fluage par l'essai d'indentation mais de déterminer des paramètres de tendance permettant de classer les matériaux par rapport à leur sensibilité au fluage. Cette optimisation permettra de diminuer la durée de l'essai qui peut être comprise entre plusieurs jours, mois voire années dans le cas de l'essai de fluage classique à une durée d'essai de quelques minutes voire heures pour l'essai d'indentation. Les essais de caractérisation ont été menés sur une dizaine de matériaux métalliques dont le comportement au fluage est connu au travers de l'essai classique de fluage.

Dans un premier temps un travail d'optimisation des paramètres doit être été réalisé à savoir :

- le choix de la gamme de charge (*nano, micro ou macroindentation*) donc la charge à appliquer,
- le choix de l'indenteur (*bille ou pyramide Vickers, Berkovich ou Knoop, ou indenteur plat*),
- la détermination de vitesse de chargement et déchargement (*influence de la vitesse sur le fluage*),

- le temps de maintien (*optimisation du temps d'essai*) à la charge maximale,
- le choix de la température de l'étude (*de la température ambiante à quelques centaines de degrés*).

Pour répondre à toutes ces questions, nous avons d'abord réalisé des essais de fluage par indentation avec des indenteurs de formes pyramidale (Vickers) et sphérique (Brinell) à température ambiante sur deux nuances d'aciers au chrome, l'acier T22 à 2,5 % de Cr et l'acier T91 à 9 % de Cr, qui présentent des comportements au fluage très différents. La pertinence du choix des paramètres expérimentaux a été entreprise en réalisant des essais de fluage par indentation à 6 charges différentes avec un maintien d'une heure à la charge maximale où il a été observé que l'indenteur continue de s'enfoncer, ce comportement correspondant bien à la définition d'un essai de fluage. Il est alors intéressant de profiter de cet enfoncement à charge constante pour classer les matériaux selon leur sensibilité au fluage et établir une corrélation entre les 2 approches d'essai de fluage : classique et par indentation. Pour chacun des essais d'indentation par fluage, deux cas de figures ont été testés :

- 5 vitesses dépendantes de la charge maximale : $V_{\alpha} = \alpha \times P_{Max}$ avec $\alpha = 1, 2, 3, 5, 10$
- 5 vitesses constantes indépendantes de la charge maximale.

Pour la modélisation de ces courbes de fluage par indentation deux groupes de relations sont disponibles. Le premier type de relations concerne des lois dites phénoménologiques ou descriptives dans lesquelles des paramètres peuvent être utilisés pour caractériser le fluage. Le second concerne les lois dites rhéologiques qui s'appuient sur la représentation d'un comportement à partir d'association, en série ou parallèle ou combiné, de ressorts caractérisant l'élasticité du matériau et d'amortisseurs représentant la viscosité. C'est l'étude du coefficient de viscosité qui sera privilégiée sans pour autant écarter les autres paramètres des lois à notre disposition.

Il est clair que la maîtrise de l'outil indentation passe d'abord, à chaque échelle de mesure, par une analyse fine des mécanismes de déformation mis en jeu, par une identification et une résolution des problèmes de mesure, par une connaissance parfaite des phénomènes influençant les mesures et par une maîtrise des modèles analytiques développés pour la détermination de certaines propriétés. C'est pourquoi, **Philémon NOGNING KAMTA** s'est d'abord intéressé à une partie de ces problèmes en étudiant le comportement des matériaux massifs en condition classique d'indentation avant de se focaliser sur les problèmes plus complexes liés au phénomène de fluage.

Au cours de cette première année de thèse les conclusions sont les suivantes :

- Vitesse de chargement et déchargement $V = 30 \text{ mN/min}$,
- Temps de maintien de 1000 s.

Quelques références bibliographiques du laboratoire sur ces sujets :

- [CHI09] Chicot D., Roudet F., Lepingle V., Louis G. – *Strain gradient plasticity to study hardness behaviour of magnetite (Fe₃O₄) under multicycles indentation* – J. Mater. Res. 24 (3) (2009) 749-759.
- [CHI10] Chicot D., Roudet F., Zaoui A., Louis G., Lepingle V. – *Influence of visco-elasto-plastic properties of magnetite on the elastic modulus: multicycle indentation and theoretical studies* – Mater. Chem. Phys. 119 (1-2) (2010) 75-81.

[CHI13] D Chicot, K Tilkin, K Jankowski, A Wymysłowski . – *Reliability analysis of solder joints due to creep and fatigue in microelectronic packaging using microindentation technique* – *Microelectronics Reliability* 53(5)(2013) 761-766.

