

UNIVERSITE DES SCIENCES ET TECHNOLOGIES DE LILLE

THESE

présentée par

JOHNNY ANGEL MENDOZA DELGADO

pour l'obtention du

TITRE DE DOCTEUR EN MECANIQUE

intitulée

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

Soutenue le **26 novembre 2009** devant le jury d'examen :

Directeurs: **Jacky LESAGE**, Professeur, Université de Lille I
Alberto PERTUZ, Professeur, UCV (Caracas)

Co-encadrant: **Didier CHICOT**, Professeur, Université de Lille I

Rapporteurs: **Eric LE BOURHIS**, Professeur, Université de Poitiers
Gérard MAUVOISIN, HDR, Université de Rennes 1

Membres: **Manuel MARTINEZ**, Professeur, UCV (Caracas)
Eli-Saul PUCHI-CABRERA, Professeur, UCV (Caracas)

Laboratoire :

Laboratoire de Mécanique de Lille, LML UMR 8107.
Boulevard Paul Langevin
59655 Villeneuve d'Ascq Cedex

Résumé :

Le développement de nouveaux matériaux nécessite la détermination de leurs propriétés mécaniques aux échelles macro, micro et nanométrique. Parmi les méthodes expérimentales les plus courantes, l'essai d'indentation instrumentée permettant de déterminer le module d'élasticité et la dureté du matériau à toutes ces échelles de mesure est sans doute le plus utilisé. Cependant, les valeurs obtenues en micro et en nanoindentation sont souvent en apparente contradiction. Cela a conduit de nombreux auteurs à s'interroger sur la validité des mesures expérimentales, sur l'identification des processus physiques mis en jeu lors de l'enfoncement de l'indenteur ou encore sur la pertinence des propriétés mesurées et des échelles de mesure.

Sans prétendre étudier tous les aspects de manière exhaustive ce problème complexe, nous proposons cependant quelques pistes de réflexions en particulier sur le passage nano/micro en dureté. Sur la base de la théorie du gradient de plasticité développé par Nix et Gao, nous définissons un facteur d'échelle qui relie certaines données expérimentales à des propriétés fondamentales du matériau. Nous montrons également que ce facteur d'échelle, capable de caractériser la résistance à la déformation plastique, peut donner des informations complémentaires pour étudier le comportement des matériaux soumis à différentes conditions d'indentation. Dans une deuxième partie, nous étudions le fluage par indentation comme une alternative aux essais classiques de fluage qui durent généralement plusieurs mois. Même si le résultat ne répond pas complètement aux objectifs fixés, nous montrons qu'un modèle rhéologique adapté permet de retrouver le module d'élasticité et de calculer un coefficient de viscosité à température ambiante du matériau.

Mots clés:

Indentation, propriétés mécaniques, visco élasto-plasticité, modélisation

Title:

Mechanical properties determination and creep behavior by depth-sensing indentation

Abstract:

Development of new materials often requires the determination of their mechanical properties at macro, micro and nanometric scales. Among the usual experimental methods, the depth-sensing indentation test allowing determining the elastic modulus and the hardness of the material over all the scales of measurement is probably the most employed. However, the values obtained in nano and microindentation ranges are in apparent contradiction. As a consequence, numerous authors have some questioning on the validity of the experimental data, on the identification of the physical phenomenon taking place during the indenter penetration, on the pertinence of the mechanical properties and on the scales of measurement.

Without pretending to study exhaustively all the aspects of this complex problem, we can propose some paths for further research in particular on the comparison between nano and microhardness. Starting from the strain gradient plasticity theory developed by Nix and Gao, we defined a hardness length-scale factor which allows connecting some experimental data to fundamental properties of the material. We also show that this factor, able to represent the plastic deformation resistance, can give additional information to study the mechanical behavior of materials submitted to various indentation conditions. In a second part, we study creep by indentation as an alternative method to the usual creep test which generally requires some months of testing. Even if the result does not agree well with this objective, we show that a rheological model can be helpful to determine the elastic modulus and to calculate the coefficient of viscosity at room temperature of the material.

Keywords:

Indentation, mechanical properties, visco elasto-plasticity, modelling

- Agradecimientos -

Esta costumbre "literaria" de expresar agradecimientos al terminar un trabajo escrito no se entiende bien hasta que se ha atravesado el trance de la tesis doctoral. Estos tres últimos años han sido para mi persona unos de los más importantes, intensos y fascinantes de mi trayectoria profesional. La felicidad y el alivio de poner punto final a la obra terminada dan como resultado los agradecimientos, que si bien son estados de ánimo efímeros, los mismos expresan el sentimiento de gratitud que se tiene con respecto a las instituciones y personas quienes han permitido con su aporte, convertir un proyecto en una realidad.

Por ello y antes que nada, quiero dar gracias a Dios, por estar conmigo en cada paso que doy, por fortalecer mi corazón e iluminar mi mente y por haber puesto en mi camino a aquellas personas que han sido mi soporte y compañía durante todo el periodo de estudio; así como también a la vida por permitirme vivir esta experiencia inolvidable en territorio europeo.

Seguidamente mi más sincero agradecimiento a mis directores de tesis, el **Pr. Jacky LESAGE** y el **Pr. Alberto PERTUZ** a quienes debo el hecho de poder realizar el doctorado en el Laboratorio de Mecánica de los Materiales del IUT A, perteneciente a la prestigiosa Université des Sciences et Technologies de Lille.

A la Universidad Simon Bolívar, quien al darme la oportunidad de participar en el programa de desarrollo profesoral, permitió la realización de mis estudios acá en Francia.

De igual manera quiero mencionar a **Didier CHICOT**, que en lo personal ha sido un auténtico privilegio y honor tenerlo como co-director de tesis y al que me gustaría agradecerle ahora y siempre, su gran dedicación y esfuerzo así como la confianza depositada en mí en el decurso de esta tesis doctoral.

Un agradecimiento especial al **Pr. Eric LE BOURHIS** de l'Université de Poitiers y al **Pr. Gérard MAUVOISIN** de l'Université de Rennes por aceptar ser los árbitros de mi tesis doctoral.

Igualmente agradecer a los Profesores **Eli Saul PUCHI CABRERA** y **Manuel MARTINEZ**

de la Universidad Central de Venezuela, el honor de tenerlos como jurado el día de mi presentación.

A mis amigos y compañeros de estudio de doctorado, **Bianca DE CARVALHO** y **Chen SHEN**, a los que hoy ya son doctores, **Pedro CADENAS** y **Ulises SANCHEZ**, así como también al personal integrante del IUT, con quienes he compartido las mismas experiencias y que siempre me brindaron su apoyo y ánimo cada vez que la requerí en cada etapa vivida a lo largo de estos años de estudio.

A mi entrañable y siempre amiga **Ofelia GARCIA**, quien con su magia y mística que la envuelve y sin importar la distancia que nos separa, constantemente estuvo conmigo durante todo el desenlace de la tesis.

En general quisiera agradecer a mi familia y a todas y cada una de las personas que han vivido conmigo la realización de esta tesis doctoral, con sus altos y bajos y que no necesito nombrar porque tanto ellas como yo sabemos que desde los más profundo de mi corazón les agradezco el haberme brindado todo su apoyo, colaboración, ánimo y sobre todo su cariño y amistad.

- Plan -

	Page
INTRODUCTION GENERALE	9
Chapitre 1 – SYNTHESE BIBLIOGRAPHIQUE	15
1.- Généralités	16
2.- L'indentation conventionnelle	19
2.1-Indenteur bille (Dureté Brinell)	19
2.2-Indenteur cône (Dureté Rockwell)	21
2.3-Indenteur pyramidal à base carrée (Dureté Vickers)	21
2.4-Indenteur pyramidal à base losange (Dureté Knoop)	23
3.- L'indentation instrumentée	26
3.1.- Généralités	26
3.2.- Indenteur Berkovich et défaut de pointe	30
3.3.- Analyse d'une courbe charge-déplacement	33
3.3.1.- Détermination de la profondeur de contact	33
3.3.2.- Détermination des propriétés mécaniques	37
3.3.2.1- Dureté	37
3.3.2.2- Module d'élasticité	38
3.3.3.- Influence de la rigidité de l'instrument	39
4.- L'effet de taille en indentation	43
4.1.- Généralités	43
4.2.- Les lois polynomiales	46
4.3.- Les lois basées sur la théorie des dislocations	54
4.4.- Influence de la forme de l'indenteur sur l'effet de taille	60
5.- Le fluage par indentation	66
5.1.- Généralités	66
5.2.- Lois descriptives	70
5.3.- Modèles rhéologiques	72
5.4.- Précautions d'emploi	77
5.5.- Conclusion	79

Chapitre 2 – ANALYSE	81
1.- Facteur d'échelle en indentation	82
1.1- Introduction	82
1.2.- Approche multi-échelle en dureté	86
1.2.1.- Théorie de Nix et Gao: Strain Gradient Plasticity	86
1.2.2.- Le facteur d'échelle en dureté	88
1.3.- Application à différents matériaux cristallins	91
2.- Etude par indentation d'un acier	95
2.1- Introduction	95
2.2.- Matériau et traitements thermiques	96
2.3.- Analyse des données	98
2.4.- Dureté	102
2.5.- Module d'élasticité	105
2.6.- Conclusions	106
3.- Indentation cyclique de la magnétite (Fe₃O₄)	107
3.1- Introduction	107
3.2.- Matériau et conditions expérimentales	107
3.3.- Dureté et facteur d'échelle	113
3.4.- Module d'élasticité	117
3.4.1.- Effet du bombement au déchargement	124
3.4.2.- Effet du fluage	126
3.5.- Conclusions	127
4.- Etude du fluage par indentation	129
4.1- Introduction	129
4.2- Matériaux étudiés et propriétés usuelles du fluage	130
4.3.- Etude du fluage par indentation Vickers	131
4.3.1.- Modèle de Voigt	133
4.3.2.- Modèle de Chicot et Mercier	137
4.4.- Etude du fluage par indentation avec une bille	144
4.4.1.- Modèle de Chicot et Mercier pour une indentation bille	147
4.4.2.- Comparaison des indentations bille et Vickers	150
4.5.- Comparaison du fluage par indentation d'aciers au chrome	151
CONCLUSION GENERALE	153
Bibliographie	156

INTRODUCTION GENERALE

Pour concevoir des systèmes mécaniques de plus en plus performants, il faut sans cesse repenser le matériau et chercher à augmenter ses caractéristiques globales. Pour cela, on associe souvent des matériaux aux propriétés mécaniques différentes, généralement des matériaux ayant des propriétés exceptionnelles avec d'autres aux propriétés plus modestes. C'est le cas par exemple des matériaux revêtus pour lesquels on dépose sur un substrat classique, un matériau plus noble ou associant, par exemple, des précipités d'une phase dure dispersés dans une matrice. Pour remonter aux propriétés globales du matériau revêtu, la connaissance des propriétés mécaniques de chacun d'entre eux ou de chacune des phases les constituant est nécessaire. Dans de telles situations, on cherche donc à remonter aux propriétés mécaniques globale en partant des propriétés mécaniques à une échelle micro voire nanométrique. C'est toute la difficulté du changement d'échelle en mécanique.

Dans ce travail, nous nous sommes intéressés à l'essai d'indentation qui, de par son instrumentation récente, permet de remonter au module d'élasticité et à la dureté du matériau. Cette technique présente l'énorme avantage d'être applicable aux différentes échelles de mesure, allant de l'échelle nanométrique à l'échelle macrométrique. Quelque soit l'échelle de l'expérience, l'analyse des résultats obtenus semble bien maîtrisée mais la confrontation des valeurs des propriétés mécaniques aux différentes échelles conduit à des écarts pas encore totalement expliqués. Cela amène de nombreux auteurs à s'interroger plus en avant sur la technique elle-même ou encore sur la manière d'analyser les résultats.

Dans son principe général, l'essai d'indentation instrumentée permet d'enregistrer le déplacement de l'indenteur pendant tout le cycle de chargement et de déchargement. L'analyse de la courbe au déchargement conduit à une valeur de la profondeur de contact. Cette méthodologie a été développée par Oliver et Pharr dans les années 90. Ainsi la valeur de cette profondeur utilisée pour calculer la surface projetée du contact

indenteur/matériau permet de définir la dureté d'Oliver et Pharr, appelée encore dureté de contact. C'est cette définition qui est généralement retenue pour calculer la dureté à l'échelle nanométrique. D'un autre côté, l'indentation conventionnelle s'appuie sur la surface réelle du contact et la valeur de la diagonale de l'empreinte. On calcule ainsi une dureté Vickers avec un indenteur pyramidal à base carrée. Comme on peut relier la diagonale de l'empreinte à la profondeur maximale de l'indentation, on peut comparer la dureté Vickers à la dureté Martens. Par contre, la dureté en nanoindentation ou instrumentée considère la profondeur de contact qui tient compte des déformations de l'empreinte. Cette profondeur de contact n'ayant pas de lien direct avec la profondeur maximale, il s'en suit que les duretés conventionnelles, Vickers ou Martens, et instrumentée d'Oliver et Pharr ne peuvent être directement comparées. Il s'agit là d'une première difficulté pour le passage nano-micro en indentation.

A cela s'ajoute l'effet de taille en indentation qui traduit la variation du nombre de dureté avec la charge appliquée, cette effet étant d'autant plus grand que l'échelle de mesure est petite. De nos jours, on dispose de nombreuses approches tant descriptives que phénoménologiques. Les premiers travaux sur ce sujet datent de la fin du 19^{ème} et du début du 20^{ème} siècle avec Kick (1885) et Meyer (1908). Il a fallu attendre près de 70 ans pour trouver des études plus poussées sur le sujet. On trouve les travaux de Bückle (1973), Hays-Kendall (1973), Bull (1989), Li et Bradt (1993) pour les principaux qui cherchent à décrire mathématiquement avec un polynôme l'évolution de la charge avec un ou plusieurs paramètres géométriques représentatifs de la taille de l'empreinte. Mais donner une signification physique aux coefficients de ces expressions n'est pas toujours évident. C'est aussi pourquoi, Nix et Gao (1998) ont proposé une approche basée sur la théorie des dislocations de Taylor (1935) qui explique la déformation plastique des matériaux à partir de cette notion de dislocations. Nix et Gao définissent ainsi la théorie du gradient de plasticité qui tient compte des dislocations géométriquement nécessaires pour assurer la continuité de la déformation à l'échelle locale. Leurs travaux sont très intéressants car ils permettent de bien décrire l'évolution de la dureté en fonction de la profondeur d'empreinte avec des coefficients que les auteurs relient judicieusement à cette densité de dislocations ainsi qu'au module de cisaillement et au vecteur de Burgers du matériau. Ce modèle fonctionne très bien en microindentation mais, malheureusement, les paramètres ne sont plus cohérents dans le domaine de la nanoindentation.

D'autre part, les nombreuses possibilités de conditions d'essais d'indentation, monocyclique ou multicyclique avec charge maximale constante ou progressive, en imposant différentes valeurs de vitesses de chargement et de déchargement, en appliquant des durées de maintien à la charge maximale plus ou moins élevées peuvent conduire à des valeurs différentes du module d'élasticité et de la dureté selon les propriétés visco-élastoplastiques du matériau. Cela peut poser des problèmes quant à la pertinence des valeurs de dureté et de module d'élasticité calculées. Enfin, comme nous venons de le mentionner, la durée de maintien à la charge maximale est un paramètre important car elle peut conduire à un déplacement plus ou moins conséquent selon les propriétés du matériau. Le phénomène mis en jeu dans ce processus est connu sous le nom de fluage. Ce sont ces aspects de dureté à différentes échelles de mesure et de sa variation avec la charge, du module d'élasticité selon les conditions d'indentation et du fluage par indentation qui ont guidé notre recherche dans ce travail de thèse.

Ainsi, le présent mémoire s'articule autour de deux grandes parties, la première très classique regroupe une partie des connaissances bibliographiques sur l'indentation et la seconde partie est consacrée à l'analyse des résultats obtenus sur divers matériaux choisis selon l'objectif recherché et les axes de recherche du laboratoire avec ses différents partenaires. L'objectif principal restant toujours de mieux appréhender et de mieux expliquer les phénomènes mis en jeu lors de l'indentation.

Dans la **première partie**, nous décrivons le principe de l'essai d'indentation classique utilisant les formes principales des indenteurs. Ensuite, l'essai d'indentation instrumentée est présenté en donnant quelques courbes usuelles de la variation de la profondeur d'empreinte en fonction de la charge appliquée. Après avoir discuté des difficultés de mesure, en particulier de l'erreur commise sur le calcul de l'aire de contact due à l'émoussement de la pointe, nous donnons la méthodologie développée par Oliver et Pharr (1992) pour remonter à la profondeur de contact qui tient compte du contact réel entre l'indenteur et le matériau. En d'autres termes, ces auteurs cherchent à prendre en compte implicitement l'influence des bourrelets formés à la surface du matériau ou l'influence de la déflexion des faces de l'empreinte dans le matériau. Nous précisons également quelques corrections à apporter au modèle pour tenir compte de quelques approximations faites initialement par les auteurs. Disposant maintenant d'une méthode d'analyse viable, nous discutons dans un chapitre assez consistant de l'effet de taille en indentation. Après avoir passé en revue les modèles mathématiques usuels comme ceux

de Hays-Kendall (1973) ou de Li et Bradt (1993) par exemple, nous nous attardons plus longuement sur le modèle de Nix et Gao (1998) qui décrit l'effet de taille à partir de la théorie de dislocations. Enfin, pour terminer cette partie bibliographique, nous présentons différentes approches qui décrivent le comportement au fluage par indentation. Ces approches peuvent être scindées en deux groupes distincts. Le premier rassemble plutôt les lois descriptives qui expriment la vitesse de déformation en fonction de la contrainte appliquée en utilisant une loi de type puissance. Le deuxième groupe s'appuie sur la construction de modèles rhéologiques utilisant principalement l'élément ressort pour traduire l'élasticité et l'élément amortisseur pour traduire la viscosité du matériau. L'originalité vient ensuite du nombre d'éléments retenus (généralement trois au quatre) et surtout de la manière avec laquelle sont associés ces éléments, série ou parallèle, ou une combinaison des deux. Les travaux de Fischer-Cripps (2004) sur ce sujet sont particulièrement complets et forts intéressants.

La **seconde partie** correspond à l'analyse des résultats proprement-dite. Elle se décline en quatre sous-chapitres reprenant chacun un thème de recherche ou une idée développée bien précise.

Le **premier chapitre** cherche à expliquer le passage nano-micro en dureté. Il s'appuie sur le constat suivant : Dans le domaine de la microindentation, le modèle de Nix et Gao donne de très bons résultats sur l'effet de taille en indentation. Les valeurs de la dureté qui serait obtenue par application d'une charge infinie et de la profondeur caractéristique de l'effet de charge trouvée expérimentalement sont tout à fait en accord avec les valeurs théoriques calculées à partir du module de cisaillement et du vecteur de Burgers du matériau. Malheureusement, lorsqu'on change d'échelle ces valeurs s'écartent l'une de l'autre et il n'est plus possible d'appliquer le modèle. Les auteurs justifient cet écart par des hypothèses qui ne seraient plus applicables dans le domaine de la nanoindentation. A partir de ce constat, nous proposons de réécrire le modèle de Nix et Gao pour qu'il soit compatible aux deux échelles de mesure. Cela nous a conduit à définir un facteur d'échelle en dureté qui peut être calculé en microindentation ou en nanoindentation en tenant compte de l'uniformité du champ de déformation plastique sous l'empreinte d'indentation. Ce facteur d'échelle est plus simple d'utilisation car il n'introduit pas de terme de densité de dislocations qui n'est pas accessible expérimentalement ou théoriquement.

Dans le **deuxième chapitre** et le **troisième chapitre**, nous voulons montrer tout l'intérêt d'utiliser un tel facteur pour décrire le phénomène rencontré en indentation. Ainsi dans le deuxième chapitre, c'est l'effet d'un traitement thermique sur un acier à bas carbone sur la mesure de dureté que nous étudions au travers de ce facteur. Dans le troisième chapitre, c'est l'effet de la vitesse de chargement et de déchargement associé au mode d'indentation (monocyclique, multicyclique avec charge maximale constante ou multicyclique avec chargement progressif) que nous voulons étudier. En d'autres termes, il s'agit de voir l'influence de l'histoire du chargement plastique ou des propriétés visco-élastoplastiques sur les mesures des propriétés usuelles par indentation. Si nous étudions l'influence du mode de déformation plastique sur les mesures de dureté en utilisant les paramètres courants de Nix et Gao, il ne nous est pas possible de dégager une tendance. Par contre, l'utilisation du facteur d'échelle permet de montrer la cohérence des résultats obtenus. Il nous est même possible d'associer ce facteur d'échelle à une ténacité de déformation plastique puisqu'il s'exprime dans la même unité qu'une ténacité, à savoir en $\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$. Dans ce chapitre, nous discutons aussi de l'effet des conditions de plastification sur la valeur du module d'élasticité. Pour discuter valablement des résultats, nous avons déterminé les propriétés élastiques du matériau à l'aide de la dynamique moléculaire qui permet, en partant de la structure électronique du matériau, de remonter au coefficient de Poisson, au module d'Young et au module de compressibilité (bulk modulus pour les anglo-saxons). Le module d'Young est le module d'élasticité qui s'obtient habituellement par un essai de traction uniaxiale alors que le module de compressibilité peut être apparenté au module d'élasticité en volume. Cela nous a permis de comparer le module déduit de l'essai d'indentation instrumentée aux différents modules du matériau étudié. Notons toutefois que le matériau testé est un monocristal et que l'extension du résultat trouvé aux polycristaux n'est pas forcément systématique comme dans le cas de l'acier.

Enfin, dans le **quatrième chapitre**, nous étudions le fluage par indentation. Il s'agit d'une étude exploratoire sur le fluage pour confronter les résultats obtenus par voie classique à ceux que l'on peut obtenir par indentation. Il est bien connu que les essais classiques de résistance au fluage peuvent durer plusieurs mois alors qu'un essai d'indentation ne dure que quelques minutes. Remplacer un essai par l'autre serait donc un gain de temps considérable. Mais il est bien évident aussi que nous ne pouvons pas déterminer les mêmes paramètres par indentation et par essais classiques, l'objectif est seulement de dégager une tendance entre le paramètre classique de résistance au fluage et un ou plusieurs paramètres représentatifs déduits de l'essai d'indentation. Pour tenter

d'atteindre cet objectif, nous avons retenu une approche rhéologique pour décrire la variation de profondeur en fonction du temps lorsque l'indenteur est maintenu sous une charge constante à la surface du matériau. Dans notre étude, nous avons privilégié les modèles rhéologiques de Voigt et de Chicot et Mercier (2007). Nous avons montré que les deux modèles étaient utilisables pour représenter l'évolution des points expérimentaux. Par contre, il s'avère que seul le modèle de Chicot et Mercier conduit à des valeurs cohérentes du module d'élasticité et du coefficient de viscosité. Malheureusement, pour les trois nuances d'acier au chrome ayant différentes sensibilité au fluage à haute température, il ne nous a pas été possible de dégager une tendance car les paramètres définis par indentation sont constants alors que le paramètre classique du fluage varie selon la sensibilité des matériaux étudiés. Néanmoins, cette étude ouvre quelques perspectives intéressantes que nous développerons en conclusion à ce mémoire.

Chapitre 1

SYNTHESE

BIBLIOGRAPHIQUE

1.- Généralités.

L'essai d'indentation est probablement considéré comme l'essai mécanique le plus simple. Il permet, à partir des techniques expérimentales les plus récentes, d'obtenir deux propriétés mécaniques parmi les plus importantes, à savoir la dureté et le module d'élasticité du matériau. Le principe de l'essai d'indentation est d'enfoncer sous l'action d'une charge donnée un pénétrateur, appelé le plus souvent indenteur, plus dur que le matériau à tester. La dureté est alors définie comme la résistance mécanique qu'oppose le matériau à la pénétration de cet indenteur. Le nombre de dureté que l'on déduit de l'essai est obtenu par le rapport de la charge d'indentation appliquée par une aire représentative de l'empreinte. La formule la plus générale est la suivante :

$$H = \frac{P}{A} \quad (\text{I.1})$$

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

En pratique, le nombre de dureté se distingue généralement sur deux points, le premier est le choix de la forme de l'indenteur et le second est la définition de l'aire représentative de l'empreinte. En effet pour ce dernier point, il est possible de considérer soit l'aire de contact réelle entre l'indenteur et le matériau, soit l'aire projetée dans le plan de la surface du matériau. Dans ce cas, la dureté (relation (I.1)) est nécessairement

plus élevée car l'aire projetée est toujours plus petite que l'aire de contact réelle. Plus récemment, il est devenu possible de prendre en compte les déformations autour de l'empreinte, soit le bombement des faces de l'empreinte, soit le refoulement de matière le long des flancs de l'empreinte à la surface du matériau. Cette prise en compte passe par le calcul d'une profondeur dite de contact dans laquelle n'est considéré que le contact réel entre le matériau et l'indenteur lorsque celui-ci est enfoncé à la charge maximale. Nous développerons cette technique de mesure et d'analyse plus en détail dans la suite.

De manière générale, pour mesurer la propriété de dureté, il existe deux techniques expérimentales qui se distinguent par la manière dont est déterminée l'aire de l'empreinte, soit par l'analyse de l'empreinte après le retrait de l'indenteur (*technique dite conventionnelle*), soit à partir de l'analyse de la courbe de déplacement de l'indenteur dans le matériau (*technique dite d'indentation instrumentée*) :

- a.-** En analyse conventionnelle, on mesure la surface de l'empreinte lorsque l'indenteur est retiré du matériau. A partir de la connaissance géométrique théorique de l'indenteur, la mesure d'une dimension dans le plan de la surface du matériau (diagonale ou diamètre selon la forme de l'indenteur) est généralement suffisante pour accéder à la surface, qu'elle soit de contact ou projetée.
- b.-** Dans l'essai d'indentation instrumentée, le calcul de la surface de contact se déduit de l'analyse de la courbe charge-décharge en suivant une méthodologie bien précise développée par Oliver et Pharr [1]. Cette méthode a été initialement mise au point pour des essais de dureté réalisés sous de très faibles charges généralement inférieures à quelques grammes, il s'agit de la nanoindentation. Cette technique commence à s'étendre au domaine des charges réduites dite de microindentation pour laquelle la charge se situe entre quelques grammes et le kilogramme. Quelque soit la charge utilisée, la dureté se calcule de la même manière à partir d'une profondeur de contact qui tient compte des déformations autour de l'empreinte. Cette profondeur est évaluée à partir de la pente de la courbe au déchargement.

Ainsi, quelque soit la technique employée, la dureté se calcule après l'essai avec la mesure directe de la surface de l'empreinte ou pendant l'essai avec l'enregistrement de l'enfoncement de l'indenteur. Dans les deux cas, le nombre de dureté obtenu a la dimension d'une pression. Si longtemps on n'a pas donné d'unité à la dureté, maintenant on l'exprime en MPa ou en GPa après l'avoir pendant un temps exprimée en kgf/mm². Pour préciser le type d'indenteur utilisé pendant l'essai, que nous détaillerons dans la

suite, on affecte à la lettre H (H pour *Hardness* - dureté en anglais) une autre lettre qui indique le type d'indenteur utilisé (**B** pour Brinell et son indenteur sphérique, **R** pour Rockwell et son indenteur conique, **V** pour Vickers et son indenteur pyramidal à base carrée ou encore **K** pour Knoop et son indenteur pyramidal à base losange). Notons que dans le cas de la nanoindentation, on utilise un autre indenteur appelé Berkovich qui est de forme pyramidal à base triangulaire. Cet indenteur n'est pas encore, pour le moment, utilisé dans les autres gammes de charges.

De plus, et contrairement à des grandeurs intrinsèques comme le sont la masse ou encore la longueur, la dureté n'est pas une grandeur indépendante des conditions de mesure. C'est pourquoi, sa valeur n'a de sens que si on précise les conditions dans lesquelles la mesure a été effectuée. Il faut donc indiquer la charge que l'on a appliqué à l'indenteur, le type d'indenteur (principalement sa forme), et encore la durée de l'essai ou surtout la durée de maintien à la charge d'indentation maximale puisque les matériaux visco-élastoplastiques sont très sensibles au phénomène de fluage. En quelque sorte pour résumer sur la dureté, il faut raisonner en termes de procédés de mesure. Ainsi à chaque méthode correspond une définition et un nombre de dureté bien spécifiques. Nous verrons d'ailleurs dans la suite que cela peut engendrer des problèmes comme bien évidemment la comparaison entre les nombres de dureté obtenus par des différentes techniques et des indenteurs.

En pratique et dans l'industrie, l'essai d'indentation permet de mesurer la dureté d'un matériau et, selon le cas, d'évaluer l'efficacité d'un traitement thermique ou thermo-chimique d'une pièce (nitruration, cémentation,...) par l'établissement d'un profil de dureté dans une section droite de l'indenteur. Il permet aussi de caractériser les propriétés mécaniques d'un revêtement (peinture, vernis,...) ou d'un dépôt d'un matériau dur sur un substrat plus mou (céramique,...). En plus de ces propriétés usuelles, l'essai d'indentation permet de mesurer la résistance à la fissuration d'un matériau fragile en rapportant la charge appliquée aux longueurs des fissures qui se développent généralement aux extrémités de l'empreinte **[2, 3]**, d'évaluer la résistance à la rayure en déplaçant l'indenteur sur la surface du film soit avec une charge d'indentation constante, soit avec une charge croissante **[4]**. Il permet également de mesurer l'adhérence de revêtements épais en appliquant l'indenteur dans le plan de l'interface substrat / revêtement **[5, 6]**. Ces derniers aspects, pour le moins fort intéressants, ne seront pas développés dans ce document.

2.- L'indentation conventionnelle.

De manière très générale, l'indentation est réalisée avec un indenteur dont la forme géométrique est la plus simple possible pour faciliter l'analyse de la surface de contact résiduelle. De plus l'indenteur doit être très peu déformable, en tous cas vis-à-vis du matériau à indenter, lorsqu'il est soumis à la charge d'indentation. Comme nous l'avons signalé plus haut, les expressions de dureté sont fonction du type d'indenteur (sphère, cône, pyramide...). Nous faisons ici un rapide aperçu des duretés conventionnelles dont la plupart sont utilisés dans le milieu industriel.

2.1-Indenteur bille (Dureté Brinell).

Le premier essai reconnu et normalisé d'indentation pour déterminer un nombre de dureté a été proposé par J.A. Brinell en 1900. Cette méthode, permettant de remonter à la dureté dite Brinell, consiste en l'indentation du matériau avec une bille fabriquée en acier trempé ou en carbure, d'un diamètre de 10 mm et soumis à une charge de 3000 kg. Pour les matériaux les plus mous, la charge peut être ramenée entre 500 et 1500 kg pour éviter un enfoncement excessif. La charge est normalement appliquée pendant une durée de 10 à 15 secondes pour l'étude du fer et des aciers courants, et au moins 30 secondes pour les autres métaux. Le diamètre de l'impression résiduelle est la moyenne de deux lectures prises perpendiculairement. Grâce à l'utilisation d'un tableau reliant directement le nombre de dureté Brinell au diamètre de l'empreinte, on simplifie le calcul

de sa valeur. Le nombre de dureté Brinell lorsqu'il est bien présenté indique les conditions d'essai. A titre d'exemple, si on lit "75 HB 10/500/30", il faut comprendre que la dureté Brinell est de 75 HB, qu'elle a été déterminée en utilisant une bille en acier trempé ayant un diamètre de 10 mm et appliquée avec une charge de 500 kg pendant une durée de 30 secondes. Pour des essais sur des matériaux extrêmement durs, une bille en carbure de tungstène est préférée à la bille en acier du fait de sa plus faible déformation. Cette méthode est reconnue comme étant la meilleure pour atteindre la macrodureté d'un matériau, particulièrement dans les matériaux ayant des structures hétérogènes. La dureté Brinell (BHN) est calculée en divisant la charge appliquée par l'aire de l'empreinte résiduelle mesurée dans le plan de la surface du matériau. Après simplification, l'expression du calcul de la dureté Brinell est la suivante:

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

où F est la charge appliquée exprimée en N, D le diamètre de la bille en mm, D_i le diamètre de l'empreinte résiduelle également en mm. Dans ces conditions, la dureté BHN est exprimée en MPa.

La **figure I.2-1** représente schématiquement un essai d'indentation avec une bille en montrant la dimension de la bille et la taille de la déformation résiduelle. Après le retrait de l'indenteur, l'empreinte résiduelle est équivalente à une calotte sphérique.

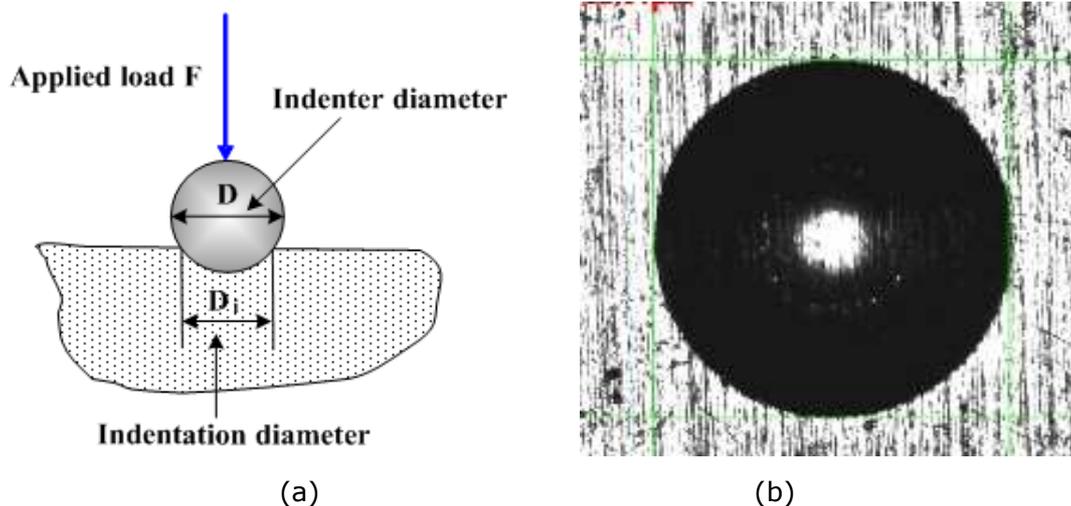


Figure I.2-1. (a) Schéma de la dureté Brinell montrant les dimensions géométriques intervenant dans le calcul de la dureté Brinell [7] et (b) exemple d'une empreinte laissée par une bille [8].

2.2-Indenteur cône (Dureté Rockwell).

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

L'essai se déroule en trois phases :

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

La valeur de r correspondant à l'enfoncement rémanent est obtenue en appliquant puis en relâchant la force F_1 . La valeur de dureté est alors donnée par HRB ($= 130 - r$) ou HRC ($= 100 - r$) selon qu'il s'agisse respectivement d'une bille en acier ou d'un cône en diamant. La **Figure I.2-2** montre schématiquement le principe de l'essai de dureté Rockwell.

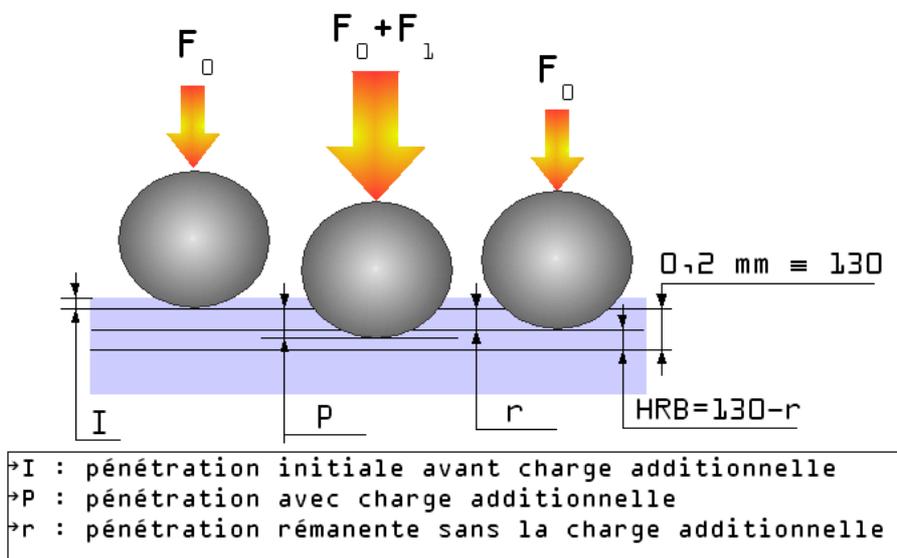


Figure I.2-2. Schéma de principe de la dureté Rockwell [9].

2.3-Indenteur pyramidal à base carrée (Dureté Vickers).

L'essai de dureté Vickers utilise une pyramide en diamant à base carrée comme le montre la **figure I.2-3-a**. L'angle mesuré au sommet de l'indenteur et entre deux faces opposées de la pyramide est égal à 136° . De manière à obtenir une base carrée, l'angle

mesuré au sommet mais pris entre les arêtes opposées de la pyramide est de 174° . Différents angles ont été testés et il a été trouvé à l'époque que l'angle de 136° conduisait à une dureté sensiblement constante sur un matériau homogène. La **figure I.2-3-b** montre une empreinte résiduelle d'un essai d'indentation Vickers sur laquelle on observe très bien l'image d'une pyramide inversée.

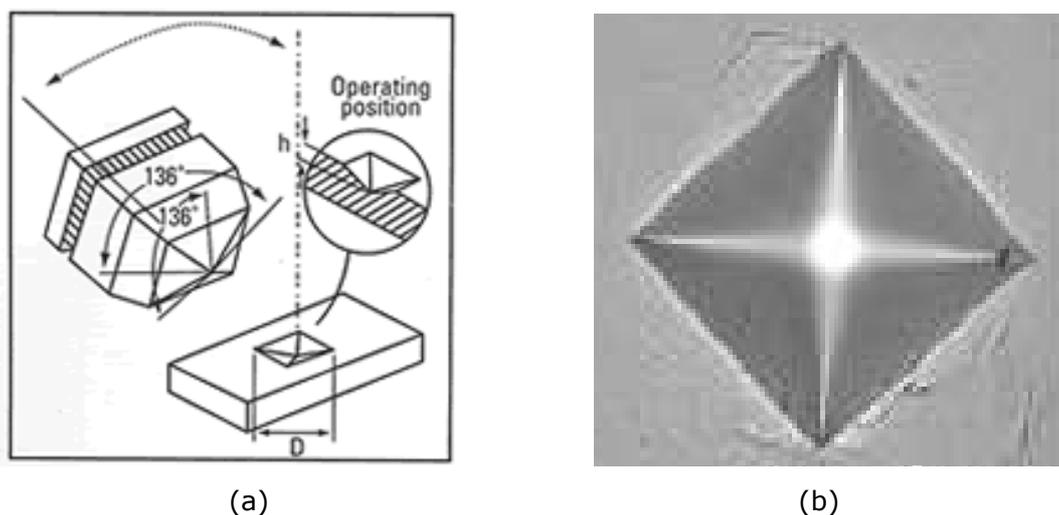


Figure I.2-3. (a) Schéma de l'indenteur pyramidal à base carrée Vickers [10] et (b) exemple d'une empreinte Vickers montrant la surface carrée projetée à la surface du matériau [11].

Le nombre de dureté Vickers (VHN pour Vickers Hardness Number ou VPH pour Vickers Pyramidal Hardness) est défini comme la charge d'indentation divisée par la surface de l'empreinte réelle de contact lorsque l'indenteur est dans le matériau. De cette manière, on peut considérer que la pyramide de l'empreinte a les mêmes propriétés géométriques que la pyramide de l'indenteur. Ainsi en pratique, cette aire se calcule facilement à partir des valeurs des diagonales de l'empreinte carrée et de l'angle entre les faces. Le nombre de dureté se calcule donc avec l'équation suivante :

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

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

L'essai d'indentation Vickers est probablement le plus utilisé dans les laboratoires de recherche car il permet des mesures de dureté sur tous types de matériaux, des plus mous ayant une dureté de 5 MPa jusqu'à des matériaux très durs de plusieurs GPa [12 – 15]. Pour réaliser une série de mesures d'indentation, on suit généralement une règle

simple qui dit d'espacer deux mesures consécutives d'au moins deux fois la diagonale de l'empreinte de manière à ce que la zone de déformation occasionnée par la première indentation ne perturbe pas la deuxième mesure.

Dans le cas de mesure de profils de dureté mettant en jeu un gradient de dureté résultant de traitements thermique ou thermo-chimique de surface, on lui préfère un indenteur pyramidal de forme beaucoup plus allongée (losange) permettant de faire des mesures plus rapprochées toujours en suivant la règle d'espacement entre deux empreintes consécutives, il s'agit de l'indenteur Knoop.

2.4-Indenteur pyramidal à base losange (Dureté Knoop).

L'essai de dureté Knoop utilise une pyramide en diamant à base losange très allongée comme le montre la **figure I.2-4**. Les angles sont mesurés au sommet et entre les arêtes opposées. Dans le sens de la grande diagonale, l'angle est égal à $172^{\circ}30'$ et dans le sens de la petite diagonale, il vaut 130° . Ce rapport des angles au sommet lui vaut un rapport de 7,11 entre la grande et la petite diagonale qui se calcule aisément à partir de considérations purement géométriques. D'ailleurs, certains auteurs comme Lima *et al.* [16] ont utilisé l'écart à ce rapport théorique pour estimer le module d'élasticité.

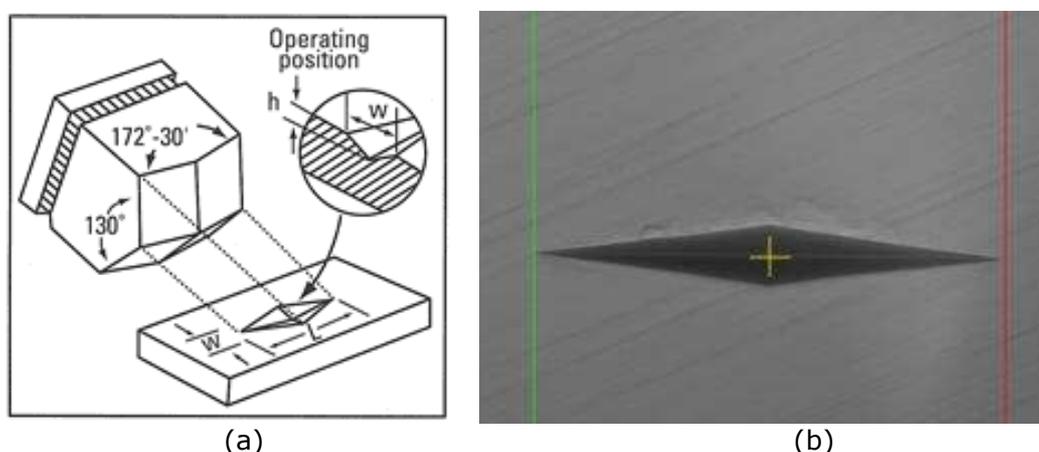


Figure I.2-4. (a) Schéma de l'indenteur pyramidal à base losange Knoop [17] et (b) exemple d'une empreinte Knoop montrant la forme très allongée de l'empreinte résiduelle [18].

Le nombre de dureté Knoop se calcule à partir du rapport de la charge appliquée sur la surface de contact projetée dans le plan de la mesure. A partir des angles de l'indenteur et de la relation géométrique entre la petite diagonale et la grande diagonale, seule la valeur de la grande diagonale est nécessaire pour le calcul de la dureté :

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

où F est la charge appliquée en N et L la longueur de la grande diagonale mesurée en mm. Avec ces unités, la dureté HKN est exprimée en MPa.

D'un point de vue expérimental, l'indentation Knoop comparée à l'indentation Vickers conduit à une mesure plus précise de la dureté surtout pour les charges les plus faibles car, à charge d'indentation identique, la longueur de la grande diagonale Knoop est plus élevée que la diagonale Vickers, presque multipliée par un facteur 3 que l'on peut estimer en divisant les relations (I.4) par (I.3) et en supposant des nombres de dureté identiques ce qui est vrai pour les valeurs de dureté inférieures à environ 5 GPa [19]. Pour comparer les duretés Vickers et Knoop, de nombreux auteurs [20-24] ont réalisé des essais sur le même matériau en utilisant les deux indenteurs. Si les valeurs s'écartent, c'est dû naturellement à la spécificité géométrique des indenteurs mais, en tout état de cause, il est impossible de comparer directement les deux nombres de dureté du fait que leurs définitions ne sont pas les mêmes. En effet, la dureté Vickers considère la surface de contact réelle alors que la dureté Knoop considère la surface projetée. Dans un article récent, Chicot *et al.* [19] propose de comparer les duretés en prenant une même définition, celle qui considère l'aire de contact réelle. Ainsi avec cette nouvelle définition de la dureté Knoop, les auteurs lui donnent une nouvelle expression pour prendre en compte la surface de contact réelle. Finalement, on peut remarquer que seul le coefficient change. L'expression (I.4) devient :

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

A partir de cette nouvelle expression de la dureté Knoop, Chicot *et al.* [19] proposent une loi de conversion entre les deux nombres de dureté et montre que dans des conditions semblables de chargement et de temps de maintien à la charge maximum, les deux nombres de dureté s'écartent d'autant plus que la valeur de la dureté est élevée. Pour des valeurs de dureté inférieures à 5 GPa environ, on peut considérer que les duretés sont équivalentes.

Ceci nous amène au problème plus général de la comparaison des valeurs de dureté obtenues à partir de différents indenteurs. Cela revient à se poser la question sur la définition de la dureté qui devrait pourtant, ce serait évidemment plus simple, être une valeur intrinsèque au matériau. C'est sans doute pourquoi pour tenter de remédier à ce

problème, une nouvelle technique d'indentation a vu le jour à la fin du siècle dernier pouvant permettre de redéfinir non pas la dureté mais les paramètres considérés dans son calcul. Il s'agit de la nanoindentation qui, outre la problématique de la gamme de charge utilisée, redéfinit le calcul du nombre de dureté à partir de l'analyse de la courbe représentant la charge appliquée en fonction du déplacement de l'indenteur dans le matériau. Un des principaux avantages de cette technique est qu'elle permet de s'affranchir de l'observation de l'empreinte résiduelle qui est quasi impossible dans la gamme de charges utilisées se situant entre 1 μN et 300 mN (30 gr). Du fait de ces faibles charges, la profondeur des empreintes ne varient que de quelques dizaines à quelques centaines de nanomètres. Pour des mesures précises, les résolutions des appareils actuels sont de l'ordre de 0.2 μN pour la valeur de la charge et de l'ordre de 2 nm pour la valeur des déplacements.

Remarquons que depuis peu, l'indentation instrumentée s'est étendue au domaine de la microindentation et de la macroindentation utilisant tout type d'indenteurs. Mais dans tous les cas, les méthodes d'analyse des courbes de chargement et de déchargement sont les mêmes **[25-28]** même si on peut constater quelques spécificités liées au type d'indenteur. C'est l'objet du chapitre suivant qui est entièrement consacré à l'indentation instrumentée et à son utilisation la plus courante actuellement. En effet, nous n'avons pas la prétention de tout résumer sur cette technique car il existe, à titre d'exemple, plus de 5000 articles disponibles sur le site de recherche bibliographique *sciencedirect* en entrant le mot « nanoindentation » pour mot clé.

3.- L'indentation instrumentée.

3.1.- Généralités

De manière à s'affranchir de l'observation des empreintes résiduelles d'indentation qui peuvent être parfois délicates surtout lorsque la charge d'indentation est faible, des chercheurs ont développé l'essai d'indentation instrumentée pour remonter aux propriétés mécaniques à partir d'une lecture graphique de la courbe charge – déplacement. Les premiers travaux dans ce domaine datent de la fin des années 70 et du début des années 80 [29-31]. En 1986, Doerner et Nix [32] ont réalisé un travail plus complet qui a ensuite été repris puis développé par Oliver et Pharr en 1992 [1]. Ces derniers proposent une méthode d'analyse permettant d'interpréter les essais d'indentation réalisés dans le domaine des nano charges. C'est actuellement leurs travaux qui font référence pour déterminer la dureté et le module d'élasticité des matériaux même si d'autres auteurs, comme Hays et Kendall [33] par exemple, ont proposé des adaptations. En pratique, cette méthode permet principalement de déterminer la dureté Martens (HM) équivalente à la dureté Vickers (HV). La dureté Martens considère la profondeur maximale atteinte pendant l'indentation alors que la dureté Vickers considère la diagonale, les deux grandeurs étant reliées par des relations géométriques liées à la forme de l'indenteur pyramidal. On peut également déterminer une dureté dite d'Oliver et Pharr, ou que nous appellerons encore dureté de contact, qui

considère la profondeur réelle de contact entre l'indenteur et le matériau. Nous verrons dans la suite comment cette grandeur se calcule à partir d'une courbe charge - déplacement. A partir de la pente de la courbe au déchargement et de la rigidité de contact, il est également possible de déterminer un module d'élasticité réduit qui prend en compte les propriétés élastiques du matériau et de l'indenteur qui entre en jeu dans le processus de déformation élastique. De manière générale, une courbe charge - décharge se présente comme indiquée sur la **figure I.3-1** où il est également mentionnée la lecture de la profondeur maximale et une estimation de la profondeur de contact.

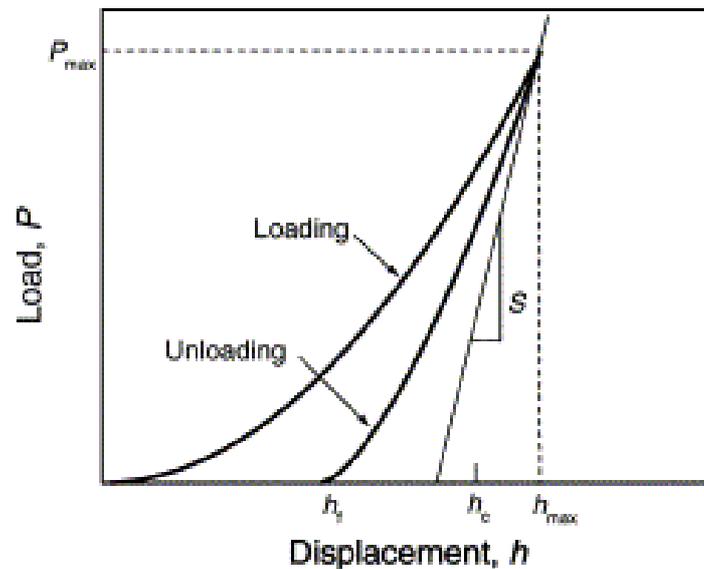


Figure I.3-1. Illustration schématique d'une courbe charge-déplacement obtenue lors d'une expérience de nanoindentation [34].

En pratique pour obtenir ce genre de courbe, on peut soit piloter le chargement et enregistrer la variation de déplacement de l'indenteur dans le matériau avec un capteur de déplacement, soit piloter le déplacement de l'indenteur et enregistrer la variation de charge avec une cellule de charge. Il est également possible de contrôler les vitesses de chargement et de déchargement ainsi que la durée de maintien à la charge maximale. Dans l'exemple de la **figure I.3-1**, aucun maintien n'a été réalisé puisque nous n'observons pas de plateau à la charge maximale qui correspondrait à l'enfoncement de l'indenteur pendant le temps de maintien.

En plus des propriétés mécaniques usuelles de dureté et du module d'élasticité, une courbe d'indentation permet d'accéder à beaucoup d'autres informations intéressantes comme le travail d'indentation élastique et plastique par des mesures d'aires sous la courbe comme le montre la **figure I.3-2**.

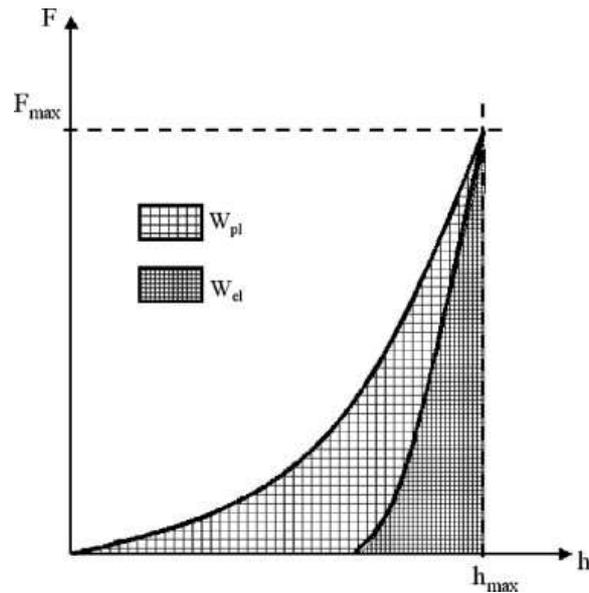


Figure I.3-2. Définition de l'énergie dissipée plastiquement W_{pl} et de l'énergie élastique restaurée W_{el} à partir d'une courbe typique charge-déplacement [35].

A partir d'une courbe d'enregistrement, on peut également étudier le comportement au fluage par indentation en analysant la réponse du matériau lorsqu'une charge d'indentation est maintenue constante. Dans de nombreux cas, on constate que l'indenteur continue de s'enfoncer. Comme le montre la **figure I.3-3**, on observe un plateau horizontal à la charge maximale dont la longueur dépend du temps de maintien mais aussi du comportement visco-élastoplastique du matériau.

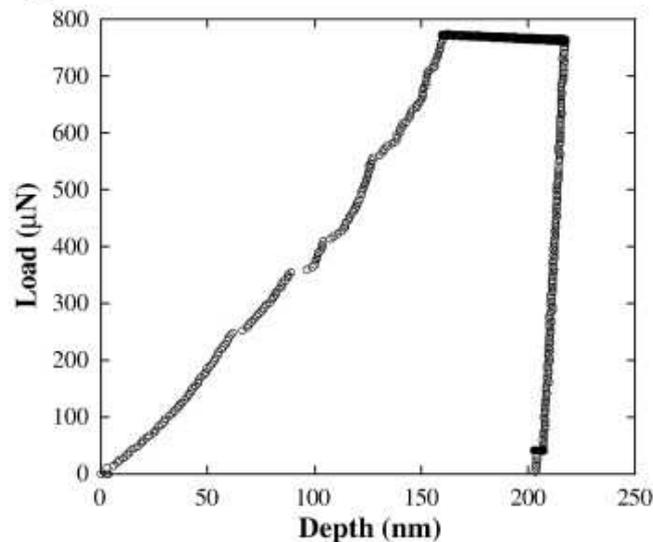


Figure I.3-3. Courbe charge-déplacement montrant un plateau horizontal à la charge maximale pour l'étude du comportement au fluage du matériau [36].

Enfin, le développement récent lié à la technologie de plus en plus pointue des instruments autorise une multitude de conditions d'essai en jouant sur les vitesses de chargement et de déchargement, sur le nombre de cycles d'indentation et sur la possibilité de fixer une charge constante à la fin de chaque cycle (**Figure I.3-4**) ou alors d'augmenter la charge à la fin de chaque cycle (**Figure I.3-5**).

