



**SF2M**  
Section Ouest

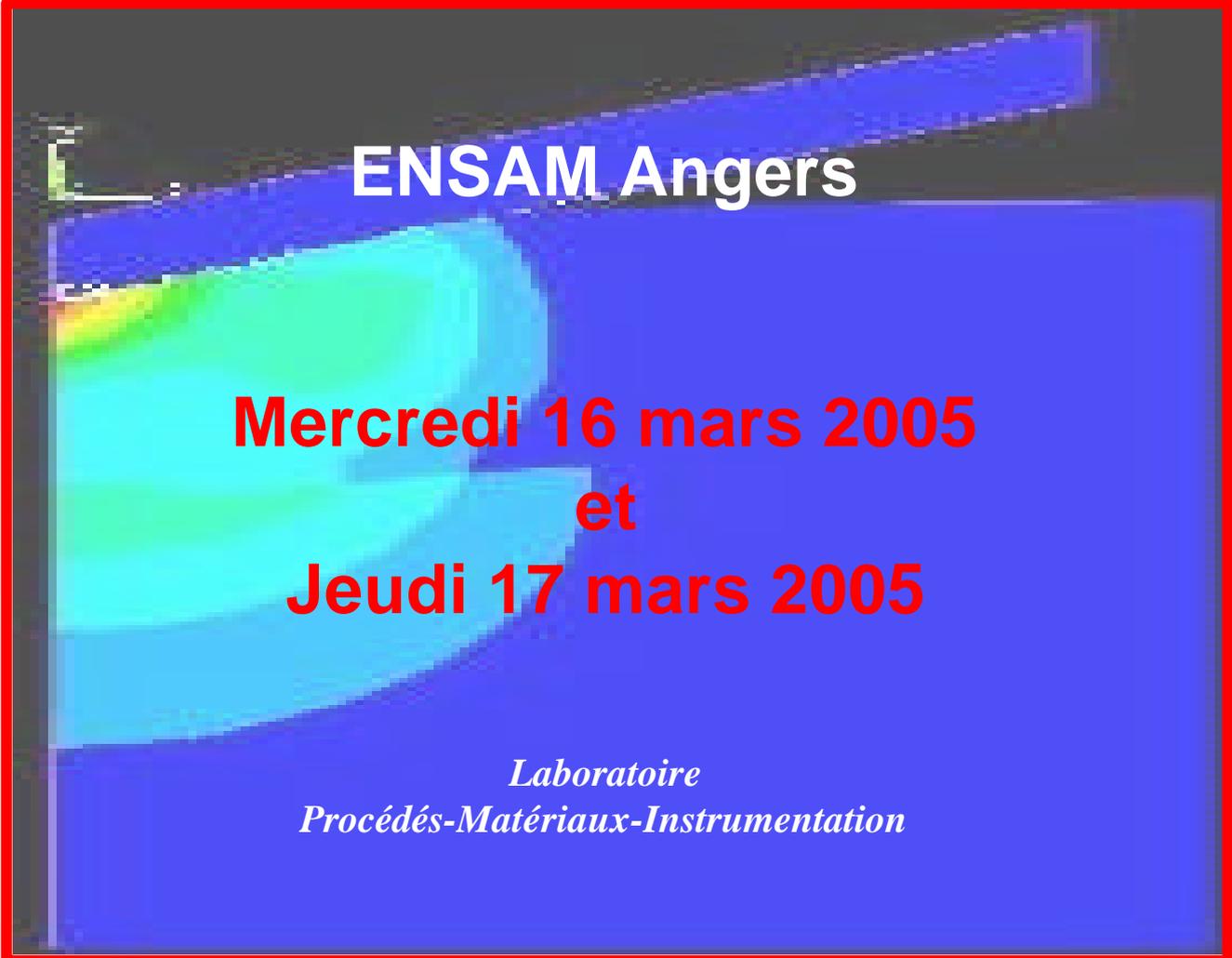
**P P F**  
Surfaces-Interfaces



## Colloque SF2M Ouest 2005

*SURFACES ET INTERFACES*  
**Indentation, rayage et abrasion**

Programme et condensés des communications



**ENSAM Angers**

**Mercredi 16 mars 2005**  
**et**  
**Jeudi 17 mars 2005**

*Laboratoire*  
*Procédés-Matériaux-Instrumentation*



*Le comité d'organisation vous remercie de votre participation  
et tient à manifester sa gratitude aux partenaires de ce congrès :*