3. Matériau bio-sourcés

Dans le chapitre 2, j'ai montré l'intérêt que je porte aux nouveaux matériaux, tant dans leur mode d'élaboration que leur caractérisation mécanique. L'utilisation de l'essai d'indentation instrumentée pour la caractérisation mécanique d'échantillons bio-sourcés me permet de transposer mes compétences acquises sur les matériaux métalliques au cas des polymères. Ce travail entre dans le cadre de la thèse de **Jonathan AMILRON** qui se fait en collaboration avec l'Ecole Nationale Supérieure de Chimie de Lille (ENSCL). Les premiers essais d'indentation réalisés montrent un comportement élasto-plastique de ces matériaux qui se caractérise par une courbe en décharge « bombée » (figure 2), et une disparition quasi-totale de l'empreinte après retrait de l'indenteur, justifiant ainsi l'utilisation de l'essai d'indentation instrumentée.

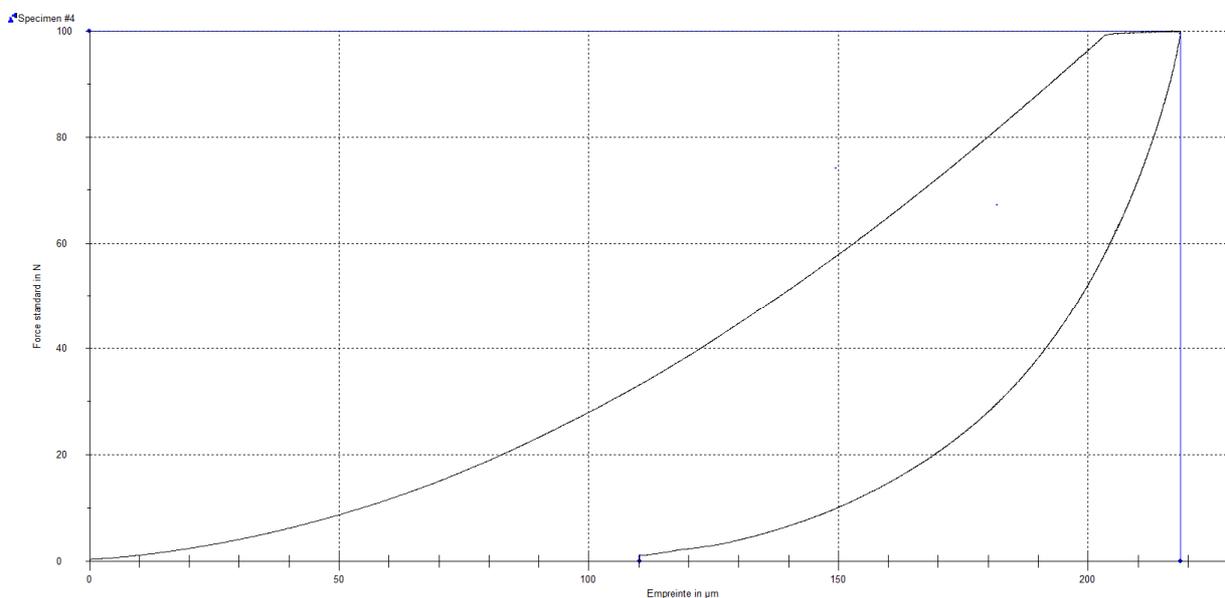


Fig 2 : Courbe charge-pénétration pour un Polypropylène Haute Densité sous une charge maximum de 100 N, un temps de maintien de 15s, une durée de charge et décharge de 200 N/min [Th7]

Menčík *et al.* [MEN09] proposent un modèle rhéologique associant des amortisseurs et des ressorts dans le cas d'un chargement monotone sur une dent pour caractériser le comportement élasto-plastique. Les modèles proposés permettent de prendre en compte le fluage généralement rencontré pour ces matériaux ayant un comportement élasto-plastique ou viscoélasto-plastique.

La détermination des paramètres caractéristiques viscoélasto-plastique peut être réalisée par l'essai d'indentation si on respecte cinq étapes comme le montre la figure 3 :

- Etape I : l'indenteur est rapidement chargé à la charge nominale P,
- Etape II : un long temps de maintien à cette charge nominale,

- Etape III : une décharge rapide jusqu'à une charge plus faible,
- Etape IV : un maintien pendant un long moment sous cette faible charge,
- Etape V : et un déchargement jusqu'à atteindre une force nulle.