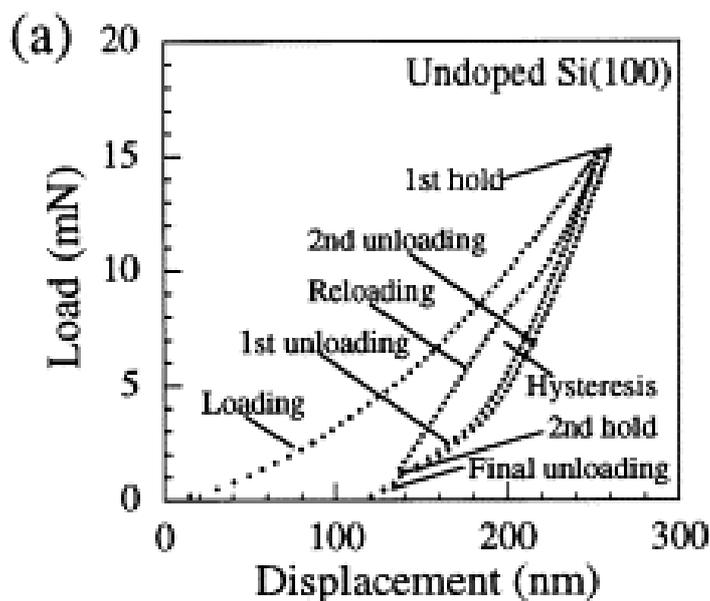


Figure I.3-4. Courbe charge – déplacement obtenue sur un monocristal de silicium à une charge maximum de 15 mN avec un cycle supplémentaire mettant en évidence une hystérésis au rechargement [37].

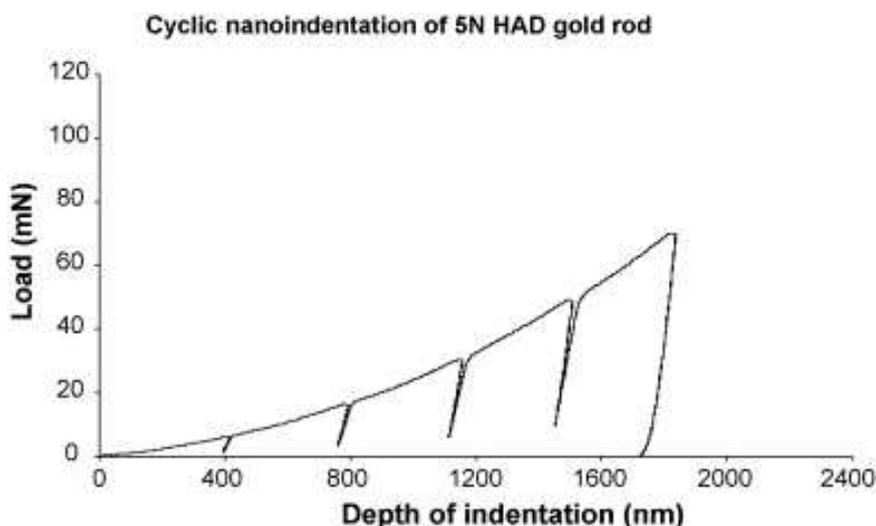
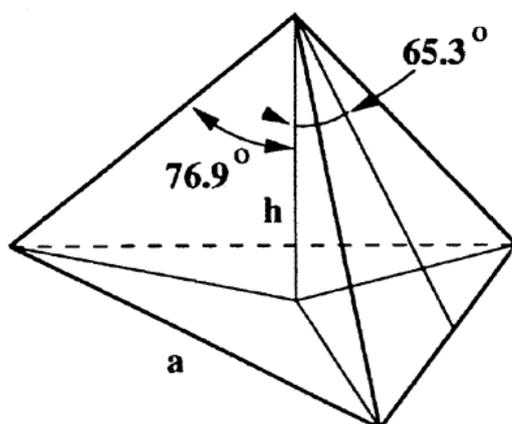


Figure I.3-5. Courbe charge – déplacement obtenue par nanoindentation cyclique réalisée sur de l'or pur. Les déchargements ont été effectués à partir des profondeurs de 400, 800, 1200 et 1600 nm approximativement [38].

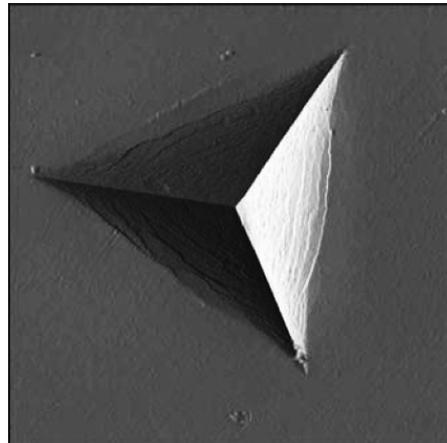
Toutes ces possibilités d'essai font de cet outil d'analyse, un outil très passionnant mais il nécessite encore de nombreux travaux pour mieux cerner encore les possibilités d'étude de l'indentation instrumentée d'autant plus qu'il est possible de changer la forme de l'indenteur. On peut bien évidemment utiliser les indenteurs classiques sous forme de bille ou de pyramides (indenteur Vickers), mais il faut savoir qu'à l'origine, la nanoindentation a été développée avec un indenteur particulier appelée indenteur Berkovich. Nous le présentons dans le chapitre suivant ainsi que les précautions d'analyse liées à l'influence du défaut de la pointe qui devient prédominant dans les analyses aux très faibles profondeurs.

3.2.- Indenteur Berkovich et défaut de pointe

L'indenteur Berkovich est une pyramide en diamant à base triangulaire. C'est l'indenteur le plus utilisé pour les essais de nanoindentation alors que l'on utilise l'indenteur Vickers dans la microindentation instrumentée. Les angles qui caractérisent la géométrie de l'indenteur Berkovich sont d'une part l'angle entre la hauteur de la pyramide et une de ses faces, cet angle vaut 65.27° , soit environ 65.3° , et d'autre part l'angle entre la hauteur et une arête de la pyramide, cet angle est égal à 76.9° . Sa forme générale et un exemple d'empreinte laissée par un indenteur Berkovich sont montrés sur la **figure I.3-6**.



(a)



(b)

Figure I.3-6. (a) Schéma de l'indenteur Berkovich et angles caractéristiques et (b) exemple d'empreinte pyramidale triangulaire.

Comme nous l'avons rappelé lors de la définition de la dureté, on y fait intervenir une aire de contact entre l'indenteur et le matériau. Comme dans le cas de l'indentation conventionnelle, on peut utiliser une aire projetée qui s'observe à la surface de l'échantillon ou l'aire de contact réel qui prend en compte la surface des faces inclinées de l'empreinte. Dans les deux cas, il faut une mesure précise de cette grandeur car son

effet sur la précision de la valeur du nombre de dureté sera d'autant plus important que la surface étudiée sera petite, ce qui est le cas en nanoindentation. La surface théorique pour un indenteur Berkovich est de :

$$A = 24.5 h^2 \text{ pour la surface projetée}$$

et $A = 26.43 h^2$ pour la surface de contact réelle (I.6)

où h est la profondeur de l'empreinte.

Ces expressions supposent un indenteur pyramidal à base triangulaire parfait. En pratique, ceci n'est jamais observé car il est impossible de faire une pointe parfaite ayant un point pour extrémité. Le sommet de la pyramide est donc toujours plus ou moins arrondi. Il peut même s'émousser au cours d'une utilisation prolongée. Ainsi, il est conseillé de déterminer la surface en tenant compte de ce défaut de pointe. On distingue trois méthodes :

- i) La première consiste à déterminer directement cette aire à l'aide d'un microscope à force atomique (AFM).
- ii) La seconde utilise de façon indirecte la pénétration dans un matériau de module d'Young connu. L'écart entre les valeurs expérimentale et théorique est utilisé pour ajuster l'expression de la surface.
- iii) La troisième méthode, encore indirecte, consiste à déterminer l'écart entre la dureté, calculée à partir de la force mesurée en fonction de la profondeur de pénétration, et la dureté indépendante de la profondeur de pénétration obtenue lorsque la pénétration est suffisamment élevée. Pour cela, il est nécessaire de disposer de matériaux de référence comme le verre de silice.

Ainsi, à partir de ces techniques et du point de vue mathématique, on peut établir des lois de calibration. De nombreux auteurs se sont intéressés à ce problème. Certains proposent d'exprimer l'aire de contact en fonction de la profondeur d'indentation au moyen de relations polynomiales de lissage **[37]**:

$$A = C_0 h^2 + C_1 h^1 + C_2 h^{1/2} + C_3 h^{1/4} + C_4 h^{1/8} + C_5 h^{1/16} \quad (I.7)$$

où les coefficients C_i sont déduits du lissage.

Fischer-Cripps **[39]** propose également une loi de lissage dans laquelle le nombre de coefficients de lissage est réduit à 2 :

$$A = \pi \tan^2 \Phi \cdot \left[h^2 \cdot (1 + kh^n) \right] \quad (I.8)$$

où ϕ est l'angle au sommet de l'indenteur conique équivalent, soit 70.3° . K et n sont les coefficients de lissage.

De manière probablement plus habile, Troyon et Huang [40] font le calcul théorique de l'aire de contact en s'appuyant sur l'émoussement de la pointe qui est alors considérée comme une calotte sphérique comme le montre schématiquement la **figure I.3-7**.

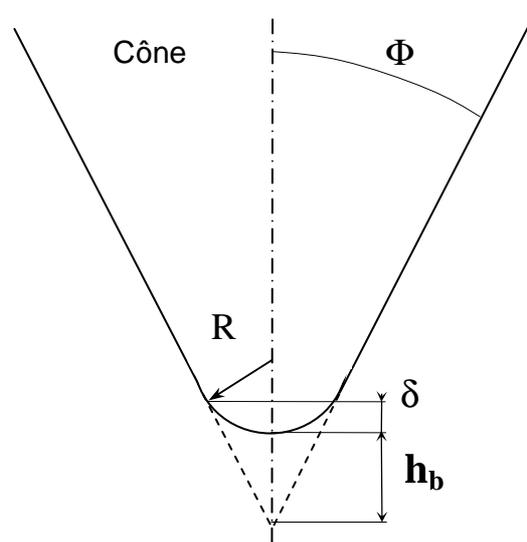


Figure I.3-7. Schéma d'une pointe émoussée assimilée à une calotte sphérique tronquée par rapport à la pointe du cône équivalent supposé parfait.

Ces auteurs considèrent l'indenteur conique équivalent à la pyramide Berkovich ayant une extrémité sphérique représentant le défaut et une certaine longueur de troncature notée h_b . La relation qu'ils proposent pour calculer l'aire est la suivante :

$$A = \pi \tan^2 \Phi \cdot (h + h_b)^2 \quad (\text{I.9})$$

dans laquelle il n'y a plus de coefficients de lissage.

De la même manière pour s'affranchir de paramètres de lissage, Krell et Schädlich [41] évaluent les effets des imperfections de l'indenteur diamant en comparant l'effet du défaut de pointe d'un indenteur émoussé à une pyramide parfaite d'indenteur théorique.

Les auteurs proposent de calculer l'aire de contact avec la relation suivante:

$$A = \pi \tan^2 \lambda \cdot \left[(h - h_0)^2 - h_0^2 \right] \quad (\text{I.10})$$

avec $h_0 = \frac{-c}{\pi \tan^2 \lambda \cdot \cos \xi}$ et c est le défaut de pointe qui peut être estimé par une

analyse par Microscopie Electronique à Balayage.

La dimension c correspond en fait à la taille du défaut de pointe équivalente au diamètre de la calotte sphérique comme le montre la **figure I.3-8**.

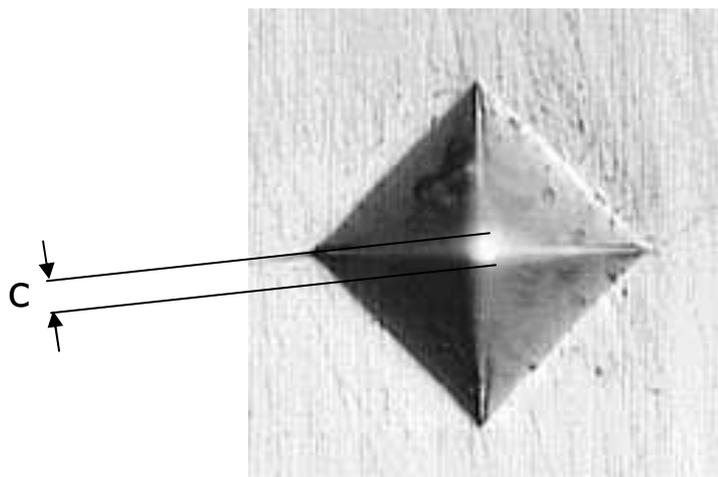


Figure I.3-8. *Défaut de pointe observé sur une indentation Vickers et mesure du défaut utilisée ensuite pour le calcul de l'aire par la relation (I.10).*

Ce type de correction doit être fait régulièrement sur les indenteurs au début de leur durée de vie. Il a en effet été observé par de nombreux utilisateurs que l'émoussement n'évoluait pratiquement plus après quelques heures d'utilisation.

Dans ce qui suit, nous développons plus en détail l'analyse d'une courbe charge - déplacement en suivant trois objectifs :

- i) La détermination de la profondeur de contact.
- ii) Le calcul de la dureté et du module d'élasticité en tenant des différentes corrections qui ont été apportées à l'étude originale d'Oliver et Pharr [1].
- iii) La considération de la rigidité de la machine dans les différents calculs.

3.3.- Analyse d'une courbe charge-déplacement.

3.3.1.- Détermination de la profondeur de contact.

Pour bien comprendre l'indentation instrumentée, il est nécessaire de définir les bases générales du contact entre deux corps. De manière plus spécifique à l'indentation, l'étude du contact entre un indenteur et un matériau a fait l'objet de nombreuses études d'un point de vue mécanique. Reprenons en quelques mots le principe général de cette technique et pourquoi elle a été développée. En effet, contrairement au procédé conventionnel pour la détermination de la dureté, l'indentation instrumentée (ou Depth-Sensing Indentation - DSI) évite l'observation de l'empreinte résiduelle d'indentation. Dans un essai d'indentation instrumentée, la pointe en diamant est enfoncée à la surface

de l'échantillon jusqu'à une valeur de charge maximale donnée comme en indentation conventionnelle ou jusqu'à une profondeur donnée. Quelque soit la méthode, on enregistre simultanément la charge ainsi que le déplacement de l'indenteur comme le montre la **figure I.3-9**. Cette figure est intéressante car elle visualise en des endroits clés la position de l'indenteur dans le matériau.

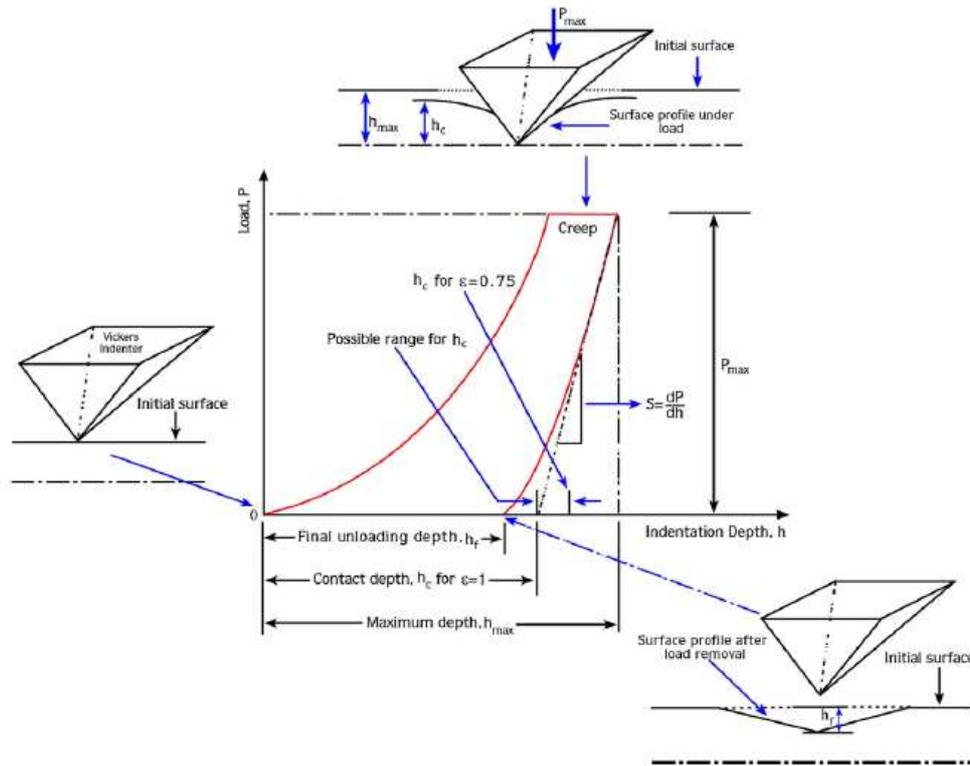


Figure I.3-9. Représentation schématique d'une courbe charge-déplacement et paramètres nécessaires à l'analyse [42].

Sur cette figure, on note les représentations de h_{max} qui correspond à la profondeur maximale atteinte, de h_f qui est la profondeur résiduelle après retrait de l'indenteur, de h_R qui s'obtient par la pente de la courbe au déchargement (elle est notée h_c pour $\epsilon = 1$ sur la **figure I.3-9**) et de h_c qui est la profondeur de contact utilisée dans le calcul de la dureté d'Oliver et Pharr [1] et qui est décalée de la profondeur h_R d'une quantité qui dépend du paramètre ϵ . Cette profondeur se déduit de la valeur de h_R . La **figure I.3-10** permet de mieux voir les différentes grandeurs déterminées en indentation instrumentée.

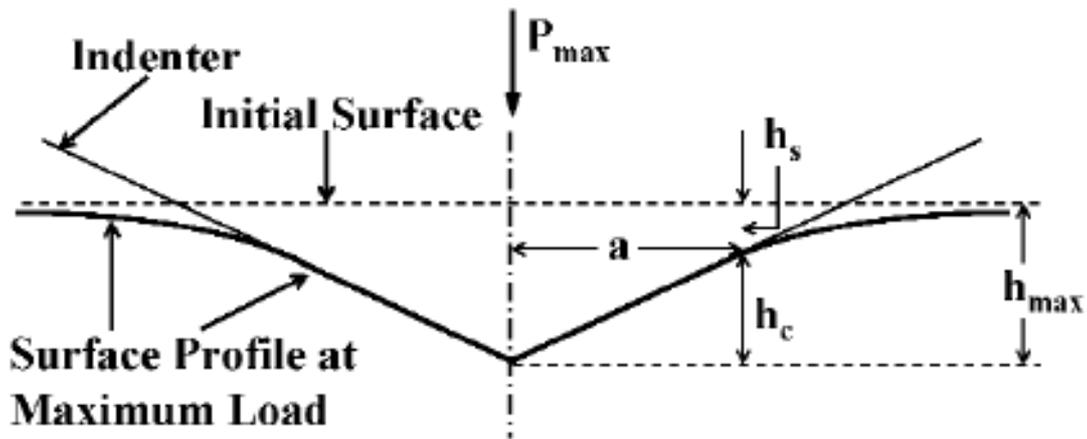


Figure I.3-10. Représentation de la géométrie d'indentation à charge maximale pour un indenteur conique idéal [43].

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

$$P = B \cdot (h - h_f)^m \quad (\text{I.11})$$

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

La qualité de l'analyse dépendra donc de la qualité du lissage. Il est en effet reconnu qu'à la fin de l'essai, lorsque l'indenteur se retire du matériau, il y a un artefact dans la courbe. Pour ne pas le prendre en compte, le lissage est effectué entre deux valeurs notées P_{fmin} et P_{fmax} qui sont respectivement égales à x et y % de P_{max} . Dans le guide d'utilisation de l'instrument CSM, les valeurs de x et y sont respectivement de 40 et 98 %. Dans le cas de données d'indentation de qualité, Shuman *et al.* [44] suggèrent de considérer 25 et 100 respectivement. Antunes *et al.* [45] sont quant à eux plus restrictifs car ils considèrent 60 et 90 %. Dans un travail récent, Chicot *et al.* [46] comparent deux couples de valeurs (40, 90) et (40, 98) et montrent une différence non négligeable dans le calcul du module d'élasticité d'où la nécessité d'être prudent sur le choix de la gamme de lissage.

De plus, l'exposant m n'est pas une valeur constante. Sa valeur doit être comprise entre 1 et 2 mais elle peut varier significativement de + ou - 0,5. La théorie élastique du contact [47] prédit que cet exposant m de la loi puissance dépend de la géométrie de

l'indenteur. La valeur 1 se trouve pour les indenteurs à fond plat, 1,5 pour les paraboloides de révolution et 2 pour les indenteurs coniques. En nanoindentation, Oliver et Pharr **[1]** suggèrent que l'approximation par un paraboloïde de révolution est une description correcte du comportement du matériau lorsque l'indenteur est de type Berkovich. C'est pourquoi les auteurs trouvent expérimentalement des valeurs qui se situent entre 1,25 et 1,5. Gong *et al.* **[34]** ont trouvé des valeurs plus élevées, entre 1,45 et 1,61 dépendant de la nature de l'échantillon. En microindentation, les valeurs de m sont en accord avec la théorie même si des écarts plus grands sont observés. Cependant cette déviation sur l'exposant m empêche la loi d'être prédictive. m est donc un coefficient de lissage. D'un autre côté, le coefficient B est aussi un paramètre de lissage. On n'a pu seulement observer qu'il avait tendance à augmenter en fonction de la charge d'indentation. De plus, comme il existe souvent un artefact à la toute fin du déchargement de l'indenteur, la courbe ne représente plus la réalité et la valeur de h_f peut être très différente de la valeur lue sur la courbe charge – déplacement même si la **Figure I.3-9** laisse supposer le contraire. En conclusion, les valeurs des paramètres B , h_f et m sont déterminées par lissage des points expérimentaux dans une portion de courbe comprise entre x et y % de la charge maximale.

Comme le montre la **figure I.3-9**, le calcul de h_R (h_C pour $\varepsilon = 1$) s'obtient par intersection de la tangente à la courbe au déchargement (généralement appelée rigidité de contact et notée S) calculée au maximum de la charge appliquée, P_{max} , avec l'axe des abscisses, soit :

$$h_R = h_{max} - \frac{P_{max}}{S_u} \quad (I.12)$$

où S_u est la pente de la courbe au déchargement calculée pour h égale à h_{max} .

Cette pente S_u s'obtient en dérivant l'équation (I.11) :

$$S_u = \left(\frac{dP}{dh} \right)_{h=h_{max}} = m \cdot B \cdot (h_{max} - h_f)^{m-1} \quad (I.13)$$

La relation qui permet de calculer la profondeur du contact, h_c , est similaire à la relation (I.12) dans laquelle on a introduit un paramètre ε pour prendre en compte les déformations de l'empreinte (déflexion des faces - *sink-in*). Cette relation est la suivante :

$$h_c = h_{max} - \varepsilon \frac{P_{max}}{S_u} \quad (I.14)$$

où la valeur de ε est fonction du type d'indenteur.

Cependant, lorsque l'on observe des déformations autour de l'empreinte dues à un reflux de matière (pile-up), cette équation n'est plus applicable. Enfin, la valeur du paramètre ϵ dépend de la valeur de l'exposant m de la loi puissance [48] comme l'indique le **tableau I.1.**

Géométrie du contact	m	ϵ
Poinçon cylindrique à fond plat	1	1
Paraboloïde de révolution	1,5	0,75
Cône	2	$2(n-2)/n$

Tableau I.3-1. Valeurs théoriques des paramètres m et ϵ en fonction de la géométrie du contact, pour les trois formes les plus usuelles [25], où m est l'exposant de la loi puissance et ϵ est le facteur utilisé dans la détermination de la profondeur du contact.

Toutefois, la valeur de 0,75 pour ϵ correspondant à $m = 1,5$ est pratiquement toujours utilisée pour les indenteurs sphériques, coniques et pyramidaux.

3.3.2.- Détermination des propriétés mécaniques.

3.3.2.1- Dureté.

Maintenant que nous disposons de la méthode de calcul de la profondeur de contact, il est possible de calculer la dureté. Toujours à partir de sa définition, c'est-à-dire de la relation (I.1), il est possible de proposer des calculs de dureté qui tiennent compte de la profondeur maximale atteinte, de la profondeur résiduelle ou encore de la profondeur de contact sachant que l'on peut considérer dans chaque cas soit l'aire projetée, soit l'aire de contact réelle. Pour tenter d'y voir plus clair, nous avons rassemblé dans le **tableau I.3-2**, les différentes possibilités de calculs.

Comme le montre le **tableau I.3-2**, il existe plusieurs manières de calculer la dureté. Notons qu'aujourd'hui on utilise la dureté Martens qui présente l'avantage d'être comparable à la dureté Vickers mesurée par des techniques conventionnelles. En indentation instrumentée, que ce soit en nano ou en micro, on préfère encore calculer la dureté d'Oliver et Pharr qui tient compte des déformations d'empreinte au contraire de la dureté calculée avec la profondeur résiduelle.

Profondeurs	Maximale (h_{\max})	Résiduelle (h_R)	Contact (h_C)
Aire de contact réelle	Martens $HM = \frac{F}{26.43 h_{\max}^2}$	$H = \frac{F}{26.43 h_R^2}$	$H = \frac{F}{26.43 h_C^2}$
Aire de contact projetée	$H = \frac{F}{24.5 h_{\max}^2}$	Tangente $HT = \frac{F}{24.5 h_R^2}$	Oliver et Pharr $HC = \frac{F}{24.5 h_C^2}$

Tableau I.3-2. Différentes expressions de la dureté à partir de la définition de l'aire de l'empreinte et de la profondeur retenues.

Dans tous les cas, il faut être très prudent dans la comparaison des duretés car elles ne sont absolument pas définies selon les mêmes règles. Par conséquent, le résultat sera totalement différent. Notons en effet pour une rapide comparaison que la profondeur h_C est inférieure à la profondeur h_{\max} et que 24,5 est évidemment plus petit que 26,43, ainsi la dureté d'Oliver et Pharr sera toujours plus grande que la dureté Martens, et ce dans des proportions qui peuvent être très importantes. Dans la bibliographie, il ne faut donc à notre avis jamais comparer la dureté obtenue en nanoindentation à la dureté conventionnelle obtenue avec un indenteur Vickers. Cependant, il est intéressant de noter que toutes choses étant égales par ailleurs, les duretés Berkovich et Vickers sont comparables, ceci étant dû au choix judicieux de la forme des pénétrateurs qui conduit au même indenteur conique équivalent qui conduirait à la même aire de contact pour une profondeur d'empreinte identique.

3.3.2.2- Module d'élasticité.

La détermination du module d'élasticité s'appuie sur l'analyse de la courbe au déchargement car le retrait de l'indenteur est conditionné par le retour élastique dû à l'élasticité du matériau. C'est donc une nouvelle fois à partir de la pente que la détermination du module d'élasticité va se faire. La méthode s'appuie sur la théorie de Hertz [49] reprise par Bulychev [50] et développée ensuite par Sneddon [47]. Elle prévoit que la pente au début du déchargement peut s'écrire en fonction de l'aire de contact et du module réduit sous la forme :

$$S_u = \left(\frac{dP}{dh} \right)_{h=h_{\max}} = \frac{2}{\sqrt{\pi}} E_R \sqrt{A_{CP}} \quad (\text{I.15})$$

où S_u est la rigidité du contact entre l'indenteur et le matériau lors du déchargement, mesurée au maximum de la pénétration, h_{\max} . A_{CP} est l'aire de contact projetée et E_R est le module d'élasticité réduit.

Le module d'élasticité réduit tient compte des propriétés élastiques de l'indenteur, donc du diamant ou du carbure de chrome selon le cas. La relation qui donne le module réduit et qui permet d'obtenir le module d'élasticité du matériau est la suivante :

$$\frac{1}{E_R} = \frac{(1-\nu_m^2)}{E_m} + \frac{(1-\nu_i^2)}{E_i} \quad (\text{I.16})$$

où les indices i et m font référence aux caractéristiques de l'indenteur et du matériau.

Dans ces conditions, le module d'élasticité du matériau se déduit des relations (I.15) et (I.16) de la manière suivante :

$$E_m = (1-\nu_m^2) \cdot \left[\frac{2}{\sqrt{\pi}} \frac{1}{S_u} \sqrt{A_{CP}} - \frac{(1-\nu_i^2)}{E_i} \right]^{-1} \quad (\text{I.17})$$

Enfin, pour conclure ce chapitre sur la détermination des propriétés mécaniques par indentation instrumentée, on doit mettre l'accent sur l'importance d'avoir des valeurs de profondeurs fiables. Mais pour cela, nous sommes souvent confrontés à un autre problème dû au fait que la profondeur mesurée inclue une partie de la déformation de l'instrument. C'est pourquoi, il convient d'étudier la rigidité de la machine de manière à séparer les contributions de l'instrument de la profondeur enregistrée.

3.3.3.- Influence de la rigidité de l'instrument.

Lors de la mesure du déplacement au sein du matériau, la déformation de l'instrument est prise en compte dans le déplacement total. Lorsque la charge est appliquée, la charge est transférée au bâti de l'appareil et la flèche résultante s'ajoute à la mesure enregistrée. Cette déformation est linéairement proportionnelle à la charge appliquée comme dans le cas d'un ressort linéaire [39]. La correction prend donc la forme d'un produit entre la valeur de la compliance C_f et de la force P . Ce produit doit alors être soustrait aux mesures enregistrées de la manière suivante :

$$h_c = h - C_f P \quad (\text{I.18})$$

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

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

$$C_f = \left(\frac{1}{S_u} \right)_{mesurée} - \left(\frac{1}{S_u} \right)_{théorique} \quad (I.19)$$

L'expression théorique de l'inverse de la rigidité de contact est donnée par la relation (I.15), il convient alors de représenter l'inverse de la pente mesurée au déchargement à la charge maximale en fonction de l'inverse de la racine carrée de l'aire de contact réel suivant la relation proposée entre autres Herrmann *et al.* [51]:

$$\left(\frac{1}{S_u} \right)_{m(h=h_{max})} = \left(\frac{dh}{dP} \right)_{h=h_{max}} = C_f + \frac{\sqrt{\pi}}{2 \cdot E_R} \cdot \frac{1}{\sqrt{A_{CP}}} \quad (I.20)$$

En traçant $(1/S_u)$ en fonction de $1/(A_{CP})^{1/2}$ ou encore de $1/h_c$ (voir relation (I.6)), la droite obtenue coupe l'axe des ordonnées en un point qui correspond à la complaisance. Remarquez également que la pente de cette droite permettra d'accéder à la valeur du module d'élasticité réduit. Un exemple de courbe obtenue par Chicot et Mercier [52], présenté sur la **figure I.3-11**, vérifie très bien la linéarité de la relation (I.20) et la manière dont est déterminé le terme de correction de complaisance, C_f .

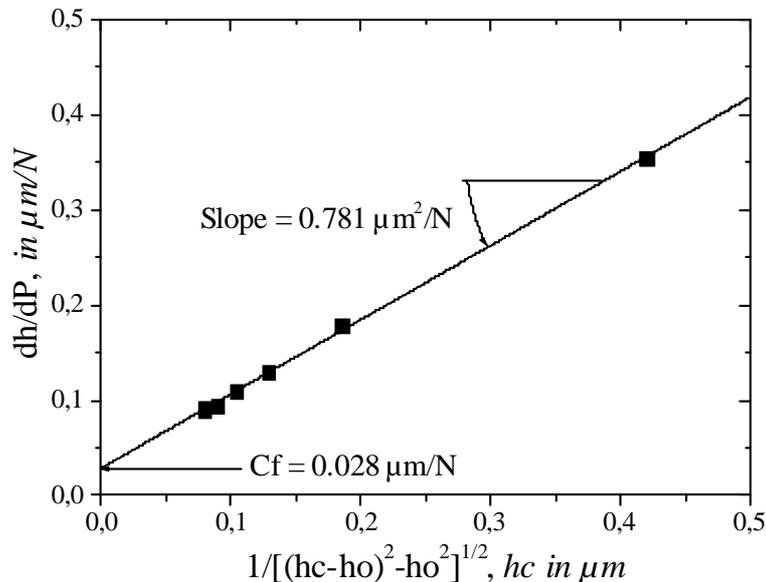


Figure I.3-11. Représentation de l'inverse de la rigidité, dh/dP , en fonction de la profondeur de contact, h_c , obtenue dans une gamme de charges de 1 à 25 N avec un indenteur Vickers et en tenant compte de la correction h_o de Krell and Schädlich [41] par Chicot *et al.* [52]

Cependant, des corrections ont été apportées à ces différentes relations. En effet la relation (I.15) a été initialement établie pour un indenteur conique même si Bulychev [50] a montré que cette relation peut être aussi appliquée aux cas des indenteurs sphériques et cylindriques. Cependant, pour des indenteurs pyramidaux, il est nécessaire de lui apporter une correction. Cela a été proposé par Oliver et Pharr [1] qui introduisent dans cette relation un facteur correctif β :

$$S_u = \left(\frac{dP}{dh} \right)_{h=h_{\max}} = \frac{2}{\sqrt{\pi}} \beta E_r \sqrt{A_{CP}} \quad (\text{I.21})$$

Le coefficient β est un facteur de forme purement géométrique, qui prend la valeur de 1,012 d'après les auteurs pour un indenteur Vickers. A l'aide d'un calcul par éléments finis, King [53] confirme la valeur de 1,012 alors que Dao *et al.* [54] trouvent une valeur de 1,07. Plus récemment, une étude menée par Antunes *et al.* [55] basée sur des résultats obtenus à partir d'une analyse à trois dimensions des empreintes Vickers réalisées sur plusieurs matériaux couvrant un large domaine de propriétés mécaniques (limite élastique, coefficient d'érouissage et module d'élasticité) aboutit à un facteur proche de 1,05, pratiquement indépendant des propriétés mécaniques. C'est cette valeur qui sera retenue dans nos calculs.

Partant toutefois des travaux d'Oliver et Pharr [1] pour expliquer la surestimation du module élastique rencontrée lors d'analyse de points expérimentaux, Hay *et al.* [56] démontrent que les hypothèses dans la solution de Sneddon [47] ne sont pas cohérentes, surtout en ce qui concerne les conditions aux limites. En effet, la solution de Sneddon [47] pour l'indentation d'un semi-espace élastique par un cône rigide montre que des déplacements radiaux des points de la surface indentée pénètrent à l'intérieur du cercle de contact. Pour prendre en considération ce phénomène, Hay *et al.* [56] introduisent un nouveau facteur correctif dans l'équation de la rigidité (I.21) qu'ils appellent λ et qui ne dépend que du coefficient de Poisson. La relation ainsi modifiée de la rigidité et le calcul de λ sont :

$$S_u = \left(\frac{dP}{dh} \right)_{h=h_{\max}} = \beta \frac{2}{\sqrt{\pi}} E_r \lambda \sqrt{A_C} \quad (\text{I.22})$$

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

où l'angle ψ est égal à $70,3^\circ$ et représente le demi-angle au sommet du cône équivalent possédant la même aire de contact qu'un indenteur Vickers [57], c'est-à-dire $4\tan^2\xi = \pi\tan^2\psi$ (ξ est le demi-angle entre les faces opposées d'un indenteur pyramidal soit 68°).

Troyon *et al.* [58] suggèrent que les deux types de correction existent simultanément si l'indenteur ne possède pas une forme conique parfaite. En conséquence, ils proposent d'utiliser un facteur de correction global α tel que $\alpha = \beta \lambda$, afin que celui-ci considère les deux effets. Malheureusement, la valeur de ce coefficient α n'est pas une valeur fixe en fonction du type d'indenteur utilisé. Ils démontrent que cette valeur dépend de la taille de l'arrondi de la pointe de l'indenteur ainsi que du matériau indenté. Cela complique notablement sa détermination.

Meneve *et al.* [59] proposent deux procédures pour déterminer la compliance de l'appareillage de mesure. La première méthode, la plus utilisée, a été proposée initialement par Doerner et Nix [32]. La seconde méthode consiste à effectuer des indentations avec un indenteur diamant sur du verre de silice dont les propriétés élastiques respectives sont connues et considérées comme indépendantes de la profondeur d'indentation. Si dans la relation (I.20), Woigard *et al.* [60] ont déjà proposé de prendre en compte le facteur β , Chicot *et al.* [52] proposent quant à eux d'introduire également le facteur λ et de prendre en compte la correction du défaut de pointe, en prenant par exemple la correction de Krell et Schädlich [41]. Ils proposent ainsi de calculer la compliance et le module d'élasticité réduit avec la relation :

$$\left(\frac{dh}{dP}\right)_{h=h_{\max}} = C_f + \frac{1}{2 \cdot \beta \cdot \gamma \cdot E_r \cdot \tan \lambda \cdot \sqrt{[(h_C - h_0)^2 - h_0^2]}} \quad (\text{I.23})$$

Dans le cas de la microindentation instrumentée pour laquelle le défaut de pointe a une moindre importance, on peut ne tenir compte que de l'aire de contact projetée théorique, ce qui réduit l'équation (I.23) à :

$$\left(\frac{dh}{dP}\right)_{h=h_{\max}} = C_f + \left[\sqrt{\frac{\pi}{24.5}} \frac{1}{(\beta\lambda)} \frac{1}{2E_r} \right] \frac{1}{h_c} \quad (\text{I.24})$$

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

4.- L'effet de taille en indentation.

4.1.- Généralités

Dans ce qui précède, nous avons montré que le nombre de dureté est obtenu par le rapport de la charge sur une aire représentative de l'empreinte laissée après le retrait de l'indenteur. La comparaison des nombres de dureté déduits d'essais utilisant divers indenteurs nous amène à dire que la dureté n'est pas une pression de contact moyenne intrinsèque mais plutôt qu'elle doit être définie comme la résistance du matériau à se déformer de façon permanente. De plus, pour un même indenteur, il a été largement démontré que le nombre de dureté dépend de la charge d'indentation appliquée ce qui a conduit bon nombre de chercheurs à se pencher sur ce problème qui rend finalement l'essai d'indentation beaucoup moins simple à analyser qu'à réaliser.

De manière générale, lorsqu'un indenteur pénètre dans le matériau, il crée une zone de déformation induite par l'indentation elle-même. Cette zone appelée zone de déformation plastique prend, dans les cas idéaux, une forme sphérique [61] comme le montre la **figure I.4-1**. Dans ces conditions, l'empreinte résiduelle et donc ses dimensions vont dépendre de ce qui est concerné par le volume de déformation. D'autre part, le volume de matière déplacé pendant l'indentation peut former un bourrelet le long des arêtes. On comprend dès lors que ces phénomènes apparemment basiques vont perturber la mesure de dureté.

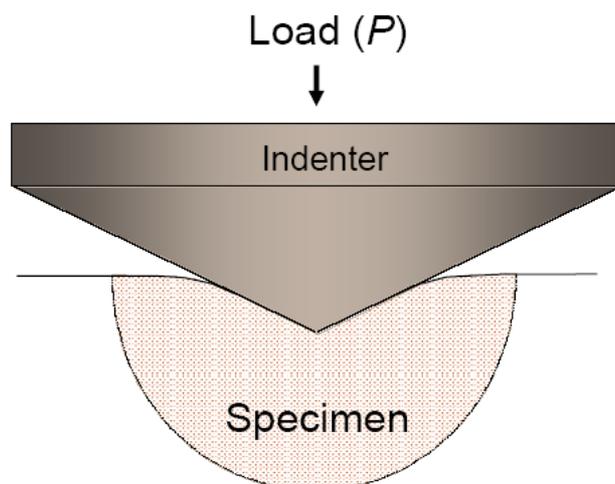


Figure I.4-1. Schéma de la zone déformée sous une empreinte d'indentation.

Mais, sans entrer pour l'instant dans le détail du processus de déformation, les auteurs ont remarqué depuis les années 50, en particulier Tabor [62], que les valeurs de dureté dépendent de la taille de l'indentation. Ceci se traduit soit par une augmentation de la dureté avec la diminution de la profondeur d'indentation (ou de la taille de l'indenteur) soit par une diminution de la dureté avec la diminution de la charge (l'effet inverse de l'effet de taille d'indentation). Le premier phénomène, de loin le plus souvent rencontré, est communément appelé ISE pour son origine anglo-saxonne (Indentation Size Effect). Le second est appelée RISE puisqu'il s'agit de l'effet inverse (R pour Reverse).

L'ISE a été attribué à un grand nombre de phénomènes, incluant le durcissement par écrouissage durant l'indentation [30, 63], à l'effet de la charge pour amorcer la déformation plastique [33], à la récupération élastique après l'indentation [64, 65], à la combinaison de la réponse des déformations élastique et plastique du matériau [66], à la taille des boucles de dislocation formées durant l'indentation [67, 68], au champ de contrainte associée aux dislocations [69], aux arêtes de l'empreinte agissant comme des charnières plastiques [69], et à la résistance au frottement entre l'indenteur et l'échantillon [70, 71]. De manière générale, pour traduire cette dépendance de la dureté avec l'effet de taille, on utilise deux types de représentation entre le nombre de dureté soit en fonction de la charge appliquée, soit en fonction de la diagonale de l'empreinte. A titre d'exemple, l'ISE est illustré schématiquement sur la **figure I.4-2** en représentant le nombre de dureté avec la charge d'indentation.

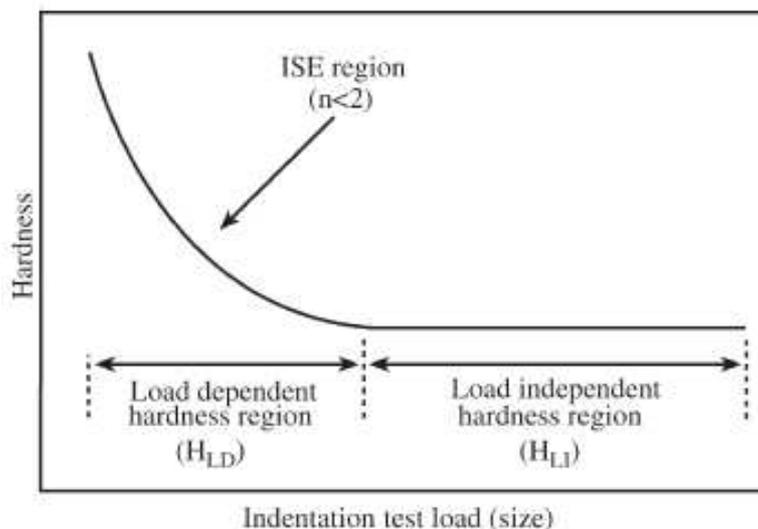


Figure I.4-2. Représentation schématique du nombre de dureté en fonction de la charge appliquée pour montrer l'effet de taille en indentation (d'après [42]).

Comme nous l'avons dit plus haut, nous sommes ici dans le cas le plus général où la dureté augmente lorsque la charge diminue. Ce domaine où la valeur de dureté n'est pas constante fournit des valeurs de dureté appelée HLD (LD pour Load Dependence). Pour les charges d'indentation élevées, la dureté est constante et notée HLI (LI pour Load Independence). Ce nombre de dureté est ce que les auteurs appellent différemment comme la « vraie » dureté, ou encore la dureté « absolue ». C'est cette valeur qui a été le plus souvent utilisée pour caractériser la dureté d'un matériau. Elle correspond aussi à la dureté qui serait obtenue par application d'une charge infinie.

Maintenant, si on reprend la relation générale (I.1) pour calculer la dureté, si ce nombre de dureté n'est pas constant en fonction de la charge, alors le rapport P/A n'est pas constant. Le calcul de l'aire se réduit souvent simplement à une expression plus ou moins complexe en fonction d'une dimension, soit d'une diagonale ou d'un diamètre dans le cas des indentations Vickers ou Bille, soit une profondeur dans le cas des essais d'indentation instrumentée. Dans tous les cas, ce rapport se réduit à une fonction du type $P/f(d^2)$ ou $P/f(h^2)$. C'est pourquoi tous les auteurs ont cherché à relier la charge appliquée à une fonction de la diagonale ou de la profondeur, respectivement dans le cas de l'indentation conventionnelle et de l'indentation instrumentée. Mais si on ne considère pas les déformations d'empreinte, alors diagonale et profondeur sont liées par la géométrie de l'indenteur. Dans le cas contraire, il n'y a plus de relation directe, par exemple entre d la diagonale d'une empreinte Vickers et h_c qui serait la profondeur de contact

correspondante obtenue avec un indenteur Vickers. Ainsi, en tout état de cause, les lois mathématiques qui ont été développées et que nous présenterons dans la suite ont des coefficients qui dépendent de la taille de l'empreinte considérée. Remarquons tout de même que la forme des lois sera toujours la même que l'on considère d ou h , seul le sens physique donné aux coefficients va changer. Pour ne pas introduire de confusion supplémentaire, toutes les lois seront présentées en fonction d'une profondeur arbitraire notée h pouvant représenter la profondeur maximale atteinte ou la profondeur de contact mais il faut bien garder à l'esprit que ces lois sont applicables si on considère la diagonale ou le diamètre des empreintes.

4.2.- Les lois polynomiales

Pour représenter la variation de la dureté avec la charge, il existe différents modèles. Ces modèles consistent à exprimer la charge P en fonction du paramètre de taille de manière à obtenir une expression de la dureté uniquement en fonction de ce paramètre. L'équation empirique la plus utilisée a été proposée dès 1908 par Meyer. Meyer propose de relier la charge d'indentation à la taille de l'empreinte en utilisant une loi puissance simple :

$$P = C \cdot h^n \quad (\text{I.25})$$

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

La valeur de n est reliée à l'écroûissage du matériau indenté. Cet exposant est appelé indice de Meyer. En pratique, la relation de la dureté (I.1) devient :

$$H = \frac{P}{A} = \frac{C}{\Delta} \cdot h^{(n-2)} \quad (\text{I.26})$$

dans laquelle Δ est un coefficient (24,5 ou 26,43) selon la définition de la dureté (voir **tableau I.3-2**).

Remarquons que le nombre de dureté est directement proportionnel à la profondeur élevée à la puissance $(n-2)$. Ainsi, si n est égal à 2, alors le nombre de dureté est constant. Dans la plupart des cas, la valeur de n est inférieure à 2 comme indiquée sur la **figure I.4-2**. En pratique, les valeurs de C et n de l'équation (I.25) sont obtenues en représentant la charge appliquée en fonction de la profondeur dans une échelle bi-logarithmique comme le montre à titre d'exemple la **figure I.4-3**. Il s'agit d'une étude réalisée par Kölemen [72] portant sur le comportement d'un supraconducteur de MgB_2 .

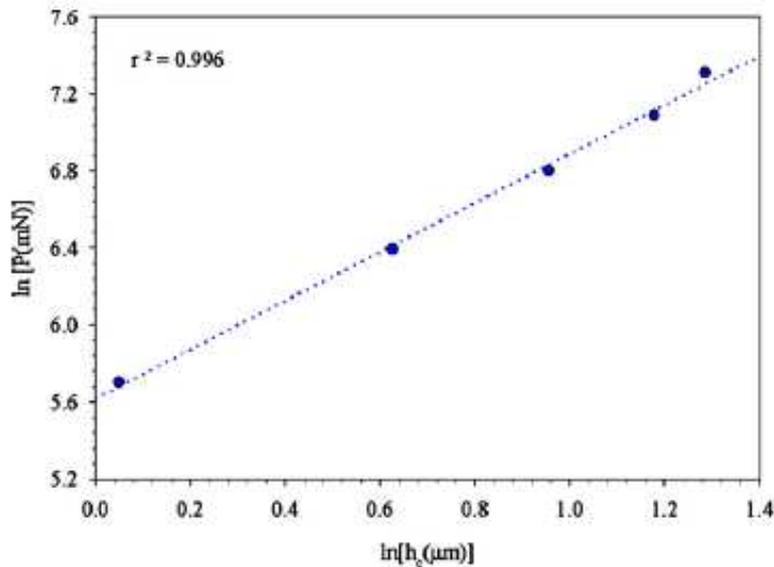


Figure I.4-3. Représentation de la charge en fonction de la profondeur de contact dans un graphique bi logarithmique en accord avec la loi de Meyer [72]. Les résultats ont été obtenus sur un alliage MnB_2 .

D'autres études par contre [73-75] ont montré que l'effet de taille observé pour beaucoup d'autres matériaux n'est pas correctement représenté par la loi de Meyer dans le cas d'une gamme de charges d'indentation plus étendue. Ces écarts à la représentation de Meyer ont amené d'autres chercheurs à développer des modèles plus précis pour décrire l'ISE.

Par exemple, pour décrire la dépendance de la charge avec la taille de l'empreinte, Hays et Kendall [33] ont suggéré l'existence d'une charge d'indentation minimale, notée W , qui correspondrait à la résistance de l'échantillon nécessaire pour amorcer la déformation plastique. En deçà de cette charge, les auteurs expliquent que seule la déformation élastique se produit. Sur cette définition de l'existence d'une charge critique et en retranchant à la charge appliquée la valeur de cette charge critique alors la charge évolue comme le carré de la profondeur selon l'équation :

$$P - W = C_1 h^2 \quad (\text{I.27})$$

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

En remplaçant P de la relation (I.1) par $(P - W)$, le nombre de dureté se réduit à une valeur constante :

$$H = \frac{P - W}{\Delta \cdot h^2} = \frac{C_1}{\Delta} \quad (\text{I.28})$$

A partir de l'équation (I.27), les paramètres W et C_1 sont déterminés en représentant la dureté en fonction du carré de la profondeur. En pratique, nous devons obtenir une droite dont l'intersection avec l'axe des abscisses donne la valeur de W et la pente de cette droite la valeur de C_1 . La **figure I.4-4** montre un exemple d'application de la relation de Hays et Kendall [33].

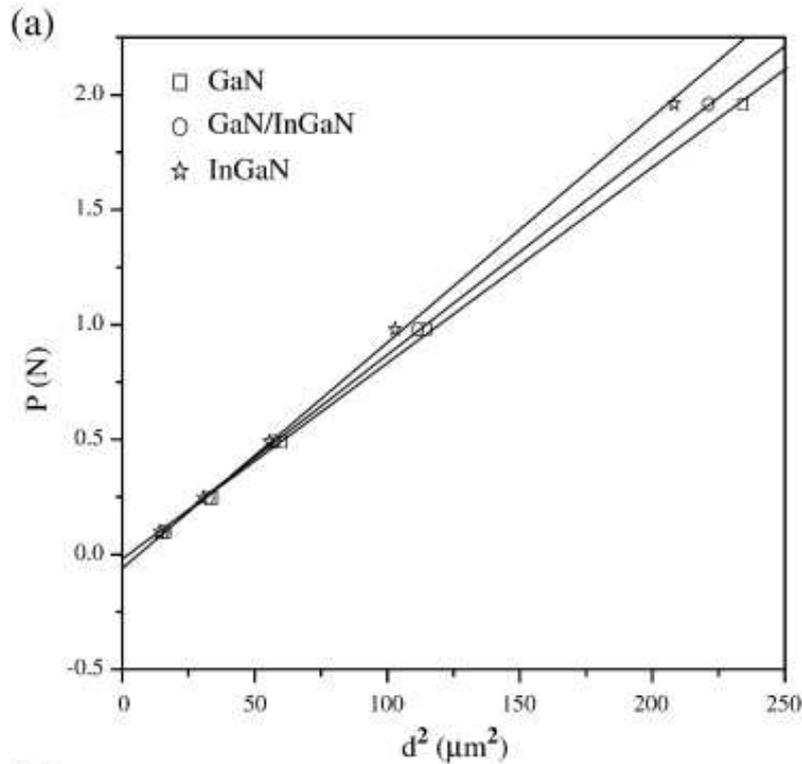


Figure I.4-4. Représentation de la charge d'indentation en fonction de la profondeur de contact selon l'approche de Hays et Kendall à partir de résultats d'indentation Knoop réalisés sur des échantillons à base de GaN [76].

En observant la **figure I.4-4**, on pourrait très bien attribuer l'écart à $d = 0$ entre la charge nulle et la charge W à la précision des mesures. Or, les travaux de Sahin *et al.* [77] sur cette approche sont fort intéressants. En effet, ces auteurs ont étudié le comportement en nanoindentation de cristaux d'étain, β -Sn, et ont comparé leurs résultats avec ceux déduits de la théorie de Hertz comme le montre la **figure I.4-5**. Cette figure présente également les essais de nanoindentation réalisés avec une charge ne dépassant pas 3 mN.

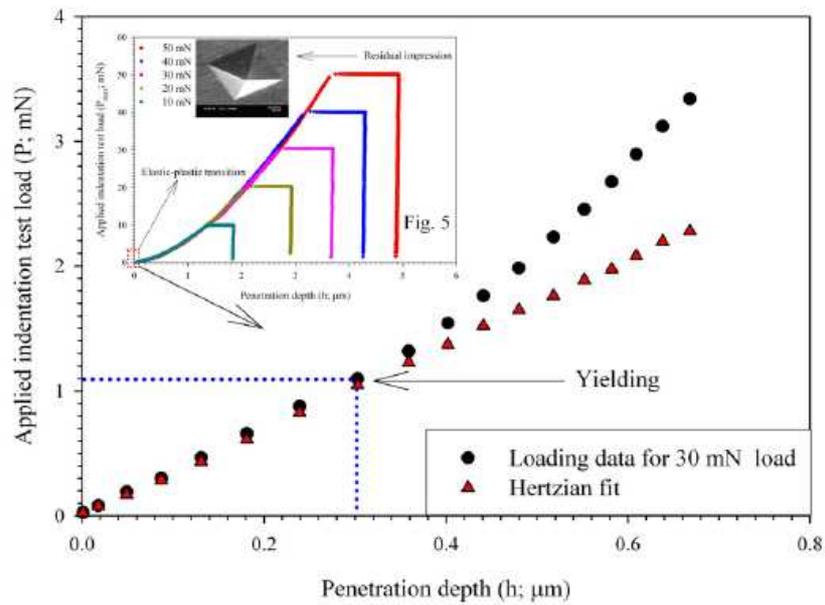


Figure I.4-5. Représentation de la charge d'indentation en fonction de la profondeur de contact déduit d'essais de nanoindentation instrumentée avec une charge maximale ne dépassant pas 3mN et représentation de la théorie de Hertz appliquée à des cristaux d'étain [77].

Cette figure montre qu'en dessous d'une profondeur d'indentation de 0,3 μm, la courbe de chargement est confondue avec la courbe élastique en accord avec la théorie de Hertz [78]. Cela révèle que la réponse du matériau est purement élastique sans aucune déformation plastique dans des conditions de chargement très faibles. De ce fait, la charge d'indentation de 1,1 mN correspondant à la profondeur de 0,3 μm est la charge critique définie selon Hays et Kendall [33]. Au-delà de cette charge critique, la courbe d'indentation s'écarte de la réponse hertzienne. Dans ces conditions, on peut supposer que la contrainte appliquée au niveau de la pointe de l'indenteur dépasse la contrainte critique de cisaillement pour la déformation plastique des cristaux simples du β-Sn.