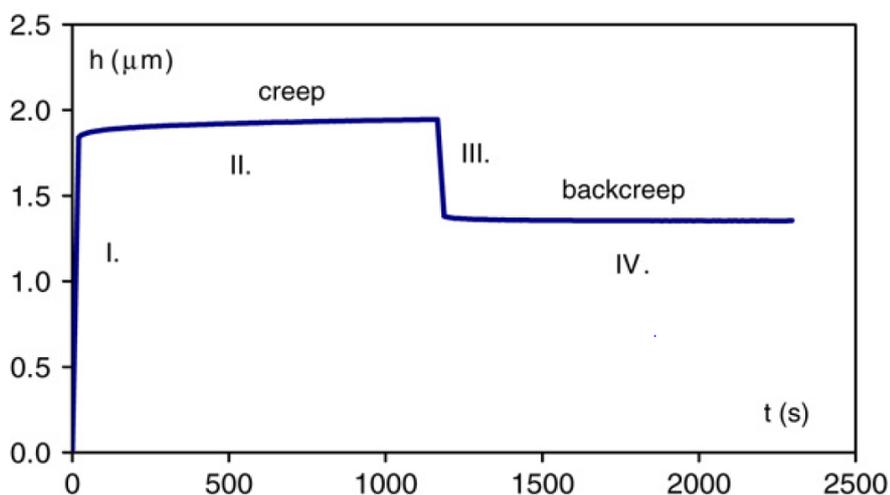


Fig 3 : Courbe type pour déterminer les paramètres viscoélasto-plastique [MEN09]

Les paramètres viscoélastiques sont déterminés pendant la phase II, qui provient de la prise en compte de la déformation pendant l'augmentation de chargement initial. La séparation du comportement viscoélastique et viscoplastique comme le montre la figure 4, peut être réalisée à partir de l'étape rhéologique IV qui sert à vérifier le temps de retard et le nombre d'éléments à introduire dans le modèle. La phase III permet de caractériser la réponse élastique et plastique, le module d'Young instantané E_0 et la dureté H_0 , si cette phase se réalise suffisamment rapidement. Les effets viscoélastiques seront négligeables comparativement à la réponse d'un comportement élastique-plastique instantané.

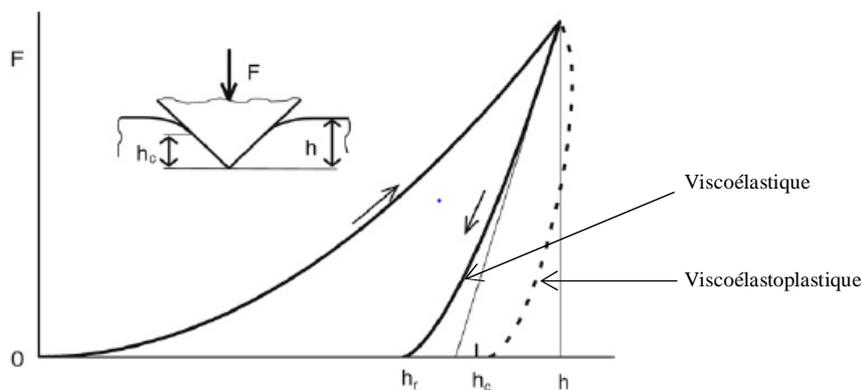


Fig 4 : Courbe théorique charge-pénétration pour des matériaux ayant un comportement viscoélastique ou viscoélastoplastique

Tout comme pour les matériaux métalliques, Han *et al.* [HAN11] proposent, dans le cas des polymères, de prendre en compte le phénomène d'effet de taille en indentation (ISE) qui va dépendre de l'interaction entre les atomes et les molécules. Ainsi se basant sur le calcul de la dureté par énergie, et l'étude de polymères ayant des comportements différents, Han décompose [HAN10] la courbe dureté-pénétration en 3 régions S, F et M (figure 5).

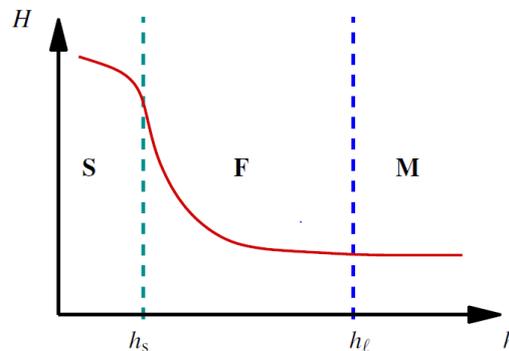


Fig 5 : Découpage de la courbe charge-pénétration en trois régions [HAN10]

La **région S** avec $h < h_s$ où h_s est généralement de l'ordre de quelques dizaines de nanomètre. Dans cette région, plusieurs mécanismes peuvent interagir, la relation $h - H$ peut être influencée par l'état de surface, l'émoussement de l'indenteur ou le changement d'effet de surface provenant de la température de transition et la viscosité [LIU97] [DEG00]. Cela concerne par exemple le polystyrène (PS), le polycarbonate (PC), l'époxyde, le polyamide 66 (PP66) et le polyméthylméthacrylate (PMMA) pour lesquels la dureté augmente avec la diminution de la pénétration.

La **région F** avec $h_s < h < h_l$ est gouvernée par la relation de Han [HAN07] : $H = H_0(1 - \frac{c_l}{h})$, où c_l est le paramètre de longueur d'échelle et h_s correspond à la profondeur d'indentation où la variation des données s'éloigne de l'équation $H = H_0(1 - \frac{c_l}{h})$ pour les petites pénétrations de h .

La **région M** avec $h > h_l$ correspond à une région macroscopique où la dureté H est constante. h_l correspond à la profondeur d'indentation où la variation des données s'éloigne de l'équation $H = H_0(1 - \frac{c_l}{h})$ pour les grandes pénétrations de h . Dans cette région, la dureté H vaut H_0 . H_0 exprime la dureté macroscopique qui correspond aussi à la dureté limite. Ce qui est le cas pour le polymère ultra high molecular weight polyéthylène (UHMWPE) et le polytetrafluoréthylène (PTFE) qui ont une dureté constante.

Quelques références bibliographiques ce sujet :

[MEN09] Menčík J., Hong He L., Swain M.V., - *Determination of viscoelastic-plastic parameters of biomaterials by instrumented indentation* – J. Mech. Behav. Biomed. 2 (2009) 318-325

- [HAN11] Han C.S. – *Indentation size effect in polymers* – Ad. Mater. Sci. Res.10 (2011) 393-413
- [HAN10] Han C.S. – *Influence of the molecular structure on indentation size effect in polymers* - Mater. Sci. Eng. A 527 (2010) 619-624
- [HAN07] Han C.S. and Nikolov S. – *Indentation size effects of polymers and related rotation gradients* – J. Mater. Res. 22 (2007) 1662-1672
- [LIU97] Liu Y., Russell T.P. – *Surface relaxations in polymers* – Macromol.30 (1997) 7768-7771
- [DEG00] De Gennes P.G. – *Glass transition in thin polymers films* – Eur. Phys. J. E. 2 (2000) 201-205

A moyen terme

Dans *le chapitre 1*, j'ai montré mon implication dans plusieurs projets nationaux ou internationaux, soit en tant qu'encadrante comme dans le **programme PCP France-Pérou** (2005-2009), soit en tant qu'actrice dans le cadre d'un **ERASMUS MUNDUS** que j'ai effectué en janvier 2011 en Argentine, soit en encadrant le master de **Jonathan AMILRON** dans le cadre d'un accord de coopération entre l'Université Lille 1 (DIRVED) et l'Université Catholique d'Aréquipa au Pérou en mars 2011. Ces différentes expériences m'ont permise d'être impliquée en 2014 dans le programme **CAPES COFICUB** avec le Brésil sur le thème « *Utilisation de la diffraction des rayons X pour l'étude et la modélisation de la phase d'amorçage en fatigue* ». Cet échange implique un déplacement de 15 jours au Brésil pendant 4 ans. Actuellement, je suis impliquée dans le programme **ERASMUS MUNDUS - DREAM** dans le cadre de la thèse de **Philémon NOGNING KAMTA**.