Pour leur part, Li et Bradt [70] proposent un autre modèle appelé PSR (Proportional Specimen Resistance). Dans ce modèle, la charge appliquée suit une loi polynomiale de degré 2 dans lequel le terme constant est nul. C'est pourquoi les auteurs préfèrent écrire leur modèle de la manière suivante, permettant une représentation linéaire plus facile pour déterminer les paramètres de lissage :

$$\frac{P}{h} = A_1 + A_2 h \quad (\text{I.29})$$

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

Ces paramètres A_1 et A_2 peuvent être reliés aux propriétés du matériau. Le coefficient A_1 est le paramètre qui traduit la dépendance de la dureté avec la charge alors que le coefficient A_2 peut être utilisé pour calculer la dureté vraie. A partir des expressions du **tableau I.3-2** et de la relation (I.29), on peut effectivement écrire :

$$H = \frac{A_2}{\Delta} + \left(\frac{A_1}{\Delta} \cdot \frac{1}{h} \right) \quad (\text{I.30})$$

Où A_2/Δ représente la dureté vraie. Elle est appelée H_{PSR} .

D'après l'expression de la relation (I.29), la représentation de P/h en fonction de h est linéaire et les paramètres A_1 et A_2 peuvent être facilement déduits de l'intersection de la droite avec l'axe des abscisses et de la pente. La **figure I.4-6** montre un exemple d'application du modèle PSR.

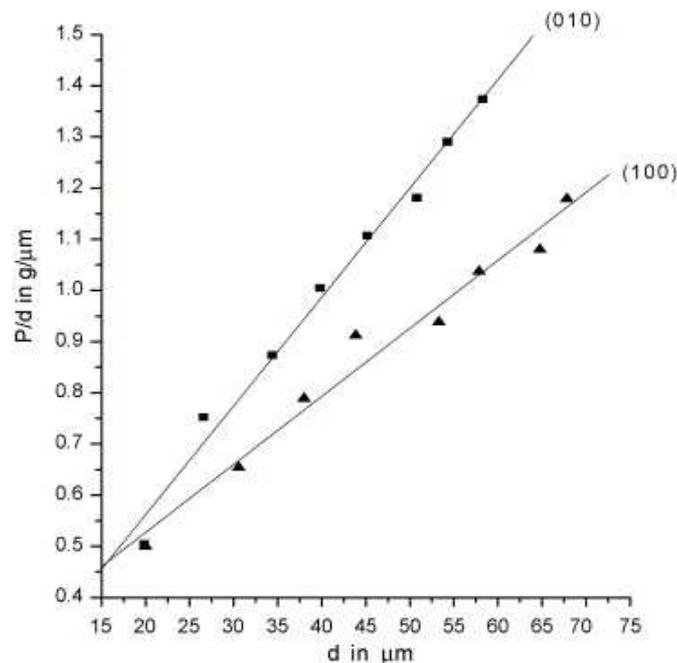


Figure I.4-6. Représentation du modèle PSR appliqué à des cristaux de $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$, dit MS sur des résultats d'indentation conventionnel obtenus avec un indenteurs Vickers [79].

Un avantage du modèle PSR est qu'il peut indiquer la présence de fissures qui seraient créées par indentation. En effet, les microfissures induites par indentation jouent un rôle significatif dans l'essai de dureté principalement dans le domaine des charges élevées. En effet, l'énergie générée par le processus d'indentation est utilisée pour la déformation plastique autour de l'empreinte et pour la fissuration aux extrémités de l'empreinte. Dans ces conditions, on peut s'attendre à ce que l'augmentation des diagonales de l'empreinte

soit modifiée en présence de fissures. Ainsi, dans la représentation du modèle PSR, on peut observer deux portions de droite, une relative aux faibles charges et donc en l'absence de fissures et une autre pour les charges plus élevées avec présence de fissures.

Par conséquent, l'intersection des deux droites conduit à la définition d'une charge critique de fissuration [80]. Cela a été observé par Gong *et al.* [81] qui ont étudié l'effet de taille sur des matériaux fragiles. La **figure I.4-7** montre deux droites du modèle PSR obtenues par l'analyse d'un carbure de silicium.

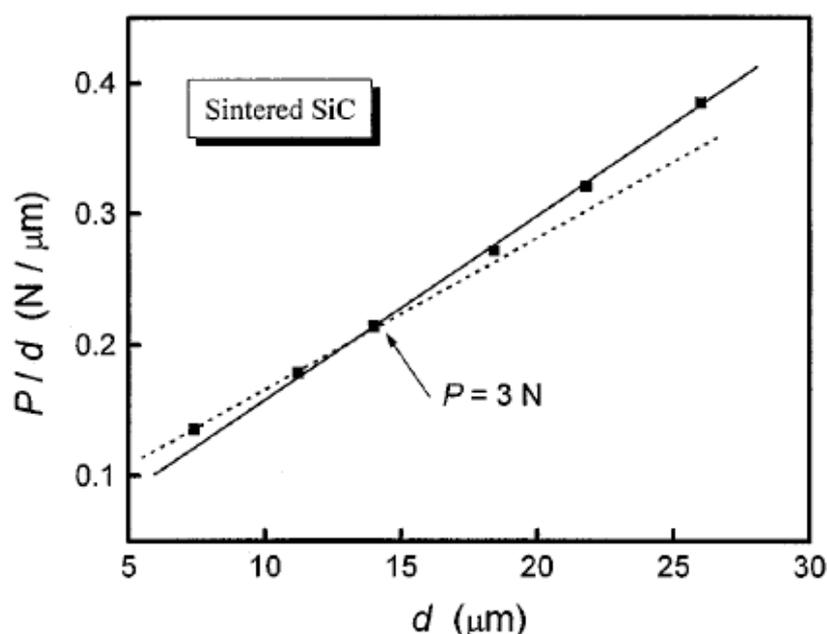


Figure I.4-7. Représentation du modèle PSR pour un carbure de silicium fritté et fragile montrant l'influence des fissures localisées aux extrémités de l'empreinte Vickers [81].

A titre d'exemple pour le SiC, la **figure I.4-7** montre que les deux droites se coupent à une charge de 3N indiquant ainsi que pour $P \leq 3\text{ N}$, il n'y a pas de fissures alors que pour $P \geq 3\text{ N}$ les fissures sont générées [81].

Si on essaye de confronter le modèle de Hays et Kendall [33] à celui de Li et Bradt [70], il se pose le problème de l'existence de la charge critique W qui n'apparaît pas dans le modèle PSR, car lorsque la profondeur est nulle, la charge correspondante est nulle ($W = A_1 \cdot h$). Cela implique que la déformation doit se produire dès les premiers instants de l'indentation. Pour Gong *et al.* [82] cela n'est pas possible. C'est pourquoi les auteurs introduisent une constante dans l'expression polynomiale de la charge avec la profondeur

d'empreinte. Cette constante doit représenter l'écroûissage superficiel. En effet, Gong et al. [82] ajoutent qu'un échantillon usiné puis poli doit être considéré comme un ressort comprimé plutôt qu'un matériau libre de toute contrainte. C'est pourquoi ils suggèrent une forme modifiée du modèle de PSR (MPSR) comme suit :

$$P = A_0 + A_1h + A_2h^2 \quad (I.31)$$

où A_0 représente en quelque sorte l'écroûissage du matériau ou plus précisément une tension superficielle résiduelle associée à la préparation de la surface de l'échantillon. A_1 et A_2 sont les mêmes paramètres que ceux de l'équation (I.29).

Les valeurs des coefficients A_i peuvent être déterminées par un lissage polynomiale dans la représentation de la charge avec la profondeur. Un exemple peut être trouvé dans les travaux de Sahin [42] obtenus sur le cristal d'étain (**figure I.4-8**).

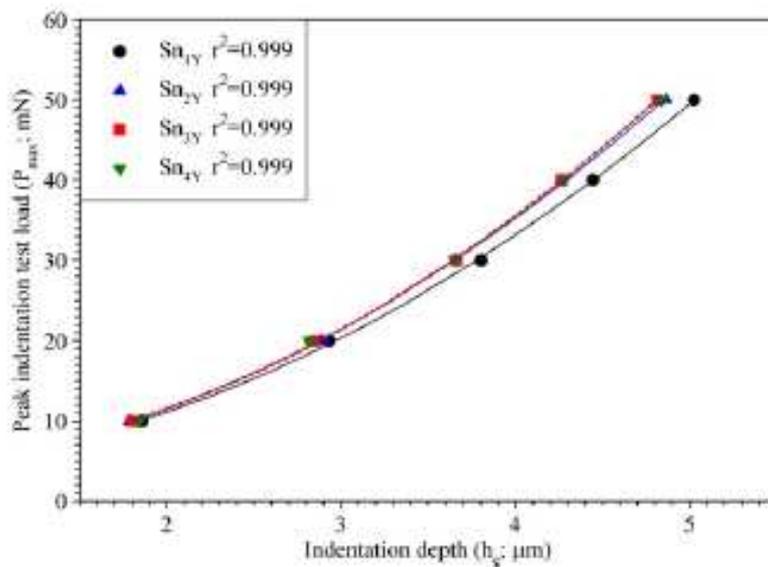


Figure I.4-8. *Modèle MPSR appliqué à l'étude de l'effet de taille obtenu sur un cristal d'étain [42].*

De la même manière que pour le modèle PSR, le modèle MPSR permet d'exprimer le nombre de dureté en fonction de la profondeur par un polynôme de degré 2 en $(1/h)$:

$$H = \frac{A_2}{\Delta} + \left(\frac{A_1}{\Delta} \cdot \frac{1}{h} \right) + \left(\frac{A_0}{\Delta} \cdot \frac{1}{h^2} \right) \quad (I.32)$$

où A_2/Δ représente également la dureté vraie.

Selon Quinn et Quinn [83], le modèle de MPSR paraît mieux adapté que le modèle PSR pour décrire le comportement en indentation des matériaux. Pour ces auteurs, le

paramètre A_0 de la relation (I.31) à la même signification physique que la charge critique W indiquée par Hays et Kendall [33]. Par contre, Peng *et al.* [27] ont montré une divergence significative entre la valeur du paramètre A_0 et la charge critique. Par conséquent, il semble difficile d'attribuer une signification physique précise aux différents coefficients. C'est pourquoi, ces modèles sont souvent considérés comme descriptif et on utilise les différents coefficients comme des indicateurs. De manière générale, lorsqu'un auteur est confronté à un effet de taille en indentation sur l'analyse de ses propres échantillons, il applique simultanément tous ces modèles. C'est par exemple ce qu'ont fait Kavouras *et al.* [84] sur des échantillons de GaN.

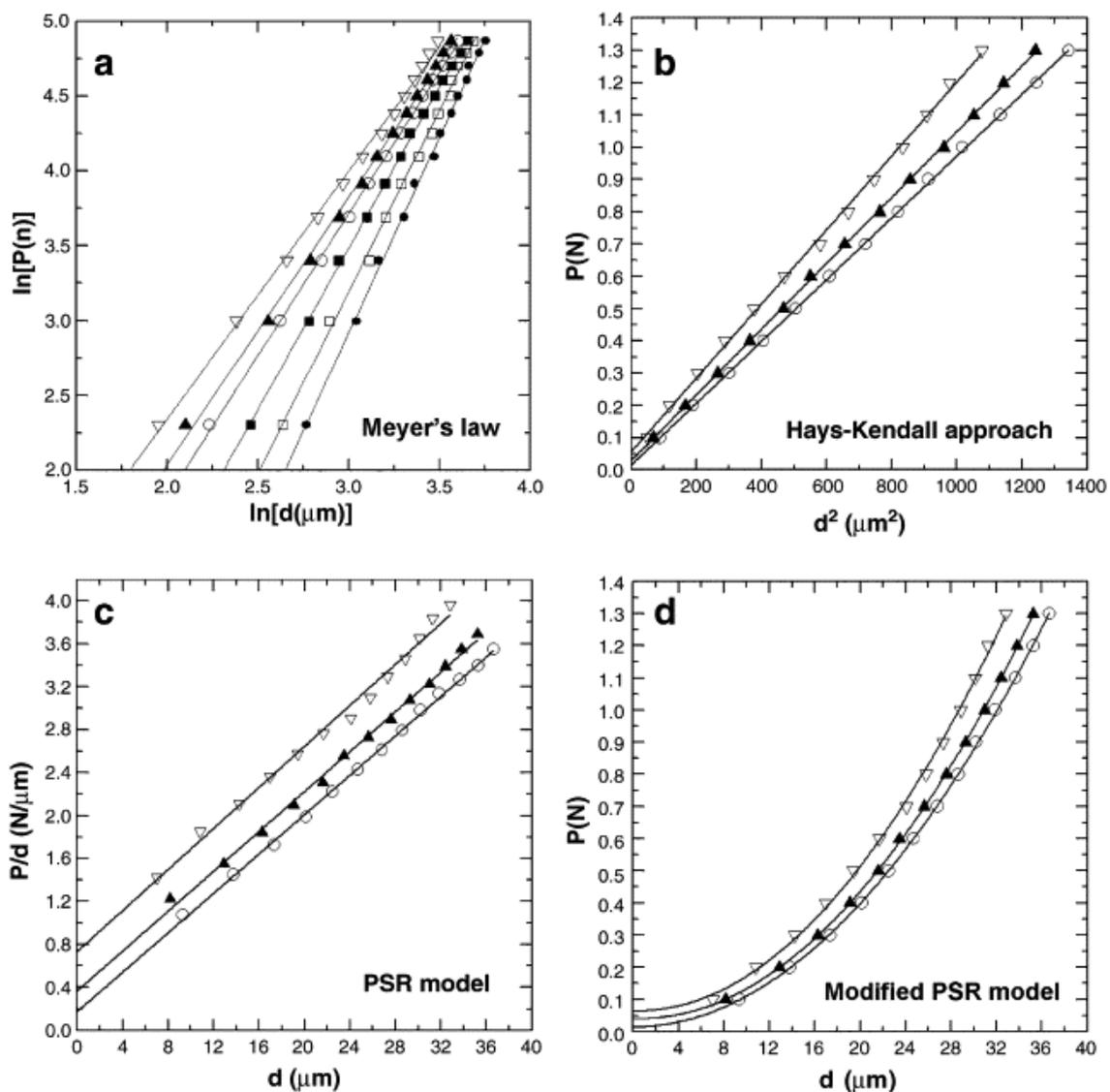


Figure I.4-9. Résultats de microindentation Knoop analysés avec (a) la loi de Meyer, (b) l'approche de Hays et Kendall, (c) le modèle PSR et (d) le modèle PSR modifié [84].

L'analyse de la **figure I.4-9** a de quoi laisser le lecteur perplexe car on remarque que tous les modèles présentés ici, qui font partie des modèles polynomiaux les plus utilisés, permettent de bien représenter l'évolution des points expérimentaux. Il semble donc difficile de sélectionner plus un modèle qu'un autre pour déduire des informations sur les valeurs des coefficients de lissage.

C'est sans doute d'autres auteurs ont développé des modèles en cherchant à s'appuyer sur des phénomènes identifiables qui se produisent lors de la déformation plastique du matériau. Il s'agit de phénomènes qui se basent sur la création et le mouvement des dislocations dont la théorie a été introduite par Taylor en 1934 [85] pour expliquer la déformation plastique.

4.3.- Les lois basées sur la théorie des dislocations

En indentation, les contraintes produites sous l'indenteur de forme pointue comme les indenteurs pyramidaux sont suffisamment élevées pour induire une déformation plastique et donc générer des dislocations, et ce quelle que soit la charge appliquée. Dans ces conditions, des auteurs ont associé l'effet de taille en indentation à l'interaction des boucles de dislocations soit avec la surface libre du matériau, soit avec d'autres dislocations [80]. Dans de telles conditions, une analyse qualitative et quantitative du phénomène implique l'étude de l'interaction des forces de dislocation avec la surface libre, des tensions de ligne des dislocations, de l'interaction entre les dislocations elles-mêmes sous l'indenteur. Toutes ces forces vont dépendre de la taille des demi-boucles de dislocations et vont conduire à une augmentation de la dureté avec la diminution de la profondeur de l'indentation. Tout ceci s'appuie donc sur la nature du réseau de dislocations au voisinage de l'indenteur et des dislocations créées par le processus d'indentation lui-même.

Pour comprendre le phénomène d'effet de taille en indentation, il faut distinguer deux groupes de dislocations. Il y a les dislocations qui sont produites de manière aléatoire par interaction mutuelle. Elles sont appelées les SSDs (Statically Storage Dislocations). Il y a aussi les dislocations qui accommodent les incompatibilités de la déformation plastique causées par le glissement non uniforme des dislocations. Elles sont appelées GNDs (Geometrically Necessary Dislocations). Ces dislocations GNDs engendrent une accumulation additionnelle de dislocations ou de défauts qui augmentent en conséquence la résistance à la déformation en agissant comme obstacles aux dislocations SSDs [86]. Ainsi, les dislocations SSDs sont liées à la déformation plastique effective, tandis que les

dislocations GNDs sont directement impliquées dans le processus du gradient de déformation plastique effective [87-90]. On considère donc que l'effet de taille en indentation résulte de l'accroissement des dislocations GNDs sur des petites profondeurs d'indentation. Ainsi, pour expliquer la dépendance de la dureté avec la charge, à partir de l'existence de ces dislocations GNDs, plusieurs auteurs [91, 92] ont proposé de dissocier les deux types de dislocations dans de petites zones situées sous l'indenteur responsables de l'augmentation de dureté. De cette manière est née la théorie du gradient de déformation plastique (SGP) [92-95] qui s'appuie donc sur la théorie de durcissement par écrouissage de Taylor développée pour les matériaux cristallins.

Considérons maintenant le cas d'une indentation par un indenteur conique comme le montre schématiquement la **figure I.4-10**.

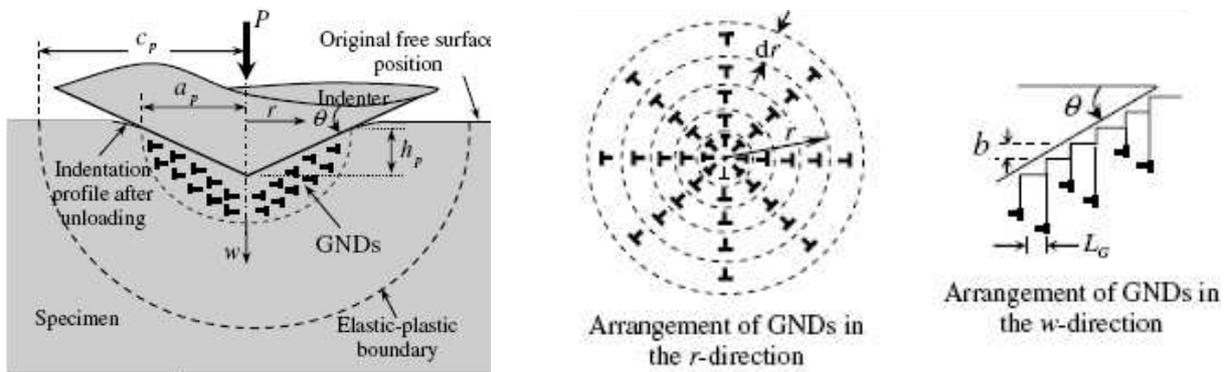


Figure I.4-10. *Indenteur conique asymétrique rigide et dislocations géométriquement nécessaires (GNDs) créées pendant le processus d'indentation. La structure de dislocations est représentée idéalement par des boucles de dislocation [96].*

On peut raisonnablement penser que les dislocations GNDs sont localisées dans un volume de déformation sous l'indenteur qui va dépendre de la géométrie de l'indenteur, en particulier de l'angle au sommet ψ égal à 70.3° , ainsi que de la profondeur de l'indentation, h . D'autre part, on peut aussi supposer que la déformation plastique par indentation est uniquement accommodée au moyen de boucles circulaires de dislocations GNDs ayant pour vecteur de Burgers, un vecteur normal au plan de la surface et une longueur notée b . Dans ces conditions, Nix et Gao [91] proposent de relier la densité de dislocations GNDs à l'ensemble de ces paramètres par la relation :

$$\rho_{GNDs} = \frac{3}{2bh} \tan^2 \theta \quad (I.33)$$

où θ est égal à 19.7° , égal à $(90-\psi)$.

Pour relier la dureté à la densité de dislocations, il faut exprimer la dureté en fonction de la contrainte de cisaillement. Cela peut se faire en utilisant le critère de Von Mises qui relie la contrainte d'écoulement équivalente à la contrainte de cisaillement par un facteur $\sqrt{3}$ puis la loi de Tabor [62] qui relie la contrainte d'écoulement équivalente à la dureté par un facteur 3. On obtient ainsi :

$$H = 3\sigma = 3\sqrt{3}\tau \quad (I.34)$$

où σ est la contrainte d'écoulement équivalente et τ la contrainte de cisaillement.

D'après la relation de Taylor, la contrainte de cisaillement peut être exprimée en fonction de la densité totale de dislocations de la manière suivante [91]:

$$\tau = \alpha \cdot G \cdot b \cdot \sqrt{\rho_T} = \alpha \cdot G \cdot b \cdot \sqrt{\rho_{GNDs} + \rho_{SSDs}} \quad (I.35)$$

où α est une constante du matériau qui prend une valeur en principe entre 0,3 et 0,5. G est le module de cisaillement et ρ_T est la densité totale de dislocations en indentation qui peut être séparée en deux termes, ρ_{GNDs} étant la densité de dislocations géométriquement nécessaires et ρ_{SSDs} la densité de dislocations statistiquement stockées.

En combinant les relations (I.34) et (I.35), on peut exprimer la dureté en fonction des densités de dislocations :

$$H = 3\sqrt{3} \cdot \alpha \cdot G \cdot b \cdot \sqrt{\rho_{GNDs} + \rho_{SSDs}} \quad (I.36)$$

Cette expression tenant compte de la relation (I.33) permet d'extraire un terme constant devant la racine sous la forme :

$$H = H_0 \cdot \sqrt{1 + \frac{\rho_{GNDs}}{\rho_{SSDs}}} = H_0 \cdot \sqrt{1 + \frac{3 \tan^2 \theta}{2b \cdot \rho_{SSDs}} \cdot \frac{1}{h}} \quad (I.37)$$

avec $H_0 = 3\sqrt{3} \cdot \alpha \cdot G \cdot b \cdot \sqrt{\rho_{SSDs}}$ et où H_0 est la dureté résultant des dislocations statistiquement stockées en l'absence des dislocations géométriquement nécessaires.

A partir de la relation (I.37) et de l'expression de la dureté H_0 , il est possible d'exprimer une grandeur caractéristique, notée h^* , de la manière suivante :

$$h^* = \frac{3}{2b} \cdot \frac{\tan^2 \theta}{\rho_{SSDs}} = \frac{81}{2} b \alpha^2 \tan^2 \theta \left(\frac{G}{H_0} \right)^2 \quad (I.38)$$

où h^* caractérise la dépendance de la dureté avec la profondeur d'indentation.

En combinant ces deux relations, l'expression (I.37) se résume à une relation simple entre la dureté H , la profondeur h et les paramètres physiques H_0 et h^* , soit :

$$\frac{H}{H_0} = \sqrt{1 + \frac{h^*}{h}} \quad \text{ou encore} \quad \left(\frac{H}{H_0} \right)^2 = 1 + \frac{h^*}{h} \quad (\text{I.39})$$

La dureté H_0 est considérée comme la dureté vraie et h^* est la grandeur souvent utilisée pour caractériser l'effet de taille. Cette longueur caractéristique est de l'ordre de quelques microns et dépend des propriétés du matériau indenté [94]. La détermination des paramètres H_0 et h^* se fait en traçant le carré de la dureté en fonction de l'inverse de la profondeur d'indentation. Cette représentation conduit à une droite dont l'ordonnée à l'origine conduit à la valeur de H_0 et la pente de la droite donne directement h^* . D'un point de vue graphique, lorsque ces deux grandeurs sont déterminées, on préfère représenter le carré du rapport H/H_0 en fonction de l'inverse de la profondeur d'indentation ce qui conduit à un faisceau de courbes qui se coupent toutes en 1 sur l'axe des abscisses comme le montre la **figure I.4-11**.

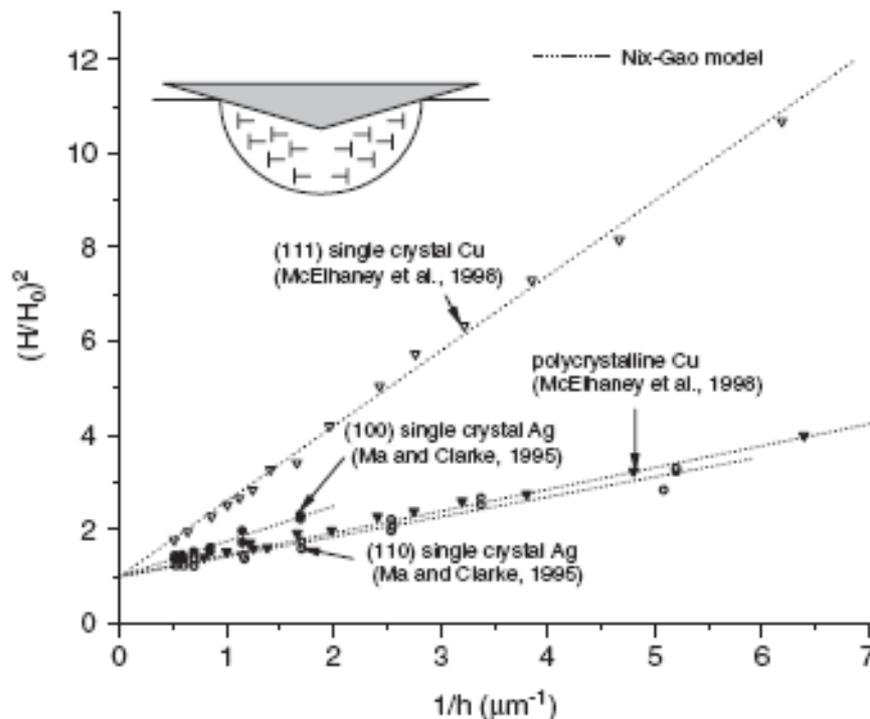


Figure I.4-11. Modèle de Nix et Gao appliqué à des résultats de microindentation obtenus sur du cuivre monocristallin et polycristallin [97] ainsi que sur de l'argent monocristallin [69]. Cette figure montre également le schéma des dislocations géométriquement nécessaires (GNDs) sous l'indenteur [98].

La **figure I.4-11** montre bien que le modèle de Nix et Gao peut parfaitement représenter l'effet de taille sur des matériaux cristallins ou polycristallins. Comme nous l'avons dit plus haut, on peut toutefois reprocher à ce type de représentation de ne pas bien faire ressortir certaines particularités. En effet, la même approche a été reprise par Sahin *et al.* [77] pour étudier le comportement de cristaux d'étain (**Figure I.4-12**).

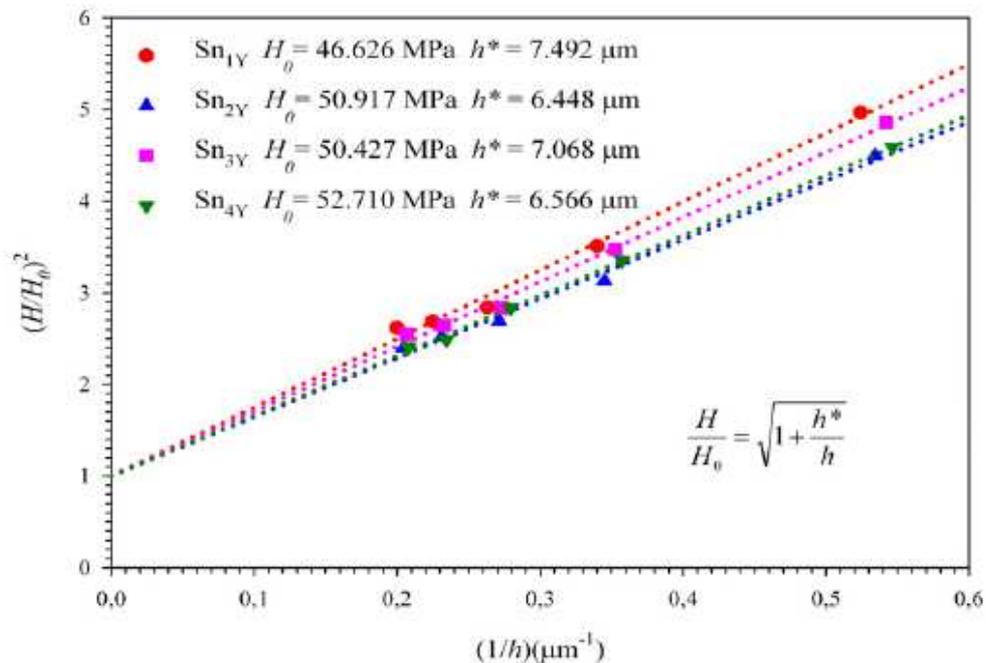


Figure I.4-12. Représentation du rapport $(H/H_0)^2$ en fonction de l'inverse de la profondeur $(1/h)$ du modèle Nix et Gao appliqué à des cristaux d'étain [77].

Comme on pouvait s'y attendre lorsque la relation de Nix et Gao est applicable, les droites forment un fuseau de droites qui se coupent en 1 sur l'axe des abscisses. Si on regarde les valeurs des paramètres H_0 et h^* rassemblés dans cette figure, on s'aperçoit que les valeurs de h^* sont sensiblement les mêmes ou, en tous cas, n'évoluent pas dans le même sens que la dureté vraie H_0 .

Par contre, si on représente le carré de la dureté H^2 en fonction de l'inverse de la profondeur d'empreinte (**Figure I.4-13**), on remarque que les droites sont sensiblement parallèles ce qui peut amener, peut-être, les auteurs à une discussion intéressante sur le comportement sous indentation de ce type de matériau.

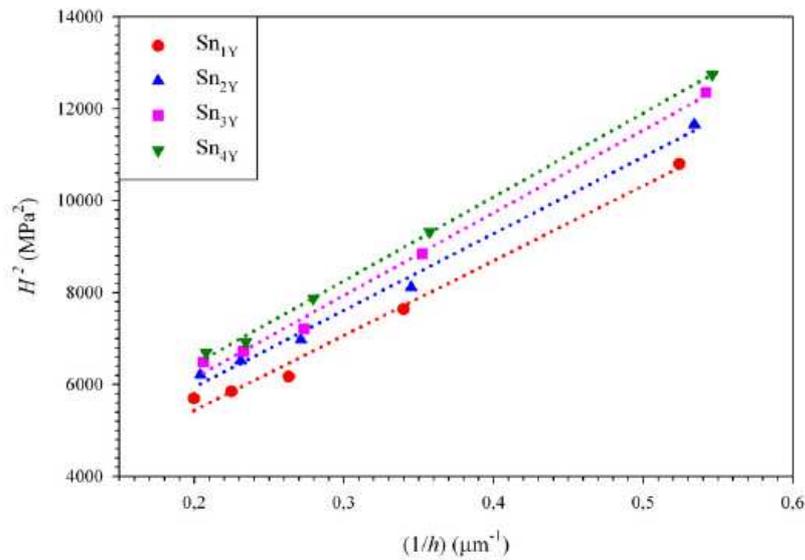


Figure I.4-13. Représentation du carré de la dureté H^2 en fonction de l'inverse de la profondeur ($1/h$) du modèle Nix et Gao appliqué aux cristaux d'étain [77].

En s'appuyant sur les travaux originaux de Nix et Gao [91], Chong et Lam [99, 100] proposent une autre formulation qui diffère par la manière dont sont séparées les dislocations géométriquement nécessaires pour accommoder la déformation et les dislocations statistiquement stockées dans le volume considéré. Ainsi, ces auteurs reprennent la relation (1.36) et la réécrivent en n'écrivant plus la racine carrée de la somme des densités de dislocations mais la somme des racines carrées de la manière suivante :

$$H = 3\sqrt{3} \cdot \alpha \cdot G \cdot b \cdot \left(\sqrt{\rho_{GNDs}} + \sqrt{\rho_{SSDs}} \right) \quad (\text{I.40})$$

Pour exprimer la dureté, il suffit de reprendre la démarche adoptée par Nix et Gao. De cette manière, Chong et Lam [99, 100] aboutissent à une expression similaire à la relation (I.39) :

$$\frac{H}{H_0} = 1 + \sqrt{\frac{h^*}{h}} \quad (\text{I.41})$$

Ne trouvant pas une représentation adéquate de leurs points expérimentaux par la relation de Nix et Gao (I.39) ou par la relation de Chong et Lam (I.41), Abu Al-Rub et Voyiadjis [101] introduisent un exposant β qui permet au modèle de varier entre le modèle de Nix et Gao et celui de Chong et Lam selon la valeur de cet exposant :

$$\left(\frac{H}{H_0} \right)^\beta = 1 + \left(\frac{h^*}{h} \right)^{\beta/2} \quad (\text{I.42})$$

En effet, lorsque l'exposant β prend la valeur de 1, la relation (I.42) est équivalente à la relation (I.41) du modèle de Chong et Lam alors qu'une valeur de 2 pour l'exposant permet d'écrire la relation (I.39) de Nix et Gao. On peut toutefois présenter deux critiques au modèle d'Abu Al-Rub et Voyiadjis [101]. La première est que les auteurs introduisent un coefficient de lissage que seule l'expérience permet de trouver ce qui enlève le caractère prédictif des modèles originaux. Le second point qui peut être plus gênant est que le lissage des points expérimentaux obtenus dans certaines conditions d'obtention ou de préparation des échantillons peut conduire à une valeur de l'exposant β qui sort de la fourchette 1 – 2 qui positionne naturellement ce modèle entre ceux de Nix et Gao [91] et de Chong et Lam [99]. Pour cette raison, nous ne sommes pas favorables à l'utilisation du modèle d'Abu Al-Rub et Voyiadjis [101]. Pour prendre en compte la diagonale de l'empreinte à la place de la profondeur ou encore des contraintes de surface, Qiu *et al.* [102] ont ajouté un terme aux relations (I.39) et (I.41) que Zhang et Xu [103, 104] ont exprimé proportionnellement en fonction de l'inverse de la profondeur d'empreinte. Ces modèles ne seront pas repris dans la suite.

Comme nous venons de le voir, de nombreux modèles descriptifs ou prédictifs permettent de prendre en compte l'effet de la taille en indentation. Qu'ils s'appuient ou non sur des théories physiquement bien fondées, la plupart de ces modèles permettent de bien représenter l'évolution des points expérimentaux alors que les modèles sont mathématiquement très différents. C'est pourquoi leurs utilisations doivent être faites avec prudence. D'autre part, tous les phénomènes qui perturbent la surface des matériaux peuvent masquer le phénomène physique lié à la seule compatibilité des déformations. Donc une des attentions particulières à porter à la préparation des échantillons est le polissage qui, selon le grain du papier utilisé, peut introduire un écrouissage superficiel qui va contribuer au processus de déformation plastique par indentation. En fonction de la charge appliquée, ou de l'échelle d'indentation, il faudra également faire très attention à la rugosité de surface.

4.4.- Influence de la forme de l'indenteur sur l'effet de taille

La notion de dislocations géométriquement nécessaires pour accommoder la déformation plastique pendant l'indentation a été introduite pour expliquer l'effet de taille de l'entaille observé avec diverses formes de l'indenteur. Dans le modèle sur le gradient de plasticité, Nix et Gao [91] supposent que la déformation plastique sous la surface est accompagnée par la génération de boucles de dislocation, lesquelles sont contenues dans

un volume approximativement hémisphérique sous la région en contact, comme il est schématiquement montré sur la **Figure I.4-14a**. C'est ce volume dans lequel sont localisées les dislocations qui va dépendre de la forme de l'indenteur.

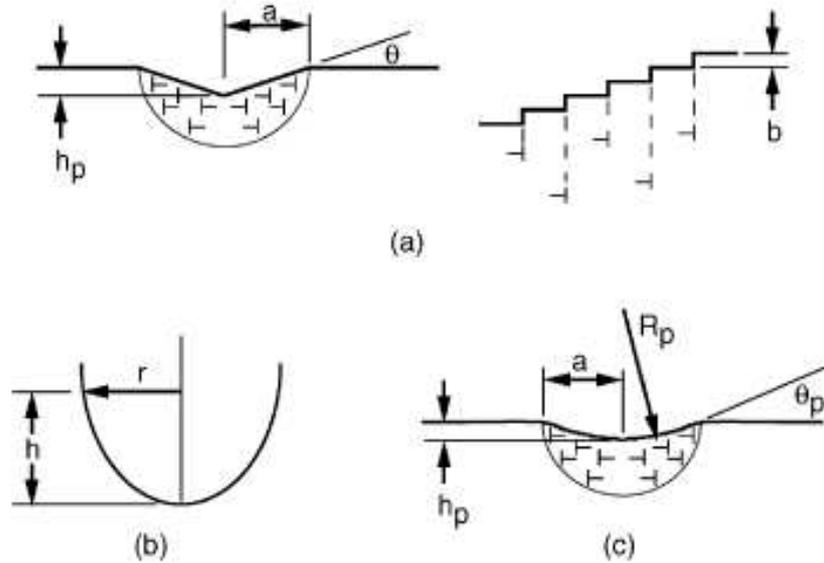


Figure I.4-14 (a) Modèle de dislocations géométriquement nécessaires pour un indenteur conique, (b) profil général d'un indenteur et (c) indenteur bille de rayon R_p [105].

Reprenons donc le modèle de Nix et Gao qui repose sur une forme conique de l'indenteur, ou qui peut être assimilée à un cône dans le cas des indenteurs de forme pyramidale. Ainsi, dans ces conditions, la déformation est semblable et l'angle de la surface indentée (θ) est constant quelque soit la profondeur indentée, tel que $\tan\theta = h_p/a$. La grandeur h_p est la profondeur plastique résiduelle, et a le rayon du contact mesuré dans le plan de la surface de l'échantillon. Le nombre de boucles géométriques nécessaires pour la dislocation est h_p/b , où b est le vecteur de Burgers. En intégrant sur le rayon, de 0 à a , on obtient la longueur totale des boucles de dislocation par la relation $\lambda = \pi \cdot h_p \cdot a/b$. C'est de là que Nix et Gao expriment la densité de dislocations GNDs distribuées de manière approximativement uniforme dans un volume hémisphérique $V=2\pi a^3/3$:

$$\rho_G = \frac{\lambda}{V} = \frac{3}{2bh_p} \tan^2 \theta \quad (I.43)$$

Le modèle de Nix et Gao a été étendu au cas d'un indenteur ayant un profil axisymétrique lisse de telle sorte qu'on puisse écrire $h = A \cdot r^n$ avec $n > 1$, où A est une constante et r varie entre 0 et a selon la profondeur d'indentation. Selon Nix et Gao, la

longueur totale des boucles de dislocation géométriquement nécessaires (λ) se calcule en intégrant le nombre de pas dans la surface indentée :

$$\lambda = \int_0^a \frac{2\pi r}{b} \left(\frac{dh}{dr} \right) dr = \frac{2\pi n A}{b(n+1)} a^{n+1} \quad (I.44)$$

où a est le rayon de contact et r est la variable d'intégration. Le résultat est obtenu en remplaçant h par son expression en fonction de r , soit $h = A.r^n$.

En supposant que les dislocations GNDs soient contenues dans le volume V tel que $V=2\pi a^3/3$, la densité moyenne des GNDs est :

$$\rho_{GNDs} = \frac{\lambda}{V} = \frac{3nA}{b(n+1)} a^{n-2} = \frac{3nA^{2/n}}{b(n+1)} h_p^{(1-2/n)} \quad (I.45)$$

avec $h_p = A.a^n$

Dans la suite, nous discutons de la valeur de ρ_G en fonction de la valeur de n .

- n = 1 :** A partir de la relation (I.45) et lorsqu'on étudie la valeur limite de la densité de dislocation lorsque n tend vers 1, la densité ρ_{GNDs} est proportionnelle à $1/h_p$ et la comparaison avec la relation (I.43) permet d'identifier la valeur de A ($A = \tan \theta$) pour valider le modèle de Nix et Gao.
- 1 < n < 2 :** Lorsque la valeur de n est comprise entre 1 et 2, la dureté augmente quand la profondeur diminue. Quand n augmente entre ces deux valeurs, l'accroissement de dureté sera moins prononcé.
- n = 2 :** Quand n est égal à 2, cela correspond à un indenteur parabolique que l'on peut assimiler à un indenteur bille pour les petites profondeurs. Dans ces conditions, la relation (I.45) conduit à une densité de dislocations ρ_G qui ne dépend pas de la profondeur h_p . Par conséquent, la dureté est constante.
- n > 2 :** Pour une géométrie de l'indenteur qui conduit à des valeurs de n supérieures à 2, la dureté diminue lorsque la profondeur d'indentation diminue du fait que la densité de dislocations augmente avec la profondeur.

L'augmentation de la résistance observée en microindentation peut être expliquée en discutant de la densité de dislocations géométriquement nécessaires pour accommoder la déformation [86], laquelle découle de la géométrie de la déformation et donc de l'indenteur. Parmi les indenteurs disponibles, on trouve principalement que la valeur de n est égale à 1 pour les indenteurs coniques et pyramidaux, que n est égal à 2 pour les indenteurs billes et enfin que n prend une valeur infinie pour les poinçons plats.

La dureté, mesurée avec un poinçon plat, peut varier suivant l'arrondi des bords du poinçon. Pour un indenteur bille (parabolique), il n'y a pas théoriquement de dépendance de la dureté avec la profondeur, mais la valeur de la dureté change avec le rayon de l'indenteur **[106]**. Le profil d'une impression résiduelle résultante d'une indentation par une bille est approximativement $h_p = a^2/2R_p$ (pour des valeurs de h très petites devant R_p), où a est le rayon de l'empreinte mesuré à la surface du matériau et R_p est le rayon de l'empreinte résiduelle mesuré dans une section de l'empreinte comme le montre la **figure I.4-14c**. A partir de la relation $h = A.r^n$ (avec $n = 2$ pour un indenteur sphérique), $h = h_p$ pour $r = a$ et la relation précédente entre h_p et a , il vient de suite que la constante A est égale à $1/2R_p$. La longueur des boucles de dislocations, λ , calculée à partir de la relation (I.44) devient donc :

$$\lambda = \frac{2\pi}{3b \cdot R_p} a^3 \quad (I.46)$$

La densité moyenne des (GNDs) est alors calculée à partir de la relation (I.45) dans laquelle le volume V est égal à $2\pi a^3/3$. Il vient donc :

$$\rho_{GNDs} = \frac{1}{b \cdot R_p} \quad (I.47)$$

En reprenant la relation (I.37) pour exprimer la dureté, on peut écrire pour un indenteur bille :

$$H = H_0 \cdot \sqrt{1 + \frac{\rho_{GNDs}}{\rho_{SSDs}}} = H_0 \cdot \sqrt{1 + \frac{1}{b \cdot \rho_{SSDs}} \cdot \frac{1}{R_p}} \quad (I.48)$$

dans laquelle la longueur caractéristique du matériau, R^* , peut s'écrire en fonction du vecteur de Burgers et de la densité de dislocations ρ_{SSDs} de la manière suivante :

$$R^* = \frac{1}{b \cdot \rho_{SSDs}} \quad (I.49)$$

Dans ces conditions, l'expression générale de la dureté fournie par Swadener *et al.* **[106]** prend une forme similaire à celle donnée par Nix et Gao :

$$H = H_0 \sqrt{1 + \frac{R^*}{R_p}} \quad (I.50)$$

où $H_0 = 3\sqrt{3} \cdot \alpha \cdot G \cdot b \cdot \sqrt{\rho_{SSDs}}$ est la dureté également définie dans le modèle de Nix et Gao.

Par conséquent, pour les indentations avec une bille, le rayon de l'empreinte est préféré à la profondeur de pénétration pour analyser l'effet de taille en indentation. Un des avantages de la formulation sphérique sur la formulation conique est que le paramètre R^* est uniquement écrit en termes de constantes liées au matériau alors que la formulation conique inclut un terme géométrique, $\tan\theta$. A titre d'illustration, la **figure I.4-15** représente l'effet de la profondeur sur la dureté pour des indenteurs conique et bille.

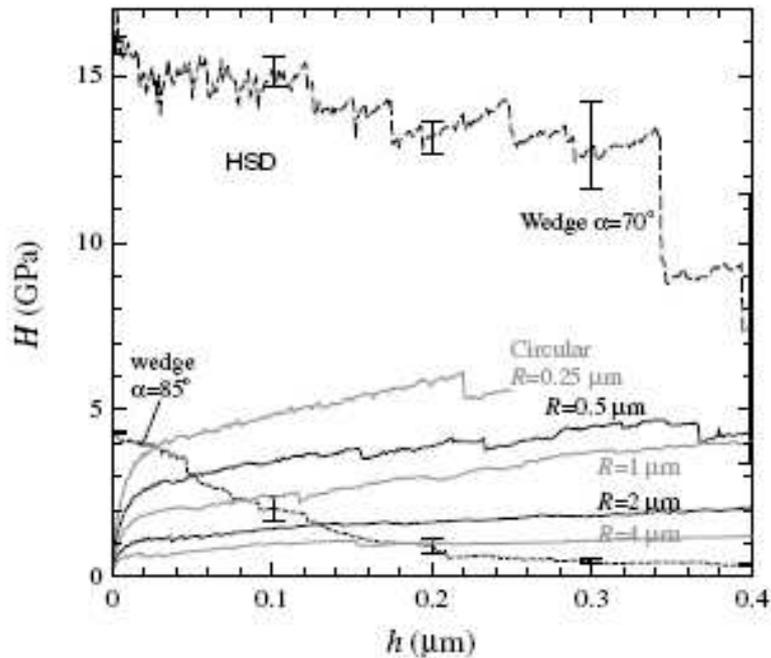


Figure I.4-15. Dureté, H , en fonction de la profondeur d'indentation, h , pour des indenteurs de types conique et bille. Les résultats obtenus pour un indenteur conique sont montrés à titre d'exemple avec un demi-angle au sommet de 70° et 85° [107].

Sur cette figure, on peut observer que pour un indenteur conique avec un demi-angle au sommet de 70° , la dureté diminue lorsque la profondeur d'indentation augmente, ce qui traduit bien l'effet de taille en indentation. Les résultats obtenus avec un indenteur conique ayant un demi-angle au sommet plus élevé, 85° , montrent que la valeur de la dureté est environ trois fois plus petite à profondeur d'indentation égale. Ceci montre à l'évidence la sensibilité de l'indentation à l'angle de la pointe de l'indenteur. Remarquons également que la décroissance de la dureté pour les profondeurs faibles est plus rapide et que la dureté semble devenir constante pour une valeur donnée de la profondeur d'indentation.

Dans le cas des indentateurs de type sphérique, la dureté augmente avec la profondeur au contraire de l'indentation conique. Cet accroissement de dureté est rapide pour les faibles valeurs de profondeur d'indentation correspondant principalement à la déformation élastique. À des profondeurs d'indentation plus élevées et pour des indentateurs ayant un rayon d'indentation plus grand, la dureté est rendue moins sensible à la profondeur d'indentation. Par conséquent, lorsque la déformation plastique se produit, la dureté n'augmente plus avec l'augmentation de la profondeur. Pour une profondeur d'indentation donnée, la **figure I.4-16** illustre mieux la diminution de la dureté lorsque le rayon de l'indenteur augmente. Par conséquent, l'effet de taille en indentation va dépendre de la taille de l'indenteur utilisé.

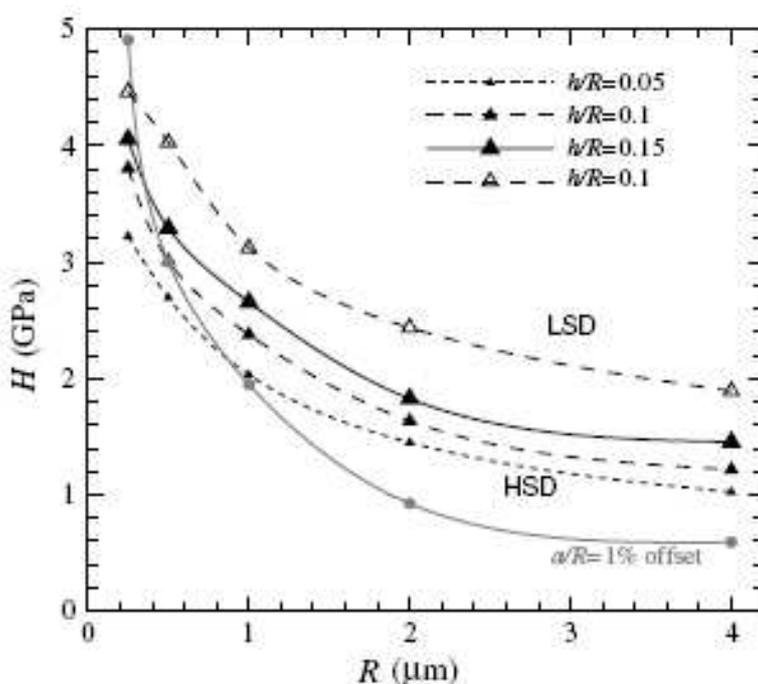


Figure I.4-16. Dépendance de la dureté avec le rayon de l'indenteur bille pour des valeurs fixes du rapport h/R [107].

En résumé, dans le cas d'un indenteur conique, l'échelle de longueur caractéristique est la profondeur d'indentation. Comme on peut le voir sur la **figure I.4-16**, la relation de la dureté en fonction de la profondeur est une fonction décroissante. Avec un indenteur bille, il y a deux échelles de longueur caractéristique, soit la profondeur, soit le rayon de l'empreinte. Toutefois, puisque la dureté calculée avec un indenteur bille ne varie pas beaucoup avec la profondeur, excepté pour des valeurs très petites de la profondeur pour lesquelles la plasticité ne s'est pas encore produite, l'effet de la taille va être montré au travers de la dépendance de la dureté avec le rayon de l'indenteur.

5.- Le fluage par indentation.

5.1.- Généralités

Les essais d'indentation sont utilisés initialement pour mesurer la dureté des matériaux. Le développement relativement récent des appareils d'indentation instrumentée, que ce soit aux niveaux des chargements très petits comme la nanoindentation, ou plus élevés comme la microindentation, a permis d'explorer d'autres champs d'investigation. C'est ainsi que des modèles ont été développés pour accéder au module d'élasticité du matériau. Mais les nombreuses possibilités d'application de la charge, cyclique ou non, avec des temps de maintien ou non à la charge maximum, avec des vitesses de chargement et de déchargement plus ou moins élevées font de cet outil un instrument qui est de plus en plus utilisé pour mesurer d'autres propriétés mécaniques superficielles des matériaux, en autorisant en plus des mesures aux différentes échelles de mesure, nano et microindentation. L'essai d'indentation instrumentée peut donc aussi être utilisé pour obtenir des données de fluage ou au moins obtenir des renseignements sur le comportement visco-élastoplastique des matériaux. Ceci peut s'avérer très intéressant vu la durée extrêmement importante des essais classiques de fluage ou aussi dans le cas où l'on souhaite déterminer le comportement de particules de petite taille noyées dans une matrice ou alors de la zone d'un matériau très localisée.

La méthode pour accéder à ces propriétés par indentation consiste à étudier la manière dont pénètre l'indenteur dans le matériau lorsque celui-ci est maintenu avec une charge constante à la surface du matériau. Cet essai de fluage par indentation peut être réalisé de deux manières : (i) La vitesse de chargement est constante (CRL) mais elle peut changer d'un essai à l'autre et (ii) La vitesse de chargement change en cours de l'essai (LRC) et les résultats de l'essai dépendent de la vitesse (RDT) **[108]**.

Dans des conditions de chargement où la charge est maintenue constante, de nombreux matériaux comme les métaux montrent une sensibilité au fluage qui se manifeste souvent par une horizontale à la charge maximale. Dans quelques cas, tout au début du déchargement, le palier de fluage modifie la forme de la courbe et, de ce fait, rend impossible les calculs de dureté et du module d'élasticité du matériau. En effet, on observe parfois à un effet appelé « bowing out » qui traduit le fait que l'indenteur continue de s'enfoncer alors que la charge appliquée diminue **[109]**.

Pour mener à bien ces études de fluage par indentation, il existe deux approches qui se différencient par les conditions d'application de l'indenteur. La première consiste en l'application d'un déplacement oscillatoire ou d'une force, dans laquelle la fonction de transfert entre la charge et le déplacement fournit une méthode pour calculer l'emmagasinement et le module de perte de matériau. Dans la seconde approche, l'application de la charge d'indentation ou du déplacement donnés permet de calculer les propriétés visco-élastoplastiques du matériau, respectivement par la mesure de la profondeur dans le cas de l'étude du fluage ou par la mesure de la force en fonction du temps dans le cas de la relaxation. Dans un essai de nanoindentation, le fluage et la déformation plastique doivent être considérés séparément. En effet, la plasticité est généralement considérée comme un phénomène instantané, bien que dans la pratique, elle peut nécessiter un certain temps pour se produire. Au contraire, le fluage se produit dans le temps avec une partie de déformation élastique qui résulte de la diffusion et du mouvement des atomes et une partie plastique liée au mouvement des dislocations. Ces phénomènes résultent de l'application de la charge par indentation généralement à température ambiante. Mais le comportement au fluage est bien évidemment reconnu pour être très sensible à la température du fait que ces phénomènes sont amplifiés par une augmentation de température. De manière générale et si on ne tient pas compte de l'apparition éventuelle de fissures autour de l'empreinte, les déformations permanentes dans le matériau dues à la charge d'indentation sont analysées comme une combinaison de plasticité instantanée, qui ne dépend pas du temps, et du fluage qui est dépendant de temps.

Le comportement d'un matériau qui subit une déformation élastique et une déformation plastique indépendantes du temps est appelé élastoplastique. Un matériau qui se déforme élastiquement, qui montre un comportement en fonction du temps à la charge maximale mais qui retrouve, quelque soit la durée d'application de la charge, une profondeur d'empreinte résiduelle identique est appelé « viscoélastique ». A contrario, un matériau dans lequel la déformation plastique se produit en fonction du temps et que la profondeur maximale résultante dépend de la durée d'application de la charge est appelé « viscoplastique » [110]. Le terme fluage est souvent utilisé pour décrire une réponse retardée à un effort appliqué ou à une déformation appliquée, qui peut être le résultat d'une déformation viscoélastique ou d'une déformation viscoplastique. Dans un essai d'indentation instrumentée, la profondeur enregistrée à chaque accroissement de charge est généralement l'addition des propriétés élastiques et plastiques du matériau avec celles qui se produisent par fluage, les propriétés viscoélastiques ou viscoplastiques.

Les modifications des dimensions de l'empreinte d'indentation sont observables pendant un essai d'indentation [111-113]. Lorsqu'une charge constante est appliquée à la surface d'un matériau avec un indenteur adapté et pour une durée donnée, alors selon le comportement au fluage du matériau, la déformation va continuer d'avoir lieu et l'indenteur va poursuivre son enfoncement. La variation de la taille de l'indentation, qu'elle soit exprimée comme un changement de diamètre pour un essai avec un indenteur bille (Essai Brinell) ou un changement de longueur de la diagonale d'empreinte (Essai Vickers), est enregistrée en fonction du temps. Par conséquent, cet essai de fluage par indentation ne dure que quelques secondes et peut être considéré comme une technique rapide, simple et non destructive pour étudier le comportement mécanique des matériaux [114, 115]. La **figure I.5-1** montre l'allure schématique d'une courbe charge – déplacement dans laquelle un essai de fluage à la charge d'indentation maximum a été réalisé.

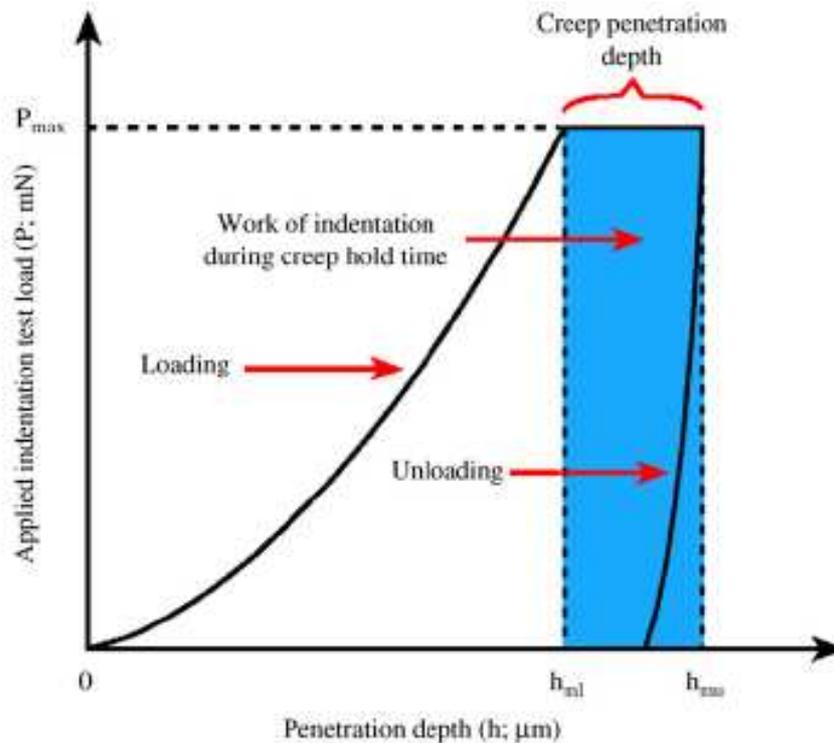


Figure I.5-1. Courbe schématique montrant la variation de la charge appliquée en fonction de la profondeur d'indentation et un maintien à la charge maximum correspondant à un essai de fluage par indentation [116].

Nous pouvons voir sur cette figure que la charge d'indentation appliquée augmente, selon une forme particulière, de zéro jusqu'à la valeur maximale de la charge, P_{\max} . Il est clair que si l'on change les conditions de chargement, en particulier la vitesse de chargement, le comportement à la charge maximum devrait en être modifiée du fait que pendant cette phase de chargement, le réseau de dislocations est modifié et que cette modification va dépendre du temps et donc de la vitesse. Toutefois, la déformation par fluage n'est généralement étudiée que pendant le temps de maintien. Pendant cette période, la profondeur augmente à partir de la profondeur d'indentation, h_{ml} , atteinte à la fin du chargement, jusqu'à la profondeur atteinte juste avant la phase de déchargement, h_{mu} . La **figure I.5-2** montre un exemple de courbes de déplacement en fonction du temps obtenues par Huang *et al.* [117] sur un verre en utilisant différentes vitesses de chargement.

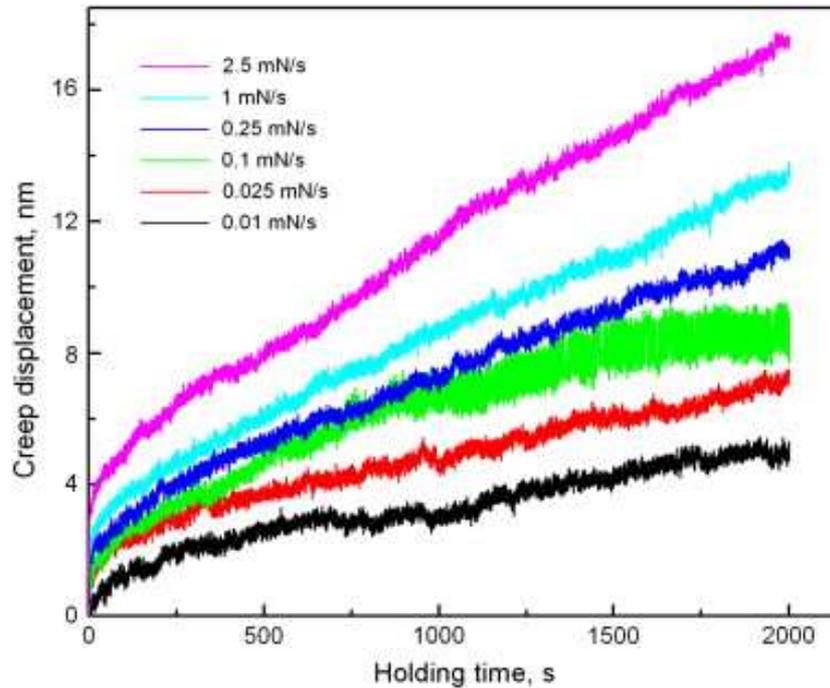


Figure I.5-2. Déplacement en fonction du temps de maintien dû au fluage du verre obtenu par indentation utilisant différentes vitesses de chargement [117].

Pour analyser les variations observées par exemple sur la **figure I.5-2**, la bibliographie révèle deux approches, une est basée sur les lois classiques du fluage utilisant des lois puissances et l'autre est basée sur l'association d'éléments rhéologiques élémentaires. Ces éléments sont principalement le ressort qui traduit l'élasticité du matériau et l'amortisseur pour traduire la viscosité du matériau.

5.2.- Lois descriptives

Pour ce qui concerne les lois puissances, le comportement mécanique des matériaux métalliques à des températures telles que le rapport T/T_f (où T_f est la température de fusion) soit supérieur à 0,5 peut être représenté par ce type de lois dans une large gamme de vitesses de déformation [111, 118-120]. De manière générale, dans le cas d'un fluage dit en régime stable, c'est-à-dire lorsque la déformation varie linéairement en fonction du temps ou encore que la vitesse de déformation est constante pour une contrainte appliquée donnée, la relation entre la vitesse de déformation, $\dot{\epsilon}$, et la contrainte de fluage, σ , à température constante peut être exprimée par :

$$\dot{\epsilon} = K_1 \cdot \sigma^m \quad (\text{I.51})$$

où K_1 et m sont des constantes qui dépendent du matériau étudié.

Dans un essai d'indentation, la charge F appliquée à l'indenteur est reliée à l'aire d'indentation projetée A , par la pression d'indentation qui est donnée par la relation $H=F/A$. Cela crée un champ de contraintes sous l'indenteur. En condition d'équilibre, chaque élément de contrainte dans le matériau est proportionnel au rapport F/A . De cette manière, la contrainte appliquée en chaque point sous l'indenteur est donnée par la relation :

$$\sigma = K_2 \cdot \frac{F}{h^2} \quad (I.52)$$

où K_2 est une constante et h la profondeur de l'empreinte d'indentation.

En introduisant la relation (I.52) dans la relation (I.51), on peut écrire :

$$\dot{\varepsilon} = K_3 \cdot \left(\frac{F}{h^2} \right)^m \quad (I.53)$$

avec $K_3 = B \cdot K_2^m$

Dans l'essai d'indentation, les déformations ne sont pas uniformes. Cependant, des résultats expérimentaux montrent que le comportement en dureté corrobore l'hypothèse qu'il existe une déformation représentative qui est simplement une fonction linéaire de la diagonale d'empreinte **[50]** qui peut être étendue à une fonction linéaire avec la profondeur d'empreinte. Ainsi, à n'importe quelle étape du processus d'indentation, on peut écrire :

$$\dot{\varepsilon} = K_4' \cdot \dot{d} = K_4 \cdot \dot{h} \quad (I.54)$$

où \dot{d} ou \dot{h} sont des vitesses de déplacement exprimées en fonction de la diagonale d'empreinte ou en fonction de la profondeur d'empreinte. K_4' et K_4 sont des constantes liées à la nature du matériau.

En combinant les relations (I.53) et (I.54), on peut écrire une équation différentielle en fonction de la variable profondeur comme suit :

$$\dot{h} = \frac{K_3}{K_4} \cdot \left(\frac{F}{h^2} \right)^m \quad (I.55)$$

L'intégration de cette équation différentielle conduit à l'expression suivante :

$$h^{(2m+1)} = \frac{K_3}{K_4} \cdot (2m+1) \cdot F^m \cdot t + K_5 \quad (I.56)$$

où K_5 est une constante d'intégration qui dépend des conditions aux limites.

Ainsi la profondeur varie en fonction du temps selon une loi puissance qui prend la forme :

$$h = \left(\frac{K_3}{K_4} \cdot (2m+1) \cdot F^m \cdot t + K_5 \right)^{1/(2m+1)} \quad (\text{I.57})$$

Dans son article de 2005, Mahmudi et Rezaee-Bazzaz [120] partent de cette relation pour écrire, de manière sans doute trop rapide car erronée, une relation simplifiée de la forme :

$$h = A \cdot t^b + K \quad (\text{I.58})$$

dans laquelle K est une constante, A est une constante qui dépend de la température et de la charge appliquée et b est l'exposant du temps relié à la valeur de l'exposant m de l'équation I.57.

Ainsi, pour ces auteurs, il est possible d'étudier le comportement au fluage du matériau principalement au travers des valeurs de A et de b qui doivent être uniquement dépendantes du matériau et de la charge appliquée. Remarquons que l'exposant b est relié à l'exposant de la contrainte m . Dans ces conditions, Langdon [121] a trouvé que des valeurs de m voisines de 1 étaient associées à un fluage par diffusion. Pour Walser et Sherby [122], lorsque la valeur de m est proche de 2, le fluage se traduit par un glissement au niveau des joints de grain. Pour des valeurs de m comprises entre 4 et 6, Uzun [25] attribue le fluage à la montée des dislocations. De manière plus générale, De La Torre [114] dit que pour des valeurs de m supérieures à 6 alors les mécanismes associés au fluage sont liés au mouvement des dislocations. Il est bien évident que ces différents mécanismes ne sont pas dissociables. Mais pour une valeur de m voisine de 12, il est généralement admis que le fluage par mouvement de dislocations est le mécanisme principal.

5.3.- Modèles rhéologiques

Pour ce qui concerne les modèles rhéologiques, Fischer-Cripps [123] propose principalement les trois montages montrés sur la **figure I.5-3**. Ces modèles s'appuient sur l'association de ressorts et d'amortisseurs proposée initialement par Voigt pour représenter un matériau viscoélastique et par Maxwell dont l'assemblage correspond à un matériau viscoélastique. Le troisième modèle qui est une combinaison des deux précédents est appelé modèle de Maxwell-Voigt.

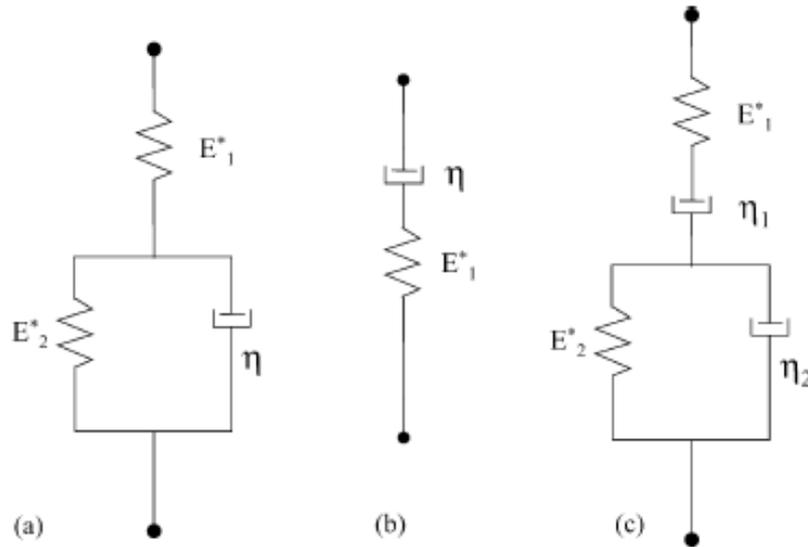


Figure I.5-3. Représentations de l'association de ressorts et d'amortisseurs. (a) Modèle de Voigt à trois éléments pour un matériau viscoélastique (élasticité ralentie), (b) Modèle de Maxwell pour un matériau viscoélastique (fluage stable) et (c) Modèle combiné de Maxwell-Voigt à quatre éléments [123].

Dans la **figure I.5-3**, E_1^* et E_2^* représentent les modules réduits et η le coefficient de viscosité.

Radok [124], et Lee et Radok [125] ont étudié le problème du contact viscoélastique en utilisant un principe de correspondance dans lequel les constantes élastiques dans les équations élastiques de contact sont remplacées par des opérateurs dépendants du temps [126]. Dans le cas d'un indenteur bille rigide en contact avec un matériau représenté par le modèle à trois éléments de Voigt (**Figure I.5-3**), et pour une charge stable appliquée P_0 , l'accroissement de la profondeur de pénétration en fonction du temps est la fonction complexe suivante :

$$h^{3/2}(t) = \frac{3}{4} \frac{P_0}{\sqrt{R}} \left[\frac{1}{E_1^*} + \frac{1}{E_2^*} \left(1 - e^{-tE_2^*/\eta} \right) \right] \quad (\text{I.59})$$

où R est le rayon de la bille.

On peut remarquer que l'équation (I.59) résulte d'un calcul considérant un indenteur rigide. Ainsi, le symbole E^* est la combinaison du module d'élasticité et du coefficient de Poisson du matériau ($E^* = E/(1-\nu^2)$). Il ne représente donc pas le module réduit de l'indenteur et du matériau que l'on a l'habitude de rencontrer dans l'analyse du déchargement en indentation instrumentée [123].

Dans le cas d'un indenteur conique, on peut adopter la même approche avec le modèle de Voigt. Dans ce cas, on obtient la relation suivante :

$$h^2(t) = \frac{\pi}{2} P_0 \cot \alpha \left[\frac{I}{E_1^*} + \frac{1}{E_2^*} \left(1 - e^{-t E_2^* / \eta} \right) \right] \quad (\text{I.60})$$

Le terme entre crochets des relations (I.59) et (I.60) représente la réponse temps-déplacement du modèle mécanique résultant d'un accroissement pas à pas de la charge. L'application de la charge conduit à un déplacement élastique initial (à $t=0$) suivi par un accroissement en retard du déplacement jusqu'à une valeur maximale correspondant à un temps infini ($t=\infty$) comme le montre la **figure I.5-4**. Notons que sur cette figure, la fonction $f(h)$ représente soit $h^{3/2}$ dans le cas d'un indenteur sphérique ou h^2 dans le cas d'un indenteur conique.

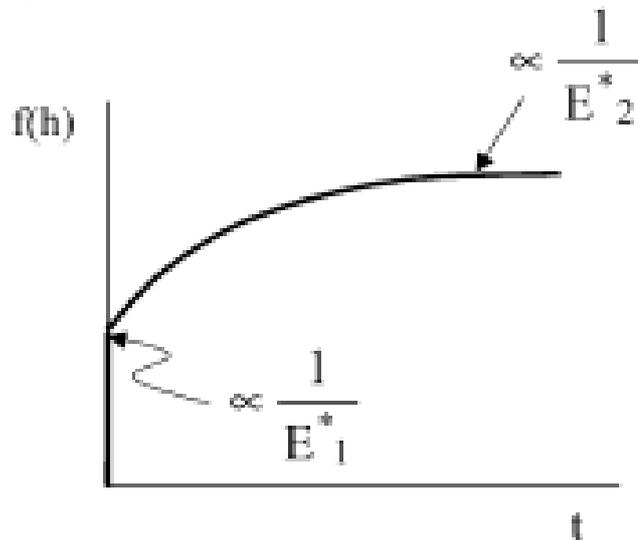


Figure I.5-4. Variation de la profondeur en fonction du temps dans le cas du modèle de Voigt [123].

Dans le cas du modèle Maxwell présenté sur la **Figure I.5-3** et appliqué au cas d'une indentation par bille ou par un cône, on aboutit respectivement aux relations (I.61) et (I.62) :

$$h^{3/2}(t) = \frac{3}{4} \frac{P_0}{\sqrt{R}} \left[\frac{I}{E_1^*} + \frac{1}{\eta} t \right] \quad (\text{I.61})$$

$$h^2(t) = \frac{\pi}{2} P_0 \cot \alpha \left[\frac{I}{E_1^*} + \frac{1}{\eta} t \right] \quad (\text{I.62})$$

Dans ces cas là, la représentation de la fonction liée à la profondeur, relative à une puissance 3/2 ou à une puissance 2, est linéaire comme le montre schématiquement la **figure I.5-5**.

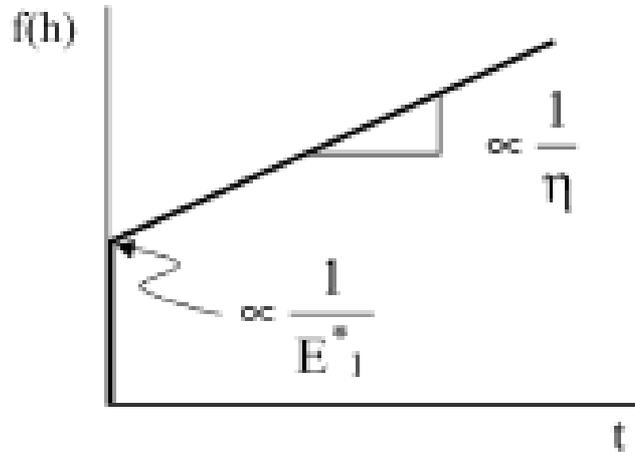


Figure I.5-5. Variation de la profondeur en fonction du temps dans le cas du modèle Maxwell [123].

De manière générale, le fait de rajouter des éléments introduit des inconnues supplémentaires. Par conséquent, il sera plus facile de représenter l'évolution des points expérimentaux. La conséquence aussi est que les fonctions représentatives de la dépendance de la profondeur avec le temps sont plus complexes. Ainsi le modèle combiné de Maxwell-Voigt présenté sur la **Figure I.5-3** et appliqué au cas d'une indentation par bille ou par un cône, aboutit respectivement aux relations (I.63) et (I.64) :

$$h^{3/2}(t) = \frac{3}{4} \frac{P_0}{\sqrt{R}} \left[\frac{1}{E_1^*} + \frac{1}{E_2^*} \left(1 - e^{-tE_2^*/\eta_2} \right) + \frac{1}{\eta_1} t \right] \quad (\text{I.63})$$

$$h^2(t) = \frac{\pi}{2} P_0 \cot \alpha \left[\frac{1}{E_1^*} + \frac{1}{E_2^*} \left(1 - e^{-tE_2^*/\eta_2} \right) + \frac{1}{\eta_1} t \right] \quad (\text{I.64})$$

Chicot et Mercier [52] ont appliqué ces relations à l'étude du comportement au fluage par indentation d'un matériau métallique. Le lissage des points expérimentaux par les relations (I.62) et (I.64) conduisent à des valeurs des modules réduits qui ne sont pas directement reliées aux propriétés du matériau étudié et de l'indenteur. C'est pourquoi les auteurs ont proposés une autre approche qui s'affranchit de l'histoire du chargement du matériau. En d'autres termes, les ressorts montés en série sur la **figure I.5-3** ont été

supprimés. Les montages rhéologiques employés par Chicot et Mercier [52] sont donc ceux présentés sur la **figure I.5-6**.

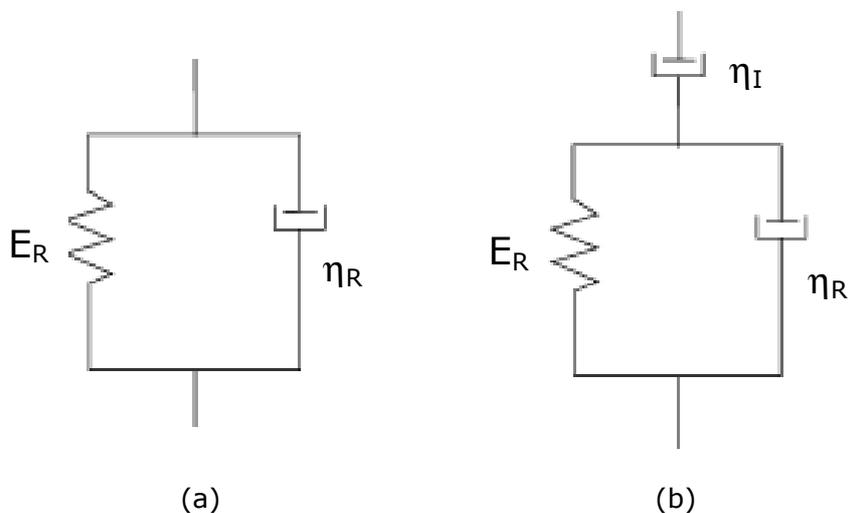


Figure I.5-6. Modèles rhéologiques à deux éléments (a) et à trois éléments (b) utilisés par Chicot et Mercier [52] pour décrire le comportement au fluage par indentation.

Pour appliquer ces modèles et ne pas tenir compte du chargement, il est nécessaire de considérer le début du palier à la charge maximale comme étant le point origine, c'est-à-dire à $t = 0$ s. Pour la fonction $f(h)$, les auteurs considèrent la variation relative de profondeur à partir de la profondeur d'indentation dépendante du temps ($h(t)$) et de la profondeur, h_0 , atteinte à la fin du chargement. Dans ces conditions pour un indenteur conique, les auteurs proposent les deux relations suivantes selon qu'il s'agisse du montage à 2 éléments, relation (I.65), ou du montage à 3 éléments, relation (I.66) :

$$\frac{h(t) - h_0}{h_0} = \frac{P_{\max}}{26.43 \cdot C \cdot h_0^2} \cdot \left[\frac{1}{E_R} \left(1 - \exp \left[-t \frac{E_R}{\eta_R} \right] \right) \right] \quad (\text{I.65})$$

$$\frac{h(t) - h_0}{h_0} = \frac{P_{\max}}{26.43 \cdot C \cdot h_0^2} \cdot \left[\frac{1}{E_R} \left(1 - \exp \left[-t \frac{E_R}{\eta_R} \right] \right) + \frac{1}{\eta_I} t \right] \quad (\text{I.66})$$

Dans ces relations, P_{\max} est la charge appliquée durant le temps t , C est la constante de Tabor qui relie la dureté à la contrainte d'écoulement et qui vaut généralement 3. E_R est le module d'élasticité réduit du matériau, η_R et η_I sont les coefficients de viscosité respectivement relatifs au matériau et à l'instrument. Dans leur étude, Chicot et Mercier [52] trouve par lissage une valeur de C proche de 3 en accord avec la valeur donnée par Tabor.

5.4.- Précautions d'emploi

Il faut garder en mémoire que les relations (I.59) à (I.64) prennent en compte la phase de chargement alors que les relations (I.65) et (I.66) s'affranchissent de l'histoire d'indentation du matériau. D'un point de vue expérimental pour appliquer ces modèles, il suffit de lisser les points expérimentaux de la profondeur en fonction du temps par les différentes relations pour remonter aux valeurs des modules d'élasticité et des coefficients de viscosité. Mais pour l'application des différents modèles rhéologiques, on doit être capable, au préalable, de distinguer le comportement viscoélastique du viscoplastique. Les modèles présentés ici sont en effet particulièrement appropriés pour une déformation viscoélastique même s'ils sont capables de fournir quelques informations sur la déformation viscoplastique [123]. En tout état de cause pour être applicables, la courbe de pénétration en fonction du temps résultant de l'application d'une charge constante doit ressembler soit à la **figure I.5-4**, soit à la **figure I.5-5**.

D'autre part, quelques phénomènes indésirables peuvent venir perturber la mesure des propriétés visco-élastoplastiques et du module d'élasticité. Il s'agit en particulier des déformations autour de l'empreinte qui ne sont pas toujours prises en compte comme l'émergence de bourrelets de déformation le long des arêtes de l'empreinte ou encore la déflexion des faces de l'empreinte à l'intérieur de celles-ci. On peut aussi rencontrer l'effet de « bowing-out » qui traduit un bombement de la courbe au déchargement dans les premiers instants du déchargement. On constate aussi un effet de la forme de l'indenteur sur l'analyse du comportement au fluage et des valeurs du module d'élasticité :

i) Effet des déformations autour de l'empreinte.

Dans les essais d'indentation instrumentée, la formation de bourrelets de déformation conduit à ce que le matériau apparaisse plus dur et plus rigide du fait que les techniques d'analyse conventionnelles ne les prennent pas en compte. Dans ces conditions pour un matériau hautement élastique, une analyse du fluage utilisant un chargement incrémental va probablement fournir un ordre de grandeur des valeurs du module d'élasticité, E_1^* . Dans le cas extrême de matériaux très rigides, comme par exemple de la silice fondue, l'analyse du comportement en fluage par indentation peut être particulièrement utile dans la détermination d'une donnée quantitative sur la nature de la déformation en fonction du temps sous des pressions de contact extrêmement élevées qui seraient habituellement inaccessibles avec des essais conventionnels de traction où la rupture de l'échantillon se produit avant la déformation plastique [123].

ii) Effet du nez (bowing out) de la courbe au déchargement :

En nanoindentation, on considère généralement les déformations élastiques et plastiques instantanées et les équations élastiques du contact sont appliquées aux données issues du déchargement pour trouver la taille de l'empreinte dans des conditions qui sont donc élastoplastiques. Si une réponse viscoélastique ou viscoplastique comme le fluage est observée, alors cette analyse au déchargement devient invalide. En effet dans certains cas extrêmes, la courbe au déchargement présente une pente négative ce qui bien évidemment n'a pas de sens physique pour calculer le module réduit puisque celui-ci serait négatif. Les auteurs appellent ce phénomène « bowing out ». Il traduit le fait que l'indenteur continue de s'enfoncer quand la charge diminue [109, 127]. Des travaux sur ce phénomène montrent l'effet du fluage (palier à la charge maximum) sur les valeurs de module d'élasticité et de dureté obtenus par une analyse conventionnelle de la réponse au déchargement [109, 128]. La conclusion est que pour des matériaux qui montrent un effet du fluage pendant un essai d'indentation, le module d'élasticité calculé à partir de la décharge n'est pas fiable si la période de maintien à la charge maximale est trop faible due à ce phénomène de bowing out. C'est pourquoi une durée minimum est recommandée, généralement on considère 15 secondes dans la plupart des essais. Cependant on doit être vigilant sur l'importance de ce phénomène surtout lorsqu'on applique des conditions d'indentation cycliques pour obtenir ce qui est communément appelé un module d'élasticité dynamique pour lequel aucun temps de maintien n'est appliqué avant la micro-décharge.

Chudoba et Richter [109] ont, quant à eux, trouvé que la période de maintien à la charge maximale doit être assez longue pour que la vitesse du fluage atteigne une valeur telle que l'augmentation de profondeur en 1 minute soit plus petite que 1 % de la profondeur d'indentation. Selon ces auteurs, pour des temps de maintien assez longs, les données au déchargement, en particulier la valeur de rigidité, dP/dh (pente à la décharge), ne sont plus influencées par le fluage. Feng et Ngan [127] aboutissent à une conclusion similaire. Ils ont toutefois montré comment la valeur de dP/dh peut être obtenue en utilisant des périodes de maintien plus courtes en corrigeant la pente à la décharge avec un facteur qui dépend de la vitesse du fluage et de la vitesse de déchargement.

iii) Effet de la forme de l'indenteur :

En pratique, sans revenir sur l'étude du fluage par indentation, un maintien de la charge pendant une durée donnée sur des matériaux élastoplastiques peut conduire à une déformation plastique plus élevée que celle prévue par la théorie, particulièrement lorsqu'un indenteur conique est utilisé. Dans ces conditions, la valeur du module

d'élasticité résultant de l'analyse de la décharge peut être beaucoup plus faible que celui théorique du matériau. Par contre, Das *et al.* [129] soulignent qu'en utilisant un indenteur bille, l'analyse des propriétés viscoélastiques du matériau semble plus raisonnable. Ce point peut être vérifié en comparant les valeurs du module d'élasticité obtenues à partir d'une analyse conventionnelle de la courbe au déchargement et celles obtenues à partir des coefficients de lissage des courbes de fluage utilisés dans les relations I.59 à I.66 à partir d'essais d'indentation utilisant un indenteur conique et un indenteur sphérique.

5.5.- Conclusion

L'utilisation de modèles rhéologiques simples comme ceux montrés sur les **figures I.5-3** ou **I.5-6** permet de comparer le comportement au fluage des matériaux, mais elle reste limitée en termes de compréhension des mécanismes physiques qui se produisent pendant la déformation. Les relations mathématiques associées, relations I.59 à I.66, sont des équations élastiques dans lesquelles une variable temps a été introduite pour représenter le comportement du matériau semblable à celui d'un fluide visqueux. Ces modèles sont considérés sans réelle importance physique. Ils servent simplement à donner une certaine description quantitative des événements mécaniques. Le comportement d'un matériau en fonction du temps dépend souvent des caractéristiques de durcissement liées aux dislocations, lesquelles dépendent de variables microstructurales. Les lois constitutives [130] ont été proposées pour être appliquées à différents types de matériaux. Elles doivent être utilisées pour obtenir des informations supplémentaires sur le comportement global du matériau.

Chapitre 2

ANALYSE

1.- Facteur d'échelle en indentation

1.1.- Généralités.

En indentation, il est bien connu que la valeur de la dureté dépend de la charge appliquée. Ce phénomène, connu sous le nom d' "Indentation Size Effect" (ISE), 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 [24]. De nombreuses relations datant de 1885 à nos jours ont été proposées pour décrire cette dépendance de la dureté avec la charge. Plus récemment, Ma et Clarke [69] et Nix et Gao [91] ont introduit le concept du gradient de déformation plastique (Strain Gradient Plasticity - SGP) basé sur la théorie des dislocations de Taylor. Plus précisément, Nix et Gao [91] ont montré que le comportement en dureté de matériaux cristallins peut être bien représenté en utilisant le concept des dislocations géométriquement nécessaires (GND) pour accommoder la déformation plastique. Pour un polymère, Lam et Chong [100] décrivent la variation de dureté à partir de la théorie SGP qui diffère de celle de Nix et Gao [91] dans la manière dont sont séparées les dislocations dans le processus global de déformation. Abu Al-Rub et Voyiadjis [101] ont, pour leur part, développé une relation analogue faisant intervenir un exposant qui peut varier entre 1 et 2 représentant ainsi respectivement la relation de Lam et Chong [100] et celle de Nix et Gao [91].

Parmi tous ces modèles, c'est probablement le modèle de Nix et Gao qui est le plus

largement utilisé de nos jours pour représenter les données de dureté dans le domaine de la microindentation. La relation que les auteurs proposent relie la microdureté, H , à la profondeur d'indentation, h , comme suit :

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

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

Huang *et al.* (2006) [98], après avoir analysé de nombreux travaux [28, 105, 131-137], ont conclu que les résultats obtenus en nanoindentation ne pouvaient être représentés par la relation (II.1). Pour expliquer la divergence entre cette relation et les résultats expérimentaux en nanoindentation, les auteurs avancent deux facteurs. Un est lié à l'effet prépondérant du défaut de pointe à faible pénétration et l'autre au volume de stockage des dislocations géométriquement nécessaires à la déformation. La **figure II.1-1** montre en effet l'importance du défaut de pointe qui dépend en partie de l'usure de l'indenteur. Cette figure donne aussi quelques longueurs caractéristiques relatives à ce défaut.

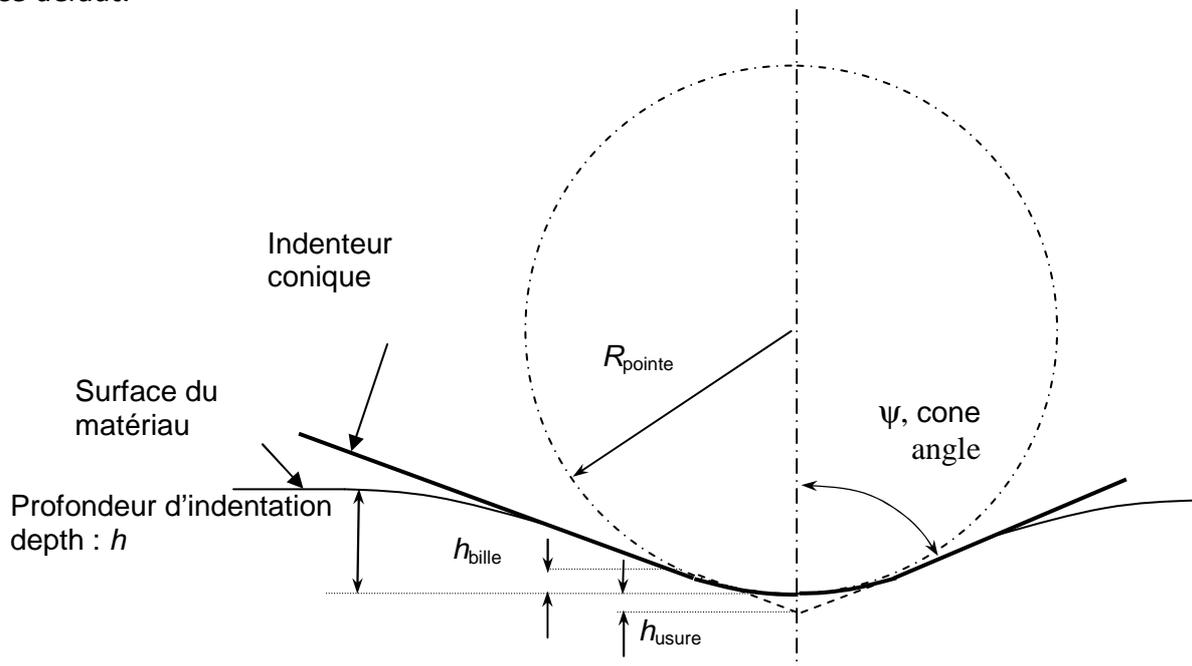


Figure II.1-1. Schéma d'un indenteur conique montrant l'usure de la pointe (R_{pointe}) et les paramètres caractéristiques utilisés pour décrire l'effet de pointe: h_{usure} pour comparer un cône parfait avec un indenteur et h_{bille} correspondant à la profondeur d'indentation d'une bille.

Pour un indenteur neuf, le rayon de la pointe (R_{pointe} – **Figure II.1-1**) est généralement proche de 50 nm mais il peut atteindre plus de 500 nm lorsque l'indenteur est défectueux. A partir de considérations géométriques simples, il est possible d'exprimer h_{usure} et h_{bille} , alors équivalent à la pénétration d'une bille, en fonction du rayon de la pointe, R_{pointe} , et du demi-angle au sommet du cône, ψ .

Les calculs donnent:

$$\begin{cases} h_{\text{usure}} = R_{\text{pointe}} \cdot \left(\frac{1}{\sin \psi} - 1 \right) \\ h_{\text{bille}} = R_{\text{pointe}} \cdot (1 - \sin \psi) \end{cases} \quad (\text{II.2})$$

où ψ est égal à $70,3^\circ$ de manière à obtenir une surface de contact de cône équivalente à celles obtenues avec les indenteurs Berkovich ou Vickers.

Pour un indenteur neuf, h_{usure} et h_{bille} sont égales à 3 nm ce qui le plus souvent peut être négligé devant les profondeurs expérimentales de nanoindentation généralement rencontrées. Par contre, pour un indenteur émoussé, cela est moins évident car les deux profondeurs sont voisines de 30 nm ce qui est relativement élevée comparée aux valeurs typiques de nanoindentation. Toutefois pour prendre en compte son effet sur les mesures, l'émoussement de l'indenteur est généralement introduit dans le calcul de l'aire de contact réelle. C'est pourquoi nous rejoignons l'hypothèse de Huang *et al.* [98] pour lesquels l'effet de pointe de l'indenteur ne peut expliquer à lui seul l'effet de taille en nanoindentation. En conséquence, la différence doit principalement provenir de la manière dont a lieu la déformation plastique comme la nature du réseau de dislocations (densité et arrangement) ou encore le volume de stockage des dislocations. Ainsi dans le but de représenter des résultats de nanoindentation, Huang *et al.* [98] suggèrent de considérer la densité maximum de dislocations géométriquement disponibles ce qui leur permet de représenter les résultats de dureté en dessous et au dessus d'une valeur limite entre les données de nano et de microindentation. A titre d'exemple, la **figure II.1-2** représente le modèle de Huang *et al.* [98] appliqué aux résultats obtenus par Feng et Nix [135] sur un oxyde de magnésium (MgO).

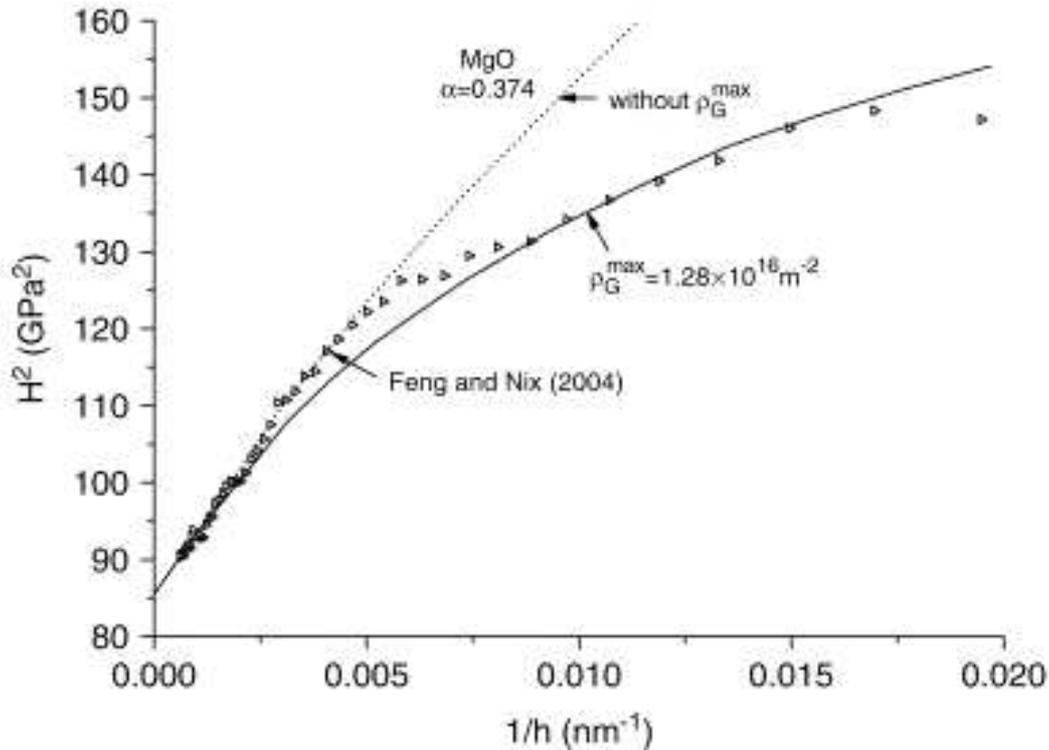


Figure II.1-2. Carré de la dureté, H^2 , en fonction de l'inverse de la profondeur d'indentation, $1/h$ [98].

Sur cette figure, les auteurs ont également tracé le modèle de Nix et Gao qui représente parfaitement l'évolution de la dureté dans le domaine de la microindentation. C'est-à-dire, dans ce cas, pour des valeurs de profondeur d'empreinte supérieures à environ 200 nm. Au-delà, c'est le modèle de Huang *et al.* [98] qui représente correctement les points expérimentaux mais on peut noter que le passage entre les deux régimes de pénétration n'est pas parfaitement représenté. Pour palier ce manque de représentativité, Zong *et al.* [138] suggèrent que les données peuvent être séparées en deux zones et modélisées au moyen de deux droites représentées par la relation (II.1). Ainsi, ces auteurs donnent deux couples de paramètres caractéristiques (H_0 , h^*) pour décrire les expériences en nano et en microindentation. Malheureusement, ils ne donnent pas d'explication physique permettant d'interpréter ces différences de valeurs de macrodureté ($H_{0\text{micro}}$ et $H_{0\text{nano}}$) et de longueurs caractéristiques (h^*_{micro} et h^*_{nano}).

Pour ce travail, nous avons analysé plusieurs résultats issus de la nano et de la microindentation obtenus sur différents matériaux cristallins. Nous montrons, tout comme Zong *et al.* [138], que la relation de Nix et Gao est parfaitement adaptée pour représenter ce double comportement linéaire. Par contre, nous expliquons les différences nano/micro par la notion d'uniformité d'espacement des dislocations géométriquement nécessaires pour accommoder la déformation plastique et par un accroissement de la

taille de zone plastique en nanoindentation bien montrée par Durst *et al.* [136] par une analyse en éléments finis. De manière à être plus pertinent dans l'analyse, nous suggérons aussi d'utiliser un nouveau paramètre d'échelle en indentation. Ce facteur d'échelle en dureté représente l'aptitude du matériau à se déformer plastiquement sous l'indenteur. Pour montrer l'intérêt de ce facteur d'échelle, nous étudions l'effet de la microstructure sur les résultats de dureté d'un acier doux et aussi le comportement d'un cristal de magnétite soumis à diverses conditions d'indentation cyclique.

1.2.- Approche multi-échelle en dureté.

1.2.1.- Théorie de Nix et Gao: Strain Gradient Plasticity.

La théorie développée par Nix et Gao sur le gradient de déformation plastique suppose par simplicité que le processus de déformation par indentation soit accommodé par les dislocations géométriquement nécessaires pour prendre en compte le changement permanent de forme à la surface. Cette densité de dislocations, notée ρ_G , est exprimée en fonction du vecteur de Burgers, b , de la profondeur d'empreinte, h , et de l'angle, θ , entre la surface de l'indenteur conique et la surface du matériau :

$$\rho_G = \frac{3}{2bh} \tan^2 \theta \quad (\text{II.3})$$

où θ est égal à 19.7° [91].

En indentation, le critère de Von Mises relie la contrainte d'écoulement équivalente à la contrainte de cisaillement alors que la loi de Tabor relie la contrainte d'écoulement équivalente à la dureté avec un facteur 3. Ainsi, nous pouvons écrire:

$$H = 3\sigma = 3\sqrt{3}\tau \quad (\text{II.4})$$

où σ est la contrainte d'écoulement équivalente et τ la contrainte de cisaillement.

Selon la relation de Taylor, la contrainte de cisaillement peut être exprimée en fonction de la densité totale de dislocations comme suit:

$$\tau = \alpha\mu b\sqrt{\rho_T} = \alpha\mu b\sqrt{\rho_G + \rho_s} \quad (\text{II.5})$$

où α est une constante qui prend une valeur entre 0,3 et 0,5 selon la théorie de Taylor. μ est le module de cisaillement et ρ_T est la densité totale de dislocations en indentation qui peut être séparée en deux termes, ρ_G étant la densité de dislocations géométriquement nécessaires et ρ_s la densité de dislocations statistiquement stockées.

En combinant les relations (II.3), (II.4) et (II.5), nous pouvons exprimer la macrodureté, H_0 , et la longueur caractéristique, h^* , de l'équation (II.1) comme suit:

$$H_0 = 3\sqrt{3}\alpha\mu b\sqrt{\rho_s} \quad (\text{II.6})$$

où H_0 est la dureté résultant des dislocations statistiquement stockées en l'absence des dislocations géométriquement nécessaires et,

$$h^* = \frac{81}{2}b\alpha^2 \tan^2 \theta \left(\frac{\mu}{H_0} \right)^2 \quad (\text{II.7})$$

où h^* caractérise la dépendance de la dureté avec la profondeur d'indentation.

Selon Nix and Gao [91], h^* n'est pas une constante pour un matériau donné et une géométrie d'indenteur donnée puisque ce paramètre dépend des dislocations statistiquement stockées, paramètre que l'on rencontre dans l'expression de la macrodureté, H_0 .

Les relations (II.6) et (II.7) sont généralement bien admises pour représenter l'effet de taille en indentation. Mais pourtant, Nix et Gao ajoutent que l'hypothèse d'un indenteur ayant un angle constant n'est pas entièrement exacte avec l'approximation du gradient de déformation constant. Ceci est particulièrement vrai au début du processus de déformation plastique lorsque la pointe de l'indenteur pénètre juste à la surface du matériau (cas de la nanoindentation) d'où l'importance du défaut de pointe. Dans ce cas, l'espacement des dislocations est non uniforme due à la courbure de la pointe de l'indenteur. A cela s'ajoute une extension de la zone plastique sous faibles charges d'indentation [136]. Ceci se traduit par une augmentation de la densité de dislocations géométriquement nécessaires localisées au voisinage du sommet de l'indenteur. Pour traduire l'extension de la déformation, Durst *et al.* [136] font intervenir un coefficient correctif, f , dans le calcul de la densité maximum de dislocations. Ce coefficient f vaut 1,9 pour ces auteurs mais il prend la valeur de 1,44 si on se reporte aux travaux de Nix et Gao [91] :

$$\rho_{G_{\max}} = \frac{3}{2bh} \frac{1}{f^3} \tan^2 \theta \quad (\text{II.8})$$

Ainsi dans le domaine de la nanoindentation, en remplaçant ρ_G par $\rho_{G_{\max}}$ dans la relation (II.6) et en suivant une analyse similaire à celle développée pour les relations (II.5) à (II.7), nous pouvons exprimer la longueur caractéristique qui ne diffère de la relation (II.7) que par le facteur f^3 :

$$h^* = \frac{81}{2} \frac{1}{f^3} b \alpha^2 \tan^2 \theta \left(\frac{\mu}{Ho} \right)^2 \quad (\text{II.9})$$

Pour éviter toute confusion entre les différents calculs de Ho et de h^* en fonction de l'échelle de mesure, c'est-à-dire nano ou micro, nous suggérons d'écrire les relations (II.6) et (II.7) en introduisant l'indice 'micro' pour indiquer que les mesures ont été réalisées en microindentation. L'écriture est la suivante :

$$Ho_{micro} = 3\sqrt{3}\alpha\mu b\sqrt{\rho_s(micro)}$$

et

$$h_{micro}^* = \frac{81}{2} b \alpha^2 \tan^2 \theta \left(\frac{\mu}{Ho_{micro}} \right)^2 \quad (\text{II.10})$$

Ceci est possible car le module de cisaillement et le vecteur de Burgers sont des propriétés intrinsèques au matériau qui ne dépendent pas de l'échelle de mesure. Sur la base de l'analyse de Nix et Gao [91] et de Durst *et al.* [136], nous supposons que la relation (II.9) est capable de représenter la variation de la dureté avec la profondeur dans le régime des nano déplacements. Pour la macrodureté correspondante, nous considérons la densité de dislocations statistiquement stockées associée aux expériences de nanoindentation, c'est à dire $\rho_{s(nano)}$. Nous pouvons donc écrire les relations (II.6) et (II.9) de la manière suivante :

$$Ho_{nano} = 3\sqrt{3}\alpha\mu b\sqrt{\rho_s(nano)}$$

et

$$h_{nano}^* = \frac{81}{2} \frac{1}{f^3} b \alpha^2 \tan^2 \theta \left(\frac{\mu}{Ho_{nano}} \right)^2 \quad (\text{II.11})$$

De manière générale, la transition entre les deux comportements n'est pas fixée à une valeur donnée de la profondeur ou de la charge d'indentation. De ce fait, la transition n'est pas directement liée à l'utilisation d'un nano ou d'un micro-indentateur au contraire de ce que pourraient laisser penser les indices utilisés. Il faut donc être prudent quant aux interprétations des phénomènes rencontrés.

1.2.2.- Le facteur d'échelle en dureté.

Au contraire de ce qu'ont avancé Huang *et al.* [98], nous pensons que les résultats obtenus par Feng et Nix [135] peuvent être représentés par deux droites distinctes en nano et en microindentation en utilisant la relation (II.1) comme l'ont proposé auparavant Zong *et al.* [138]. Cette hypothèse se confirme sur la **figure II.1-3**.

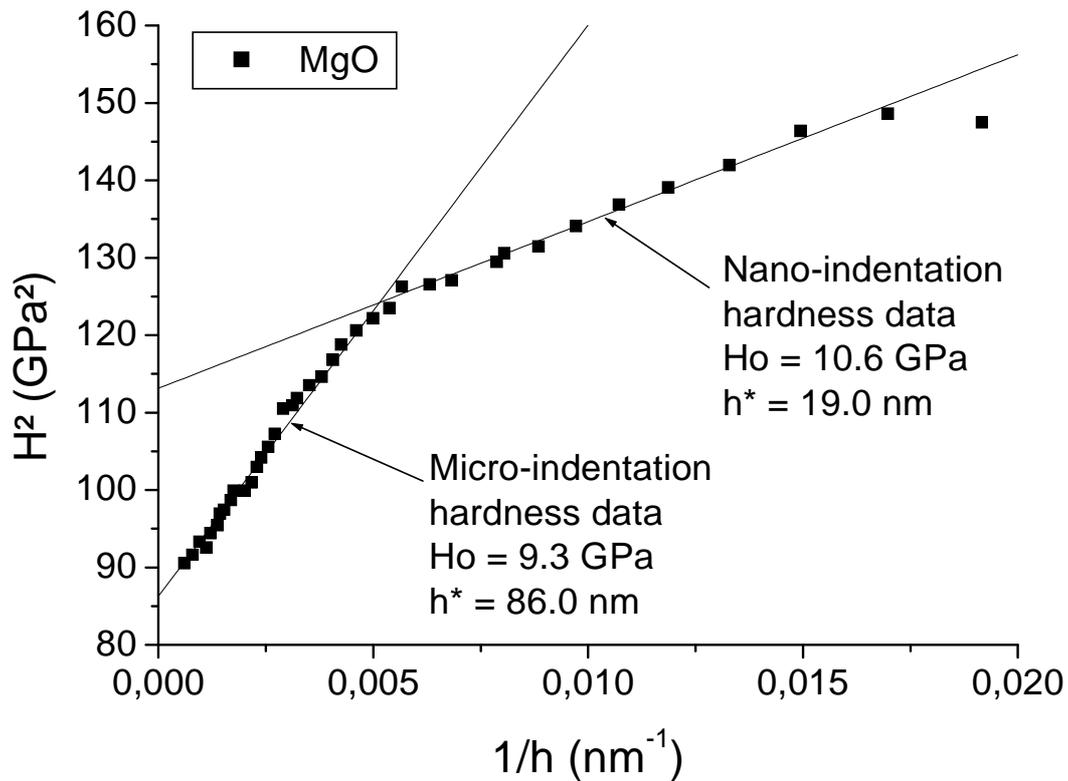


Figure II.1-3. Carré de la dureté, H^2 , en fonction de l'inverse de la profondeur d'empreinte, $1/h$, relatif au MgO en utilisant la théorie du "Strain gradient Plasticity" dans le domaine de la nano et de la microindentation.

Les deux régions nano et micrométriques sont clairement visibles sur la courbe de dureté. Les grandeurs H_0 et h^* sont déterminées par régression linéaire. Pour le domaine de microindentation, les résultats donnent 9,3 GPa pour la macrodureté, $H_{0\text{micro}}$, et 86 nm pour la longueur caractéristique, h^*_{micro} . Pour l'oxyde de magnésium, Huang *et al.* [98] donnent 126 GPa pour le module de cisaillement et 0,298 nm pour le vecteur de Burgers. A partir de la macrodureté expérimentale et de la relation (II.10), il est possible de calculer la valeur théorique de la longueur caractéristique. Le calcul conduit à 71 nm qui est une valeur proche de la valeur expérimentale de 86 nm.

De la même manière, si on applique ce raisonnement aux valeurs issues de la nanoindentation en appliquant la relation (II.11), c'est-à-dire en prenant $H_{0\text{nano}}$ égal à 10.6 GPa, on trouve que h^*_{nano} théorique est égale à 18,2 nm en prenant $f = 1,44$ de Nix et Gao [91] ou égale à 8 nm avec $f = 1,9$ de Durst *et al.* [136]. La valeur expérimentale de ce paramètre étant de 19 nm, c'est la valeur de f de Nix et Gao qui est validée. Ce

résultat montre, en tous cas pour ce matériau, que le modèle SGP peut être valablement appliqué en micro et en nanoindentation si on tient compte de l'uniformité du réseau de dislocations et de l'accroissement de la zone plastique en nanoindentation. Pour la suite, nous prendrons $f = 1,44$.

D'autre part, nous voyons bien qu'aucune comparaison directe n'est possible entre les deux couples de points $(H_o, h^*)_{\text{micro}}$ et $(H_o, h^*)_{\text{nano}}$. C'est pourquoi nous suggérons d'étudier les deux droites de la **figure II.1-3** en utilisant une autre approche. Nous reprenons donc la relation (II.1) en écrivant le carré de la dureté en fonction de l'inverse de la profondeur d'indentation. La pente de la droite fait apparaître une combinaison de la macrodureté et de la longueur caractéristique comme suit :

$$H^2 = H_o^2 + \frac{H_o^2 \cdot h^*}{h} \quad (\text{II.12})$$

D'un point de vue purement physique, la pente égale à $H_o^2 \cdot h^*$ n'est pas pertinente car l'unité n'est pas conventionnelle ou au moins inhabituelle. C'est pourquoi nous proposons d'en prendre la racine carrée pour écrire le facteur d'échelle en dureté, H_{LSF} (LSF pour Length-Scale Factor) :

$$H_{LSF} = \sqrt{H_o^2 \cdot h^*} = H_o \sqrt{h^*} \quad (\text{II.13})$$

où H_{LSF} s'exprime en $\text{MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$, cette unité étant équivalente à celle d'une ténacité.

En utilisant la relation (II.10), nous écrivons théoriquement H_{LSF} en microindentation:

$$H_{LSF \text{ micro}} = \frac{9}{\sqrt{2}} \alpha \tan \theta \cdot \mu \sqrt{b} \quad (\text{II.14})$$

Et en nanoindentation, en appliquant la relation (II.11) avec $f = 1,44$:

$$H_{LSF \text{ nano}} = \frac{3\sqrt{3}}{\sqrt{2}} \alpha \tan \theta \cdot \mu \sqrt{b} \quad (\text{II.15})$$

qui diffère de la relation (II.14) uniquement par le facteur $\sqrt{3}$.

Les relations (II.14) et (II.15) montrent que le paramètre H_{SLF} est proportionnel au produit $\mu \sqrt{b}$ avec un facteur égal à $2,278 \alpha$ ou $1,315 \alpha$ selon que le réseau de dislocations est uniforme ou non. En prenant α égal à $0,5$, nous pouvons calculer les valeurs expérimentales et théoriques du facteur d'échelle en dureté [91]. Le **tableau II.1-1** permet de comparer les valeurs obtenues et montre que cette approche est valable sur les deux échelles de mesure.

	H_{LSF} en MPa.m ^{1/2}	
	théorie	expérience
Microindentation	2,48 (II.14)	2,73 (II.13)
Nanoindentation	1,43 (II.15)	1,46 (II.13)

Tableau II.1-1. Valeurs du facteur d'échelle en dureté, H_{LSF} , calculés à partir des données expérimentales et par application de la théorie en utilisant les résultats de nano et de micro indentation obtenus sur l'oxyde de magnésium MgO.

Pour consolider cette approche et confirmer la valeur du coefficient α , nous calculons le facteur d'échelle en dureté de plusieurs matériaux cristallins.

1.3.- Application à différents matériaux cristallins.