1. Projet INTERREG

En Juillet 2015, un programme **INTERREG** intitulé « *Réseau TRANSfrontalier pour le développement de revêtements sol-gel POREux sur métaux pour applications tribologiques* » a été déposé par l'Université de Mons. La problématique concerne le développement de dépôt sol-gel poreux : pré-céramique ou revêtement hybride, sur des substrats métalliques pour une utilisation en tribocorrosion. Le but est d'emmagasiner un fluide lubrifiant dans les pores du substrat qui permettrait de lubrifier en continu le contact mécanique. L'ajout d'un inhibiteur de corrosion associé au lubrifiant devrait améliorer la résistance à la corrosion et donc le comportement des alliages d'aluminium en tribo-corrosion. Le montage de ce projet fédère du côté belge **Materia Nova** et l'**Université de Mons** et du côté français l'Université de Valenciennes Hainaut-Cambrésis (UVHC) avec le Laboratoire des Matériaux Céramiques et Procédés Associés (**LMPCA**) et le Laboratoire de l'IEMN- Département Opto-Acousto-Electronique (**IEMN-DOAE**), l'Ecole Nationale Supérieure des Arts et Métiers (**ENSAM**), l'Université Lille 1 avec l'Unité Matériaux et Transformations - UMR CNRS 8207 (**UMET**) et le Laboratoire Mécanique de Lille (**LML**) - UMR CNRS 8107. L'implication de chacune des structures s'articulera ainsi :

- **Materia Nova** assurera le transfert industriel et la communication des résultats de recherche et le développement d'un démonstrateur pilote,

- *Université de Mons* élaborera des couches spécifiques poreuses permettant d'accueillir du fluide lubrifiant, ce type de domaine de recherche ayant déjà été étudié dans le cadre d'une thèse, en introduisant des inhibiteurs de corrosion dans des revêtements mésoporeux déposés sur des substrats en alliage d'aluminium, permettant ainsi d'augmenter la résistance à la corrosion,
- *LMPCA* réalisera d'autres types de couches sol-gel, une partie de la caractérisation mécanique comme le module d'Young et le coefficient de Poisson par indentation Knoop et les essais de tribologie,
- *IEMN-DOAE* mesureront les mesures des modules d'élasticité par résonance,
- *UMET* effectuera les observations microscopiques des couches sol-gel encapsulées de lubrifiant par microscopie électronique à balayage et en transmission, et par diffraction X,
- *ENSAM* réalisera des essais de nanoindentation et des essais en tribo-corrosion afin de connaître le comportement des couches obtenues sous contrainte environnementale spécifique, et caractérisera la surface des couches,
- *LML* effectuera la caractérisation mécanique aux échelles micro et macro pour être ensuite confrontée aux résultats nanométriques en vue d'étudier l'hétérogénéité.

Quelques références bibliographiques sur ce sujet :

[WEN01] Wenguang Zhang, Weimin Liu and Qunji Xue - *Characterization and tribological investigation of Al₂O₃ and modified Al₂O₃ sol-gel films* – Mater. Res. Bulletin 36 (2001) 1903–1914

[JIA07] Qingyuan Jia, Yujuan Zhang, Zhishen Wu and Pingyu Zhang. - *Tribological properties of anatase TiO₂ sol-gel films controlled by mutually soluble dopants* – Tribol. Lett. 26(1) (2007) 19-24

[HUB06] Hübert T., Svoboda S., Oertel B. - *Wear resistant alumina coatings produced by a sol-gel process* – Surf. Coat. Technol. 201 (2006) 487–491

[HOU09] Houmard M., Vasconcelos D.C.L., Vasconcelos W.L., Berthomé G., Joud J.C. and Langlet M. - *Water and oil wettability of hybrid organic-inorganic titanate-silicate thin films deposited via a sol-gel route* – Surf. Sci. 603 (2009) 2698–2707

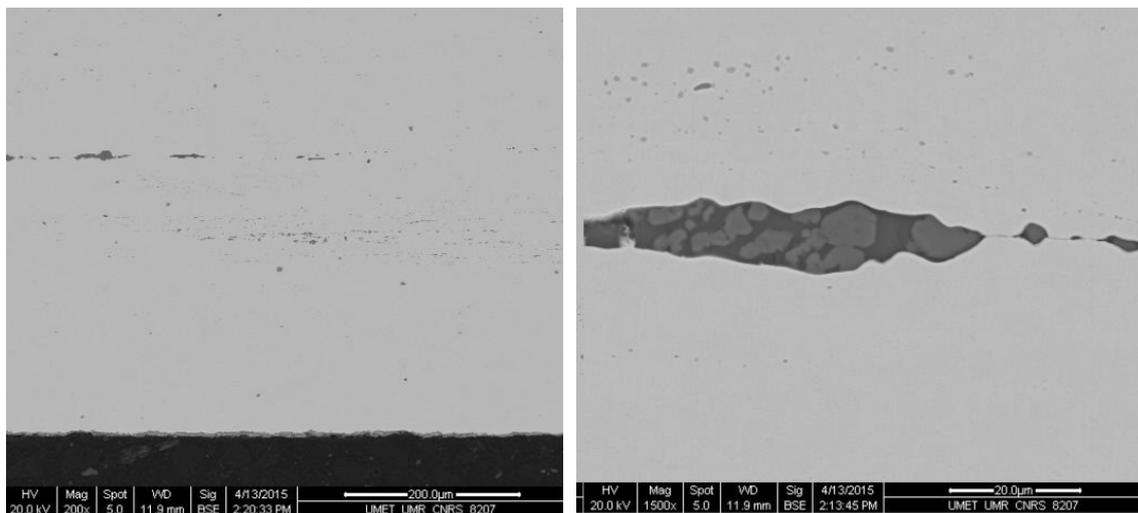
[YAN93] Yanagisawa M. - *Adsorption and configuration of lubricant molecules on overcoat materials* - Wear 168 (1993) 167-173