Pour discuter de la pertinence du facteur d'échelle en dureté, nous avons analysé plusieurs données d'indentation obtenues à partir d'essais réalisés en nano et en microindentation sur différents matériaux cristallins. Ces données sont issues de la bibliographie comme l'indique le **tableau II.1-2**.

Matériaux	μ (GPa)	b (nm)	$H_{o\text{ nano}}$ (GPa)	$h^*_{\text{ nano}}$ (μm)	$H_{o\text{ micro}}$ (GPa)	$h^*_{\text{ micro}}$ (μm)	Réf.
Ag (100)	26,4	0,286	---	---	0,340	0,757	[69]
Ag (110)			---	---	0,361	0,432	
Cu (111)	42	0,256	---	---	0,581	1,600	[91]
Cu			---	---	0,834	0,464	
MgO	126	0,298	10,6	0,019	9,3	0,086	[98]
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	[138]
Au	30,4	0,29	1,02	0,06	0,28	4,66	
LIGA Ni	73	0,25	---	---	2,6	0,34	[139]
Ir	217	0,27	---	---	2,47	2,89	[140]

Tableau II.1-2. Valeurs du module de cisaillement, μ , du vecteur de Burgers, b , de la macrodureté, H_o , et de la longueur caractéristique, h^* , obtenues en nano et en microindentation sur différents matériaux.

Ce tableau indique les valeurs du module de cisaillement et du vecteur de Burgers qui nous permettent de calculer la valeur théorique du facteur d'échelle en dureté. Pour le module de cisaillement du nickel, Zong *et al.* [138] donne 94.5 GPa. Mais, Zhao *et al.* [141], Zaiser et Aifantis [142], Lou *et al.* [139] et Bonifaz et Richards [143] s'accordent sur la valeur de 76 GPa que nous avons retenue pour les calculs.

De plus, le tableau donne les valeurs de la macrodureté et de la longueur caractéristique qui permettent, quant à elles, de calculer les valeurs expérimentales du facteur d'échelle en dureté. Ainsi, et sans fixer au préalable la valeur du coefficient α , nous représentons la valeur expérimentale de H_{LSF} , c'est-à-dire $Ho\sqrt{h^*}$, en fonction du produit théorique $\mu\sqrt{b}$ (Figure II.1-4).

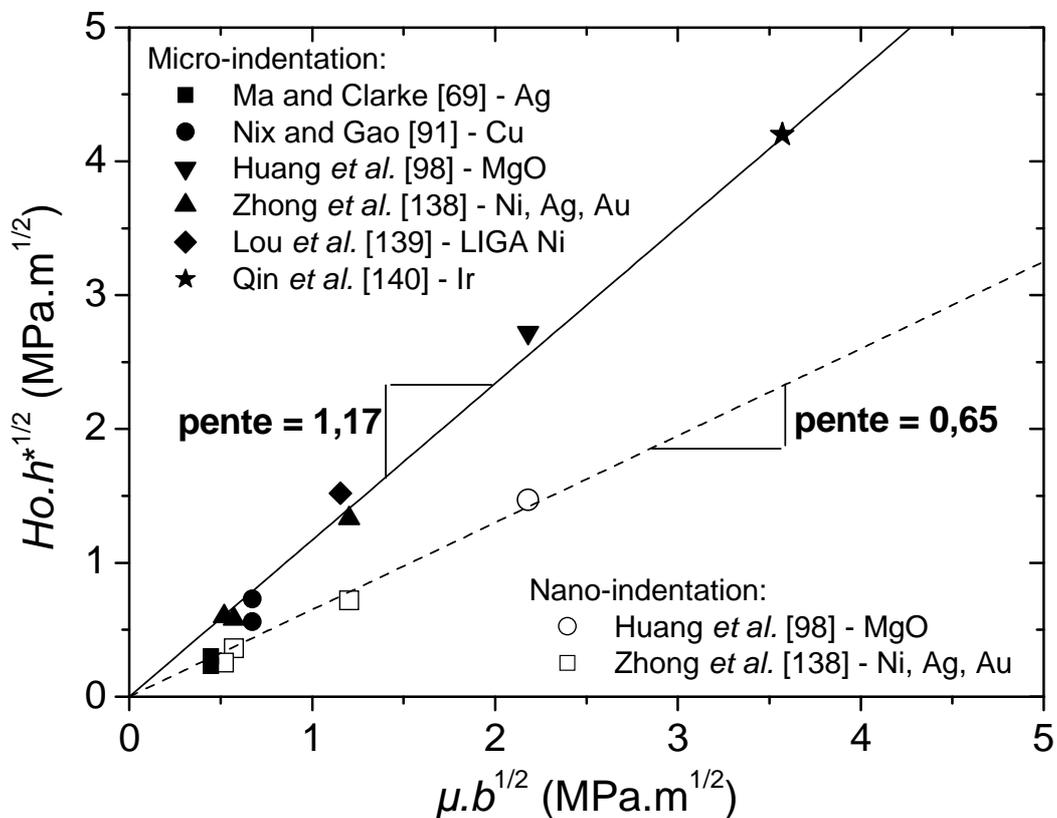


Figure II.1-4. Représentation de la valeur expérimentale du facteur d'échelle en dureté $Ho.h^{*1/2}$ en fonction du produit théorique $\mu.b^{1/2}$ pour les différents matériaux analysés.

Les points issus de l'analyse en microindentation sont bien représentés par une droite de pente 1,17. A partir du coefficient 2,278 α de la relation (II.14), le calcul de α donne la valeur de 0,51 qui est très proche de 0,5 donnée par Nix et Gao [91]. En nanoindentation, les données de dureté s'alignent également sur une droite mais avec

une pente plus faible égale à 0,65. En utilisant la relation (II.15) relative à la nanoindentation, le calcul de α par l'intermédiaire du coefficient de proportionnalité 1,315 α et de la pente conduit à une valeur de 0,49 également très proche de 0,51 obtenue en microindentation et de 0,5 donnée par Nix et Gao. Ce résultat est très intéressant. Il valide en effet notre approche sur les deux échelles de mesure, nano et micro, mais aussi la théorie de Nix et Gao [91] en validant le coefficient α . Il permet de plus de comprendre et d'expliquer la différence observée entre les couples de points $(H_0, h^*)_{\text{micro}}$ et $(H_0, h^*)_{\text{nano}}$ résultant respectivement d'analyses de dureté en microindentation et en nanoindentation. Ce résultat démontre ainsi que le champ de dislocations est plutôt uniforme en microindentation alors qu'il ne l'est pas en nanoindentation. Enfin, ce résultat semble indiquer que la valeur du coefficient est indépendante de la nature du matériau au contraire de ce que prévoit la théorie de Taylor sur la variation de ce coefficient entre 0,3 et 0,5. De plus, ce résultat confirme que f doit prendre la valeur de 1,44 pour valider les résultats de nanoindentation au lieu de 1,9, valeur suggérée par Durst *et al.* [136].

D'un point de vue physique, il convient donc d'expliquer la différence de comportement aux deux échelles de mesure par la répartition des dislocations sous l'indenteur et la différence de taille de zone plastique. La nanoindentation correspond en quelque sorte au début du processus de déformation plastique. Dans ce cas, les dislocations sont générées dans un champ non uniforme principalement localisée au voisinage de la pointe de l'indenteur. Du fait de l'importance de l'arrondi de la pointe du pénétrateur, le glissement des dislocations prend place dans des 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 II.1-5a** représente de manière schématique la zone de déformation plastique sous l'empreinte proposée par Nix et Gao [91]. De manière analogue, nous proposons la **figure II.1-5b** 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.* [136]. Cette représentation fait converger ces deux approches.

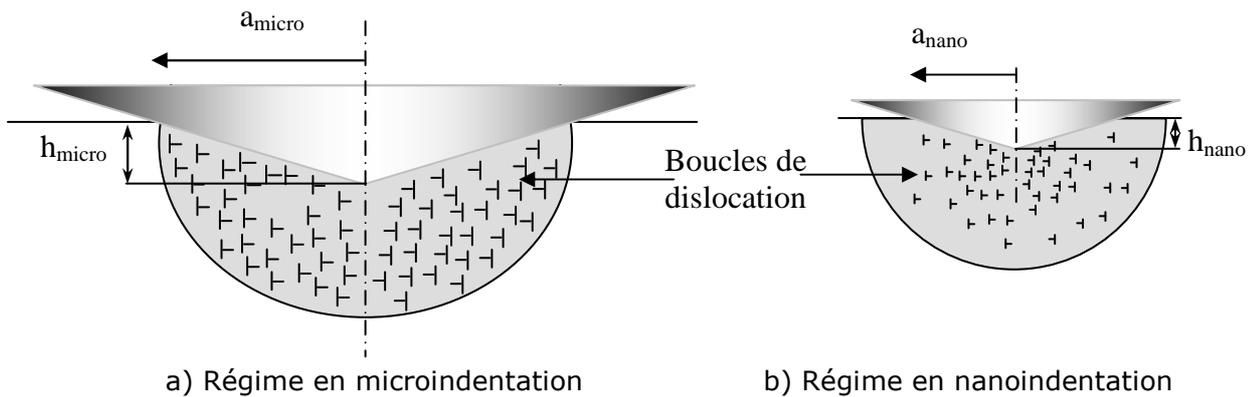


Figure II.1-5. *Dislocations géométriquement nécessaires créées par un indenteur rigide conique où la structure des dislocations est idéalement représentée par une boucle de dislocation circulaire [91].*

Enfin, comme on peut le voir sur la **figure II.1-3**, la transition entre les zones de nano et de microindentation est abrupte. Comme la transition ne s'étend que sur quelques nanomètres, les relations (II.14) et (II.15) suffisent pour représenter les deux régimes nano et micrométriques de l'indentation. Ces relations permettent également de donner des renseignements complémentaires sur la nature des résultats obtenus. En effet, il est clairement montré sur la **figure II.1-4** que les points (représentés par des carrés noirs) obtenus par Ma et Clarke [69] ne sont pas alignés sur la droite de microindentation comme ils auraient dû l'être par la théorie et par l'application de la relation (II.14). Par conséquent, nous pouvons raisonnablement envisager un problème lié par exemple à la préparation des échantillons car il est connu que le polissage peut introduire un écrouissage superficiel venant perturber le champ de dislocations existant [144]. Ceci peut donc expliquer la divergence de résultats obtenus par la théorie SGP que l'on peut voir dans les travaux de Nix et Gao [91] et les résultats d'indentation obtenus par Ma et Clarke [69].

En conclusion nous pouvons dire que le modèle de Nix et Gao est capable de représenter les données de dureté aussi bien en microindentation qu'en nanoindentation si la notion d'uniformité du champ de dislocations et l'augmentation du volume de la zone plastique en nanoindentation sont prises en compte dans le modèle original. De plus, le facteur d'échelle en dureté calculé expérimentalement à partir des coefficients de la relation de Nix et Gao et théoriquement à partir du module de cisaillement et du vecteur de Burgers du matériau nous donne des renseignements sur la déformation plastique sous l'indenteur.

2. – Etude par indentation d'un acier

2.1- Introduction

L'objectif de ce chapitre est de voir comment on peut interpréter les résultats d'indentation par charge-décharge obtenus sur un acier qui a subi différents traitements thermiques. Bien évidemment, l'effet d'un traitement thermique classique sur les propriétés mécaniques des aciers est aujourd'hui bien connu. Ce que nous cherchons ici est plutôt de montrer comment le facteur d'échelle, présenté au paragraphe précédent, peut donner une information supplémentaire voire complémentaire sur l'effet du traitement sur la dureté. D'autre part, nous regardons si l'indentation instrumentée conduit à une valeur cohérente du module d'élasticité indépendamment du traitement. Pour cela, il est important de bien maîtriser l'analyse des données fournies par l'instrument. En effet, il est reconnu que la déformation de la machine intervient dans les valeurs de profondeur mesurées. Si un terme de rigidité de l'instrument peut être introduit préalablement à l'analyse des données dans le logiciel, il est important que cette valeur soit la plus précise possible. C'est pour cela que nous ne sommes pas favorables à une introduction préalable mais plutôt à sa détermination par un post traitement des données.

2.2.- Matériau et traitements thermiques

Le matériau utilisé est un acier à bas carbone. Les échantillons sont prélevés dans une barre qui subit un premier traitement de normalisation. Dans cette étape du traitement, les échantillons sont chauffés dans un four traditionnel jusqu'à 920 °C puis maintenus pendant une demi-heure à cette température. Ensuite, la température est amenée dans le four fermé jusqu'à une valeur de 400 °C. Lorsque cette température est atteinte, les échantillons sont refroidis à l'air jusqu'à la température ambiante. Dans une deuxième étape, chaque échantillon subit un traitement thermique en vue d'obtenir des structures et des propriétés mécaniques différentes. Ainsi, nous avons choisi d'appliquer les traitements suivants schématisés sur la **figure II.2-1** :

Echantillon n°1 : Ce traitement consiste à chauffer l'acier pendant ½ heure à 920 °C puis à effectuer un refroidissement rapide par une trempe à l'eau. Ensuite, nous appliquons un revenu d'une heure à 220 °C.

Echantillon n°2. Ce traitement consiste à chauffer l'acier pendant 4 heures à 1000 °C puis de le laisser refroidir très lentement dans le four.

Echantillon n°3. Ce traitement consiste à faire subir à l'acier trois cycles de température entre 900 °C et 700 °C. Ensuite, la pièce est refroidie lentement.

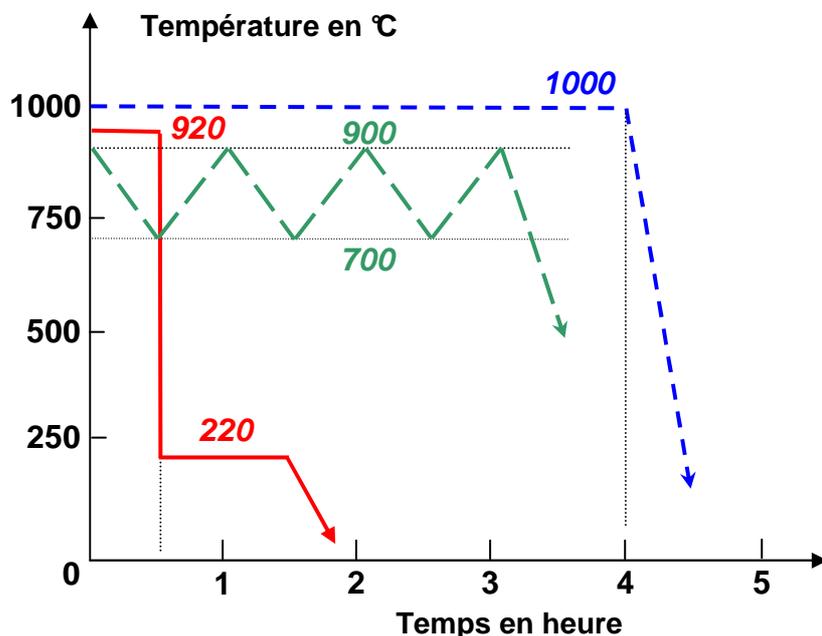


Figure II.2-1. Représentation schématique des traitements thermiques effectués sur l'acier à bas carbone.

La **figure II.2-2** montre les microstructures de l'acier obtenues après les divers traitements thermiques. On peut observer une structure de type martensitique pour

l'échantillon n°1 et une structure ferrito-perlitique constituée de grains de taille et de forme plus ou moins régulière pour les échantillons n° 2 et 3. Notons que globalement, l'échantillon n° 3 a une structure plus fine que l'échantillon n° 2.

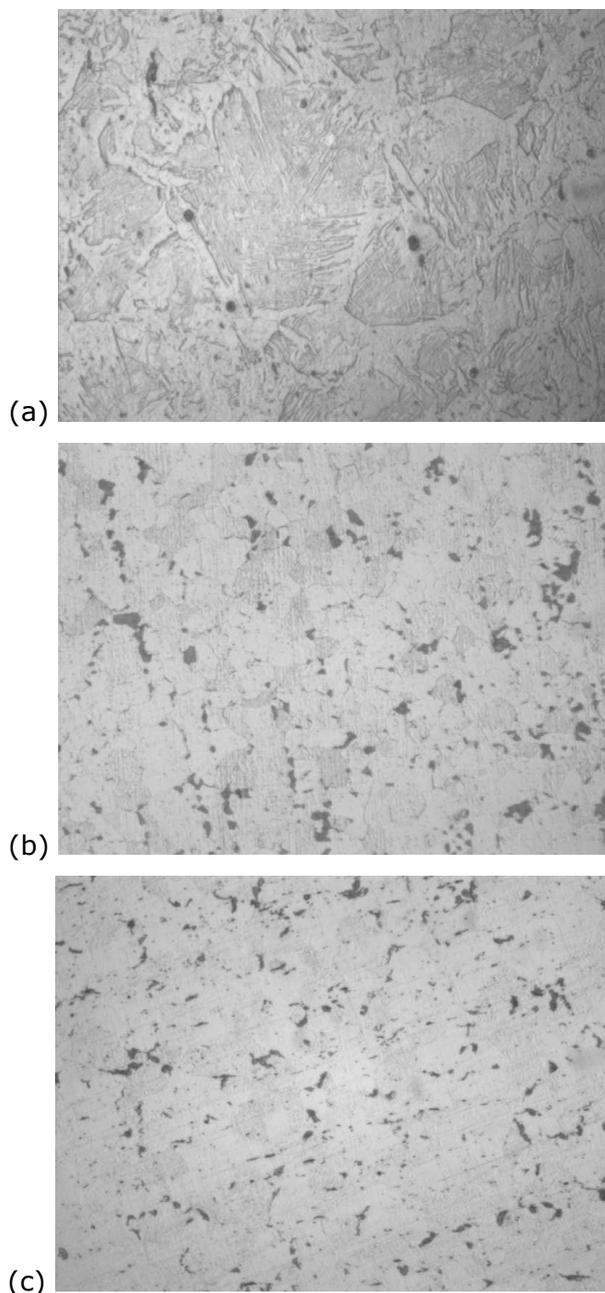


Figure II.2-2. *Microstructures de l'acier à bas carbone ayant subi les divers traitements thermiques : (a) structure martensitique, (b) et (c) structure ferrito-perlitique.*

Dans ce qui suit, nous cherchons à voir comment l'indentation instrumentée peut nous aider à différencier les propriétés mécaniques de ces différentes structures.

2.3.- Analyse des données.

Pour des conditions classiques de chargement, c'est-à-dire un seul cycle d'indentation avec un temps de maintien à la charge maximale de 15 s et des vitesses de chargement et de déchargement conduisant à une durée d'essai de 30 secondes hors temps de maintien, la représentation de la charge appliquée en fonction de la profondeur enregistrée de l'indenteur conduit à une courbe dont l'allure générale est montrée sur la **figure II.2-3**. Cette courbe prise à titre d'exemple a été obtenue sur l'acier traité référencé 1 soumis à une charge maximale de 10 N. Il faut préciser que cette courbe ne prend pas en compte la correction de la rigidité de la machine pour les raisons que nous avons déjà indiquées auparavant, c'est-à-dire que, comme le paramètre de correction semble dépendre des conditions d'essai, nous préférons le déterminer a posteriori. Dans ces conditions, cette courbe est dite brute.

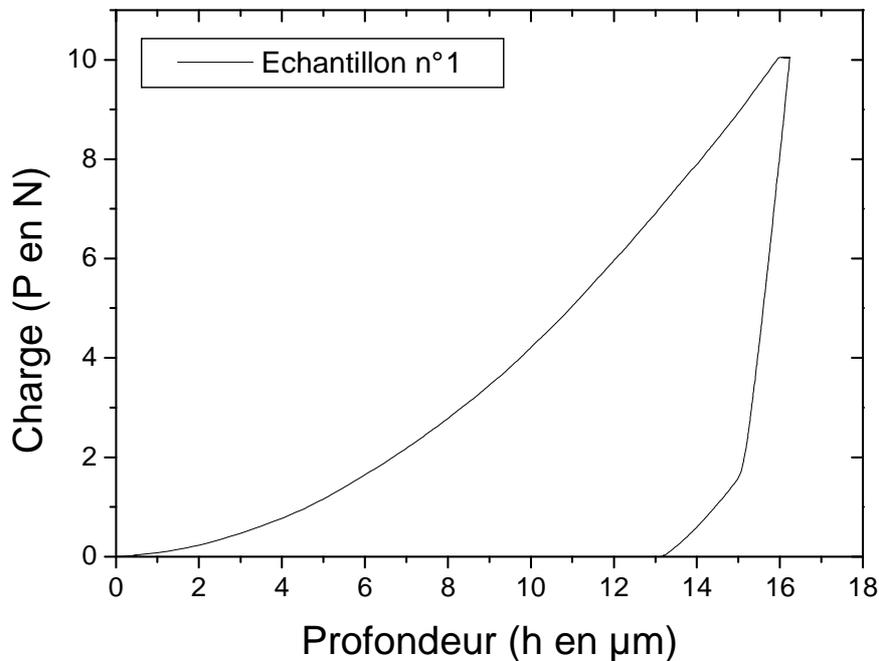


Figure II.2-3. Courbe charge-profondeur obtenue par indentation instrumentée de l'échantillon n° 1 soumis à une charge maximum de 10 N.

Pour soustraire l'influence de l'instrument dans les mesures de profondeur, il faut appliquer une correction qui prend la forme d'un produit entre la valeur de la compliance C_f et de la force P . Ce produit est ensuite déduit des mesures enregistrées. Nous rappelons ici que la compliance est introduite dans le calcul correctif de la profondeur de la manière suivant :

$$h_{cor} = h - C_f P \quad (\text{II.16})$$

où h_{cor} et h sont respectivement les profondeurs après correction de la complaisance et celles enregistrées par l'instrument, et P est la charge appliquée.

Le terme C_f correspond à la valeur à l'origine de l'inverse de la pente au déchargement ($1/S_u$) en fonction de l'inverse de la profondeur de contact ($1/h_c$) calculée par le logiciel de l'instrument. La **figure II.2-4** montre quelle valeur prend ce paramètre dans le cas de l'échantillon n° 1.

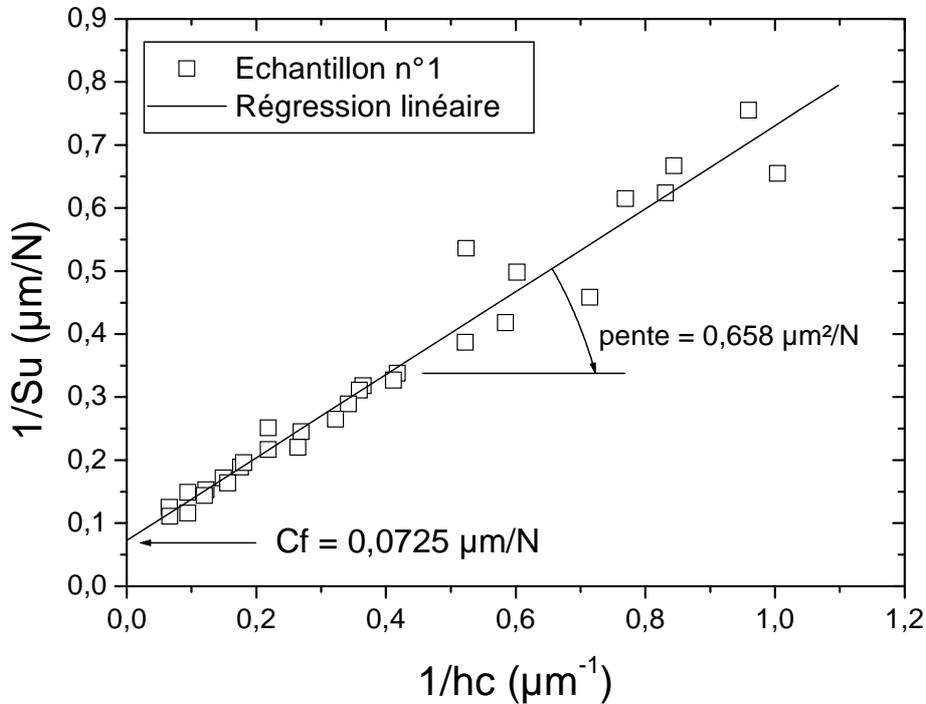


Figure II.2-4. Inverse de la pente au déchargement en fonction de l'inverse de la profondeur de contact pour l'échantillon n°1.

Notons que chaque point de la **figure II.2-4** correspond à un essai d'indentation réalisé à des charges maximales différentes tout en respectant les mêmes conditions de durée globale d'essai ce qui suppose un calcul à chaque charge des vitesses de chargement et de déchargement. Rappelons aussi que tous ces essais ont été réalisés sans démontage de l'échantillon de son support de l'instrument pour éviter tout biais expérimental.

Dans ces conditions et comme l'indique la **figure II.2-4**, la compliance mesurée sur l'échantillon n° 1 est égale à $0,0725 \mu\text{m}/\text{N}$. Pour les échantillons n° 2 et 3 auxquels nous avons appliqué les mêmes conditions d'essai de chargement, de maintien et de vitesses, nous avons trouvé respectivement les valeurs 0 et $0,0561 \mu\text{m}/\text{N}$ qui confirme de fait que les valeurs de correction sont différentes d'un essai à l'autre. Les valeurs enregistrées par l'instrument sont donc corrigées systématiquement avec la relation II.16 qui, dans le cas de l'échantillon n° 1, s'écrit :

$$h_{cor} = h - 0,0725 \cdot P \quad (\text{II.17})$$

Pour montrer l'influence de ce terme correctif, nous montrons sur la **figure II.2-5** la

courbe charge-profondeur corrigée par la relation II.17 en rappelant la courbe originale.

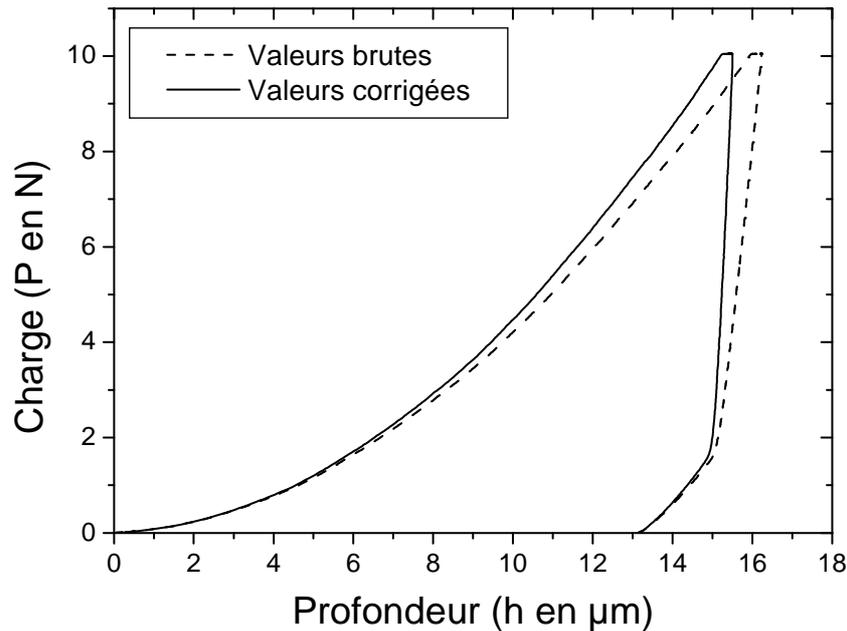


Figure II.2-5. Courbes brutes et corrigées de la charge en fonction de la profondeur obtenue par indentation instrumentée réalisée sur l'échantillon n° 1 soumis à une charge maximum de 10N.

Pour interpréter les mesures, déduites cette fois-ci de la courbe corrigée, il faut disposer de la profondeur de contact corrigée. Malheureusement, il n'est pas possible d'appliquer la relation II.16 car la détermination de cette profondeur de contact résulte d'une méthodologie que nous rappelons brièvement ci-dessous. Ainsi, sur la courbe corrigée, nous sommes obligés de refaire les calculs de la profondeur de contact.

La méthode d'Oliver Pharr pour calculer h_c s'appuie sur la loi puissance utilisée pour représenter la variation de la charge en fonction de la profondeur dans la partie déchargement de l'indenteur :

$$P = B(h-h_f)^m \quad (\text{II.18})$$

où P est la charge appliquée et h la profondeur. B et m sont des coefficients dépendants de la nature du matériau. Le déplacement total, h_f , peut être déterminé soit après le retrait complet de l'indenteur ou soit obtenu par lissage des points expérimentaux.

Expérimentalement, l'exposant m n'est pas une valeur constante. Sa valeur doit être théoriquement comprise entre 1 et 2 mais elle peut varier de manière significative de plus ou moins 0,5. En microindentation, les valeurs de m sont en accord à la théorie même si des écarts plus grands sont observés. Cependant cette déviation sur l'exposant m empêche à la loi d'être prédictive. Les valeurs des paramètres B , h_f et m sont

déterminées par lissage des points expérimentaux dans une portion de la courbe comprise entre 40 et 98 % de la charge maximale de manière à éliminer les effets possibles dus au fluage à la charge maximum (apparition d'un bombement de la courbe au tout début du déchargement) et pour ne pas prendre en compte la « virgule » à la fin du déchargement correspondant le plus souvent à un artefact de mesure dû à l'appareil lui-même.

Pour déterminer la profondeur h_c , il faut donc connaître la pente, S_u , calculée à la profondeur maximum de la courbe au déchargement. Elle correspond à la dérivée de la relation II.18, soit :

$$S_u = \left(\frac{dP}{dh} \right)_{h=h_{\max}} = m.B. (h_{\max} - h_f)^{m-1} \quad (\text{II.19})$$

La valeur de h_c se calcule ensuite à partir des coordonnées du point maximum et de la pente S_u de la manière suivante :

$$h_c = h_{\max} - \varepsilon \frac{P_{\max}}{S_u} \quad \text{où } \varepsilon \text{ égal à } 0,75 \text{ pour un indenteur Vickers.} \quad (\text{II.20})$$

Pour valider cette méthodologie, nous avons tracé la droite représentant l'inverse de la pente au déchargement en fonction de l'inverse de la profondeur de contact. Comme ces deux paramètres ont été corrigés, la droite doit nécessairement passer par l'origine. C'est en effet ce que nous obtenons sur la **figure II.2-6** où la compliance C_f est égale à 0.

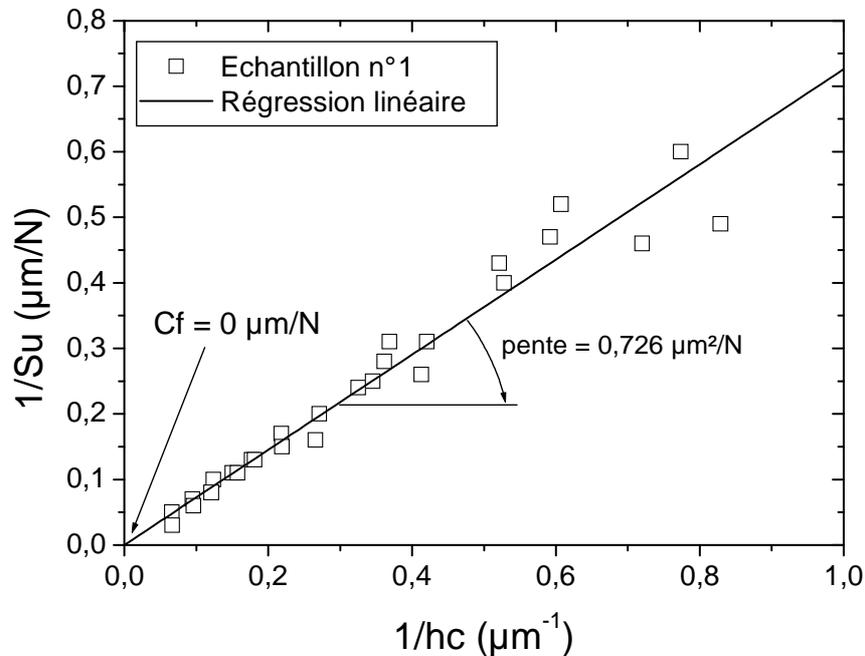


Figure II.2-6. Inverse de la pente au déchargement corrigée en fonction de l'inverse de la profondeur de contact corrigée pour l'échantillon n° 1.

2.4.- Dureté.

Pour calculer une valeur de dureté, il existe principalement deux types de calcul.

- 1) La dureté Martens, HM , est définie comme le rapport de la charge appliquée sur l'aire de contact réelle. Cette dureté ne tient pas compte des déformations autour de l'empreinte car elle se calcule avec la profondeur maximale atteinte, h_{max} . La relation générale est la suivante :

$$HM = \frac{P}{26,43 \cdot h_{max}^2} \quad (II.21)$$

où HM est exprimée en MPa si la profondeur d'indentation, h_{max} , est donnée en mm et la charge P en N.

- 2) La dureté calculée selon la méthode d'Oliver et Pharr, aussi appelée dureté de contact, tient compte des déformations de l'empreinte car elle se calcule avec la profondeur de contact. La relation qui permet de calculer cette dureté tient compte de l'aire de contact projeté d'où le coefficient plus faible de 24,5 au lieu de 26,43 :

$$HOP = \frac{P}{24,5 \cdot h_c^2} \quad (II.22)$$

Pour représenter l'effet de charge, nous utilisons la relation de Nix et Gao qui lie le carré de la dureté à l'inverse de la profondeur d'indentation. D'un point de vue général, cette relation est applicable qu'il s'agisse de la dureté Martens ou de la dureté d'Oliver et Pharr. Pour mémoire, nous rappelons la relation dans laquelle aucun indice n'est volontairement précisé :

$$\left(\frac{H}{H_0} \right)^2 = 1 + \left(\frac{h^*}{h} \right) \quad (II.23)$$

Dans le chapitre précédent, nous avons montré qu'il était préférable d'utiliser le facteur d'échelle en indentation qui apparaît si la relation II.23 est légèrement modifiée comme suit :

$$H^2 = H_0^2 + \frac{H_0^2 \cdot h^*}{h} \quad (II.24)$$

Le facteur d'échelle noté $HLSF$ correspond à la racine carrée de la pente, soit :

$$HLSF = H_0 \sqrt{h^*} \quad (II.25)$$

qui s'exprime en $\text{MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$, cette unité étant équivalente à celle d'une ténacité.

La **figure II.2-7** relative à l'échantillon n° 1 montre que le modèle de Nix et Gao est parfaitement applicable quelque soit le type de dureté considéré. Cette figure montre aussi comment sont calculés la dureté absolue par extrapolation à l'origine du carré de la dureté et aussi le facteur d'échelle en prenant la racine carrée de la pente de ces droites.

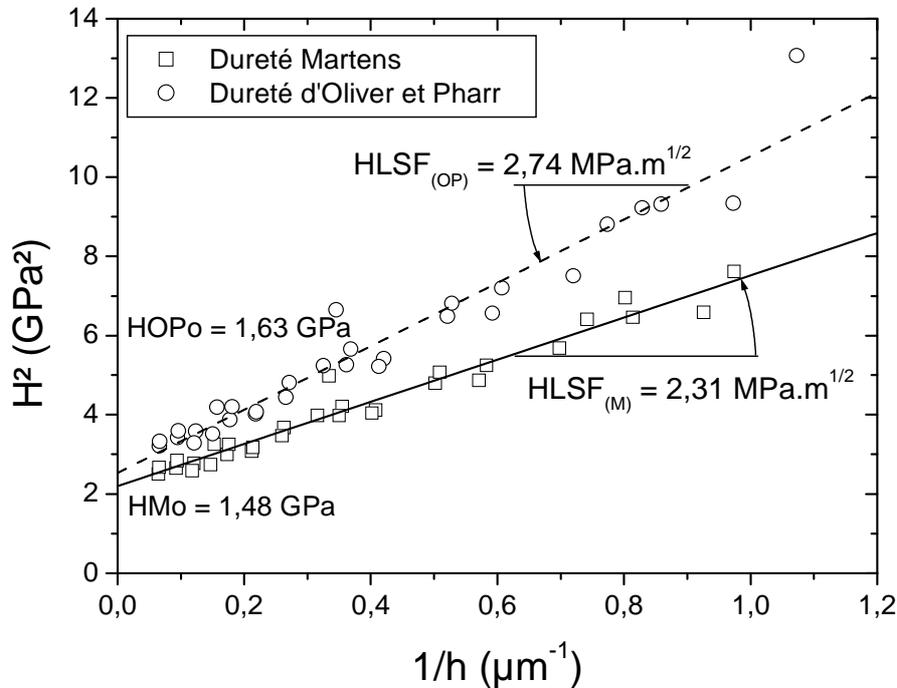


Figure II.2-7. Carré de la dureté Martens (HM) et de la dureté d'Oliver et Pharr (HOP) en fonction de l'inverse de la profondeur dans une représentation liée au modèle de Nix et Gao

Un résultat analogue est trouvé sur les trois échantillons étudiés. C'est pourquoi nous ne montrerons que ceux obtenus avec l'échantillon n° 1. Par contre, nous avons regroupé les valeurs des paramètres principaux dans le **tableau II.2-1**.

Paramètres		Echantillon		
		1	2	3
Martens	HM (GPa)	1,48	0,93	0,94
	h^* (μm)	2,4	6,3	9,0
	$HLSF$ ($\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$)	2,31	2,32	2,83
Oliver et Pharr	HOP (GPa)	1,63	1,01	1,10
	h^* (μm)	2,8	6,9	8,3
	$HLSF$ ($\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$)	2,74	2,63	3,17

Tableau II.2-1. Valeurs de HM , HOP , h^* et $HLSF$ pour chaque échantillon testé.

Au vu des résultats indiqués dans le **tableau II.2-1**, on peut s'interroger sur la manière de les interpréter valablement. Tout d'abord, indépendamment de la manière dont ont été calculées les duretés, la variation de la dureté absolue semble suivre logiquement ce qui est attendu pour ce type de traitement. En effet, la microstructure martensitique est reconnue de dureté plus élevée que la dureté des aciers ferrito-perlitique. D'autre part, la structure plus fine de l'échantillon n° 3 par rapport à l'échantillon n° 2 ne semble pas conduire à une dureté plus élevée ce qui aurait pu être attendu du fait d'une densité plus élevée de dislocations localisées dans les joints de grains. Pour ce qui concerne les valeurs de la profondeur caractéristique, h^* , il n'est pas possible de dégager une tendance du fait que ces valeurs ne semblent pas suivre une évolution en rapport avec le type de microstructure. Tout en étant prudent sur l'interprétation des valeurs du facteur d'échelle en dureté, nous pouvons noter que les trois échantillons ont pratiquement les mêmes valeurs du facteur d'échelle. Ceci pourrait signifier que la densité de dislocations participant au processus de déformation est sensiblement la même dans tous les cas. La capacité de déformation plastique serait donc indépendante de la microstructure mais plutôt liée au matériau.

D'autre part, à partir de la valeur du facteur d'échelle, nous pouvons calculer le vecteur de Burgers, b , qui est lié au facteur d'échelle, $HLSF$, et au module de cisaillement, μ , qui vaut 80 GPa pour l'acier, par la relation :

$$HLSF = 1,14 \mu \sqrt{b} \quad (II.26)$$

Pour chaque échantillon, les valeurs du vecteur de Burgers ont été calculées et rassemblées dans le **tableau II.2-2**.

Vecteur de Burgers, b (nm)	Echantillon		
	1	2	3
Martens	0,64	0,65	0,96
Oliver et Pharr	0,90	0,84	1,21

Tableau II.2-2. Valeurs du vecteur de Burgers trouvées à partir du facteur d'échelle. L'ordre de grandeur des valeurs des vecteurs de Burgers est cohérent mais il est difficile de dire si il est préférable d'utiliser les valeurs de dureté déduites de la méthodologie d'Oliver et Pharr ou celles déduites de la méthode Martens.

Dans tous les cas, tout ceci ne constitue bien évidemment que des pistes de réflexion. Le peu de résultats discutés ici ne permet pas de dégager une confirmation ou non de ces hypothèses.

2.5.- Module d'élasticité.

Pour les différentes microstructures de l'acier étudié, nous avons calculé le module d'élasticité en utilisant la méthodologie proposée par Oliver et Pharr. Elle a largement été développée dans la partie bibliographique de ce mémoire. Rappelons simplement que le module réduit se calcule à partir de la pente, p , de la droite représentant l'inverse de la pente au déchargement en fonction de l'inverse de la profondeur de contact suivant la relation :

$$E_R = \sqrt{\frac{\pi}{24,5}} \frac{1}{(\beta\lambda)} \frac{1}{2p} \quad (\text{II.27})$$

Le module élastique du matériau est ensuite déduit du module réduit en tenant compte des propriétés élastiques du diamant constituant l'indenteur.

Donc, à partir des pentes expérimentales comme celle montrée sur la **figure II.2-6**, il est possible de calculer le module d'élasticité du matériau. Les valeurs trouvées pour chaque échantillon en fonction du traitement thermique réalisé sur l'acier à bas carbone sont regroupées dans le **tableau II.2-3**.

Module d'élasticité du matériau	Echantillon		
	1	2	3
E (GPa)	259.5	257.1	252.3

Tableau II.2-3. Valeurs du module d'élasticité déduites de la pente des courbes $1/Su = f(1/hc)$ pour chaque échantillon.

Ce résultat est surprenant mais intéressant en même temps. La première observation que nous pouvons faire est que les valeurs du module trouvées pour chaque échantillon est la même comme on pouvait s'y attendre. Cela confirme aussi que la méthodologie est reproductible et que l'on peut être confiant de la valeur moyenne trouvée qui est égale à 256 GPa. Par contre, cette valeur est très éloignée de la valeur de 210 GPa que l'on trouve pour le module d'élasticité des aciers avec les méthodes classiques de traction. On peut donc s'interroger sur cette différence. En fait, il faut être prudent sur les termes employés pour désigner le module mesuré. En effet, les anglo-saxons parlent du « bulk modulus » équivalent au module de compressibilité ou encore au module d'élasticité déduit d'un essai de compression isostatique. De manière générale, le module de compressibilité, K , est relié au module d'élasticité, E , et au coefficient de Poisson, ν , par la relation :

$$K = \frac{1}{3} \frac{E}{(1-2\nu)} \quad (\text{II.28})$$

Ainsi, si la valeur mesurée par indentation correspond au module de compressibilité (ici 256 GPa), il est possible de calculer le coefficient de Poisson en partant de la valeur de 210 GPa pour le module d'élasticité. Le calcul conduit à 0,36 pour le coefficient de Poisson qui paraît être une valeur cohérente même si on s'accorde sur la valeur de 0,28 pour les aciers. Dans tous les cas, il faut être prudent quant à l'interprétation. Il serait bon de revoir toute la méthodologie qui permet d'aboutir à la relation II.27.

2.6.- Conclusions

Dans la première partie de ce chapitre, nous montrons comment pourrait être utilisé le facteur d'échelle pour interpréter des résultats d'indentation en donnant à ce facteur la capacité de représenter une ténacité à déformation ou une résistance à la déformation plastique. De plus, nous avons soulevé le fait que le module mesuré peut être différent de celui attendu par les résultats classiques de traction. Ces derniers n'étant pas toujours accessibles pour obtenir le module d'élasticité de films ou revêtements, il faut utiliser des méthodes alternatives comme l'indentation mais il faut être prudent quant à l'interprétation des résultats.

Dans le chapitre suivant, nous adoptons la même démarche d'analyse, à savoir utiliser le facteur d'échelle et l'indentation instrumentée pour caractériser la magnétite. Cette fois-ci, nous faisons appel à une étude théorique par dynamique moléculaire pour calculer les propriétés élastiques et les comparer aux résultats d'indentation. En plus, nous utilisons d'autres types de sollicitations par indentation, multicycliques à charge maximale constante ou progressive, pour étendre encore les possibilités d'analyse de cette technique qui, décidément, s'avère très prometteuse.

3. – Indentation cyclique de la magnétite (Fe_3O_4)

3.1.- Introduction.

Dans ce qui suit, nous montrons que le facteur d'échelle développé dans la première partie du chapitre « analyse » peut être intéressant pour mettre en évidence certains phénomènes comme en particulier l'effet du temps de maintien à la charge maximale. Cette approche est appliquée à l'étude de la magnétite de symbole chimique Fe_3O_4 . Nous profitons également de l'indentation réalisée sur ce matériau pour étudier l'effet des conditions d'indentation sur la valeur du module d'élasticité. C'est pourquoi ce chapitre est divisé en trois parties, une pour décrire succinctement le matériau et les différentes conditions des essais d'indentation, une autre qui s'intéresse à la mesure de la dureté et du facteur d'échelle et enfin une troisième qui est consacrée à l'étude du module d'élasticité.

3.2.- Matériau et conditions expérimentales.

Le matériau utilisé dans cette étude sert de support à l'analyse par indentation. Sa

composition, sa structure cristallographique, sa microstructure et ses propriétés physico-chimiques ne seront donc pas abordées ici. Il s'agit toutefois de l'oxyde de fer Fe_3O_4 connu sous le nom de magnétite. Il se présente ici sous forme de cristal naturel dans lequel il est présent avec un autre oxyde de fer, l'hématite de formule Fe_2O_3 . En effet, il est difficile de le trouver seul à l'état de cristal. Le choix de ce matériau dans ce travail vient d'une étude parallèle réalisée par le laboratoire et liée à l'étude du comportement mécanique du béton armé et en particulier de la détermination des propriétés élasto-plastiques des oxydes de fer pouvant apparaître à l'interface de l'armature métallique et du béton. La **figure II.3-1** montre la cohabitation des deux types d'oxyde ainsi que la localisation d'une série d'empreintes d'indentation.

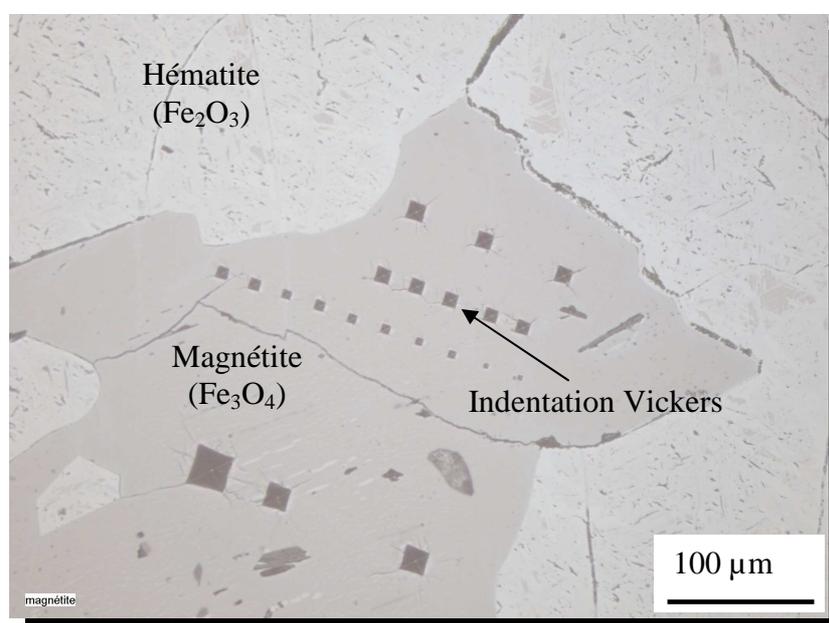


Figure II.3-1. Observation en microscopie optique de l'oxyde naturel montrant deux phases: l'hématite (zone claire) et la magnétite (zone sombre), ainsi que quelques empreintes d'indentation réalisées dans la magnétite.

Les essais d'indentation instrumentée ont été réalisés avec un microhardness tester 2-107 fourni par CSM Instruments. L'indenteur utilisé est une pyramide Vickers à base pyramidale. Tous les essais d'indentation ont été menés à une température constante voisine de 20 °C. Pour étudier l'effet des conditions d'indentation sur le comportement du matériau, nous avons choisi de soumettre le cristal à trois types d'indentation :

- L'indentation n°1 correspond à une indentation monocyclique classique pour laquelle la charge maxi varie entre 100 et 10 000 mN avec un temps de pause à la charge maximum de 15 s. Les vitesses de chargement et de déchargement sont choisies pour respecter la règle de Quinn *et al.* [145]. Ainsi, les valeurs des vitesses sont le

double des valeurs des charges maximum. Par exemple, pour la charge maximum de 1 000 mN, les vitesses de chargement et de déchargement sont de 2 000 mN/min. Les courbes représentatives de l'indentation n°1 sont visibles sur la **figure II.3-2**.

- Pour l'indentation n°2, les charges maximales sont comprises entre 100 et 7 000 mN. Les vitesses de chargement et de déchargement sont prises constantes et égales à une valeur moyenne de 5 000 mN/min. Le temps de maintien à la charge maximale est également de 15 s. Pour ce type d'indentation, nous avons appliqué 5 cycles à charge maximum constante avec un déchargement jusqu'à la charge nulle, comme le montre la **figure II.3-3**. A titre d'information, la comparaison des premiers cycles de l'indentation n°2 avec les résultats de l'indentation n°1 permet d'étudier l'influence de la vitesse de chargement et de déchargement.
- L'indentation n°3 correspond à un cycle de chargement et déchargement répété avec un mode de chargement incrémental et des valeurs de charge variant entre 100 et 10 000 mN. L'échantillon est totalement déchargé entre chaque cycle. Le nombre de cycles est choisi de telle sorte que l'espacement entre chaque cycle soit quasi constant en termes de profondeur d'indentation. Nous avons imposé les vitesses de chargement et de déchargement identiques à l'indentation n°2. Dans l'indentation n°3, nous avons appliqué différents temps de maintien, entre 0 et 60 s, à chaque charge intermédiaire appliquée. La **figure II.3-4** montre un exemple de l'indentation n°3.

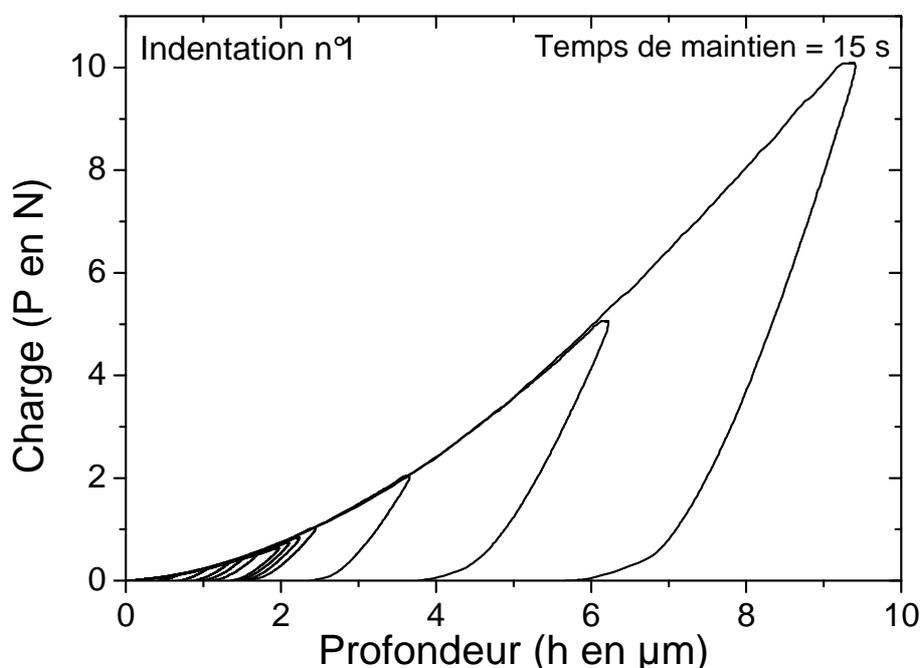


Figure II.3-2. Courbes charge-déplacement obtenues sur le cristal de magnétite : cas de l'indentation n°1.

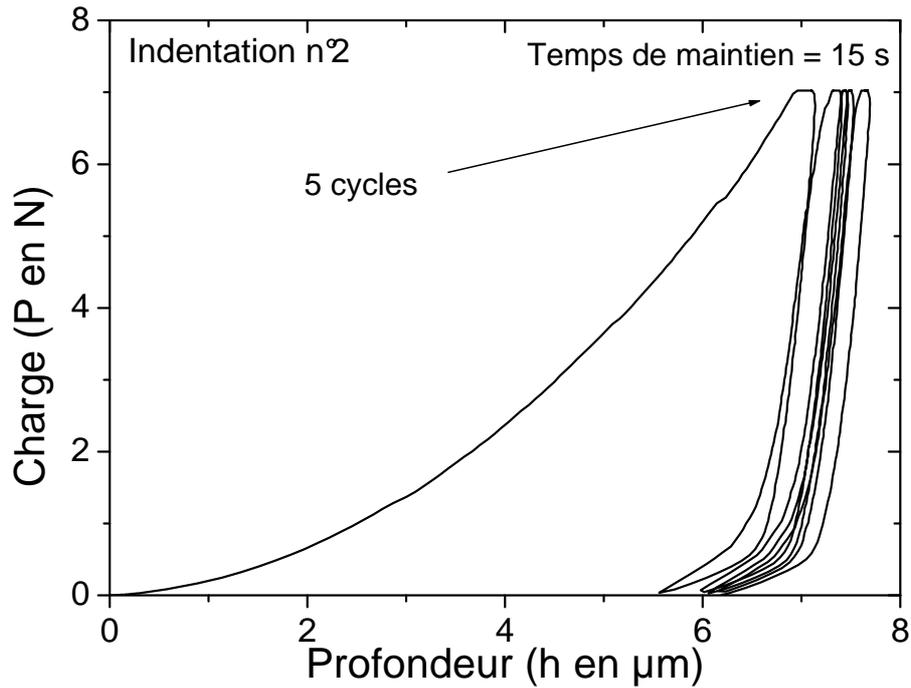


Figure II.3-3. Courbes charge-déplacement obtenues sur le cristal de magnétite : cas de l'indentation n°2 (5 cycles à P_{max}).

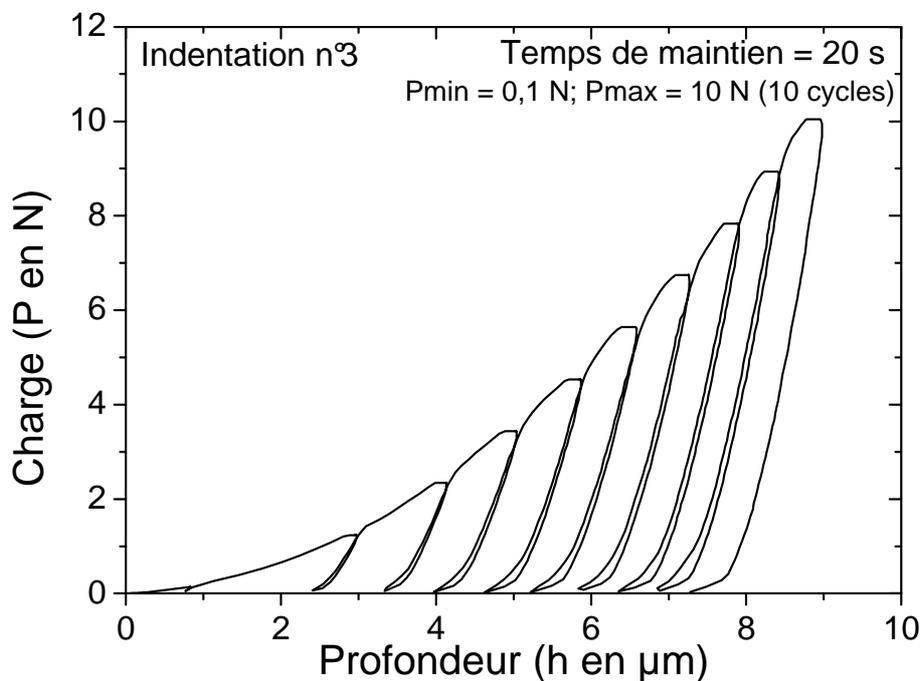


Figure II.3-4. Courbes charge-déplacement obtenues sur le cristal de magnétite : cas de l'indentation n°3 (10 cycles appliqués avec différents temps de maintien aux charges intermédiaires variant entre 100 et 10 000 mN).