2. *Projet INCONEL 600*

Une autre thématique portera sur l'étude du matériau INCONEL 600. La modélisation de ce matériau issu de fonderie et soumis à de la corrosion sous contraintes est réalisée par un post-doc qui a débuté en septembre 2015 avec l'**UMET- UMR CNRS 8207** de l'Université Lille 1 et plus particulièrement le **Pr. David BALLOY** de l'équipe métallurgie physique et génie des matériaux. L'INCONEL 600 est un alliage à base de nickel qui est utilisé dans les centrales nucléaires pour ses excellentes propriétés réfractaires et son excellente résistance à l'oxydation à haute température, sa résistance à la corrosion sous contrainte, ou en présence d'eau très pure ou en milieu alcalin. La problématique concerne l'implémentation de particules de géométries particulières (*longues, fines, hétérogènes*) dans la modélisation de la matrice. Le but est de pouvoir déterminer les grandeurs physiques du matériau et de connaître les déformations résiduelles par le biais de l'analyse EBSD (Electron BackScattered) qui permet de mesurer les orientations locales au sein d'une microstructure des matériaux métalliques [BAU11]. Ma participation concerne la détermination par indentation des propriétés mécaniques du matériau (Module d'Young et dureté) et plus particulièrement pour

les particules biphasées (oxyde de chrome et de titane). Ces particules fines, sous forme de brins, (figure 6) ont les dimensions suivantes : épaisseur 20 μm , longueur et largeur de 100 μm . Le matériau contient aussi des inclusions de taille plus importante. Celles-ci contiennent du silicium, du calcium, de l'aluminium et de l'oxygène. L'avantage de la nanoindentation sous Microscope Electronique à Balayage (MEB) étant de pouvoir appliquer très précisément l'indenteur soit au niveau de la matrice seule ou alors à l'interface matrice/inclusion.

Cette problématique industrielle est réalisée en collaboration avec ERDF.



a - Grossissement 200x

b - Grossissement 1500x

Fig 6 : Inclusions d'oxyde de chrome et de titane

[BAU11] Thierry BAUDIN «Analyse EBSD - Déformation et recristallisation des matériaux métalliques » Tech. Ingé. - M4139 (2011)

A long terme

1. Influence de la composition sur les propriétés mécaniques

La collaboration avec **Hélène AGEORGES** de l'Université de Limoges et plus particulièrement avec le Centre Européen de la Céramique (CEC) au sein de l'axe 2 « *Procédés Plasmas et Lasers* » a commencé avec une étude utilisant la macroindentation pour la caractérisation mécanique de revêtements épais d' $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiO}_2$ obtenus par projection thermique. L'axe 2 du CEC développe des procédés d'élaboration des matériaux céramiques en couches d'épaisseur nanométrique à micrométrique, voire millimétrique. Cette collaboration pour laquelle **Sébastien DELFOSSE** [P5] travaille dans le cadre de son mémoire CNAM, donne des résultats en cours d'exploitation. Elle relie la dureté et le module d'élasticité à la composition et la morphologie des dépôts. La suite donnée à cette étude est la

caractérisation de l'adhérence entre le dépôt et le substrat en utilisant l'indentation instrumentée. Ce type d'analyse a déjà été mené au sein de notre équipe en indentation classique. L'instrumentation devrait permettre de détecter plus facilement le point d'amorçage de la décohésion interfaciale. Cette approche pourra être couplée au niveau de l'interface à la fatigue par indentation pour étudier l'adhérence d'un point de vue dynamique.

2. *Caractérisation de textile-composite*

Le Laboratoire Génie et Matériaux Textiles (**GEMTEX**) conduit au sein de l'Ecole Nationales Supérieures des Arts et Industries Textiles (ENSAIT) des recherches variées dans le domaine des textiles. L'un des trois groupes de recherche, à savoir le groupe textiles multifonctionnels et procédés (MTP) a entre autres choses pour vocation à développer de nouveaux matériaux textiles dans les domaines d'application allant de l'habillement aux textiles techniques dont l'une des composantes est les composites issus de préformes. Depuis quelques années les préoccupations environnementales et le développement durable ont conditionné un certain nombre de travaux au sein du GEMTEX. Ainsi dans ce contexte, de nouveaux biocomposites produits à partir de lin et de polypropylène ont été développés par **François RAULT** et **Philippe VROMAN**. En ce qui concerne le lin, il s'agit de le valoriser au maximum en trouvant des débouchés aux fibres (étoupes) qui ne sont pas utilisées dans l'habillement. Le polypropylène peut quant à lui provenir de filières de recyclage. L'intérêt de ce nouveau textile composite est sa capacité à absorber les chocs et sa bonne propriété d'absorption phonique. Ce textile composite est produit à partir d'un non-tissé, en d'autres termes, il s'agit d'un assemblage de fibres de lin et de polypropylène dont la cohésion est assurée par leur enchevêtrement. Dans le cas du matériau développé dans l'étude, un voile de fibres est tout d'abord obtenu par un procédé en voie sèche. Il s'agit d'une étape de cardage suivie d'une étape de nappage qui a pour but d'augmenter l'épaisseur et d'orienter les fibres. Le voile ainsi obtenu est finalement consolidé en orientant des fibres dans l'épaisseur par un procédé mécanique (aiguilletage ou hydraulique). Le non-tissé est ensuite transformé en composite par thermocompression. Cela a pour effet de faire fondre les fibres de polypropylène et d'obtenir ainsi une matrice dont le rôle est d'assurer le liant vis-à-vis des fibres de renforts (fibres de lin). Dans ce domaine, le GEMTEX a la maîtrise complète de la mise en œuvre (*production des non-tissés par voie sèche et thermocompression*) et des domaines d'applications (*transports, bâtiments...*). Le problème auquel sont généralement confrontés les concepteurs et développeurs de nouveaux matériaux est la détermination des propriétés mécaniques de ces matériaux dont les valeurs vont permettre ou non, de valider la nouvelle formulation chimique ou la nouvelle méthodologie de mise en œuvre. C'est sur ce point que nos compétences peuvent être complémentaires avec les leurs. Il s'agira pour nous de caractériser leur palette de nouveaux matériaux par la détermination de la dureté et du module d'élasticité d'autant plus que ces matériaux présentent une forte anisotropie dans leur comportement mécanique. Pour nous, il est intéressant de voir comment l'essai d'indentation, dans un premier temps à l'échelle de la macroindentation puis de la microindentation, permet de caractériser ce type de textile composite. Cette étude implique d'avoir une vision matériau, ce challenge est intéressant car il me permet de lier mes compétences sur l'indentation à celles acquises par le biais de mon engagement dans la licence professionnelle « *Textiles Innovants* » que je pilote.

3. Caractérisation d'un composite céramique alumine/h-BN

Une autre partie sera développée avec **Franklin CAMEJO** qui concerne des céramiques sur des aluminés dopés au nitrure de bore. Ce travail est en collaboration avec **Pr. Alain IOST** de l'ENSAM de Lille et **Arnaud TRICOTEAUX** du LMPCA de l'Université de Valenciennes. Dans ce sujet de recherche nous proposons d'étudier un composite céramique alumine/h-BN. L'alumine est un matériau dur ($H \sim 20$ GPa) qui possède de bonnes propriétés à l'usure. Cependant l'ajout de particules micrométriques de nitrure de bore hexagonal devrait améliorer les propriétés tribologiques car ce nitrure hexagonal possède une structure en feuillets (comme le graphite) et est utilisé comme lubrifiant solide. L'intérêt de ce composé est sa résistance à haute température ce qui est indispensable lors de l'opération de mise en forme du composite céramique par frittage. Cependant les propriétés mécaniques de h-BN sont très faibles. Aussi il est primordial d'étudier les propriétés mécaniques du composite alumine/h-BN notamment sa résistance à la fissuration. L'étude par indentation classique et instrumentée à différentes échelles (nano au macro) devrait permettre d'identifier et analyser les mécanismes d'endommagement en relation avec la microstructure du composite (joints de grains, interfaces alumine/h-BN, porosités...).