Pour les trois conditions d'indentation, le temps de maintien à la charge maximale se traduit par un palier horizontal. Ce palier indique que le cristal de magnétite montre un comportement sensible au fluage par indentation. Dans quelques cas selon ou non la réponse du matériau au fluage, la portion de la courbe au déchargement montre un bombement appelé aussi « bowing out » qui traduit curieusement un enfoncement de l'indenteur alors que la charge diminue. Quelque soit la nature ou les mécanismes qui expliquent ce phénomène, sa présence peut modifier voire rendre impossible les calculs du module élastique réduit. Une étude du comportement au fluage est donc nécessaire pour évaluer son influence sur le calcul du module. Cependant, son étude peut être complexe car l'effet du temps de maintien ou le fluage et l'effet de bombement de la courbe sont probablement deux phénomènes en compétition l'un avec l'autre. On peut penser que de faibles temps de maintien peuvent raisonnablement induire un effet prononcé de bombement et l'inverse pour les durées élevées. Pour étudier leurs contributions dans la mesure du module réduit, nous étudions différents temps de maintien avec l'objectif de réduire d'autant le bombement pour les durées élevées.

Pour étudier l'effet du fluage par indentation sur la variation de la profondeur d'indentation en fonction du temps de maintien, de nombreux auteurs proposent différents modèles impliquant des paramètres de lissage [108, 112, 146-148]. D'autres auteurs [37, 123, 149, 150] étudient les courbes de fluage au moyen de modèles rhéologiques associant des ressorts et des amortisseurs en série et/ou en parallèle. Dans un travail récent, Chicot et Mercier [52] ont montré qu'il était possible de représenter le comportement au fluage en utilisant un modèle rhéologique dans lequel le module réduit est explicitement introduit dans le modèle, l'objectif étant de représenter l'incrément de profondeur (Δh) en fonction du temps (t):

$$\Delta h_{creep} = \frac{P}{26.43 \cdot h(t=0) \cdot C} \left[\frac{1}{E_R} \left(1 - \exp \left[-t \frac{E_R}{\eta_R} \right] \right) + \frac{1}{\eta_I} t \right] \quad (\text{II.29})$$

où P est la charge appliquée, $h(t=0)$ est la profondeur d'indentation mesurée au début du palier horizontale, C est la constante de Tabor [62], E_R est le module réduit, η_R et η_I sont les coefficients de viscosité du matériau et de l'instrument respectivement.

Ainsi, dans la présente étude, nous avons sélectionné 0, 5, 10, 20, 40 et 60 s comme durée de maintien puisque les courbes, comme par exemple celles montrées par [52], de la **Figure II.3-5**, montrent de façon claire que la profondeur d'indentation augmente lentement après 15 s d'application alors qu'elle augmente beaucoup plus rapidement entre 0 et 15 s.

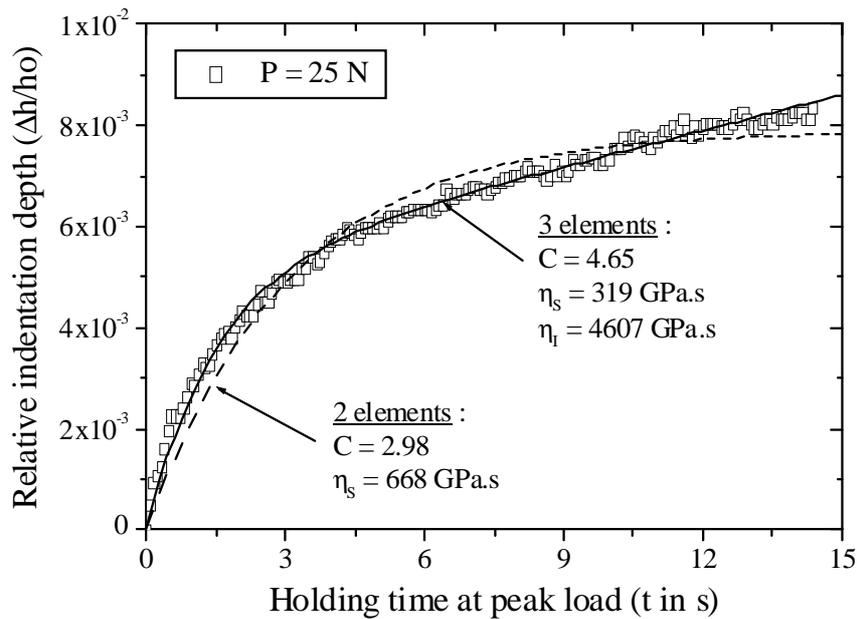


Figure II.3-5. Courbe de fluage par indentation sous une charge de 25 N d'un acier et représentation par le modèle rhéologique, relation (II.29).

D'autre part, concernant la détermination du module d'élasticité à partir des courbes charge-décharge obtenues par microindentation instrumentée, il nous semble important de rappeler une nouvelle fois que certaines modifications ont été apportées au calcul de module réduit. En effet, rappelons qu'Oliver et Pharr [1], en se basant sur les travaux originaux de Doerner et Nix [32], proposent de calculer le module élastique réduit à partir de la complaisance, ou rigidité, totale de l'instrument et du matériau. D'un point de vue général, la complaisance totale résulte de la contribution du déplacement dû à la déformation du système de mesure qui s'ajoute au déplacement propre de l'indenteur dans l'échantillon. De nombreux auteurs calculent le module d'élasticité réduit à partir d'une courbe de déchargement après avoir introduit la valeur de cette complaisance (C_f) déterminée à partir de mesures généralement effectuées sur un échantillon de calibration, principalement de la silice fondue, dont les propriétés sont parfaitement connues. Cette valeur est ensuite introduite dans le logiciel qui corrige lui-même les valeurs mesurées. Cependant, Fischer-Cripps [123] ajoute que le terme de complaisance prend également en compte la forme de l'indenteur mais surtout la nature du montage de l'échantillon. En effet, nous avons pu mettre en évidence au cours de nos diverses expériences que cette correction ne donnait pas une valeur fixe et qu'elle dépendait en plus du mode de sollicitation de l'indentation, monocyclique ou multicyclique, avec ou non temps de maintien à la charge maximum. C'est pourquoi nous n'introduisons aucune valeur de C_f dans le logiciel. Ceci nous impose bien évidemment d'en tenir compte dans nos calculs, qu'il s'agisse de la dureté ou du module d'élasticité.

Ainsi, pour séparer les deux contributions de l'instrument et de l'échantillon, Oliver et Pharr [1] proposent la relation suivante puisque la complaisance est donnée par l'inverse de la rigidité au contact ($1/S=dh/dP$) calculée sur la courbe de déchargement :

$$\frac{1}{S} = \left(\frac{dh}{dP} \right) = C_t = C_f + \frac{\sqrt{\pi}}{2} \frac{1}{\beta \cdot \lambda \cdot E_R \sqrt{A_C}} \quad (\text{II.30})$$

où C_t est la complaisance totale, C_f est la complaisance de l'instrument, β est un facteur de correction qui dépend de la forme de l'indenteur et qui est égal à 1,05 pour un indenteur assimilé conique [55]. A_C est l'aire de contact projeté. λ est également un facteur de correction qui dépend uniquement du coefficient de Poisson [56, 57].

Rappelons que le module réduit est défini par E_R :

$$E_R = \left(\frac{1 - \nu_m^2}{E_m} + \frac{1 - \nu_i^2}{E_i} \right)^{-1} \quad (\text{II.31})$$

où E_m , ν_m et E_i , ν_i représentent respectivement le module d'élasticité et le coefficient de Poisson du matériau et de l'indenteur.

Pour l'indenteur en diamant, le module d'élasticité et le coefficient de Poisson valent respectivement 1140 GPa et 0,07 [151]. Pour ce qui concerne les propriétés élastiques de la magnétite, de nombreux travaux ont été réalisés sur ce sujet. Pour le coefficient de Poisson, les travaux d'Asada et Omori [152], de Kataoka *et al.* [153], de Samsonov [154] et de Straffellini [155] convergent vers la valeur de 0,31. Pour le module d'élasticité, Wood *et al.* [156] et Seo et Chiba [157] trouvent respectivement 150 et 175 GPa. Dans ce qui suit, nous avons séparé l'étude de la dureté et du module d'élasticité en commençant par celle de la dureté et du facteur d'échelle.

3.3.- Dureté et facteur d'échelle.

Pour plus de facilité, nous avons étudié la dureté Martens qui se calcule avec l'aire réelle de contact tenant compte de la profondeur maximale à la place de la dureté d'Oliver et Pharr qui s'appuie sur l'aire du contact projetée tenant compte de la profondeur de contact (**voir Tableau I.3-2**). En effet, à partir des courbes charge-décharge corrigées en introduisant le facteur de complaisance, la valeur de la profondeur d'indentation maximale se déduit de suite alors que la profondeur de contact nécessite un calcul long et fastidieux qui reprend toutes les étapes de la théorie.

Ainsi, dans le cas de l'indentation n°1, nous avons calculé la dureté Martens pour chaque charge appliquée puis nous avons appliqué le modèle de Nix et Gao [91]. La **figure II.3-6** montre la variation du carré de la dureté Martens en fonction de l'inverse de la profondeur d'empreinte selon la relation de Nix et Gao (relation II.32) :

$$\left(\frac{H}{H_0}\right)^2 = 1 + \frac{h^*}{h} \quad (\text{II.32})$$

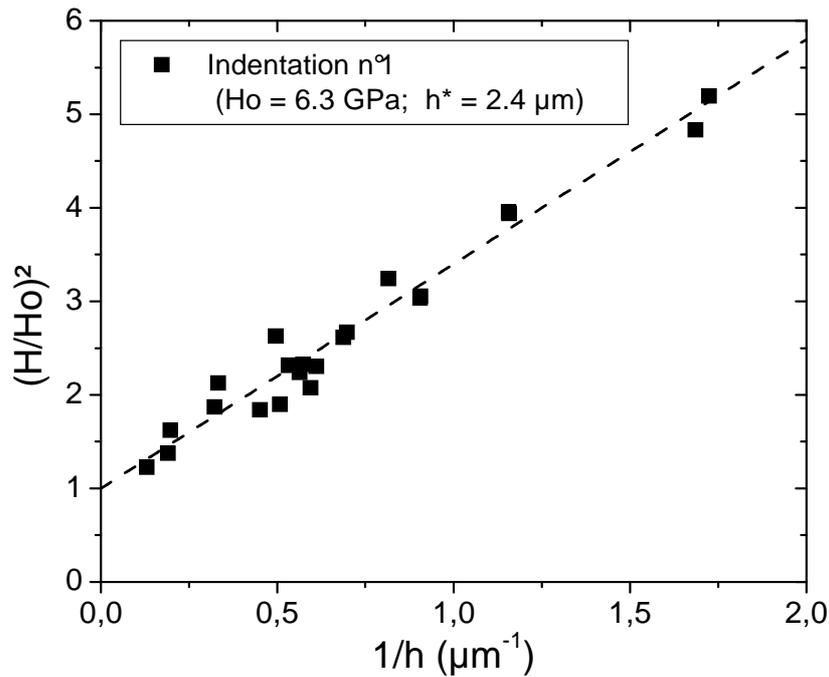


Figure II.3-6. *Modèle de Nix et Gao [91] représentant le paramètre de dureté $(H/H_0)^2$ en fonction de l'inverse de la profondeur d'empreinte, $1/h$, dans le cas de l'indentation n°1.*

Malgré les dispersions observées, la **Figure II.3-6** montre que la relation de Nix et Gao est parfaitement applicable dans le cas de la magnétite. Les valeurs expérimentales de la macrodureté, H_0 , et de la longueur caractéristique, h^* , sont trouvées égales à 6,30 GPa et 2,40 μm respectivement. Le calcul du facteur d'échelle en dureté correspondant donne une valeur de 9,74 $\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$. D'un point de vue théorique, Reichmann et Jacobsen [158] donne 60,3 GPa pour le module de cisaillement de la magnétite. Pour le vecteur de Burgers, Bradley *et al.* [159] indiquent qu'il varie dans un grand domaine de valeurs ce qui empêche la confirmation du modèle. Par contre et a contrario, il est possible d'utiliser les valeurs trouvées ici pour estimer la valeur du vecteur de Burgers à partir de la relation (II.14) que nous rappelons ici en II.33 par souci de simplicité pour le lecteur. Cette relation exprime la valeur théorique de H_{LSF} en microindentation :

$$H_{LSF\ micro} = \frac{9}{\sqrt{2}} \alpha \tan \theta \cdot \mu \sqrt{b} \quad (\text{II.33})$$

Le calcul donne 20,1 nm pour b qui est une valeur tout à fait en accord avec celles annoncées par Bradley *et al.* [159]. En effet, ces auteurs donnent deux valeurs limites, 0,45 nm qui correspond à la dimension d'une cellule de dislocation et 67,5 nm correspondant à environ 150 cellules. Ici, nous trouvons un résultat qui correspondrait à 45 cellules de dislocation, valeur qui semble raisonnable. Rappelons pour la suite que ce résultat est obtenu avec des vitesses de chargement et de déchargement comprises entre 0,2 et 20 N/min selon la charge maximale appliquée.

Pour la vitesse constante de 5 N/min employée dans l'indentation n°2 indépendamment de la charge maximale, la **figure II.3-7** représente le modèle de Nix et Gao appliqué aux valeurs de dureté calculées à la fin de chaque cycle.

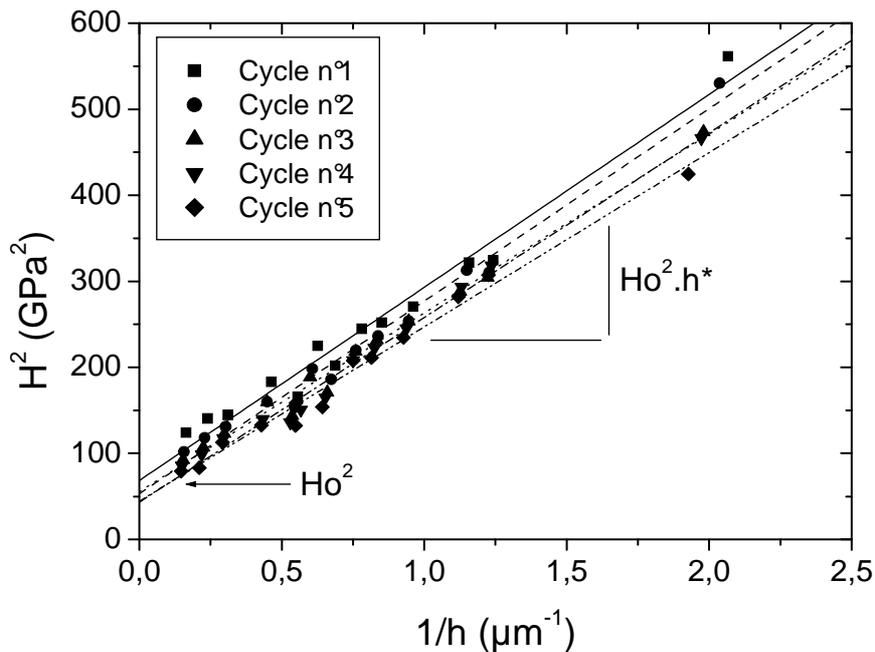


Figure II.3-7. Carré de la dureté, H^2 , en fonction de l'inverse de la profondeur d'indentation, $1/h$, et du numéro de cycles de l'indentation n°2.

Dans ce cas, la représentation de H^2 en fonction de $1/h$, est choisie pour mettre en évidence le fait que toutes les droites sont quasi parallèles indépendamment du numéro de cycles répétés à la charge maximale appliquée. Le **tableau II.3-1** rassemble les valeurs de macrodureté, H_0 , et de la longueur caractéristique, h^* , déterminées expérimentalement à la fin de chaque cycle.

Nombre de cycles	1	2	3	4	5
H_o (GPa)	8,28	7,28	7,44	6,58	6,66
h^* (μm)	3,27	4,22	3,75	4,96	4,57
H_{LSF} ($\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$)	14,98	14,96	14,42	14,65	14,24

Tableau II.3-1. Valeurs de H_o , h^* et H_{LSF} en fonction du numéro de cycles appliqués dans l'indentation n°2.

Les valeurs de H_{LSF} mentionnées dans le **tableau II.3-1** confirment que la pente peut être raisonnablement considérée comme constante. La valeur moyenne expérimentale de H_{LSF} est donc en moyenne de $14,65 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$. A partir de la relation (II.33) et en prenant le vecteur de Burgers calculé pour une faible vitesse de chargement, il est possible de calculer une valeur empirique du coefficient α que l'on trouve égale à 0,75. La différence avec l'indentation n°1 où α est égal à 0,5 est à relier à la durée d'application du chargement par indentation. En effet, l'indentation n°1 est réalisée de manière générale avec une durée d'essai plus longue que pour l'indentation n°2, cette durée étant d'autant plus longue que la charge maximale appliquée est faible. Pour les charges les plus élevées, les conditions expérimentales sont sensiblement les mêmes pour les essais d'indentation n°1 et n°2. En conséquence, l'accommodation de la déformation plastique et donc l'organisation du réseau de dislocations sous l'indenteur sont facilitées dans le cas n°1, surtout pour les petites charges. L'indenteur pénètre plus profondément et la dureté est plus faible ce qui explique les différences observées sur les valeurs de H_o , h^* , H_{LSF} et donc de α .

De la même manière, pour étudier l'effet du temps de maintien sur le comportement en indentation de la magnétite, nous avons appliqué le modèle de Nix et Gao pour chaque durée de maintien appliquée dans le cas de l'indentation n°3. Le **tableau II.3-2** rassemble les valeurs de macrodureté, H_o , et de longueur caractéristique, h^* , trouvées dans chaque situation.

Temps de maintien (s)	0	5	10	20	40	60
H_o (GPa)	7,30	6,83	6,46	6,03	5,44	5,14
h^* (μm)	4,12	4,08	3,57	3,51	3,29	3,53
H_{LSF} ($\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$)	14,82	13,80	12,21	11,30	9,87	9,66
α	0,76	0,71	0,63	0,58	0,51	0,50

Tableau II.3-2. Valeurs de H_o , h^* , H_{LSF} et α en fonction du temps de maintien appliqué dans l'indentation n°3.

De même que dans le cas de l'indentation n°2, la lecture des valeurs de macrodureté et de longueurs caractéristiques prises séparément ne permet pas de tirer des conclusions intéressantes sur le comportement du cristal de magnétite soumis à des cycles d'indentation. En effet, si on peut dire que la macrodureté diminue logiquement avec la profondeur d'empreinte due à la répétition des cycles d'indentation, il n'en est pas de même pour la longueur caractéristique dont on ne sait pas, à la lecture des résultats, si elle décroît ou si elle est constante avec le temps de maintien. Par contre, il est clair que la valeur du facteur d'échelle en dureté décroît de manière monotone entre deux valeurs, 14,82 et 9,66 MPa.m^{1/2} correspondants respectivement à 0 s et 60 s de temps d'application de la charge. Ce résultat est très intéressant car ces deux limites correspondent aux valeurs trouvées dans les cas de l'indentation n°1 (9,74 MPa.m^{1/2}) et de l'indentation n°2 (14,65 MPa.m^{1/2}). Ceci veut dire que dans l'indentation n°3 lorsque le temps de maintien est nul on retrouve le même comportement que dans l'indentation n°2 puisque les vitesses de chargement et de déchargement sont les mêmes. Notez toutefois que les valeurs individuelles de H_0 et de h^* ne permettent pas d'aboutir à une telle conclusion. De plus, on s'aperçoit que pour des vitesses élevées et un temps de maintien long, on se retrouve dans les conditions de l'indentation n°1 réalisée avec des vitesses lentes. Ceci signifie que plus le temps de maintien à la charge maximale est élevé, plus le réseau de dislocations tend à se réorganiser. Pour traduire cet effet, nous calculons la valeur du coefficient α (**Tableau II.3-2**) qui varie entre 0,75 et 0,5 en fonction des conditions d'indentation. Notons que la valeur de ce coefficient diminue lorsque la déformation plastique sous l'indenteur peut s'accommoder. Ce coefficient peut donc être utilisé comme un facteur d'adaptation.

3.4.- Module d'élasticité.

Un des problèmes que nous rencontrons dans la détermination du module d'élasticité par indentation instrumentée est que l'on s'interroge souvent sur la nature du module d'élasticité mesuré car il diffère parfois des modules usuels. Ainsi le module calculé correspond-t-il au module d'élasticité défini selon Young à partir d'un essai de traction (essai uniaxiale) ou alors au module d'élasticité en volume (*module de compressibilité*) déduit de la variation élastique en volume du matériau par une pression hydrostatique. Pour cela, nous avons sollicité le professeur A. Zaoui du Laboratoire de Mécanique de Lille pour effectuer des calculs de dynamique moléculaire qui permettent, à partir de la structure électronique du cristal, de remonter à différentes propriétés dont en particulier le module d'Young et le module de compressibilité. L'objectif n'est pas ici de développer cette approche physicienne mais de discuter des résultats obtenus en les comparant aux

résultats issus de l'indentation instrumentée. Cependant, il est possible de lire des travaux sur ce sujet [160-167] pour prendre connaissance de la méthode. De notre côté, nous nous sommes limités aux résultats. Donc, les résultats obtenus dans notre cas sont de 227 GPa pour le module de compressibilité et de 175 GPa pour le module d'élasticité ou de Young avec un coefficient de Poisson de 0,37. Notons que le module d'élasticité correspond tout à fait au module trouvé par Seo et Chiba [167]. Pour le coefficient de Poisson, nous trouvons un écart avec la valeur usuelle de 0,31 indiquée plus haut. Dans ces conditions, pour l'application de la relation (II.31), nous retiendrons la valeur de 0,37 pour le coefficient de Poisson ce qui nous conduit à une valeur de 1,042 pour le coefficient λ . De cette manière, la relation (II.30) se réduit à :

$$\frac{1}{S} = \left(\frac{dh}{dP} \right) = C_f + \frac{0,1636}{E_R} \cdot \frac{1}{h_C} \quad (\text{II.34})$$

si on remplace la surface A_C par son expression en fonction de la profondeur de contact, soit $24,5 \times h_C^2$.

Dans un premier temps, nous avons étudié l'influence de la viscosité, en appliquant des vitesses de chargement et de déchargement différentes, sur la mesure du module d'élasticité. Pour cela, nous prenons les résultats des essais d'indentation n°1 et n°2 et nous représentons l'inverse de la rigidité de contact ($1/S$) en fonction de l'inverse de la profondeur de contact ($1/h_C$). Nous rappelons que l'indentation n°1 est réalisée avec des vitesses de chargement différentes selon la charge appliquée. Par contre, pour l'indentation n°2, cette vitesse est la même quelque soit la charge appliquée. Dans ce cas, il s'agit d'une vitesse qualifiée d'élevée. La **Figure II.3-8** montre les droites résultantes en accord avec la théorie représentée par la relation (II.34).

La valeur des pentes des deux droites représentées sur la **figure II.3-8** sont très proches et sensiblement égales à $0,77 \mu\text{m}^2/\text{N}$. La valeur du module d'élasticité réduit, E_R , que l'on en déduit à l'aide de la relation II.34 est de 211 GPa. Par conséquent, la valeur du module d'élasticité du matériau qui s'obtient par la relation (II.31) est égale à 223 GPa. Différentes conclusions peuvent être données à cette étape de l'analyse. Tout d'abord, il semble que la valeur du module d'élasticité ne semble pas être affectée par la valeur de la vitesse de chargement, au moins pour les gammes de vitesses utilisées ici. Le plus remarquable sans doute est que la valeur du module élastique trouvée pour la magnétite ne correspond pas au module d'Young usuel de 175 GPa confirmé par les travaux disponibles dans la bibliographie et par les résultats de l'analyse par dynamique moléculaire. Par contre, la valeur trouvée est très proche de la valeur du module de compressibilité appelé « Bulk modulus » par les anglo-saxons.

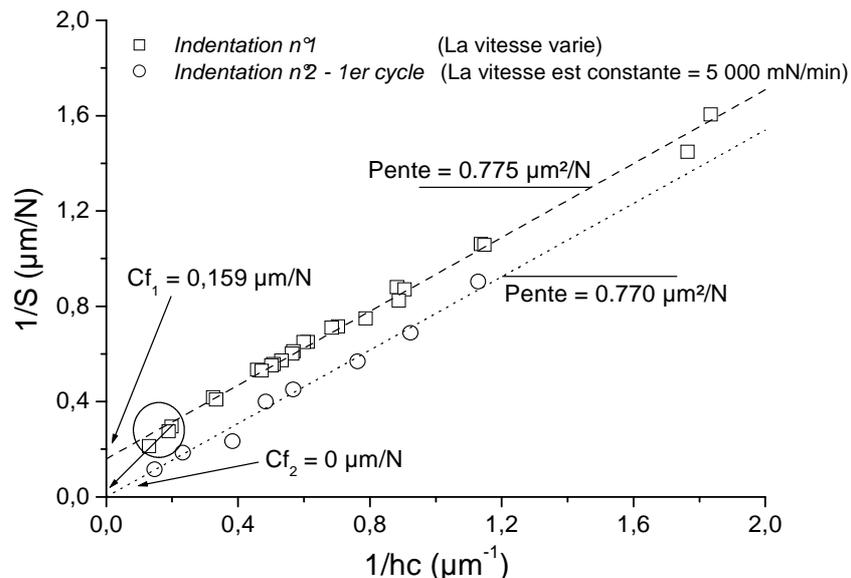


Figure II.3-8. Inverse de la rigidité de contact en fonction de l'inverse de la profondeur de contact pour les deux conditions de vitesse de chargement et de déchargement appliqués dans le cas des indentations n°1 et 2.

Dans le cas de la magnétite, la dynamique moléculaire nous a fourni la valeur de 227 GPa comparable au 223 GPa issu ici de l'expérience. Ce résultat est très intéressant car il confirme que l'indentation instrumentée conduirait au module de compressibilité plutôt qu'au module d'élasticité. Ce résultat est toutefois attendu puisque le module de compressibilité (module en volume) détermine comment un matériau se comporte sous une pression externe en volume donnée, alors que le module d'Young décrit le comportement élastique en tension ou la tendance qu'a un matériau à se déformer selon un axe donné sur lequel les forces opposées sont appliquées.

Comme conclusion supplémentaire, on voit aussi que le terme de complaisance de l'instrument, C_f , n'est pas une valeur fixe puisque dans ce cas on trouve 0 $\mu\text{m}/\text{N}$ pour la vitesse de chargement constante et 0,159 $\mu\text{m}/\text{N}$ lorsque des vitesses différentes sont appliquées. Notons de plus que les essais correspondant aux deux types d'indentation ont été appliqués sur le même échantillon sans que celui-ci ne soit démonté ni déréglé au niveau de la position zéro entre indenteur et surface du matériau.

Dans de nombreuses études, la complaisance apparaît importante puisqu'une valeur incorrecte peut conduire à des calculs erronés du module élastique. En nanoindentation, l'influence du bout de l'indenteur et de la complaisance est probablement encore plus

importante qu'en microindentation due à l'échelle de mesure. Néanmoins, la variation observée de la compliance amène à quelques interrogations. Puisque la compliance n'est pas une valeur constante alors que les conditions environnementales des essais (instrument, indenteur, échantillon) sont les mêmes, l'explication de cette variation doit être trouvée dans la différence des vitesses de chargement et, en conséquence, dans la capacité du matériau à se plastifier durant le processus d'indentation. Cependant, il n'est pas possible ici d'en faire la preuve car on ne peut identifier le responsable entre l'instrument et le matériau. En effet, il existe deux possibilités :

- 1) Il y a une modification de la réponse élastique due au mode de chargement.
- 2) L'accommodation du matériau change sous la pénétration de l'indenteur.

En fait, avec l'application de vitesses de chargement lentes, le matériau prend le temps de s'accommoder par déformation plastique et, par conséquent, la réponse au fluage du matériau peut conduire à une augmentation de la profondeur maximum d'indentation. Il s'en suit que la courbe charge-déplacement est déplacée vers la droite du graphe et la valeur calculée de la profondeur de contact est plus élevée et a pour conséquence de faire diminuer son inverse. Le résultat est que la droite correspondant à l'indentation n°1 est déplacée vers les faibles valeurs (**Figure II.3-8**). Ainsi, la valeur de la compliance, C_f , diffère de zéro.

Nous étudions maintenant l'effet du cyclage par indentation à charge constante sur la valeur du module d'élasticité en volume dans le cas de l'indentation n°2. La **Figure II.3-9** présente l'inverse de la rigidité de contact en fonction de l'inverse de la profondeur de contact, les deux paramètres étant calculés à la suite de chaque cycle d'indentation.

La **Figure II.3-9** montre qu'il n'y a pas d'influence significative du nombre de cycles sur la mesure du module de compressibilité car les points s'alignent sur une même droite. Ainsi, le module de compressibilité, c'est-à-dire les 223 GPa précédemment calculé à partir de la même valeur de pente, est indépendant du nombre de cycles, au moins pour les cinq premiers cycles. Il est également remarquable de noter que la valeur du module de compressibilité est le même que celui obtenu à partir de l'analyse des courbes monotones d'indentation. En effet, la **Figure II.3-3** montre pourtant à l'évidence un effet du comportement visco-élastoplastique du matériau car la profondeur d'indentation augmente à chaque cycle d'indentation. Le point remarquable est donc que la dureté évolue alors que le module de compressibilité resterait a priori constant.

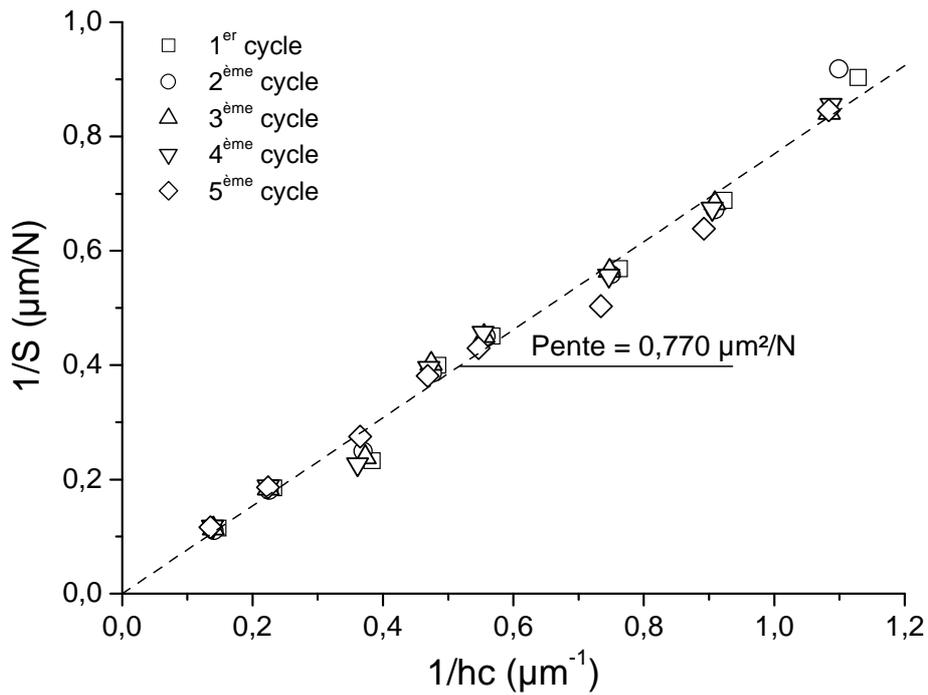
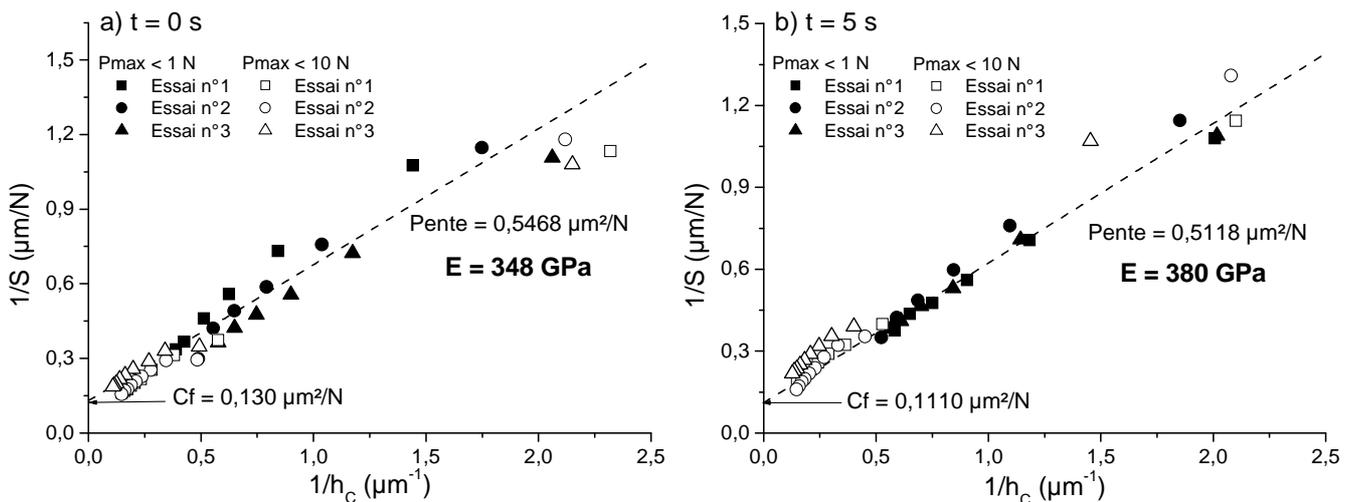


Figure II.3-9. Inverse de la rigidité de contact en fonction de l'inverse de la profondeur de contact pour l'indentation n°2 en fonction du nombre de cycles appliqués à la charge maximum.

Nous analysons maintenant l'effet du cyclage en mode de chargement croissant sur la mesure du module de compressibilité. La **Figure II.3-10** rassemble les courbes relatives à l'application du modèle d'Oliver et Pharr aux courbes d'indentation n°3.



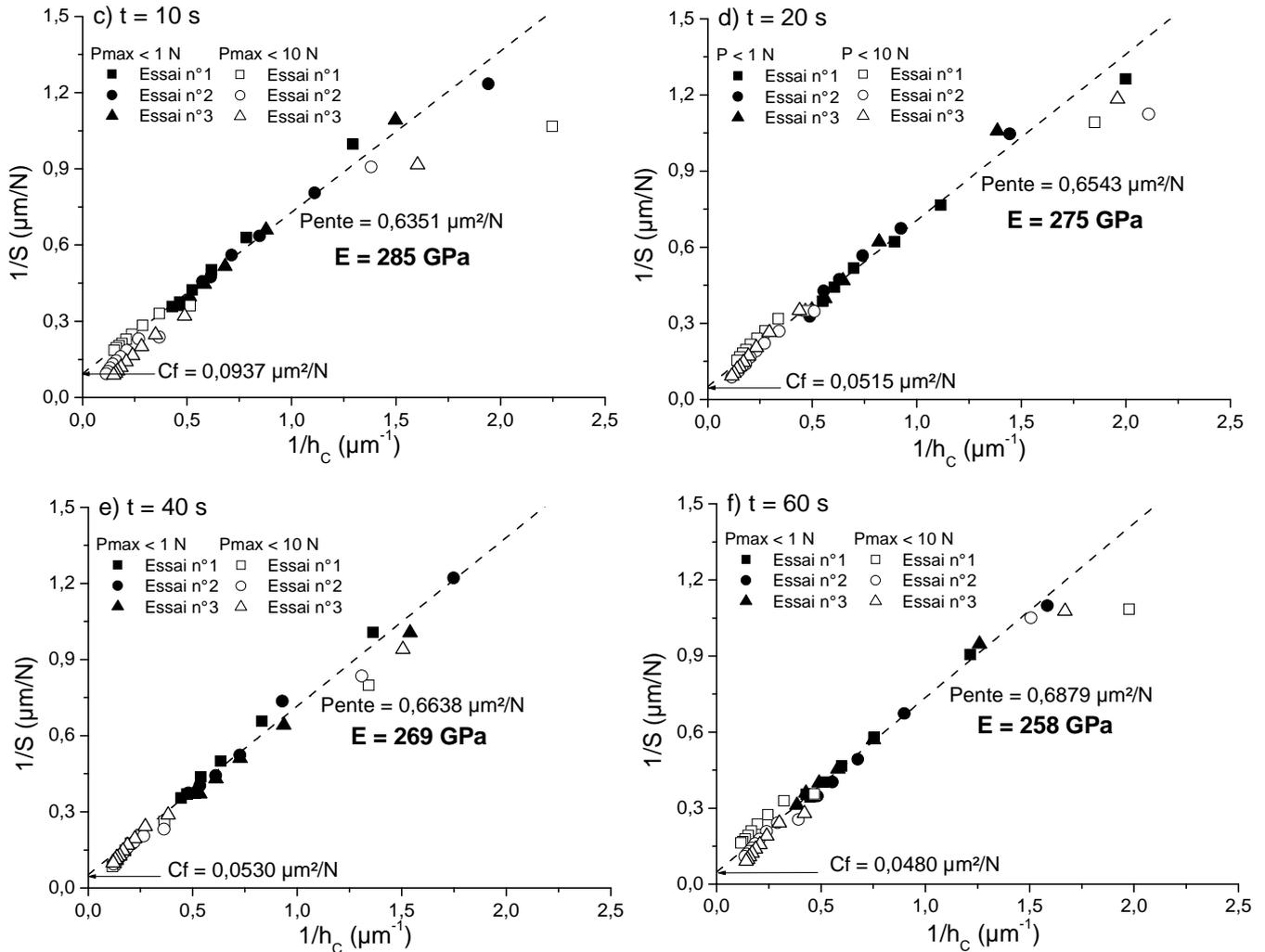


Figure II.3-10. Inverse de la rigidité de contact en fonction de l'inverse de la profondeur de contact, valeurs obtenues sur le cristal de magnétite avec différents temps de maintien à la charge maximum dans le cas de l'indentation n°3.

Avant de discuter des résultats obtenus, il semble important de distinguer les données de l'indentation instrumentée issues des faibles charges d'indentation (1 000 mN – Symboles pleins) de celles issues des charges plus élevées (10 000 mN – symboles ouverts). En effet, il est clairement montré sur cette figure que les données relatives aux faibles charges d'indentation occupent un espace du graphe plus étendu alors que celles relatives aux charges élevées se localisent plus logiquement vers l'origine. D'autre part, on peut remarquer que les données des charges élevées sont relativement dispersées due probablement à la localisation de l'indentation à la surface du matériau puisque les trois essais ne conduisent pas à des séries de points qui se superposeraient. Ceci est beaucoup moins marqué pour les charges faibles exceptées pour la durée de maintien de

0 s pour laquelle la dispersion est aussi importante. Ce problème est probablement dû à l'hétérogénéité du matériau car, rappelons-le, il s'agit d'un matériau dual phase où coexistent magnétite et hématite. Ainsi, pour les charges élevées, une partie de l'indentation est transférée à la phase localisée sous celle directement en contact avec l'indentation. En conséquence, la localisation de l'indentation joue un rôle majeur en relation avec le ou les phases affectées dans le processus de déformation. Ainsi, selon la charge appliquée, la zone de déformation plastique peut être développée dans un grain mais aussi dans plusieurs grains ayant des propriétés mécaniques différentes. En conclusion, pour prendre en compte ce problème, nous n'avons considéré que les points relatifs aux charges d'indentation les plus faibles. La **Figure II.3-10** montre que les données expérimentales obtenues par indentation multi cyclique peuvent être correctement représentées par une droite en accord avec la méthode d'Oliver et Pharr. Dans ces conditions, deux conclusions principales peuvent être données sur la complaisance de l'instrument et sur la valeur du module de compressibilité.

Dans tous les cas, la complaisance prend des valeurs plus faibles que celle obtenue dans le cas de l'indentation n°1 (i.e. $C_f < 0.159 \mu\text{m}^2/\text{N}$). De plus, C_f décroît avec la durée de maintien à la charge maximum, t . Cette valeur reste constante et égale à $0,05 \mu\text{m}^2/\text{N}$, pour des durées plus élevées que 15 s. Notons par curiosité que ce temps limite correspond au temps normalisé d'application de la charge pour des indentations usuelles. D'un autre côté, nous notons à partir de la **Figure II.3-10** que les pentes des droites augmentent en fonction du temps de maintien. A partir des différentes valeurs des droites, nous avons calculé le module de compressibilité que nous indiquons sur chaque graphe. De manière générale, le module de compressibilité est compris entre 250 GPa pour les durées de maintien élevées et 400 GPa pour les durées les plus faibles. Pour expliquer cette différence avec les résultats obtenus pour les indentations n° 1 et 2 (c'est-à-dire 223 GPa), nous corrélons le retour élastique du matériau pendant le retrait de l'indenteur à sa nécessaire adaptation ou accommodation plastique au cours du maintien de la charge maximum. L'observation d'un tel phénomène est clairement visible sur la **Figure II.3-11** où les indentations monocycliques et multi-cycliques sont représentées sur le même graphe.

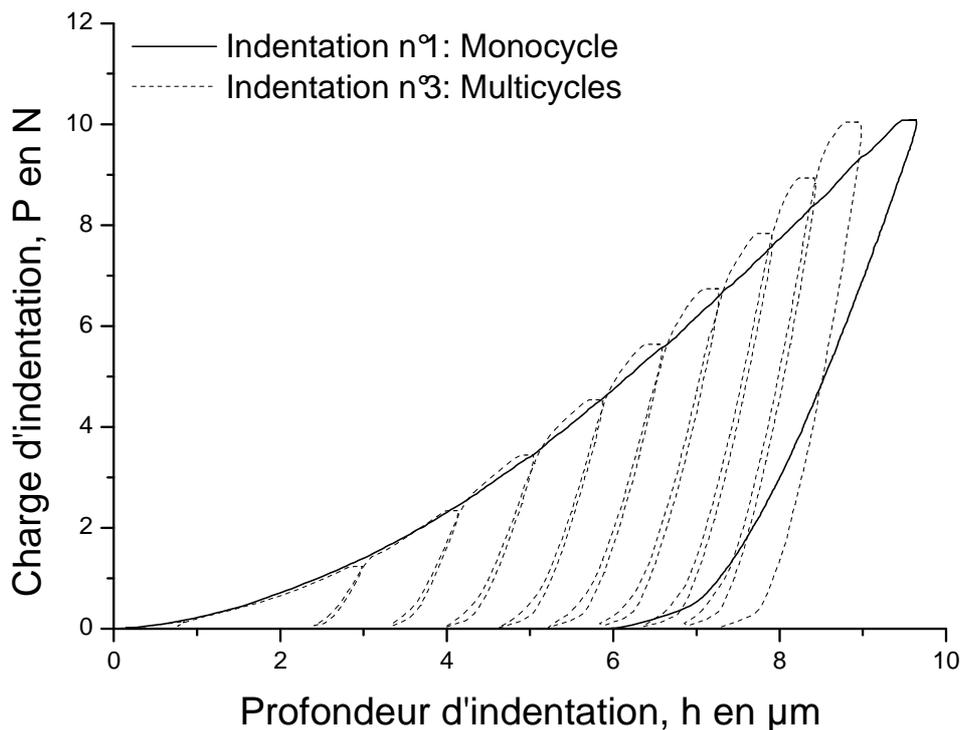


Figure II.3-11. Superposition des courbes d'indentation monocycliques et multicycliques obtenues avec une durée de maintien de 60 s.

On peut remarquer sur cette figure que le premier cycle, voire également le second, du multicycle est parfaitement superposable avec la courbe monocyclique qui traduit la bonne reproductibilité de l'essai. Pour les autres cycles, la profondeur atteinte par l'indenteur est plus faible dans le cas de l'essai d'indentation multicyclique que dans le cas du monocyclique. Ceci confirme que l'augmentation de profondeur est empêchée par la plasticité générée par le mouvement des dislocations qui a lieu au cours des temps de maintien à la charge maximale. Finalement, l'indentation multicyclique conduit à une plasticité cumulative comme l'a déjà mentionné Komvopoulos et Yang [168]. Néanmoins, nous pouvons observer que le module de compressibilité obtenu par indentation multicyclique tend vers la valeur théorique et celle obtenue par indentation classique si la durée de maintien augmente. Ceci indique que le réseau de dislocations se réorganise durant le temps de maintien à la charge maximum permettant ainsi à quelques dislocations de s'annihiler pour graduellement décroître le niveau de plasticité. A cela peut s'ajouter d'autres phénomènes plus ou moins prédominant selon la durée de maintien appliquée.

3.4.1.- Effet du bombement au déchargement

L'effet du bombement ou "bowing out" se traduit par un accroissement de la profondeur de pénétration alors que l'indenteur est en phase de retrait. La **Figure II.3-12** présente un agrandissement des courbes charge-décharge obtenues par application d'une charge de 10 000 mN.

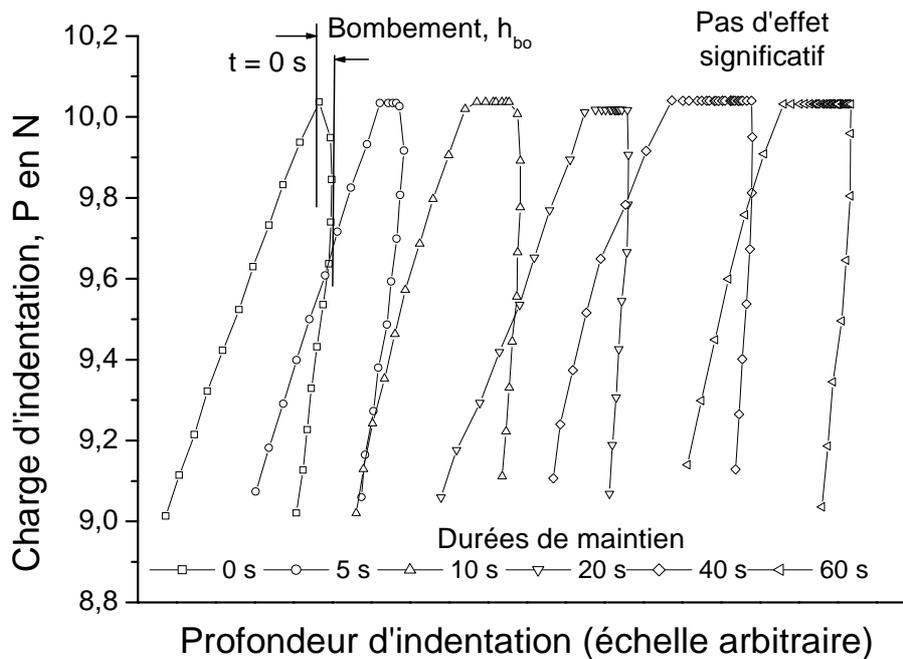


Figure II.3-12. "Bowing out" en fonction de la durée de maintien.

La **Figure II.3-12** montre que l'effet du bombement au déchargement est plus prononcé pour les durées de maintien faibles alors qu'il est pratiquement nul, en termes d'accroissement de profondeur comme mentionné sur la figure, pour les durées élevées supérieures à 10 s. A notre avis, ce phénomène peut être relié au réseau initial de dislocations. En effet, à cause de la plasticité cumulative générée par les cycles précédents, le nombre de dislocations susceptibles de participer au durcissement ou d'être générées pendant le retrait de l'indenteur diminue de manière d'autant plus importante que la plasticité cumulative est élevée. Ainsi, lorsque le durcissement tend vers une valeur limite, le bombement au déchargement ne peut prendre place parce qu'aucune dislocation ne peut contribuer à ce processus. Pour prendre en compte ce phénomène, Li *et al.* [169] ont modifié la loi puissance reliant la charge appliquée à la profondeur d'indentation. Ces auteurs ont trouvé des rapports entre 1,1 et 1,5 entre les deux modules d'élasticité calculés en appliquant le modèle modifié et le modèle original d'Oliver et Pharr. Ces rapports semblent être fonction de la vitesse de déchargement.

Ainsi, les valeurs entre 1,5 et 1,7 trouvées ici sont tout à fait en accord avec les résultats de Li *et al.* [169].

3.4.2.- Effet du fluage

Le temps de maintien à la charge maximale conduit nécessairement à du fluage par indentation qui dépend, bien évidemment, des propriétés de viscosité du matériau. Pour étudier le fluage comme nous le verrons plus en détail dans le prochain chapitre, il est possible de représenter l'accroissement de profondeur en fonction du temps en utilisant un modèle rhéologique [52]. Le module réduit déterminé par la méthode d'Oliver et Pharr permet d'appliquer la relation (II.29) pour déterminer la constante de Tabor, C , et les deux coefficients de viscosité, η_R et η_I . Pour les indentations multicycles, l'effet de la durée de maintien est étudié en représentant la variation relative de profondeur, notée (Δh) en fonction de la durée de maintien (t), selon la relation (II.29). La constante de Tabor C , les coefficients de viscosité réduits du matériau, η_R , et de l'instrument, η_I , sont déterminés en fonction de la durée de maintien. En pratique, un problème important de lissage par la fonction apparaît. Celui-ci est lié au nombre de points considérés pour le lissage et, corrélativement, à l'étendue des points sur l'axe des x . Par exemple, la **Figure II.3-13** indique les valeurs des trois paramètres rhéologiques calculés en considérant différentes longueurs de segments de l'axe des x compris entre 5 s et 60 s. Les limites hautes de ces segments sont indiquées par une flèche sur le graphe.

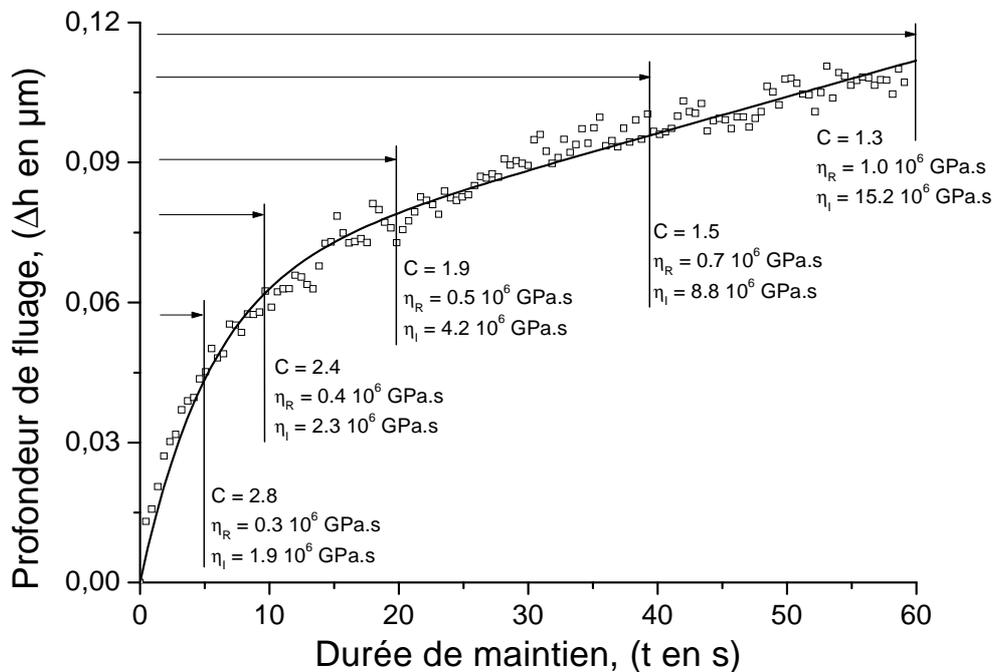


Figure II.3-13. Paramètres rhéologiques calculés à partir de données couvrant différentes portions de l'axe des x indiquées par des flèches.

Cette figure montre clairement que les paramètres de lissage dépendent de la longueur du segment considéré sur l'axe des x . De plus, le comportement au fluage change pour passer d'un premier stade à un second stade après 20 s de temps de maintien. Ce deuxième stade est habituellement caractérisé par une représentation linéaire de la déformation en fonction du temps alors que le premier stade est représenté par une loi puissance [170]. Pour cette raison, le modèle rhéologique est seulement appliqué sur les vingt premières secondes de l'essai. Toutefois, pour discuter valablement de l'effet du temps de maintien sur le comportement mécanique, les paramètres de lissage doivent être déterminés sur la même étendue sur l'axe des x , c'est-à-dire au moins 5 secondes, et sur le dernier cycle de l'indentation n°3. Après calculs, nous montrons que les paramètres rhéologiques sont quasi constants excepté pour 5 s de maintien pour laquelle la constante C est deux fois plus élevée et les deux coefficients de viscosité plus faibles que les autres valeurs. En plus, nous avons vérifié que la constante C était proche de 3 en accord avec la valeur donnée par Tabor [62].

Pour les coefficients de viscosité, les valeurs trouvées sont du même ordre de grandeur que celles trouvées par Chicot et Mercier [52]. L'information principale que l'on peut retenir est que la réponse au fluage ne semble pas être affectée par l'histoire de durcissement du matériau, c'est-à-dire par la plasticité cumulative. Ce résultat est en bon accord avec le fait que le module de compressibilité est différent pour le temps de maintien de 5 s et qu'il devient quasi-constant pour les durées supérieures à 10 s. Ainsi, la modification du module de compressibilité calculé par indentation multicycles résulte principalement du bombement au déchargement et de la manière dont la courbe au déchargement est considérée pour calculer la pente et la profondeur de contact.

3.5.- Conclusions.

Nous avons étudié l'influence du mode de sollicitation de l'indentation sur la mesure des propriétés mécaniques, en particulier la dureté et le module d'élasticité. Les essais ont été réalisés sur un cristal formé de deux oxydes de fer, la magnétite et l'hématite. Ce travail entre dans le cadre plus général de la détermination des propriétés mécaniques de divers oxydes de fer, naturels ou produits par la corrosion.

Concernant la mesure de dureté, nous avons montré que le facteur d'échelle en indentation déduit de la théorie de Nix et Gao donne des renseignements intéressants sur le processus de déformation sous l'empreinte. Nous suggérons de considérer l'influence de la vitesse de déformation en introduisant un coefficient empirique dans ce facteur d'échelle. Les variations observées sur ce coefficient montrent que le facteur d'échelle

varie en fonction de la vitesse de chargement et de déchargement ainsi que de la durée de maintien à la charge maximale qui ont des effets similaires sur le mode de déformation plastique en indentation. En effet, l'indentation multicyclique avec un mode de chargement incrémental conduit à un facteur d'échelle compris entre deux valeurs limites respectivement obtenues aux faibles et hautes vitesses de chargement ou avec des hautes ou faibles durées de maintien. Cette discussion est basée sur la valeur du coefficient empirique qui est comprise entre 0,5 (valeur trouvée dans la bibliographie pour divers matériaux métalliques cristallins utilisant des essais d'indentation instrumentée standards) et 0,75 (valeur trouvée expérimentalement pour les vitesses de déformation élevées empêchant le réseau de dislocations de se réorganiser librement). En conclusion, le facteur d'échelle en indentation est clairement capable de décrire l'aptitude du matériau à se plastifier sous l'indentation. Il peut mettre en évidence la capacité du matériau à créer des dislocations par indentation et il peut être représentatif du réseau de dislocations. C'est pourquoi nous pouvons le comparer à une ténacité de déformation d'autant plus que son unité est celle d'une ténacité.