Figures

- Fig 1 Courbes charge-déplacement
a- Chargement constant
b- Chargement croissant
- Fig 2 Courbe charge-pénétration pour un Polypropylène Haute Densité avec une force de 100 N, temps de maintien= 15s, temps de montée et décharge = 200 N/min, 3 indentations sur le même point [Th7]
- Fig 3 Courbe type pour déterminer les paramètres viscoélasto-plastique [MEN09]
- Fig 4 Courbe théorique charge-pénétration pour des matériaux ayant un comportement viscoélastique ou vicoélastique-plastique
- Fig 5 Découpage de la courbe charge-pénétration en trois régions [HAN10]
- Fig 6 Inclusions d'oxyde de chrome et de titane
a- Grossissement 200x
b- Grossissement 1500x

Annexes

Liste des publications Présentées

Annexes

Liste des publications présentées

Sélection des publications présentées en annexes.

Matériaux composites

- [ROU02] Roudet F., Desplanques Y., Degallaix S. - *Fatigue of glass/epoxy composite in three-point-bending with predominant shearing* – Inter. J. Fatigue 24 (2-4) (2002) 327-337. Cité 16 fois
- [ROU99] Roudet F., Degallaix S.- *Effet du matage en fatigue par flexion trois points avec cisaillement prépondérant dans un V/E-UD* – C.R.A.S (Paris) 1999 – Série IIb - 327 (14) 1363-1369. Cité 1 fois

Indentation

- [ROU15] Roudet F., Chicot D., Decoopman X., Iost A., Bürgi J., Nosei L., Feugeas J., Garcia-Molleja J.– *Modeling of very thin aluminum nitride film mechanical properties from nanoindentation measurements* – Thin Solid Films (en cours de publication)
- [YET15] Yetna N'jock M., Chicot D., Ndjaka J.M., Decoopman X., Roudet F., Mejias A. – *A criterion to identify sinking-in and piling-up indentation of materials* – Inter. J. Mech. Sci. 90 (2015) 145-150. Cité 4 fois
- [CHI12] Chicot D., Puchi-Cabrera E.S., Aumaitre R., Bouscarrat G., Dublanche-Tixier C., Roudet F., Staia M.H. – *Elastic modulus of TiHfCN thin films by instrumented indentation* – Thin Solid Films 522 (2012) 304-313. Cité 4 fois
- [CHI011a] Chicot D., Mendoza J., Zaoui A., Louis G., Lepingle V. , Roudet F., J. Lesage – *Mechanical properties of magnetite (Fe_3O_4), hematite ($\alpha-Fe_2O_3$) and goethite ($\alpha-FeO.OH$) by instrumented indentation and molecular dynamics analysis* – Mater. Chem. Phys.129 (2011) 862-870. Cité 17 fois
- [CHI011b] Chicot D., Puchi-Cabrera E.S., Decoopman X., Roudet F., J. Lesage, Staia M.H. – *Diamond-like carbon film deposited on nitrated 316L stainless steel substrate: a hardness depth-profile modeling* – Diamond & Related Materials 20 (2011) 1344-1352. Cité 6 fois
- [CHI010b] Chicot D., Gil L., Silva K., Roudet F., Puchi-Cabrera E.S., Staia M.H., Teer D.G. – *Thin hardness determination using indentation loading curve modelling* – Thin Solid Films 518 (2010) 5565-5571. Cité 15 fois
- [CHI10a] Chicot D., Roudet F., Zaoui A., Louis G., Lepingle V. – *Influence of visco-elasto-plastic properties of magnetite on the elastic modulus: multicycle indentation and theoretical studies* – Mater. Chem. Phys. 119 (1-2) (2010) 75-81. Cité 27 fois
- [CHI09] Chicot D., Roudet F., Lepingle V., Louis G. – *Strain gradient plasticity to study hardness behaviour of magnetite (Fe_3O_4) under multicycles indentation* – J. Mater. Res. 24 (3) (2009) 749-759. Cité 9 fois
- [CHI08] Chicot D., Bemporad E., Galtieri G., Roudet F., Alvisi M., J. Lesage – *Analysis of data from various indentation techniques for thin films intrinsic hardness modelling* – Thin Solid Films 516 (2008) 1964-1971. Cité 6 fois
- [CHI07] Chicot D., Mercier D., Roudet F., Silva K., Staia M.H., J. Lesage – *Comparison of instrumented Knoop Vickers hardness measurements on various soft materials and hard ceramics*– J. Eur. Ceram. Soc. 27 (2007) 1905-1911. Cité 19 fois