Concernant la détermination du module d'élasticité, la comparaison des résultats d'indentation avec ceux déduits de la dynamique moléculaire permet d'affirmer que le module trouvé par indentation correspond bien au module de compressibilité à la place du module d'élasticité qui serait obtenu par traction. En plus, nous avons observé que la vitesse de chargement et de déchargement ainsi que le nombre de cycles dans le cas de l'indentation multicyclique utilisant la même charge maximale, n'a pas d'influence significative sur la réponse mécanique du matériau en termes de module de compressibilité puisque l'on obtient la même valeur. Ainsi, dans ces conditions, les propriétés visco-élastoplastiques du matériau n'a pas d'effet visible sur la mesure du module de compressibilité même si la profondeur d'indentation augmente après chaque cycle. Toutefois, nous avons observé de manière inattendue des variations du module de compressibilité en fonction du temps de maintien à la charge maximale dans le cas de l'indentation multicyclique utilisant un mode incrémental de la charge maximale appliquée. Dans ce cas, l'indentation au cycle $(i+1)$ correspond à l'indentation d'un matériau déformé plastiquement suite à l'indentation au cycle (i) . Ce résultat peut être expliqué par la réorganisation du réseau de dislocations durant le fluage du matériau et par l'émergence de dislocations immédiatement après le retrait de l'indenteur, ces deux phénomènes étant à l'origine de la plasticité cumulative. Cependant, on peut noter que le module de compressibilité tend vers la valeur théorique déduite de la dynamique moléculaire pour les durées de maintien les plus élevées qui peuvent être assimilées à un temps utilisé pour l'accommodation du réseau de dislocations.

4. – Etude du fluage par indentation

4.1.- Introduction.

Le fluage est un phénomène physique qui se traduit par la déformation irréversible du matériau lorsque celui-ci est soumis à une contrainte constante pendant une durée suffisante pour provoquer cette déformation. En pratique, lors d'essais classiques de fluage, les échantillons sont soumis à une charge constante puis on enregistre la variation de la déformation en fonction du temps. La réponse du matériau en termes de déformation dépend des conditions d'application de la charge, du temps (principalement), de la valeur de la contrainte appliquée et de la température. Lorsque le matériau présente un comportement visco-élastoplastique, la déformation montre plusieurs stades correspondant à l'élasticité instantanée (déformation que subit le matériau dès que la contrainte est appliquée), à l'élasticité retardée et à l'écoulement visqueux (stades où la déformation croît linéairement pendant un temps donné puis qui s'accélère rapidement pour conduire à la rupture du matériau). Pour étudier ces différents stades avec des essais classiques de fluage, il faut compter plusieurs mois d'essais pour ne pas dire plusieurs années selon les conditions avec lesquelles sont réalisés les essais. Ces essais sont connus, parfaitement maîtrisés mais très longs et donc très coûteux pour les industriels. L'idée est donc d'utiliser l'indentation pour obtenir des informations sur le comportement visco-élastoplastique des matériaux. Il n'est bien évidemment en aucun cas envisagé de déterminer les mêmes paramètres que ceux

obtenus avec des essais classiques de fluage dus au fait que les conditions application de la charge ne sont absolument pas comparables. L'objectif est seulement de fournir des indicateurs de comportement en fluage dont les tendances seront, on l'espère, les mêmes que celles rencontrées avec les essais classiques.

L'idée de départ est simple. Au cours d'un essai d'indentation, il est possible d'appliquer une charge pendant un temps donné. Pour les essais classiques et normalisés, il s'agit d'une durée de 15 secondes. Pour l'étude du fluage, nous envisageons d'étendre cette durée à 120 secondes. On voit de suite ici le gain de temps que l'on pourrait réaliser si on trouvait un paramètre pertinent pour caractériser le fluage au terme de ces 120 secondes d'essai. De manière générale, même les matériaux métalliques peu réactifs au fluage montrent une certaine sensibilité au fluage par indentation qui se traduit par un enfoncement continue lors du maintien de la charge. C'est cette déformation permanente que nous allons étudier dans ce chapitre en représentant la variation de profondeur en fonction de la durée d'application de la charge. Nous allons nous appuyer sur des études déjà réalisées dans lesquelles la déformation par fluage était analysée avec des modèles rhéologiques. Pour affiner notre étude, nous verrons lequel de l'indenteur conique ou assimilé ou de l'indenteur bille est le mieux adapté pour étudier le fluage par indentation.

4.2.- Matériaux étudiés et propriétés usuelles du fluage.

Nous avons sélectionné trois types d'aciers pour étudier le comportement au fluage par indentation. Ce sont des nuances d'acier au chrome : l'acier T91 à 9 % de chrome et deux aciers à 12 % de chrome, notés X20 et 12 Cr. La composition chimique de ces aciers est donnée dans le **tableau II.4-1**.

Acier	C	Mn	P	S	Si	Cr	Mo	W	V	Nb	Ni	Al	N	B	Co
T91	0,10	0,46	0,016	0,002	0,31	8,7	0,99	0,01	0,22	0,08	0,26	0,02	-	-	-
X20	0,20	0,41	0,019	0,002	0,34	11,7	1,17	0,05	0,35	0,007	0,42	0,009	-	-	-
12Cr	0,12	0,35	0,018	0,001	0,49	11,5	0,29	1,5	0,26	0,05	0,29	0,008	0,067	0,005	1,62

Tableau II.4-1. *Composition chimique des aciers au chrome utilisés pour l'étude du comportement au fluage par indentation.*

Ces aciers ont été choisis car ils présentent des comportements différents au fluage. Le principe d'un essai classique de résistance au fluage est de soumettre le matériau à une

contrainte donnée et de mesurer le temps à la rupture. Ces essais sont généralement effectués à des températures élevées voisines de 500 et 600 °C. Pour ces aciers, il est à noter que la contrainte appliquée varie linéairement en fonction du temps à la rupture avec un temps à rupture d'autant plus long que la contrainte appliquée est faible. Il est remarquable que les pentes de ces droites soient indépendantes de la température appliquée. Le critère de fluage classique que nous retiendrons est donc la valeur absolue des pentes exprimées en MPa/h. Le **tableau II.4-2** rassemble ces valeurs obtenues pour chaque matériau. Ces résultats nous ont été fournis par l'école des Mines de Douai, c'est pourquoi nous n'avons pas développé leur mode d'obtention.

Acier	Pente des droites $\sigma = f(t)$ (MPa/h)
T91	$5,1 \cdot 10^{-3}$
X20	$7,1 \cdot 10^{-3}$
12Cr	$2,8 \cdot 10^{-3}$

Tableau II.4-2. Valeurs absolues moyennes de la pente des droites contrainte – temps de rupture obtenues par des essais de fluage classiques à des températures d'essais comprises entre 525 et 650 °C.

Dans ce qui suit, nous cherchons à identifier une ou plusieurs caractéristiques au fluage par indentation, l'objectif étant de classer les matériaux selon leur comportement au fluage trouvé par essais de fluage classiques (**tableau II.4-2**).

4.3.- Étude du fluage par indentation Vickers.

Pour beaucoup de matériaux, le fluage par indentation se traduit par un enfoncement continu de l'indenteur à l'application de la charge maximale. Cela se traduit par un palier dans une représentation de la charge appliquée en fonction de la profondeur d'indentation. Ce phénomène est bien visible sur la **Figure II.4-1**, prise à titre d'exemple, et qui représente une courbe charge-décharge obtenue par indentation de l'acier T91 avec une charge maximum de 5 N. Le palier mis en évidence par le cercle est le plus souvent observé en représentant la profondeur de l'indenteur en fonction du temps d'application de la charge. Ce type de courbe est également montré sur la **Figure II.4-1**.

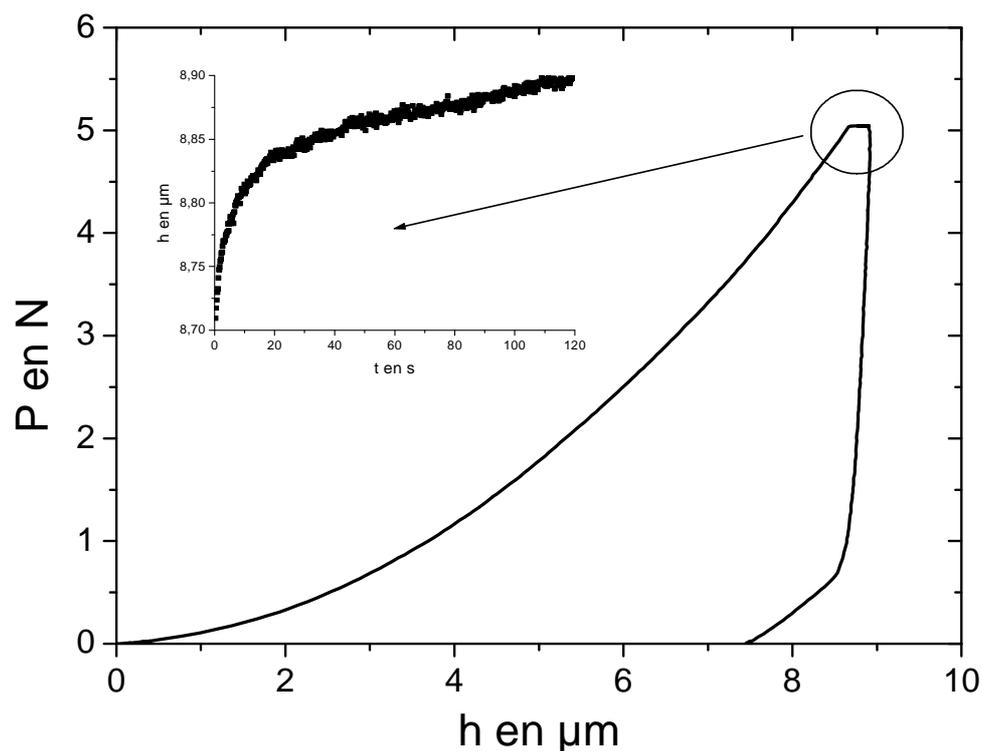


Figure II.4-1. *Courbe classique de charge décharge obtenue par indentation Vickers de l'acier T91 avec une charge maximale de 5 N et un temps de maintien de 120 s à la charge maximale.*

L'étude du fluage par indentation se focalise donc sur l'étude des courbes $h = f(t)$ qui présentent généralement une première partie durant laquelle on observe une augmentation rapide de la profondeur d'indentation qui tend à diminuer pour les durées plus élevées. Pour étudier ces variations, il existe de nombreux modèles que nous avons présentés dans la partie bibliographique de ce mémoire. Si certains sont plus ou moins empiriques avec des paramètres pas toujours facilement identifiables ou comparables à des propriétés intrinsèques au matériau, d'autres semblent donner des représentations parfaites mais, là encore, avec des coefficients dont on ne sait exactement qu'elles sont leurs significations. Pour limiter notre travail, nous n'étudierons que les modèles rhéologiques qui présentent l'avantage de relier certains coefficients de lissage à des propriétés élastique ou de viscosité du matériau. Dans un travail complet, Fischer-Cripps [78] rassemble quelques modèles rhéologiques élémentaires à 2, 3 ou 4 éléments conduisant ainsi au même nombre de paramètres de lissage. Dans leur étude, Chicot et Mercier [52] ont développé un modèle rhéologique à 3 éléments qui semblent donner de bons résultats d'autant plus que les paramètres mis en jeu sont, en particulier, directement reliés aux propriétés élastique et de viscosité du matériau étudié. Ceci n'est pas le cas dans le modèle de Voigt pour lequel les valeurs des deux modules d'élasticité

ne sont pas reliées, en tous cas directement, aux propriétés du matériau ou de l'indenteur. Comme l'objectif est de comparer une seule caractéristique du fluage par indentation au paramètre de lissage de référence, nous ne pouvons utiliser le modèle combiné de Maxwell-Voigt à quatre éléments qui introduit deux coefficients de viscosité qui ne sont pas explicitement reliés aux propriétés du matériau même si ce modèle peut, à l'évidence, beaucoup mieux représenter l'évolution des points expérimentaux. Ainsi, dans ce qui suit, nous n'utiliserons seulement que le modèle de Voigt et le modèle de Chicot et Mercier.

4.3.1.- Modèle de Voigt

Rappelons que le modèle de Voigt associe deux ressorts et un amortisseur avec un montage en parallèle d'un ressort et d'un amortisseur couplé en série avec un ressort comme le rappelle la **Figure II.4-2**.

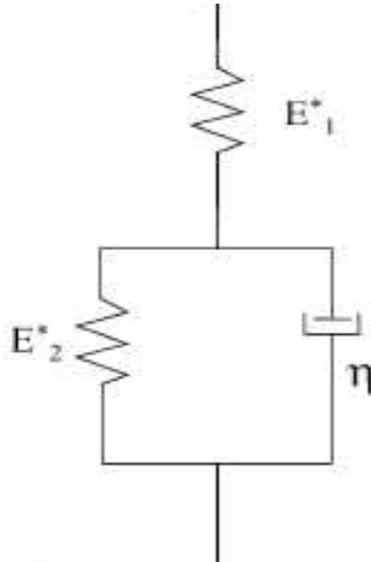


Figure II.4-2. Modèle rhéologique de Voigt construit avec trois éléments.

Considérant l'application d'une charge P_0 avec un indenteur conique, Fischer-Cripps [78] propose d'exprimer le carré de la profondeur en fonction du temps de maintien de la manière suivante :

$$h^2(t) = \frac{\pi}{2} P_0 \cot \alpha \left[\frac{1}{E^*_1} + \frac{1}{E^*_2} \left(1 - e^{-\frac{E^*_2}{\eta} t} \right) \right] \quad (\text{II.35})$$

où les paramètres E_i et η représentent respectivement des modules d'élasticité exprimés en GPa si le coefficient de viscosité est donné en GPa.s en accord avec le ressort et l'amortisseur présenté sur la **Figure II.4-2**.

Dans ces conditions, il convient mieux de représenter le carré de la profondeur en fonction du temps au lieu de la profondeur en fonction du temps comme il est proposé sur la **Figure II.4-1**. A titre d'exemple, nous avons représenté sur la **Figure II.4-3** l'évolution de la profondeur en fonction du temps obtenue sur l'acier T91 en appliquant une charge maximale de 10 N.

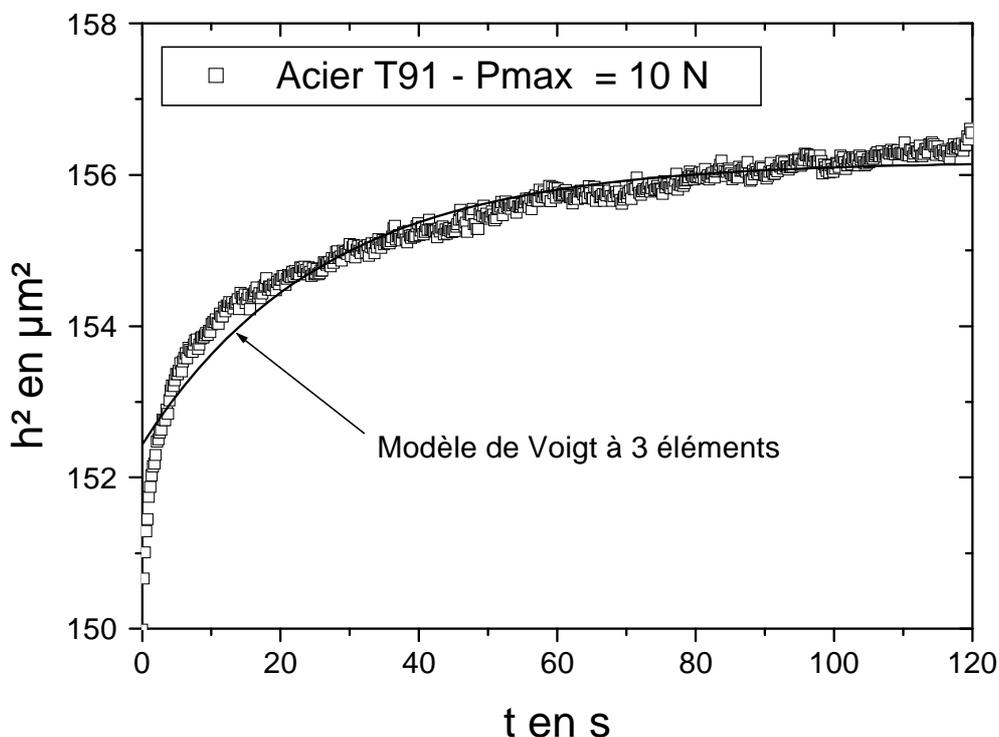


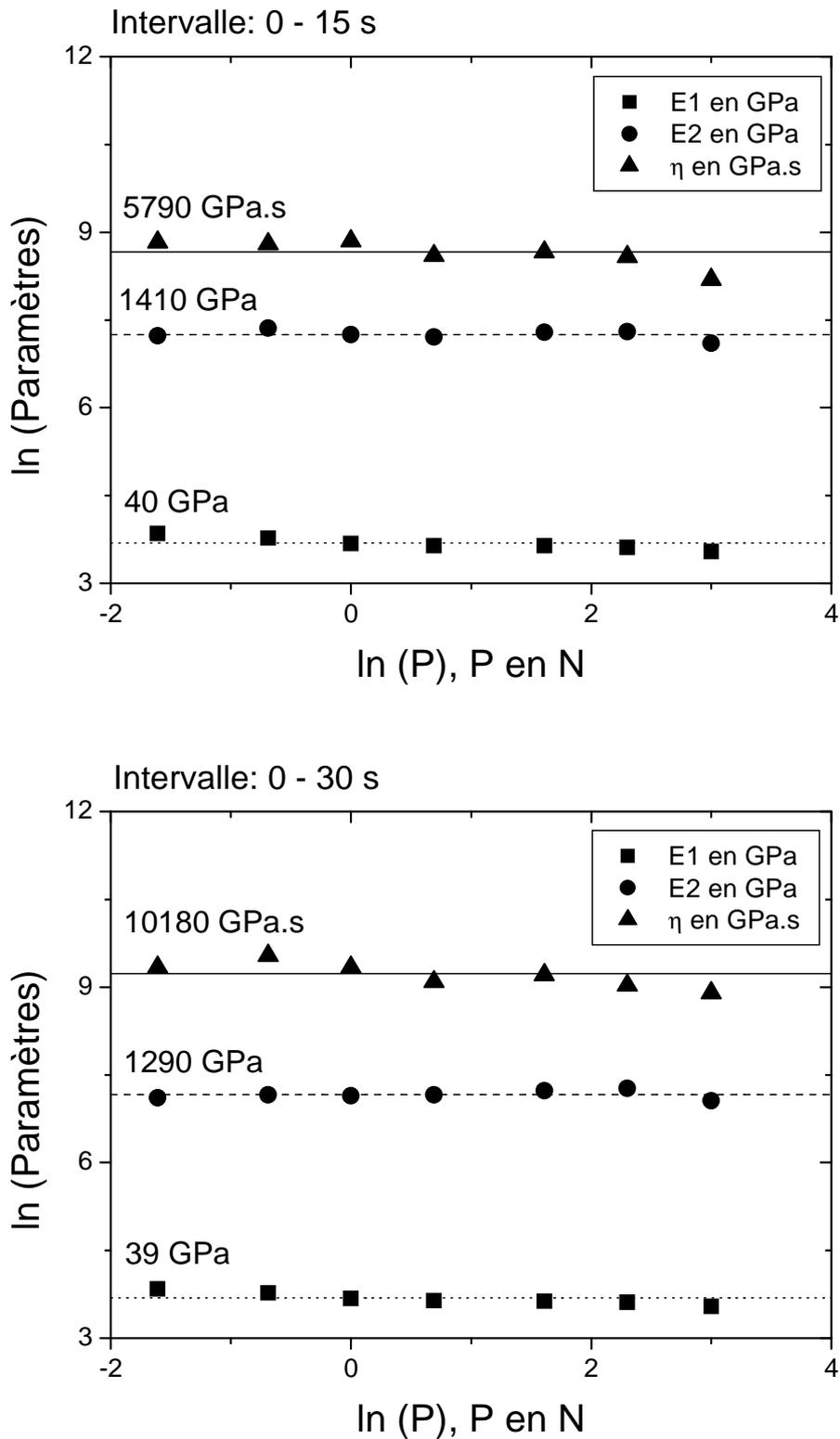
Figure II.4-3. Evolution du carré de la profondeur d'indentation en fonction du temps de maintien à la charge maximale de 10 N appliquée sur l'acier T91. Application du modèle de Voigt.

Le lissage par le modèle de Voigt présenté sur la **Figure II.4-3** tient compte de tous les points expérimentaux. Cependant, Chicot et Mercier [52] ont montré que si l'on change la plage de données considérée pour le lissage, alors les valeurs des modules d'élasticité et du coefficient de viscosité changent. C'est pourquoi, nous avons pris le parti d'étudier cette courbe en considérant trois plages de données, entre 0 et 120 s comme c'est le cas sur cette figure, entre 0 et 30 s qui semble correspondre à un changement de régime, augmentation rapide puis lente de la profondeur en fonction du temps de maintien autour de cette valeur de 30 s et aussi entre 0 et 15 s qui correspond à la durée normalisée des essais d'indentation classique. Ainsi, pour chaque charge appliquée et pour chaque plage de données choisies, nous avons appliqué le modèle de Voigt et collecté dans le **tableau II.4-3** l'ensemble des valeurs des modules d'élasticité E_1 et E_2 et du coefficient de viscosité η .

Valeurs obtenues selon le Modèle de Fischer Cripps, Indenteur Vickers						
Charge	P=0.2 N			P=0.5 N		
Temps	t=0-15 sec	t=0-30 sec	t=0-120 sec	t=0-15 sec	t=0-30 sec	t=0-120 sec
E1	46,8	46,6	45,8	43,5	43,3	43,2
E2	1380,0	1225,8	1126,0	1568,5	1280,6	1160,9
η	6839	11416	94308	6626	13895	20030
Charge	P=1 N			P=2 N		
Temps	t=0-15 sec	t=0-30 sec	t=0-120 sec	t=0-15 sec	t=0-30 sec	t=0-120 sec
E1	39,6	39,5	39,0	38,1	38,0	37,6
E2	1410,8	1262,6	692,1	1348,0	1282,1	1078,3
η	6945	11373	48260	5431	8854	37023
Charge	P=5 N			P=10 N		
Temps	t=0-15 sec	t=0-30 sec	t=0-120 sec	t=0-15 sec	t=0-30 sec	t=0-120 sec
E1	38,0	37,8	37,5	36,9	36,8	36,5
E2	1472,2	1375,6	1254,7	1484,5	1442,2	1462,7
η	5771	9983	38690	5330	8382	35274
Charge	P=20 N			Valeurs moyennes		
Temps	t=0-15 sec	t=0-30 sec	t=0-120 sec	t=0-15 sec	t=0-30 sec	t=0-120 sec
E1	34,5	34,3	34,0	40	40	40
E2	1213,8	1163,8	1270,2	1410	1290	1005
η	3593	7343	19364	5790	10180	41850

Tableau II.4-3. Valeurs de coefficients d'élasticité et de viscosité obtenues avec le lissage des courbes $h^2 = f(t)$ avec le modèle de Voigt pour chaque charge maximale appliquée et pour chaque plage de données retenue. Les valeurs de E_1 et E_2 sont données en GPa et les valeurs de η sont en GPa.s.

De façon à mieux mettre en évidence certaines tendances dans l'évolution de ces paramètres, nous avons représenté sur la **Figure II.4-4** leurs évolutions en fonction de la charge maximale appliquée dans une échelle bilogarithmique.



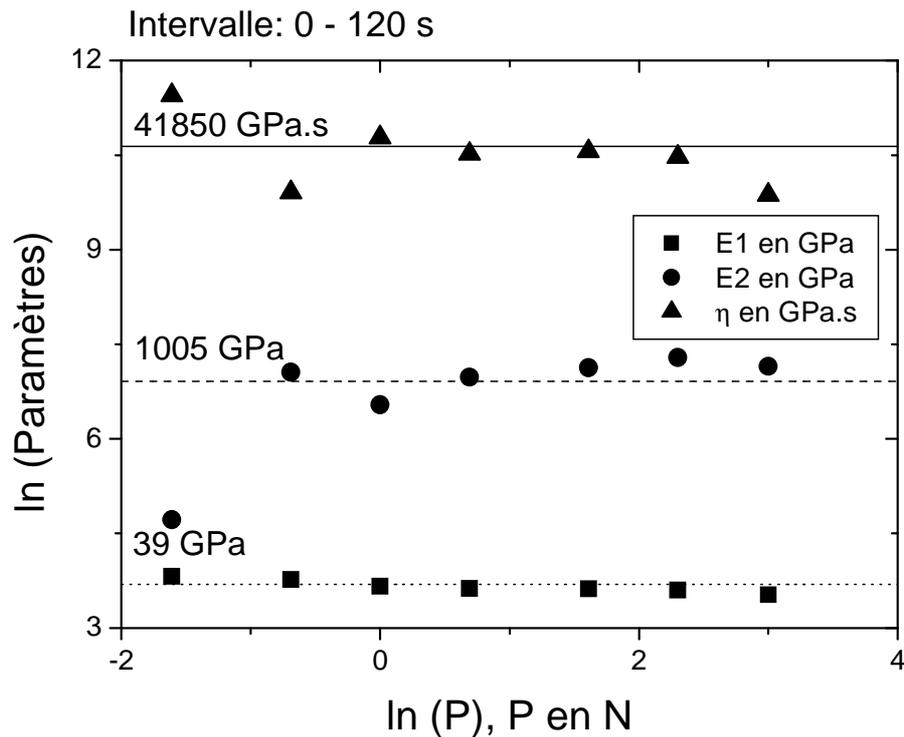


Figure II.4-4. Variation des paramètres de lissage du modèle de Voigt en fonction de la plage de données considérée et de la charge maximale appliquée sur l'acier T91.

Il est intéressant de noter que les valeurs des coefficients de lissage sont indépendantes de la charge appliquée. C'est pourquoi nous donnons sur chaque figure les valeurs des modules d'élasticité E_1 et E_2 ainsi que du coefficient de viscosité η . Par contre, les valeurs diffèrent selon la plage de données considérée excepté pour le module E_1 qui reste constant et égal à 40 GPa quelque soit les conditions de lissage. On peut également remarquer que la valeur de E_2 diminue lorsqu'on augmente l'étendue de la plage de données alors que le coefficient de viscosité η augmente. Ceci est gênant dans la mesure où l'on souhaite extraire un seul paramètre de lissage par indentation. Nous verrons dans la suite comment il est possible de contourner cette difficulté. D'autre part, le modèle de Voigt conduit à des valeurs des modules d'élasticité qui ne sont pas comparables ni avec celui du matériau, ni avec celui de l'indenteur. Ceci pose une question de fond quant à la pertinence de ce modèle.

4.3.2.- Modèle de Chicot et Mercier

Ce modèle également à trois éléments est construit de la même manière que le modèle de Voigt sauf qu'il remplace le ressort en série par un amortisseur. Pour que ce modèle soit applicable, il faut négliger l'histoire du chargement du matériau. Ceci peut être

problématique et peut conduire à des valeurs des paramètres de lissage qui vont varier en fonction de la charge appliquée. Nous verrons dans la suite comment ce modèle se comporte. La **Figure II.4-5** rappelle l'assemblage des trois éléments rhéologiques.

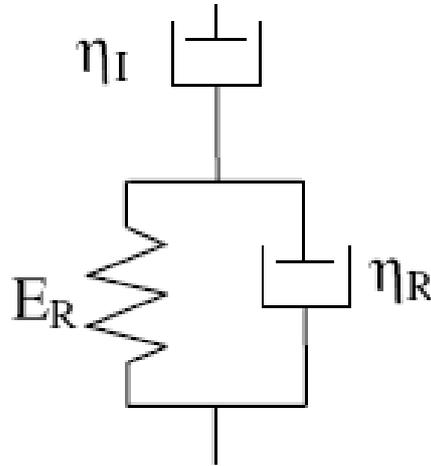


Figure II.4-5. *Modèle rhéologique de Chicot et Mercier construit avec trois éléments.*

Pour étudier le comportement au fluage avec ce modèle, les auteurs représentent la variation relative de profondeur en fonction du temps de maintien selon le modèle mathématique suivant :

$$\frac{h(t)-h_0}{h_0} = \frac{P_{max}}{26.43.C.h_0^2} \cdot \left[\frac{1}{E_R} \left(1 - \exp \left[-t \frac{E_R}{\eta_R} \right] \right) + \frac{1}{\eta_I} t \right] \quad (\text{II.36})$$

où les paramètres E et η représentent respectivement les modules d'élasticité et les coefficients de viscosité. Les indices R et I font référence respectivement aux paramètres réduits. La constante C correspond, quand à elle, à la constante de Tabor et h_0 est la profondeur atteinte au début du maintien de la charge appliquée.

La **Figure II.4-6** reprend les données d'indentation utilisées pour construire la **Figure II.4-3**, c'est-à-dire une charge maximale de 10 N appliquée pendant 120 s à l'acier T91. De manière générale, on peut dire que le modèle de Chicot et Mercier permet de bien représenter l'évolution des points expérimentaux et probablement de manière plus fine que le modèle de Voigt. Pour comparer avec les résultats trouvés précédemment, nous avons étudié les mêmes plages de données pour extraire les valeurs de E_R , η_R et η_I relatives aux comportements du ressort et des deux amortisseurs. Ainsi, pour chaque charge appliquée et pour chaque plage étudiée, nous avons calculé ces trois paramètres de lissage que nous avons rassemblé dans le **tableau II.4-4**.

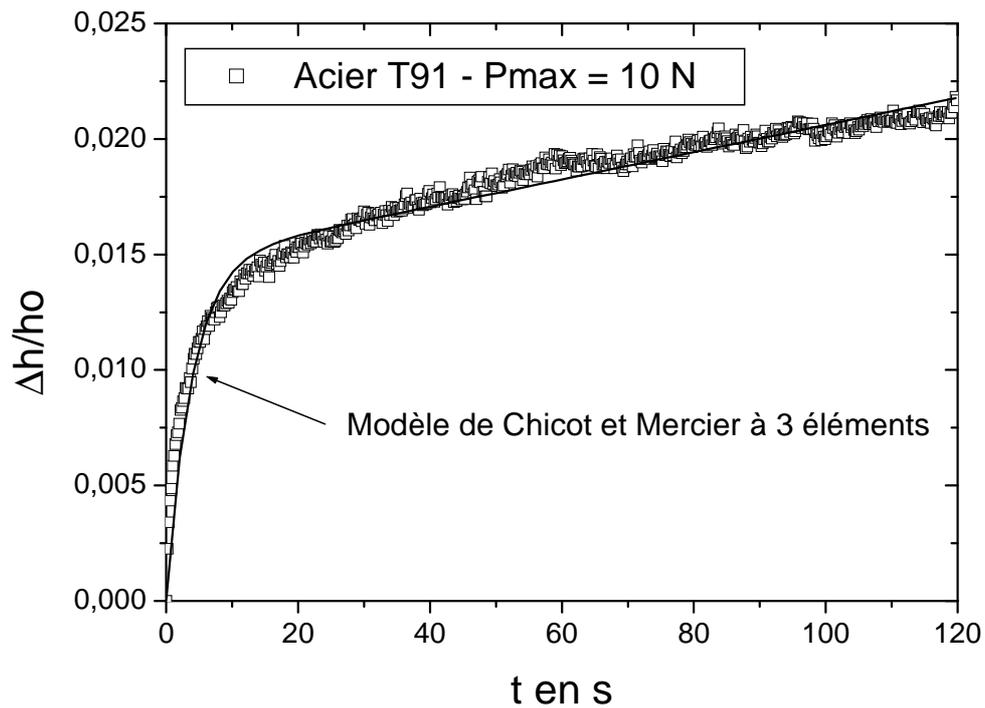


Figure II.4-6. Evolution de la variation relative de la profondeur d'indentation en fonction du temps de maintien à la charge maximale de 10 N appliquée sur l'acier T91. Application du modèle de Chicot et Mercier.

Valeurs obtenues selon le Modèle de Chicot et Mercier, Indenteur Vickers						
Charge	P= 0,2 N			P= 0,5 N		
Temps	t=0-15 sec	t=0-30 sec	t=0-120 sec	t=0-15 sec	t=0-30 sec	t=0-120 sec
C	1,1	1,0	0,8	1,1	1,3	0,6
E_R	240	215	215	237	219	215
η_R	243	427	583	358	394	1581
η_I	4148	8810	17719	6443	7298	96407
Charge	P= 1 N			P= 2 N		
Temps	t=0-15 sec	t=0-30 sec	t=0-120 sec	t=0-15 sec	t=0-30 sec	t=0-120 sec
C	1,4	1,0	0,8	1,1	0,9	0,7
E_R	216	215	215	217	224	219
η_R	237	457	879	293	441	965
η_I	3594	9317	21698	5384	11864	41202

Charge	P= 5 N			P= 10 N		
Temps	t=0-15 sec	t=0-30 sec	t=0-120 sec	t=0-15 sec	t=0-30 sec	t=0-120 sec
C	1,2	1,0	0,7	1,2	1,0	0,7
E_R	219	221	223	218	220	220
η_R	324	495	1003	323	462	874
η_I	5592	11894	46653	6291	14752	58434
Charge	P= 20 N			Valeurs moyennes		
Temps	t=0-15 sec	t=0-30 sec	t=0-120 sec	t=0-15 sec	t=0-30 sec	t=0-120 sec
C	1,0	0,9	0,7	1,2	1,0	0,7
E_R	211	218	201	216	220	215
η_R	395	484	927	314	468	930
η_I	7919	12595	68369	5756	12085	47271

Tableau II.4-4. Valeurs des coefficients d'élasticité et de viscosité obtenues avec le lissage des courbes $\Delta h = f(t)$ avec le modèle de Chicot et Mercier pour chaque charge maximale appliquée et pour chaque intervalle de temps considéré. Les valeurs de E_R sont données en GPa et les valeurs de η_R et η_I sont en GPa.s.

Tout comme dans le cas du modèle de Voigt, on peut constater que les valeurs des paramètres sont sensiblement constants ou tout au moins qu'ils varient très peu en fonction de la charge appliquée. Il est aussi très intéressant de noter que le module d'élasticité reste le même et égal à environ 215 GPa qui est la valeur du module d'élasticité du matériau étudié. On voit donc ici que le modèle permet de donner une signification physique aux paramètres mis en jeu. On peut donc s'intéresser tout particulièrement à la valeur du coefficient de viscosité attribué au matériau, c'est-à-dire à η_R , la valeur de η_I n'ayant pas d'intérêt particulier dans cette étude puisqu'il correspond au comportement de l'instrument. Notons toutefois que sa valeur est très proche de celle trouvée par le modèle de Voigt. Pour étudier la variation du coefficient de viscosité avec la charge, nous représentons sur la **Figure II.4-7** la variation de la valeur de η_R en fonction de la charge appliquée dans une échelle bilogarithmique et en fonction de l'intervalle de temps considéré.

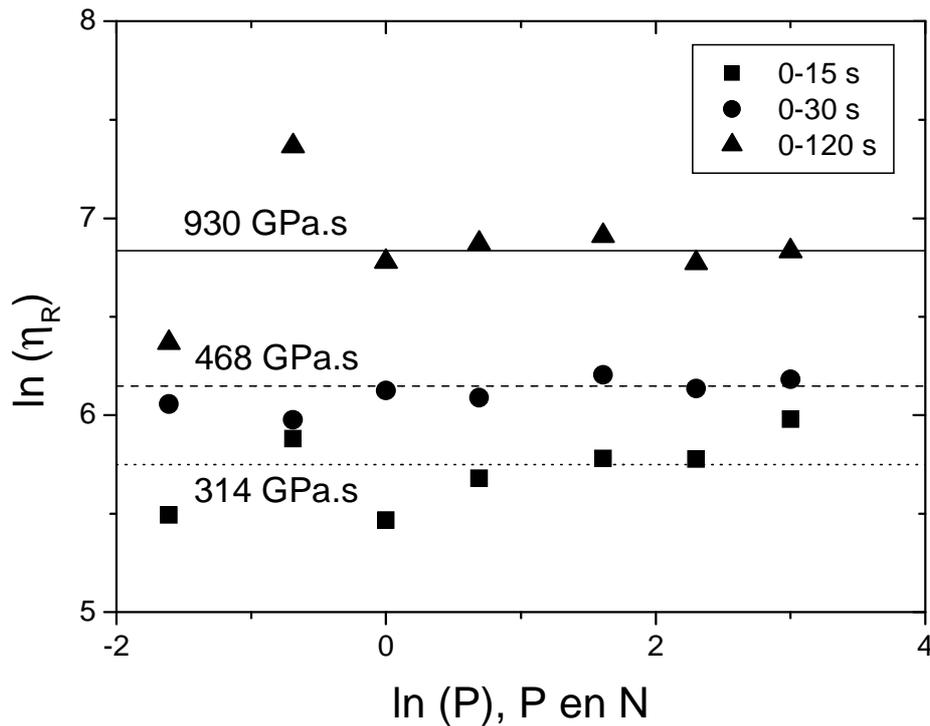


Figure II.4-7. Variation du coefficient de viscosité η_R associé à l'acier T91 en fonction de l'intervalle de temps considéré et de la charge maximale appliquée.

Cette figure montre que le coefficient de viscosité tend à varier pour les faibles charges alors qu'il devient pratiquement constant au-delà de 1 N de charge appliquée. Cela peut donner une limitation en charge aux essais d'indentation pour étudier le fluage. Il est toutefois très intéressant de noter que le coefficient de viscosité est constant quelque soit la charge appliquée et malgré le fait que l'on ne considère pas l'histoire du chargement du matériau. En effet, on rappelle que l'on considère une variation relative de la profondeur (**Figure II.4-6**) dont l'origine est toujours à 0, seule la valeur de h_0 tient implicitement compte de l'histoire du matériau. Remarquons que dans le modèle de Voigt l'histoire du matériau est directement prise en compte du fait que l'on considère la profondeur instantanée (**Figure II.4-3**) qui dépend bien évidemment de la charge appliquée.

Cependant, quelque soit le modèle appliqué, nous sommes confrontés à un problème récurrent qui est la dépendance des coefficients de lissage, principalement les coefficients de viscosité, qui dépendent de l'intervalle de temps considéré. Pour contourner cette difficulté, nous examinons les courbes de fluage classiques obtenues pour des conditions telles que l'on enregistre la variation de la déformation en fonction du temps. Ce type de courbe est présenté schématiquement sur la **Figure II.4-8**.

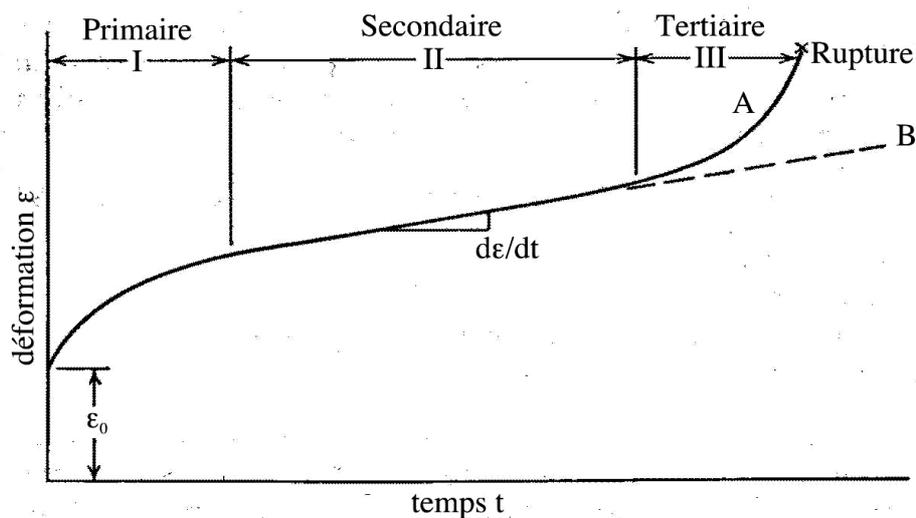


Figure II.4-8. Courbe de fluage classique présentant trois stades du fluage.

Ainsi, dans un essai de fluage classique, on distingue trois stades de fluage. Après une déformation instantanée imposée par l'application de la contrainte de fluage, la déformation augmente rapidement pendant le stade primaire dit également stade transitoire ou parabolique. Dans le stade II, appelé stade de fluage secondaire, la vitesse de déformation est constante et correspond au paramètre de dimensionnement le plus important que l'on puisse tirer de la courbe de fluage. Le dernier stade, stade III ou fluage tertiaire, apparaît essentiellement dans les essais menés sous charge constante, à haute température et forte contrainte lorsque la réduction de la section de l'éprouvette devient effective, soit lors de l'apparition d'une striction, soit à cause de la formation de vides internes à l'éprouvette. Ce troisième stade du fluage est souvent associé à des modifications métallurgiques comme le grossissement des précipités, la recristallisation...

La comparaison de la **Figure II.4-8** avec les courbes de fluage par indentation (**Figures II.4-3** et **II.4-6**) laisse supposer l'existence des deux premiers stades puisque nous observons une évolution rapide de la profondeur et de la variation relative de la profondeur qui est suivie par une variation quasi-linéaire assimilable à un régime stationnaire. C'est pourquoi nous proposons d'étudier une courbe de fluage par indentation en supposant l'existence de ces deux stades, le premier correspondant à l'intervalle de temps entre 0 et 30 s que l'on étudie avec le modèle rhéologique proposé par Chicot et Mercier et le second stade entre 30 et 120 s que nous caractérisons par la pente de la déformation en profondeur ($\Delta h/h_0$) en fonction du temps. Le choix de 30 s est arbitraire mais correspond globalement au changement de comportement observé sur l'ensemble de courbes. Ainsi, pour caractériser le comportement au fluage, nous

proposons d'étudier le coefficient de viscosité η_R obtenu entre 0 et 30 s et par la pente de la droite pour l'intervalle 30 – 120 s.

Le premier paramètre a été précédemment étudié mais nous montrons sur la **Figure II.4-9** que le lissage par le modèle de Chicot et Mercier, relation II.36, est beaucoup plus représentatif de l'évolution de la courbe que celui réalisé entre 0 et 120 s comme le montre la **Figure II.4-6**.

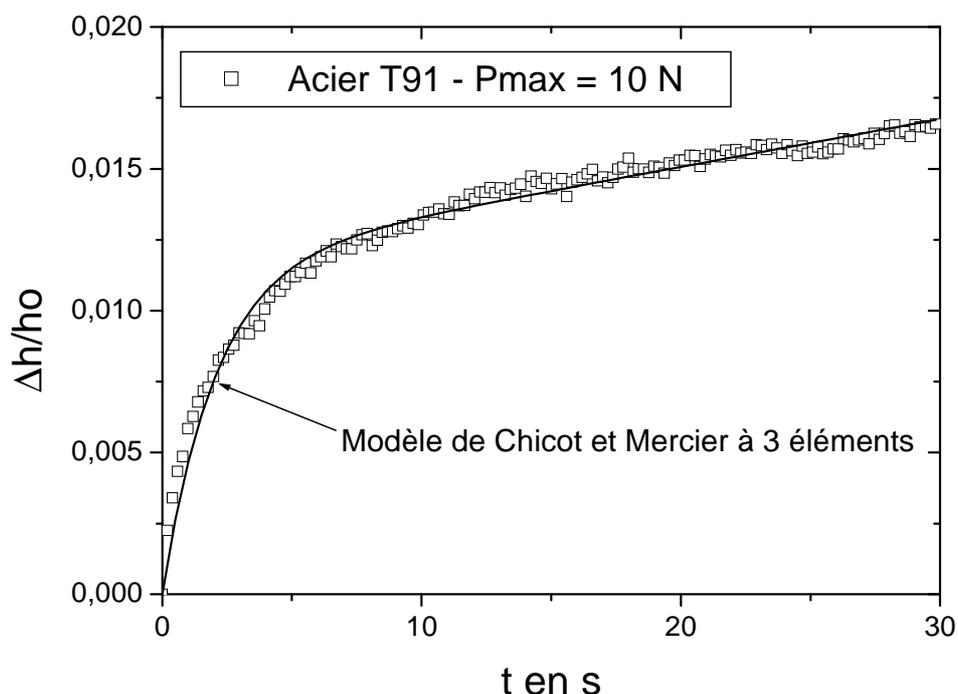


Figure II.4-9. Evolution de la variation relative de la profondeur d'indentation en fonction du temps de maintien à la charge maximale de 10 N appliquée sur l'acier T91 (**Figure II.4-6**). Application du modèle de Chicot et Mercier entre 0 et 30 s.

Il s'en suit que les valeurs représentatives du stade I du fluage par indentation sont rappelées dans le **tableau II.4-5** par les cases en grisé.

Concernant les pentes du stade II, nous avons observé qu'elles étaient fonction de la charge appliquée. Nous représentons donc ce paramètre, que nous appelons vitesse de déformation en profondeur ($d\epsilon_h/dt$), en fonction de l'inverse de la charge appliquée (**Figure II.4-10**). De plus, comme le montre la **Figure II.4-7**, les premiers points correspondant aux faibles charges d'indentation conduisent à des variations plus importantes comparativement aux charges plus élevées. C'est pourquoi les résultats associés à ces charges d'indentation ne seront pas exploités par la suite.

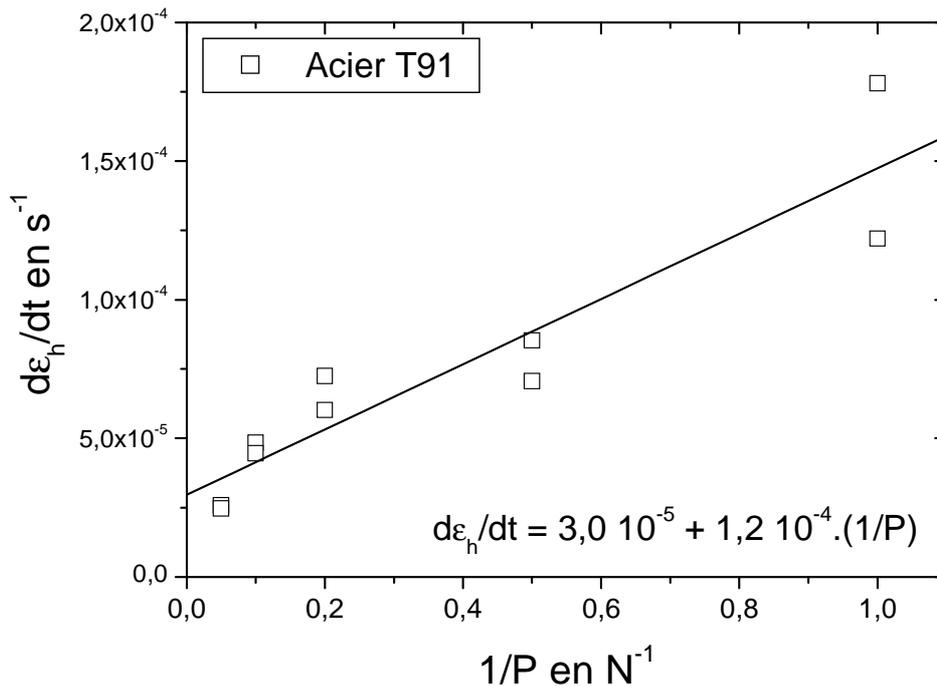


Figure II.4-10. Evolution de la vitesse de déformation en profondeur en fonction de l'inverse de la charge appliquée dans le cas de l'indentation Vickers de l'acier T91.

La **Figure II.4-10** montre que la vitesse de déformation en profondeur diminue lorsque la charge augmente. Pour caractériser ce stade de fluage par indentation, nous considérons la vitesse de déformation en profondeur qui serait obtenue pour une charge infinie, c'est-à-dire lorsque $1/P$ est égal à 0, ainsi que la pente de cette droite. Pour l'acier au chrome T91, cette caractéristique ($(d\epsilon_h/dt)_{1/P=0}$) est égale à $3 \cdot 10^{-5} s^{-1}$ et la pente à $1,2 \cdot 10^{-4} N \cdot s^{-1}$.

Dans le chapitre suivant, nous reprenons cette étude mais cette fois-ci en utilisant un indenteur bille de manière à tester la pertinence de la forme de l'indenteur.

4.4.- Étude de fluage par indentation avec une bille.

Il est reconnu que l'indentation par bille permet de mieux étudier le comportement élastoplastique du matériau, en particulier il est possible de remonter à la loi de comportement en traction à partir de l'analyse d'une courbe de chargement. Ceci n'est pas notre objectif mais il nous semble important de signaler que le comportement en indentation par bille dépend du rapport entre la contrainte réelle appliquée et la limite d'élasticité du matériau. Pour les rapports faibles, il se produit plutôt un comportement

élastique tandis que pour les rapports élevés, le comportement est de type plastique. Ainsi, de manière générale, l'indentation par bille se produira de manière différente à une indentation par indenteurs coniques car l'effort augmente au fur et à mesure que la profondeur augmente. Ce point peut être d'intérêt dans l'étude du fluage. Un exemple de courbe charge-déplacement obtenue avec un indenteur bille est montrée sur la **Figure II.4-11** relative à l'indentation de l'acier T91 soumis à une charge d'indentation de 10 N.

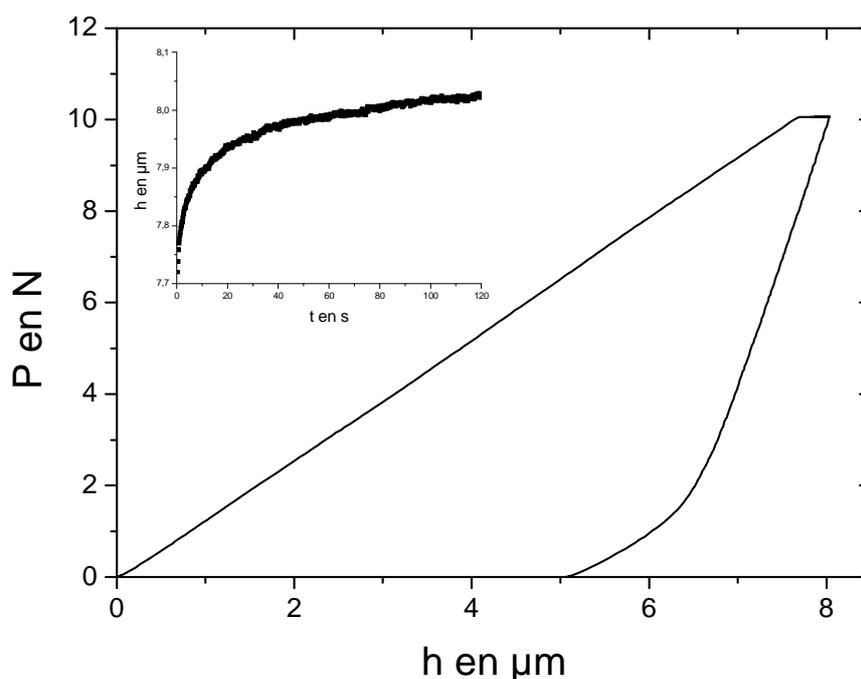


Figure II.4-11. Courbe classique de charge décharge obtenue par indentation bille de l'acier T91 avec une charge maximale de 10 N et un temps de maintien de 120 s à la charge maximale.

On remarque que la partie chargement présentée sur la **Figure II.4-11** est quasi linéaire contrairement à la courbe de chargement sur la **Figure II.4-1**. Toutefois, on peut remarquer que la courbe relative au fluage et à la variation de la profondeur en fonction du temps présente une allure tout à fait comparable à celle que nous avons obtenue avec l'indentation Vickers. Pour l'analyse du comportement au fluage, nous reprenons les deux modèles rhéologiques, celui de Voigt et celui de Chicot et Mercier. Nous étudions uniquement les deux stades de fluage par indentation définis précédemment entre 0 et 30 s puis entre 30 et 120 s.

Dans le cas d'une indentation par bille, le modèle de Voigt est représenté par la relation suivante qui relie la profondeur puissance $3/2$ au temps de maintien à la charge maximum :

$$h^{3/2}(t) = \frac{3}{4} \frac{P_0}{\sqrt{R}} \left[\frac{1}{E_1^*} + \frac{1}{E_2^*} \left(1 - e^{-tE_2^*/\eta} \right) \right] \quad (\text{II.37})$$

où R représente le rayon d'indenteur exprimé en mm. P_0 est la charge maximale, E_1^* et E_2^* sont les modules d'élasticité et η le coefficient de viscosité.

La **Figure II.4-12** montre un exemple de lissage par la relation (II.37) de la profondeur puissance 3/2 en fonction du temps obtenue pour l'acier T91 soumis à une charge de 10 N pendant 30 s.

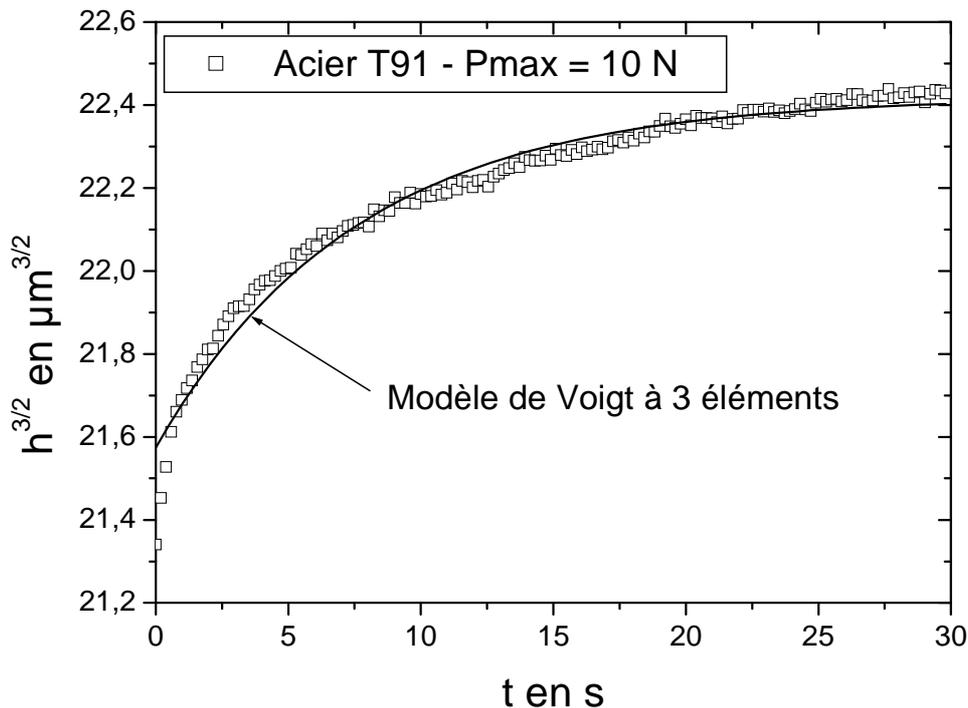


Figure II.4-12. Evolution de la profondeur d'indentation à la puissance 3/2 en fonction du temps de maintien à la charge maximale de 10 N appliquée sur l'acier T91 avec une bille. Application de la relation II.37 de Voigt entre 0 et 30 s.

A partir des différentes courbes d'indentation avec une bille, réalisées en appliquant différentes charges maximum, nous avons calculé par lissage les valeurs des modules d'élasticité et du coefficient de viscosité que nous avons rassemblé dans le **tableau II.4-5**. On constate que, contrairement à ce qui a été obtenu avec l'indentation Vickers, les paramètres de fluage varient en fonction de la charge appliquée.

Stade I de Fluage (t= 0-30 sec). Modèle de Voigt, indenteur bille					
Charge P (N)	0,5	1	2	5	10
E1 (GPa)	167	155	102	68	54
E2 (GPa)	5160	3296	3099	2064	1244
η (GPa.s)	49287	92439	30346	18861	10017

Tableau II.4-5. Valeurs des modules d'élasticité et du coefficient de viscosité pour l'état I de fluage selon le modèle de Voigt.

Comparés aux résultats d'indentation Vickers, les résultats obtenus en utilisant un indenteur bille n'apportent pas d'amélioration franche à la méthode, en tous cas pour le modèle de Voigt. Nous allons donc reprendre le modèle rhéologique de Chicot et Mercier qui a été développé initialement pour un indenteur Vickers. Nous allons dans un premier temps voir comment on doit modifier le modèle mathématique pour qu'il soit applicable au cas d'une indentation par bille.

4.4.1.- Modèle de Chicot et Mercier modifié pour une indentation bille

Nous considérons le modèle rhéologique montré sur la **Figure II.4-5**. Pour trouver la relation mathématique associée, il faut exprimer la contrainte σ_0 en fonction de la dureté par bille [52] dont l'expression usuelle est donnée par la relation :

$$HU = \frac{P}{\frac{\pi}{2} D \left(D - \sqrt{D^2 - D_i^2} \right)} \quad (\text{II.38})$$

où P est la charge appliquée, D est le diamètre de l'indenteur et D_i le diamètre de l'empreinte mesuré dans le plan de la surface du matériau.

Cette expression tient compte du diamètre de l'empreinte car il s'agit d'une donnée expérimentale facilement accessible. Lorsque l'on étudie des courbes charge-décharge, on enregistre directement la profondeur de l'empreinte. Il est donc plus facile d'exprimer la dureté en fonction de la profondeur de la manière suivante :

$$HU = \frac{P}{\pi D h} \quad (\text{II.39})$$

En termes de contrainte-déformation, la réponse de fluage d'un tel modèle rhéologique donné par les auteurs est de la forme :

$$\varepsilon(t) = \sigma_0 \left[\frac{1}{E_R} \left(1 - \exp \left[-t \frac{E_R}{\eta_R} \right] \right) + \frac{1}{\eta_I} t \right] \quad (\text{II.40})$$

Dans laquelle on peut exprimer :

$$\sigma_0 = \frac{HU}{C} = \frac{P}{C\pi Dh} \quad \text{et} \quad \varepsilon(t) = \frac{h(t) - h_0}{h_0} \quad (\text{II.41})$$

où C est la constante de Tabor et h_0 la mesure de la profondeur d'empreinte dès le début du maintien de la bille à la charge maximale.

En introduisant la relation (II.41) dans la relation (II.40), on obtient le modèle complet qui relie la variation relative de profondeur en fonction du temps de maintien et des paramètres E_R , η_R et η_I :

$$\frac{\Delta h}{h_0} = \frac{h(t) - h_0}{h_0} = \frac{P_{max}}{C \cdot \pi \cdot D \cdot h_0} \cdot \left[\frac{1}{E_R} \cdot \left(1 - \exp \left[-t \cdot \frac{E_R}{\eta_R} \right] \right) + \frac{1}{\eta_I} \cdot t \right] \quad (\text{II.42})$$

En nous aidant de cette relation, nous avons représenté la variation relative de profondeur en fonction du temps de maintien à la charge maximale (**Figure II.4-13**).

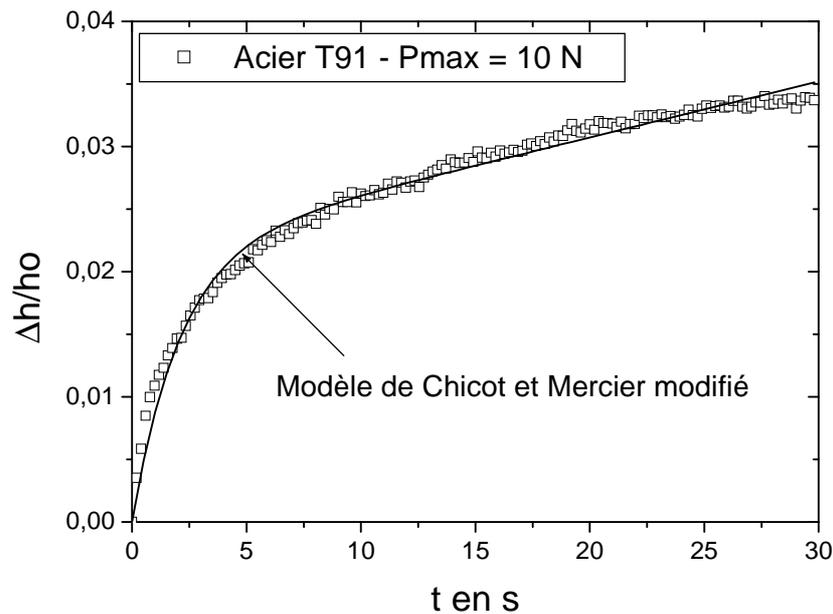


Figure II.4-13. Evolution de la variation relative de profondeur d'indentation en fonction du temps de maintien à la charge maximale de 10 N appliquée sur l'acier T91 avec une bille. Application de la relation II.30 de Chicot et Mercier entre 0 et 30 s.

Dans le **tableau II.4-6**, nous avons rassemblé toutes les valeurs du module d'élasticité, du coefficient de viscosité et de la constante C trouvés en appliquant le modèle de Chicot et Mercier en utilisant un indenteur bille appliqué à l'acier T91.

Stade I de Fluage (t= 0-30 sec). Modèle de Chicot et Mercier modifié, Indenteur bille					
Charge P(N)	0,5	1	2	5	10
C	1,1	3,1	1,2	1,2	0,9
E_R	220	215	215	219	219
η_R	82	320	419	464	593
η_I	5944	6185	7881	8370	10804

Tableau II.4-6. Valeurs du module d'élasticité et du coefficient de viscosité pour le stade I de fluage selon le modèle de Chicot et Mercier pour l'acier T91.

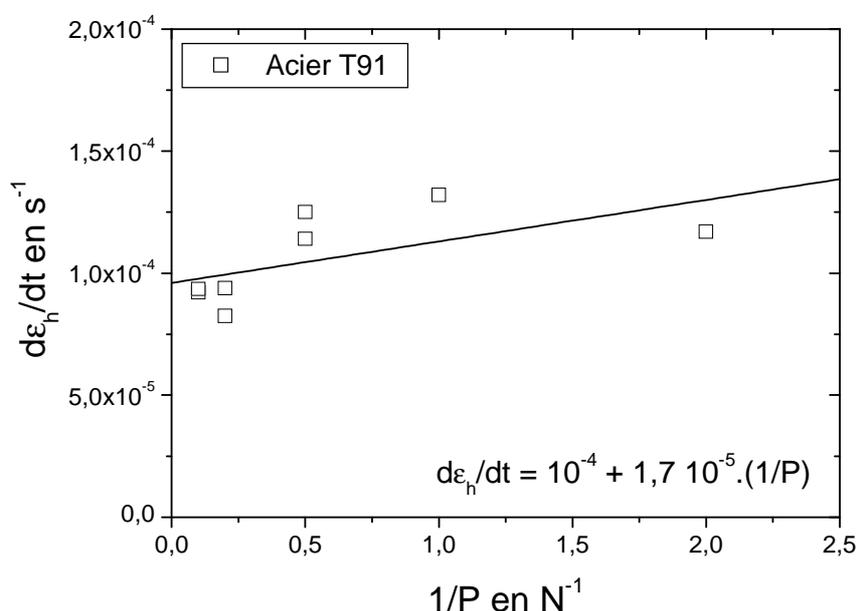


Figure II.4-14. Evolution de la vitesse de déformation en profondeur en fonction de l'inverse de la charge appliquée dans le cas de l'acier T91 indenté par une bille.

Les résultats trouvés ici semblent cohérents même si on peut voir une variation plus importante des coefficients en fonction de la charge appliquée. Pour ce qui concerne la vitesse de déformation du stade II en fonction de l'inverse de la charge appliquée, la **Figure II.4-14** montre que la vitesse varie linéairement avec une ordonnée à l'origine $((d\epsilon_h/dt)_{1/P=0})$ égale à $10^{-4} s^{-1}$ et une pente égale à $1,7 \cdot 10^{-5} N \cdot s^{-1}$. De manière générale, on voit que l'indentation par bille permet d'obtenir des données de fluage que ce soit en appliquant les modèles rhéologiques de Voigt ou de Chicot et Mercier. Il semble intéressant toutefois de comparer les valeurs des différents paramètres trouvés dans le cas d'une indentation avec une bille avec ceux trouvés au moyen de l'indentation Vickers, et ce quelque soit le modèle rhéologique appliqué.

4.4.2.- Comparaison des indentations bille et Vickers

Pour comparer les valeurs des paramètres de fluage, nous rassemblons dans le **tableau II.4-7** les valeurs obtenues pour chaque modèle rhéologique et en utilisant les deux types d'indenteur. Ces valeurs sont extraites des **tableaux II.4-5** et **II.4-6**. Pour ce qui concerne le modèle de Voigt et l'indentation par bille, nous avons juste relevé les valeurs obtenues pour une charge d'indentation de 10 N car les valeurs diminuent lorsque la charge augmente. Dans les autres cas, nous avons repris la valeur moyenne des paramètres.

STADE I (0 – 30 s)					
Modèle de Voigt			Modèle de Chicot et Mercier		
	Vickers	Bille (P = 10 N)		Vickers	Bille
E₁ (GPa)	40	54	C	1,0	1,1
E₂ (GPa)	1 290	1 244	E_R (GPa)	220	220
η (GPa.s)	10 180	10 017	η_R (GPa.s)	468	450
			η_I (GPa.s)	12 085	7 840
STADE II (30 – 120 s)					
	Vickers		Bille		
(dε_h/dt)_{1/P=0} (s ⁻¹)	3 10 ⁻⁵		10 10 ⁻⁵		
Pente (N.s ⁻¹)	1,2 10 ⁻⁵		1,7 10 ⁻⁵		

Tableau II.4-7. Valeurs des paramètres de lissage pour les états I et II de fluage avec les modèles rhéologiques de Voigt et de Chicot et Mercier pour l'acier T91.

La lecture du **tableau II.4-7** est très intéressante même si la comparaison directe des valeurs des paramètres déduits du modèle de Voigt en utilisant un indenteur Vickers ou un indenteur bille n'est pas possible du fait que leurs valeurs varient en fonction de la charge maximale appliquée avec un indenteur bille. Par contre, le modèle de Chicot et Mercier permet une comparaison très pertinente puisque les valeurs de C , E_R et η_R sont les mêmes que l'on utilise un indenteur bille ou Vickers. En fait ces valeurs correspondent aux propriétés du matériau et non à des propriétés réduites comme l'a proposé initialement Chicot et Mercier [52] car la valeur du module d'élasticité est le même

quelque soit l'indenteur alors que les propriétés du diamant (indenteur Vickers) et du carbure de chrome (bille) sont totalement différentes. De ce fait, le coefficient de viscosité η_I est à attribuer au couple indenteur-instrument ce qui explique l'écart observé entre la bille et l'indenteur Vickers pour lequel on trouve un coefficient de viscosité beaucoup plus élevé. Ces résultats sont logiques et encourageants pour la suite. Nous proposons donc d'étudier le fluage par indentation en utilisant seulement l'indenteur Vickers et des charges relativement élevées supérieures à 1 N.

4.5.- Étude du fluage par indentation des aciers au chrome.

Dans ce chapitre, nous faisons le bilan des essais d'indentation réalisés sur les 3 aciers au chrome. Le **tableau II.4-8** rassemble les résultats obtenus par indentation déduits de l'application du modèle rhéologique de Chicot et Mercier [52] appliqué dans le stade I du fluage et de l'étude du stade de fluage stationnaire avec les coefficients de la droite. Dans ce tableau, nous rappelons pour mémoire les résultats obtenus par essais classiques de fluage.

Nuance des aciers	T91	X20	12Cr
C	1,0	1,2	1,1
E_R (GPa)	220	220	220
η_R (GPa.s)	468	464	472
η_I (GPa.s)	12 085	12 193	12 433
$(d\varepsilon_h/dt)_{1/P=0}$ (s⁻¹)	3,0 10 ⁻⁵	5,3 10 ⁻⁵	5,7 10 ⁻⁵
Pente (N.s⁻¹)	1,2 10 ⁻⁴	3,2 10 ⁻⁵	3,4 10 ⁻⁵
Pente des droites $\sigma = f(t)$ (MPa/h)	5,1 10⁻³	7,1 10⁻³	2,8 10⁻³

Tableau II.4-8. Valeurs des paramètres de fluage déduits de l'indentation Vickers pour les états I et II respectivement avec le modèle rhéologique de Chicot et Mercier et avec une représentation linéaire pour les nuances d'acier T91, X20 et 12Cr.

Les résultats obtenus sur les trois nuances d'acier au chrome montrent que l'étude du fluage est possible par indentation car les valeurs trouvées semblent cohérentes. Cependant, pour le stade I du fluage, il n'est pas possible de différencier le

comportement au fluage de ces trois aciers du fait que les valeurs des paramètres C , E_R , η_R et η_I sont les mêmes. Toutefois, ce résultat confirme une nouvelle fois la très bonne reproductibilité de l'essai. Pour le stade II, il semble que le comportement des trois aciers soit différent au vu des valeurs indiquées dans le tableau. Pour en être sûr, nous avons représenté le stade II de ces trois aciers sur le même graphe (**Figure II.4-15**).

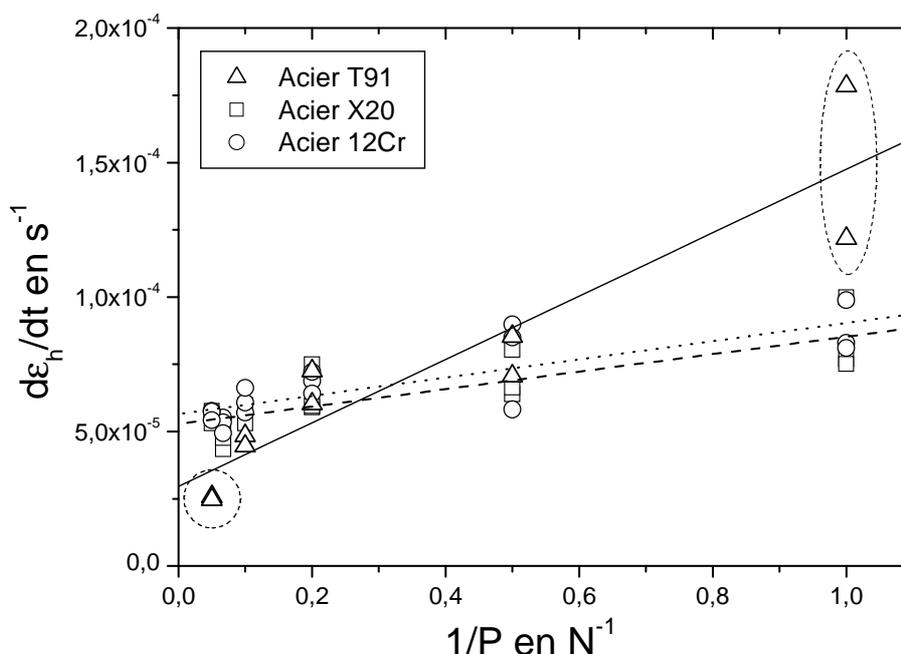


Figure II.4-15. Evolution de la vitesse de déformation en profondeur en fonction de l'inverse de la charge appliquée dans le cas des 3 aciers au chrome sous indentation Vickers.

Cette figure met en évidence que les résultats doivent être considérés avec prudence car si on retrouve bien que les points correspondant aux aciers X20 et 12Cr sont pratiquement confondus, on peut dire que les points relatifs à l'acier T91 le seraient aussi si on écartait les points extrêmes qui pourraient être alors considérés comme des points aberrants.

En conclusion, même si il est possible d'étudier le fluage par indentation, il n'est pas encore possible de distinguer le comportement classique au fluage de ces trois aciers observé à des températures plus élevées. Par contre, il serait intéressant d'étudier le fluage par indentation de ces trois nuances d'acier au chrome avec des appareils permettant de réaliser les essais d'indentation à chaud. Ceci pourrait être le thème d'une autre étude.

CONCLUSION GENERALE

L'indentation des matériaux est une technique en pleine expansion depuis le développement de l'indentation instrumentée. Cela s'accompagne de beaucoup d'interrogation sur la fiabilité des mesures d'autant plus que l'on s'intéresse à des échelles de plus en plus fines. On prend alors conscience de nombreux problèmes dont une partie reste encore à résoudre. Si des avancées ont été faites dans la prise en compte des défauts de pointe, des déformations autour de l'empreinte, des effets de taille en indentation, on ne sait toujours pas changer d'échelle entre le domaine de la microindentation et le domaine de la nanoindentation. Les nombreuses conditions d'essais, quasi à l'infini, sur les vitesses de chargement et de déchargement, sur les durées de maintien à la charge maximum, sur les cycles à charge constante ou à charges croissantes amènent également des questions sur les valeurs de dureté ou de module d'élasticité trouvés en appliquant ces différentes conditions d'essais. Dans notre travail, nous avons tenté de répondre à quelques-unes de ces interrogations sur le changement d'échelle, sur les valeurs du module d'élasticité, sur l'étude du fluage par indentation.

Pour ce qui concerne le changement d'échelle en dureté, nous avons repris les travaux de Nix et Gao qui semblent faire la quasi-unanimité dans l'étude de l'effet de taille en indentation. Ces auteurs ont relié les paramètres, H_0 et h^* , déduits de la représentation du carré de la dureté en fonction de l'inverse de la profondeur d'empreinte, aux propriétés intrinsèques des matériaux, c'est-à-dire μ le module de cisaillement et b le vecteur de Burgers. H_0 représente la dureté qui serait obtenue à l'application d'une charge infinie et h^* est la profondeur caractéristique de l'effet de taille. Dans les relations originales établies pour la microindentation, les auteurs introduisent une densité de dislocations dites géométriquement nécessaires pour accommoder la déformation plastique. Cette densité n'est malheureusement pas connue avant l'essai et sa valeur ne se déduit que de l'expérience ce qui enlève le caractère prédictif au modèle de Nix et Gao. Pour contourner en partie cette difficulté et pour s'affranchir de la connaissance de ce paramètre, nous avons défini un nouveau paramètre que nous appelons facteur d'échelle en dureté (Hardness Length-Scale Factor en anglais, H_{LSF}) qui est uniquement proportionnel à μ et à b . En pratique, il correspond à la racine carrée de la pente de la droite obtenue en représentant le carré de la dureté en fonction de l'inverse de la profondeur d'indentation. De plus, en introduisant le concept d'uniformité du champ de déformation plastique ou encore d'uniformité de répartition des dislocations à l'intérieur

du volume plastique, nous sommes capables d'exprimer ce facteur d'échelle dans les échelles nanométrique et micrométrique. Ceci n'était pas possible avec la relation de Nix et Gao qui ne pouvait valablement s'appliquer en nanoindentation. Nous disposons donc maintenant d'un facteur d'échelle, comparable à une ténacité à déformation plastique ou une résistance à la plastification permettant de changer d'échelle et de comprendre les différences de valeurs obtenues en nano et en microindentation.

Outre cette capacité de changer d'échelle, ce facteur se montre très intéressant pour étudier des effets comme ceux de la vitesse de chargement, du mode de chargement (monocyclique ou multicyclique) ou encore du temps de maintien à la charge maximum. En d'autres termes, on peut mettre en évidence et quantifier un degré de plastification. En effet, si les paramètres H_0 et h^* ne permettent pas individuellement de discuter de ces effets, le facteur d'échelle quant à lui montre qu'une vitesse de déformation lente conduit à une valeur faible du facteur d'échelle, H_{LSF} , montrant ainsi qu'une réorganisation du réseau de dislocations est possible pendant l'indentation. Lorsque la vitesse de déformation est plus rapide ou corrélativement lorsque la durée de maintien à la charge maximum est plus faible, le paramètre H_{LSF} augmente d'autant plus que ces paramètres évoluent traduisant ainsi un empêchement aux dislocations de se réorganiser librement dans le volume plastique. Ce paramètre s'avère aussi très intéressant pour discuter de l'effet d'un traitement thermique sur la plastification d'un acier alors que les valeurs de H_0 et h^* ne conduisent à aucune conclusion significative.

Concernant le module d'élasticité, nous avons montré grâce à des études physiques basées sur la dynamique moléculaire que le module d'élasticité mesurée par indentation était comparable au module de compressibilité et qu'il s'écartait assez fort du module d'Young pour la magnétite étudiée dans le régime de microindentation et pour un acier à bas carbone ayant subi différents traitements thermiques. Pour être valide, des études devront être réalisées sur d'autres types de matériaux et dans les deux échelles de mesure, nanoindentation et microindentation. Rappelons que ce résultat a été obtenu dans des conditions classiques d'indentation, c'est-à-dire avec des monocycles menés de telle sorte à obtenir des durées d'essais de 60 secondes sans compter le temps de maintien à la charge maximum. En effet, lorsque ces conditions ne sont pas respectées, nous avons trouvé des valeurs du module de compressibilité qui variait significativement et qui prenaient des valeurs généralement plus élevées dans le cas de la magnétite. C'est-à-dire que l'histoire du matériau au niveau du chargement pouvant être traduit en termes d'accommodation ou d'accumulation plastique pendant le maintien sous charge peut changer les valeurs du module de compressibilité déduites de l'essai d'indentation.

Il s'avère donc que le module dynamique généralement mesuré en nanoindentation peut peut-être s'écarter du module théorique en fonction des propriétés visco-élastoplastiques du matériau testé. Ainsi, il paraît nécessaire d'indiquer les conditions de mesures pour mieux appréhender la signification physique de la valeur du module trouvée.

Enfin, pour ce qui est de l'étude du fluage par indentation, nous avons privilégié les modèles rhéologiques aux modèles descriptifs pour analyser l'augmentation de la profondeur d'empreinte en fonction du temps de maintien sous charge. Nous avons montré également que le modèle de Chicot et Mercier était le mieux adapté pour cette représentation car les valeurs des paramètres introduits dans le modèle étaient comparables aux valeurs des propriétés du matériau. Nous avons également étendu ce modèle au cas de l'indentation avec une bille. Il nous est donc maintenant possible de trouver par indentation une valeur au coefficient de viscosité du matériau. Sur trois aciers au chrome de composition différente, nous avons trouvé la même valeur du coefficient de viscosité à température ambiante. Même si ce résultat est satisfaisant car il traduit au moins une bonne reproductibilité de l'essai, il ne l'est malheureusement pas pour montrer une tendance du comportement à chaud de ces trois nuances d'acier car ils montrent un comportement totalement différent aux températures plus élevées.

En termes de perspective et au vu des résultats obtenus dans ce travail, nous pouvons dégager principalement deux pistes de réflexion. La première concerne l'extension du facteur d'échelle à l'étude des matériaux polycristallins. Il doit être possible d'introduire un taux de poly-cristallinité dans l'expression de ce facteur. Pour l'étude du fluage, nous avons montré qu'il était possible de calculer un coefficient de viscosité par indentation à température ambiante. Il serait très intéressant de reproduire les mêmes expériences d'indentation mais à chaud de manière à voir si les coefficients de viscosité changent et si, dans ces conditions, ils permettraient de traduire la sensibilité au fluage des matériaux, en particulier des aciers au chrome.

- Bibliographie -

- [1] Oliver W.C., Pharr G.M., *An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation measurements*, **J. Mater. Res.**, 7 (6), (1992) 1564-1583.
- [2] Ponton C.B., Rawlings R.D., *Vickers indentation fracture toughness test, part 1 review of literature and formulation of standardized indentation toughness equation*, **Mater. Sci. Technol.**, 5, (1989) 865-872.
- [3] Ponton C.B., Rawlings R.D., *Vickers indentation fracture toughness test, part 2 application and critical evaluation of standardized indentation toughness equation*, **Mater. Sci. Technol.**, 5, (1989) 961-976.
- [4] Laugier M., *The development of the scratch test technique for the determination of the adhesion of coatings*. **Thin Solid Films**, 76 (3), (1981) 289-294.
- [5] Chicot D., Démarécaux P., Lesage J., *Apparent interface toughness of substrate and coating couples from indentation tests*. **Thin Solid Films**, 283, (1996) 151-157.
- [6] Araujo P., Chicot D., Staia M.H., Lesage J., *Residual stresses and adhesion of thermal spray coatings*. **Surf. Eng.**, 21 (1), (2005) 35-40.
- [7] Schéma de la dureté Brinell. SubsTech. Substances & Technologies. Materials Engineering. <http://www.substech.com/full_index_of_articles_on_metals>
- [8] Schéma de la dureté Brinell. Struers. <<http://www.struers.com/resources/elements/7/250353l.jpg>>
- [9] Schéma de la dureté Rockwell. Wikipedia. <http://upload.wikimedia.org/wikipedia/commons/b/b2/Durete_rockwell.png>
- [10] Dureté Vickers. Instron. <http://www.instron.us/wa/applications/test_types/harness/vickers>
- [11] Dureté Vickers. <http://www.apisc.com/pic/knoop_vickers.jpg>
- [12] Uzun O., Karaaslan T., Gogebakan M. and Keskin M., *Hardness and microstructural characteristics of rapidly solidified Al-8-16 wt.%Si alloys*, **J. Alloys Compd.**, 376, (2004) 149-157.
- [13] Gong J., Miao H., Zhao Z., Guan Z., *Load-dependence of the measured hardness of Ti(C,N)-based Cermets*, **Mater. Sci. Eng.**, 303, (2001) 179-186.
- [14] Sangwall K., Surowska B., Blaziak P., *Relationship between indentation size effect and material properties in the microhardness measurement of some cobalt-based alloys*, **Mater. Chem. Phys.**, 80, (2003) 428-437.
- [15] Sahin O., Uzun O., Kölemen U., Duzgun B. and Ucar N., *Indentation Size Effect and Microhardness Study of β -Sn Single Crystals*, **Chem. Phys. Lett.**, 22, (2005) 3137-3140.
- [16] Lima R.S., Kruger S.E., Marple B.R., *Towards engineering isotropic behaviour of mechanical properties in thermally sprayed ceramic coatings*. **Surf. Coat. Techn.**, 202 (15), (2008) 3643-3652.
- [17] Dureté Knoop. <<http://home.iitk.ac.in/~kamalkk/image15.gif>>
- [18] Dureté Knoop. <<http://www.struers.com/resources/elements/7/250352l.jpg>>
- [19] Chicot D., Mercier D., Roudet F., Silva K., Staia M.H., 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.
- [20] Ullner C., Germak A., Le Doussal H., Morrell R., Reich T., Vandermeulen X., *Hardness testing on advanced technical ceramics*. **J. Eur. Ceram. Soc.**, 21 (4), (2001) 439-451.
- [21] Ullner C., Beckmann J., Morrell R., *Instrumented indentation test for advanced technical ceramics*. **J. Eur. Ceram. Soc.**, 22 (8), (2002) 1183-1189.
- [22] Gong J., Wang J., Guan Z., *A comparison between Knoop and Vickers hardness of silicon nitride ceramics*. **Mater. Lett.**, 56 (6), (2002) 941-944.

- [23] Bückle H., In Science of Hardness Testing and Its Research Applications, ed. J. H. Westbrook and H. Conrad. ASM Publ., Metals Park, 1973, p. 453.
- [24] Cheng Y.T., Cheng C.M., *Scaling, dimensional analysis, and indentation measurements*. **Mater. Sci. Eng. R**, 44 (4-5), (2004) 91-149.
- [25] Uzun O., Kölemen U., Çelebi S., Güçlü N., *Modulus and hardness evaluation of polycrystalline superconductors by dynamic microindentation technique*, **J. Eur. Ceram. Soc.**, 25 (6), (2005) 969-977.
- [26] Kölemen U., Çelebi S., Yoshino Y., Öztürk A., *Mechanical properties of YBCO and YBCO + ZnO polycrystalline superconductors using Vickers hardness test at cryogenic temperatures*, **Physica C**, 406, (2004) 20-26.
- [27] Peng Z., Gong J., Miao H., *On the description of indentation size effect in hardness testing for ceramics: Analysis of the nanoindentation data*, **J. Eur. Ceram. Soc.**, 24, (2004) 2193-2201.
- [28] Elmustafa A.A., Stone D.S., *Nanoindentation and the indentation size effect: Kinetics of deformation and strain gradient plasticity*, **J. Mech. Phys. Sol.**, 51 (2), (2003) 357-381.
- [29] Newey D., Wilkins M.A., Pollock H.M., *An ultra-low load penetration hardness tester*, **J. Phys. E. Sci. Instrum.**, 15, (1982) 119-122.
- [30] Pethica J.B., Hutchings R., Oliver W.C., *Hardness measurement at penetration depths as small as 20 nm*, **Phil. Mag.**, A 48 (4), (1983) 593-606.
- [31] Loubet J., Georges J., Meille G., *Vickers Indentation Curves of elastoplastic Materials*, In: Blau P. J.; Lawn B.R. (Eds.), *Microindentation Techniques in Materials science an Engineering ASTM STP 889*, American Society for testing and Materials, Philadelphia, PA, (1986) 72-89.
- [32] Doerner M. F., Nix W.D., *A method for interpreting the data from depth-sensing indentation instruments*, **J. Mater. Res.**, 1 (4), (1986) 601-609.
- [33] Hays C., Kendall E.G., *An analysis of Knoop microhardness*, **Metallography**, 6, (1973) 275-282.
- [34] Gong J., Miao H., Peng Z., *Analysis of the nanoindentation data measured with a Berkovich indenter for brittle materials: effect of the residual contact stress*, **Acta Mater.**, 52 (3), (2004) 785-793.
- [35] Kermouche G., Barthel E., Vandembroucq D., Dubujet Ph., *Mechanical modelling of indentation-induced densification in amorphous silica*. **Acta Mater.**, 56 (13), (2008) 3222-3228.
- [36] Chen J., Bull S.J., *The investigation of creep of electroplated Sn and Ni-Sn coating on copper at room temperature by nanoindentation*. **Surf. Coat. Techn.**, 203 (12), (2009) 1609-1617.
- [37] Li X., Bhushan B., *A review of nanoindentation continuous stiffness measurement technique and its applications*, **Mater. Character.**, 48, (2002) 11-36.
- [38] Saraswati T., Sritharan T., Mhaisalkar S., Breach C.D., Wulff F., *Cyclic loading as an extended nanoindentation technique*. **Mater. Sci. Eng. A**, 423 (1-2), (2006) 14-18
- [39] Fischer-Cripps A.C., *Critical review of analysis and interpretation of nanoindentation test data*, **Surf. Coat. Techn.**, 200, (2006) 4153-4165.
- [40] Troyon M., Huang L., *Correction factor for contact area in nanoindentation measurements*, **J. Mater. Res.**, 20, (2005) 610-617.
- [41] Krell A., Schädlich S., *Nanoindentation hardness of submicrometer alumina ceramics*, **Mater. Sci. Eng. A**, 307, (2001) 172-181.
- [42] Sahin O., Uzun O., Kölemen U. and Uçar N., *Analysis of ISE in dynamic hardness measurements of β -Sn single crystals using a depth-sensing indentation technique*, **Mater. Character.**, 59, (2008) 729-736.

- [43] VanLandingham M.R., *Review of Instrumented Indentation*. **J. Res. Nat. Inst. Stand. Techn.**, 108, (2003) 249-265
- [44] Shuman D.J., Costa A.L.M., Andrade, M.S., *Calculating the elastic modulus from nanoindentation and microindentation reload curves*, **Mater. Character.**, 58 (4), (2007) 380-389.
- [45] Antunes J.M., Menezes L.F., Fernandes, J.V., *Influence of Vickers tip imperfection on depth sensing indentation tests*, **Int. J. Sol. Struct.**, 44 (9), (2007) 2732-2747.
- [46] Chicot D., Roudet F., Lepingle V., Louis G., *Strain gradient plasticity to study hardness behavior of magnetite (Fe_3O_4) under multicyclic indentation*, **J. Mater. Res.**, 24 (3), (2009) 749-759.
- [47] Sneddon I.N., *The relationship between load and penetration in the axisymmetric Boussinesq problem for a punch of arbitrary profile*, **Int. J. Eng. Sci.**, 3, (1965) 47-57.
- [48] Pharr G.M., Bolshakov A., *Understanding nanoindentation unloading curves*, **J. Mater. Res.**, 17 (10), (2002) 2660-2671.
- [49] Hertz H., *On the contact of elastic solids*. Miscellaneous Papers, Macmillan, London Chapter 5, (1896) 146-183.
- [50] Bulychev S.I., Alekhin V.P., Shorshorov M.Kh., Ternovskii A.P., Shnyrev G.D., *Determining Young's modulus from the indenter penetration diagram*, **Zavod. Lab.**, 39 (1973) 1137-1142.
- [51] Herrmann K., Jennett N.M., Wegener W., Meneve J., Hasche K., Seemann R., *Progress in determination of the area function of indenters used for nanoindentation*, **Thin Solid Films**, 377-378, (2000) 394-400.
- [52] Chicot D., Mercier D., *Improvement in depth-sensing indentation to calculate the universal hardness on the entire loading curve*. **Mech. Mater.**, 40 (4-5), (2008) 171-182.
- [53] King R.B., *Elastic analysis of some punch problems for layered medium*, **Int. J. Sol. Struct.**, 23 (12), (1987) 1657-1664.
- [54] Dao M., Chollacoop N., Van Vliet K. J., Venkatesh T.A., Suresh S., *Computational modeling of the forward and reverse problems in instrumented sharp indentation*, **Acta Mater.**, 49 (19), (2001) 3899-3918.
- [55] Antunes J.M., Menezes L.F., Fernandes J.V., *Three-dimensional numerical simulation of Vickers indentation tests*, **Int. J. Sol. Struct.**, 43, (2006) 784-806.
- [56] Hay J.C., Bolshakov A., and Pharr G. M., *A critical examination of the fundamental relations used in the analysis of nanoindentation data*, **J. Mater. Res.**, 14 (6), (1999) 2296-2305.
- [57] Veprek R.G., Parks D.M., Argon A.S., Veprek S., *Non-linear finite element constitutive modeling of mechanical properties of hard and superhard materials studied by indentation*, **Mater. Sci. Eng. A**, 422, (2006) 205-217.
- [58] Troyon M., Huang L., *Comparison of different analysis methods in nanoindentation and influence on the correction factor for contact area*, **Surf. Coat. Techn.**, 201 (3-4), (2006) 1613-1619.
- [59] Meneve J.L., Smith J.F., Jennett N.M., Saunders S.R.J., *Surface mechanical property testing by depth sensing indentation*, **App. Surf. Sci.**, 100-101, (1996) 64-68.
- [60] Woigard J., Dargentou J-C., Tromas C., Audurier V., *A new technology for nanohardness measurements: principle and applications*, **Surf. Coat. Techn.**, 100-101, (1998) 103-109.
- [61] Hill R., *The Mathematical Theory of Plasticity*, Clarendon Press, Oxford (1950).
- [62] Tabor D. *The hardness of metals*, Oxford University Press, Oxford (1951).

- [63] Gane N., Cox J.M., *The micro-hardness of metals at very low loads*, **Philos Mag**, 22, (1970) 881
- [64] Blau P.J., *A comparison of four microindentation hardness test methods using copper, 52100 steel, and an amorphous Pd-Cu-Si alloy*, **Metall.**, 16, (1983) 1-18.
- [65] Marshall D.B., Lawn B.R., in: Blau P.J., Lawn B.R. Eds., *Microindentation Techniques in Materials Science and Engineering*, ASTM, Philadelphia, PA, (1986) 26.
- [66] Bull S.J., Page T.F., Yoffe E.H., *An explanation of the indentation size effect in ceramics*, **Phil. Mag. Lett.**, 59, (1989) 281-288.
- [67] Upit G.P., Varchenya S.A., *Microhardness of Alkali Halide Crystals*, **Phys. Stat. Sol.**, 17, (1966) 831-835.
- [68] Upit G.P., Varchenya S.A., in: Westbrook J.H., Conrad H., *The Science of Hardness Testing and its Research Applications*, ASME, Metals Park, OH, (1973) 135.
- [69] Ma Q., Clarke D.R., *Size Dependent Hardness of Silver Single Crystals*, **J. Mater. Res.**, 10 (4), (1995) 853-863.
- [70] Li H., Bradt R.C., *The microhardness indentation load/size effect in rutile and cassiterite single crystals*, **J. Mater. Sci.**, 28, (1993) 917-926.
- [71] Li H., Han Y.H., Bradt R.C., *Knoop microhardness of single crystal sulphur*, **J. Mater. Sci.**, 29, (1994) 5641-5645.
- [72] Kölemen U., *Analysis of ISE in microhardness measurements of bulk MgB₂ superconductors using different models*, **J. Alloys Compd.**, 425, (2006) 429-435.
- [73] Michels B.D., Frischat G.H., *Microhardness of chalcogenide glasses of the system Se-Ge-As*, **J. Mater. Sci.**, 17, (1982) 329.
- [74] Mokhopadhyay A.K., Datta S.K., Chakraborty D., *On the microhardness of silicon nitride and sialon ceramics*, **J. Eur. Ceram. Soc.**, 6, (1990) 303-311.
- [75] Atkinson M., *Calculation of characteristic macro-hardness from low-load indentation tests*, **Mater. Sci. Eng. A**, 197, (1995) 165.
- [76] Geetha D., Arivuoli D., Mangamma G., *AFM studies of microindented GaN and InGaN*, **Mater. Lett.**, 63 (5), (2009) 515-518.
- [77] Sahin O., Uzun O., Kölemen U., Ucar, N., *Dynamic hardness and reduced modulus determination on the (001) face of β -Sn single crystals by a depth sensing indentation technique*, **J. Phys. Condens. Mater**, 19 (30), (2007) 306001.
- [78] Fischer-Cripps A. C., *Nanoindentation*, (New York: Springer) (2004).
- [79] Karan S., Sen Gupta S.P., *Vickers microhardness studies on solution-grown single crystals of magnesium sulphate hepta-hydrate*, **Mater. Sci. Eng. A**, 398 (1-2), (2005) 198-203.
- [80] Upit G.P., Varchenya S.A., in: Westbrook J.H., Conrad H. Eds, *The science of hardness testing and its research applications*. Metals Park (OH): ASM; (1974) 135.
- [81] Gong J., *On the energy balance model for conventional Vickers microhardness testing of brittle ceramics*, **J. Mater Sci. Lett.**, 19, (2000) 515-517.
- [82] Gong J., Wu J., Guan Z., *Examination of the indentation size effect in low-load Vickers hardness testing of ceramics*, **J. Eur. Ceram. Soc.**, 19 (15), (1999) 2625-2631.
- [83] Quinn J.B., Quinn G.D., *Indentation brittleness of ceramics: a fresh approach*, **J. Mater. Sci.**, 32, (1997) 4331-4346.
- [84] Kavouras P., Komninou Ph., Karakostas Th., *Effects of ion implantation on the mechanical behavior of GaN films*, **Thin Solid Films**, 515 (5), (2007) 3011-3018.
- [85] Taylor G.I., *The Mechanism of Plastic Deformation of Crystals. Part I. Theoretical*, Proc. R. Soc. London A 145 (1934) 362-387.

- [86] Gao H., Huang Y., Nix W.D., *Modeling plasticity at the micrometer scale*, **Naturwissenschaften**, 86 (1999) 507-515.
- [87] Fleck N.A., Hutchinson J.W., *Strain gradient plasticity*, **Adv. Appl. Mech.**, 33, (1997) 295-361.
- [88] Arsenlis A., Parks D.M., *Crystallographic aspects of geometrically-necessary and statistically stored dislocation density*, **Acta Mater.**, 47, (1999) 1597-1611.
- [89] Kroner E., *Dislocations and continuum mechanics*, **Appl. Mech. Rev.**, 15, (1962) 599-606.
- [90] Ashby M.F., *The deformation of plastically non-homogenous alloys*, **Phil. Mag.**, 21 (1970) 399-424.
- [91] Nix WD, Gao H., *Indentation size effects in crystalline materials: A law for strain gradient plasticity*, **J Mech Phys Solids**, 46 (3), (1998) 411-425.
- [92] Stelmashenko NA, Walls MG, Brown LM, Milman YV., *Microindentation on W and Mo oriented single crystals: an STM study*, **Acta Metall. Mater.**, 41, (1993) 2855-2865.
- [93] Gerberich W.W., Tymiak N.I., Grunlan J.C., Horstemeyer M.F., Baskes M.I., *Interpretations of indentation size effects*, **J. Appl. Mech.**, 69 (7), (2002) 433-442.
- [94] Shu J.Y., Fleck N.A., *The prediction of a size effect in micro indentation*, **Int. J. Solids Struct.**, 35, (1998) 1363-1383.
- [95] Gao H., Huang Y., Nix W.D., Hutchinson J.W., *Mechanism-based strain gradient plasticity I. Theory*. **J. Mech Phys Solids**, 47, (1999) 1239-1263.
- [96] Rashid K., Abu Al-Rub., *Prediction of micro and nanoindentation size effect from conical or pyramidal indentation*, **Mech. Mater.**, 39, (2007) 787-802.
- [97] McElhane K.W., Vlassak J.J., Nix W.D., *Determination of indenter tip geometry and indentation contact area for depth-sensing indentation experiments*, **J. Mater. Res.**, 13, (1998) 1300-1306.
- [98] Huang Y., Zhang F., Hwang K.C., Nix W.D., *A model of size effects in nano-indentation*, **J. Mech. Phys. Sol.**, 54 (8), (2006) 1668-1686.
- [99] Chong A.C.M., Lam D.C.C., *Strain gradient Plasticity Effect in indentation hardness of polymers*, **J. Mater. Res.**, 14 (10), (1999) 4103-4110.
- [100] Lam D.C.C., Chong A.C.M., *Effect of Cross-Link Density on Strain Gradient Plasticity in Epoxy*, **Mater. Sci. Eng. A**, 281 (1-2), (2000) 156-161.
- [101] Abu Al-Rub R.K., Voyiadjis G.Z., *Analytical and experimental determination of the material intrinsic length scale of strain gradient plasticity theory from micro- and nano-indentation experiments*. **Int. J. Plast.**, 20 (6), (2004) 1139-1182.
- [102] Qiu X., Huang Y., Nix W.D., Hwang K.C., Gao H., *Effect of intrinsic lattice resistance in strain gradient plasticity*, **Acta Mater.**, 49, (2001) 3949-3958.
- [103] Zhang T.Y., Xu W.H., *Surface effects on nanoindentation*, **J. Mater. Res.**, 17, (2002) 1715-1720.
- [104] Zhang T.Y., Xu W.H., Zhao M.H., *The role of plastic deformation of rough surfaces in the size-dependent hardness*, **Acta Mater.**, 52 (1), (2004) 57-68.
- [105] 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.
- [106] 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.
- [107] Widjaja A., Needleman A., Van der Giessen E., *The effect of indenter shape on sub-micron indentation according to discrete dislocation plasticity*, *Modelling Simul. Mater. Sci. Eng.*, 15, (2007) S121-S131.

- [108] Wen S.P., Zeng F., Gao Y., Pan, F., *Indentation creep behavior of nano-scale Ag/Co multilayers*, **Scr. Mater.**, 55, (2006) 187-190.
- [109] Fischer-Cripps A.C., *Nanoindentation*, Springer-Verlag, NY, 2002.
- [110] Chudoba T., Richter F., *Investigation of creep behaviour under load during indentation experiments and its influence on hardness and modulus results*, **Surf. Coat. Techno.**, 148, (2001) 191-198.
- [111] Cseh G., Chinh N.Q., Tasnadi P., Juhasz A., *Indentation test for the investigation of high-temperature plasticity of materials*, **J. Mater. Sci.**, 32, (1997) 5107-5111.
- [112] Roumina R., Raeisinia B., Mahmudi R., *Room temperature indentation creep of cast Pb-Sb alloys*, **Scr. Mater.**, 51 (6), (2004) 497-502.
- [113] Cseh G., Bar J., Gudladt H.J., Lendvai J., Juhasz, A., *Indentation creep in short fibre-reinforced metal matrix composite*, **Mater. Sci. Eng. A**, 272 (1999) 145-151.
- [114] De La Torre A., Adeva P., Aballe, M., *Indentation creep of lead and lead-copper alloys*, **J. Mater. Sci.**, 26, (1991) 4351-4354.
- [115] Sharma G., Ramanujan R.V., Kutty T.R.G., Tiwari G.P., *Hot hardness and indentation creep studies of a Fe-28Al-3Cr-0.2C alloy*, **Mater. Sci. Eng. A**, 278 (2000) 106-112.
- [116] Sahin O., Uzun O., Kölemen U., Uçar N., *Stress exponent investigation of β -Sn single crystal by depth-sensing indentation tests*, **Physica B: Condensed Matter**, 396 (2007) 87-90.
- [117] Huang Y.J., Shen J., Chiu Y.L., Chen J.J.J., Sun J.F., *Indentation creep of an Fe-based bulk metallic glass*. **Intermetallics**, 17 (4), (2009) 190-194.
- [118] Sargent P.M., Ashby M.F., *Indentation creep*, **Mater. Sci. Techno.**, 8, (1992) 594.
- [119] Lucas B.N., Oliver W.C., *Indentation power-law creep of high-purity indium*, **Metall. Mater. Trans.**, 30A, (1999) 601-610.
- [120] Mahmudi R., Rezaee-Bazzaz A. *Superplastic indentation creep of Sn-Pb-Sb peritectic*, **Mater. Lett.**, 59 (13), (2005), 1705-1708.
- [121] Langdon T. G., *Identifying creep mechanisms at low stresses*, **Mater. Sci. Eng. A**, 283 (2000) 266-273.
- [122] Walser B., Sherby, O.D., *The Structure dependence of power law creep*, **Scripta Metall.**, 16, (1982) 213.
- [123] Fischer-Cripps A.C., *A simple phenomenological approach to nanoindentation creep*, **Mater. Sci. Eng. A**, 385, (2004) 74-82.
- [124] Radok J.R.M., *Visco-elastic stress analysis*, **J. Appl Math**, 15, (1957) 198-202.
- [125] Lee E.H., Radok J.R.M., *The contact problem for viscoelastic solids*, Trans. ASME Series E, **J. App. Mech.**, 27, (1960) 438-444.
- [126] Johnson K.L., *Contact Mechanics*, Cambridge University Press, 1985.
- [127] Feng G., Ngan, A.H.W., *Effects of creep and thermal drift on modulus measurement using depth-sensing indentation*, **J. Mater. Res.**, 17 (3), (2002) 660-668.
- [128] Briscoe B.J., Fiori L., Pelillo E., *Nano-indentation of polymeric surfaces*, **J. Phys. D**, 31, (1998) 2395-2405.
- [129] Das G., Ghosh S., Bose S.C., Ghosh S., *Use of ball indentation technique to evaluate room temperature mechanical properties of a gas turbine blade*. **Mater. Sci. Eng. A**, 424 (1-2), (2006) 326-332.
- [130] François, D., Pineau, A., Zaoui, A., *Mechanical Behaviour of Materials*, Kluwer Academic Publishers, The Netherlands (1998).
- [131] Lim Y.Y., Chaudhri M.M., *The effect of the indenter load on the nanohardness of ductile metals: an experimental study on polycrystalline work-hardened and annealed oxygen-free copper*. **Phil. Mag. A**, 79 (12) (1999) 2979-3000.

- [132] Liu Y., Ngan A.H.W., *Depth dependence of hardness in copper single crystals measured by nanoindentation*, **Scripta Mater.**, 44 (2), (2001) 237-241.
- [133] Swadener J.G., Misra A., Hoagland R.G., Nastasi A., A mechanistic description of combined hardening and size effects, **Scripta Mater.**, 47 (5), (2002) 343-348.
- [134] 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.
- [135] Feng G., Nix W.D., *Indentation size effect in MgO*, **Scripta Mater.**, 51 (6), (2004) 599-603.
- [136] Durst K., Backes B., Goken M., *Indentation size effect in metallic materials: Correcting for the size of the plastic zone*, **Scripta Mater.**, 52 (11), (2005) 1093-1097.
- [137] Kim J.Y., Lee B.W., Read D.T., Kwon D., *Influence of tip bluntness on the size-dependent nanoindentation hardness*, **Scripta Mater.**, 52 (5), (2005) 353-358.
- [138] Zong Z., Lou J., 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.
- [139] 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.
- [140] Qin J., Huang Y., Hwang K.C., Song J., Pharr G.M., *The effect of indenter angle on the microindentation hardness*, **Acta Mater.**, 55 (18), (2007) 6127-6132.
- [141] Zhao M., Slaughter W.S., Li M., Mao S.X., *Material-length-scale-controlled nanoindentation size effects due to strain-gradient plasticity*, **Acta Mater.**, 51 (15), (2003) 4461-4469.
- [142] Zaiser M., Aifantis E.C., *Geometrically necessary dislocations and strain gradient plasticity. A dislocation dynamics point of view*, **Scripta Mater.**, 48 (2), (2003) 133-139.
- [143] Bonifaz E.A., Richards N.L., *The plastic deformation of non-homogeneous polycrystals*, **Int. J. Plast.**, 24 (2), (2008) 289-301.
- [144] Chicot D., Roudet F., Soom A., Lesage J., *Interpretation of instrumented hardness measurements on stainless steel with different surface preparations*, **Surf. Eng.**, 23 (1), (2007) 32-39.
- [145] Quinn G.D., Patel P.L., Lloyd I., *Effect of loading rate upon conventional ceramic microindentation hardness*, **J. Res. Nat. Inst. Stand. Technol.**, 107 (3), (2002) 299-306.
- [146] Lemoine P., Quinn J.P., Maguire P., P. Papakonstantinou, N. Dougan, *Rheological analysis of creep in hydrogenated amorphous carbon films*, **Thin Solid Films**, 514 (1-2), (2006) 223-230.
- [147] Sanchez-Lopez J.C., Donnet C., Loubet J.L., Belin M., Grill A., Patel V., Jahnes C., *Tribological and mechanical properties of diamond-like carbon prepared by high-density plasma*, **Diamond Relat. Mater.**, 10, (2001) 1063-1069.
- [148] Li H., Ngan A.H.W., *Indentation size effects on the strain rate sensitivity of nanocrystalline Ni-25at.%Al thin films*, **Scripta Mater.**, 52 (9), (2005) 827-831
- [149] Anand L., Ames N.M., *On modeling the micro-indentation response of an amorphous polymer*, **Int. J. Plast.**, 22 (6), (2006) 1123-1170.
- [150] Vandamme M., F.J. Ulm, *Viscoelastic solutions for conical indentation*, **Int. J. Sol. Struct.**, 43 (10), (2006) 3142-3165.
- [151] Field J.E., Telling R.H., *The Young modulus and Poisson ratio of diamond*, Research Note, Cavendish Laboratory, Cambridge, (1999).
- [152] Asada M., Omori Y., *J. Iron Steel Inst. Japan* 69 (1983) 739.

- [153] Kataoka K., Yamazawa T., Pyun Y.J., T. Homma, *X-ray study of strain generation behavior of a steel-scale system during high temperature oxidation in air*, **Trans. Iron Steel Inst. Japan**, 24, (1984) 365-371.
- [154] Samsonov G.B., *Handbook of Oxides*, Nisso Tsushin-sha, Wakayama, (1970).
- [155] Straffelini G., Avi G., Pellizzari M., *Effect of three nitriding treatments on tribological performance of 42CrAlMo7 steel in boundary lubrication*, **Wear**, 252, (2002) 870-879.
- [156] Wood B.J., Blundy J.D., Robinson J.A.C., *The role of clinopyroxene in generating U-series disequilibrium during mantle melting*, **Geochimica et Cosmochimica Acta**, 63, (1999) 1613-1620.
- [157] Seo M., Chiba M., *Nano-mechano-electrochemistry of passive metal surfaces*, **Electrochimica Acta**, 47, (2001) 319-325.
- [158] Reichmann H.J., Jacobsen S.D., *High-pressure elasticity of a natural magnetite crystal*, **Am. Mineral.**, 89, (2004) 1061-1066.
- [159] Bradley J.P., Harvey R.P., McSween H.Y., *Magnetite whiskers and platelets in the ALH84001 Martian meteorite: Evidence of vapor phase growth*, **Geochimica and Cosmochimica Acta**, 60 (24), (1996) 5149-5155.
- [160] Dick B.G., Overhauser A.W., *Theory of the dielectric constants of alkali halide crystals*. **Phys. Rev.**, 112, (1958) 90-103.
- [161] Lewis G.V., Catlow C.R.A., *Potential models for ionic oxides*, **J. Phys. C**, 18, (1985) 1149-1161.
- [162] Woodley S.M., Battle P.D., Gale J.D., Catlow C.R.A., *The prediction of inorganic crystal structures using a genetic algorithm and energy minimisation*, **Phys. Chem.**, 1 (1999) 2535-2542.
- [163] Gale J.D., *Empirical potential derivation for ionic materials*, **Phil. Mag.**, 73 (1), (1996) 3-19.
- [164] Zaoui A., Sekkal W., *Pressure-induced softening of shear modes in wurtzite ZnO: A theoretical study*, **Phys. Rev. B**, 66 (17), (2002) 174106.
- [165] Aouas M.R., Sekkal W., Zaoui A., *Pressure effect on phonon modes in gallium nitride: A molecular dynamics study*, **Solid State Commun.**, 120, (2001) 413-418.
- [166] Gale J.D., Rohl A.L., *The General Utility Lattice Program (GULP)*, **Mol. Simulat.**, 29 (5), (2003) 291-341.
- [167] Nye J.F., *Physical properties of crystals*, Oxford University Press (1957).
- [168] Komvopoulos K., Yang J., *Dynamic Analysis of Single and Cyclic Indentation of an Elastic-Plastic Multi-Layered Medium by a Rigid Fractal Surface*, **Mech. Phys. Sol.**, 54, (2006) 927-950.
- [169] Li W.H., Shin K., Lee C.G., Wei B.C., Zhang T.H., He Y.Z., *The characterization of creep and time-dependent properties of bulk metallic glasses using nanoindentation*, **Mater. Sci. Eng. A**, 478, (2008) 371-375.
- [170] Yao H.T., Xuan F.Z., Wang Z., Tu S.T., *A review of creep analysis and design under multi-axial stress states*, **Nuclear Eng. Design**, 237, (2007) 1969-1986.