**La Société Française de Métallurgie et Matériaux  
Section Ouest**

**Le Programme Pluriformation Surfaces et Interfaces**

**l'ENSAM d'Angers**

**La Direction de la Recherche de l'ENSAM**

**Le Conseil Régional des Pays de la Loire**

**Le Conseil Général du Maine et Loire**

**Angers Loire Métropole**

*Très bon colloque*



## Présentation des journées

Depuis sa création en 1997 la Section Ouest de la Société Française de Métallurgie et Matériaux a organisé dans les différents pôles universitaires du Grand Ouest (Régions Bretagne, Pays de Loire et Poitou Charentes) un colloque annuel sur des thématiques scientifiques touchant à la Science des Matériaux :

- 1997 Nantes « Recristallisation »
- 1998 Angers « Avancées des traitements et revêtements de surfaces »
- 1999 Poitiers « Propriétés mécaniques des matériaux revêtus »
- 2000 La Rochelle « Corrosion, dégradation et protection des matériaux »
- 2001 St Nazaire « Contraintes résiduelles »
- 2002 Rennes « Structures, Microstructures et Propriétés Mécaniques des Matériaux »
- 2003 Lorient « Modélisation et simulation numérique en Science des Matériaux »
- 2004 Nantes « Grandes vitesses et forts gradients »
- 2005 Angers « Surfaces et Interfaces » et journée thématique « Indentation, Rayage et Abrasion »

Ces manifestations sont des rencontres privilégiées et le lieu d'échanges entre les chercheurs et industriels du Grand Ouest travaillant dans le domaine de la « matériologie ». Tout en gardant cette vocation première (thème Surfaces et Interfaces), nous avons souhaité en 2005, avec le soutien du Programme Pluriformation (PPF) « Surfaces et Interfaces » piloté par l'ENSAM, élargir cette manifestation en rassemblant aussi la communauté scientifique francophone sur le thème plus spécialisé : indentation, rayage et abrasion.

Ainsi nous accueillons durant deux jours les 16 et 17 mars 2005 plus d'une centaine de participants français et étrangers (venant notamment de l'Angleterre, de Suisse, d'Algérie, de Chine,...).

La rencontre sur l'indentation, le rayage et l'abrasion s'inscrit dans la continuité des séminaires annuels du PPF « Surfaces et Interfaces » depuis 2000 et des manifestations suivantes :

- 2003 Angers « Séminaire Nanoindentation » .
- 2004 Nancy « JMC9 Minicolloque Micro et nanoindentation »

Le programme des journées comprend trois conférences de mise au point invitées, 16 communications orales, 32 présentations par affiches et 4 stands industriels. Une sélection d'articles sera soumise pour publication à Matériaux et Techniques sur le thème « indentation, rayage et abrasion ».

S. Benayoun, E. Le Bourhis

## **COMITE SCIENTIFIQUE**

### **Composition du comité scientifique d'organisation :**

S. Benayoun (MC, ENSAM-Angers), E. Le Bourhis (PU, Université de Poitiers), D. Carron (MC, Université de Lorient), H. Francillette (MC, INSA de Rennes), P. Goudeau (DR-CNRS, Université de Poitiers), R. Legall (PU, EPUN-Nantes), J.-L. Grosseau-Poussard (MC, Université de La Rochelle), J.-L. Lebrun (MC, ENSAM-Angers), B. Huneau (MC, EC-Nantes)

## **COMITE DE LECTURE**

### **Composition du comité de lecture des articles pour publication dans Matériaux et Techniques :**

S. Benayoun (MC, ENSAM-Angers), E. Le Bourhis (PU, Université de Poitiers), D. Carron (MC, Université de Lorient), E. Felder (PU, CEMEF- Ecole des Mines de Paris), H. Francillette (MC, INSA de Rennes), T. Gloriant (MC, INSA de Rennes), P. Goudeau (DR-CNRS, Université de Poitiers), A. Iost (PU, ENSAM-Lille), G. Patriarche (CR-CNRS, LPN Marcoussis), H. Pelletier (MC, INSA de Strasbourg), M. Troyon (PU, Université de Reims)

## PROGRAMME

**MERCREDI 16 MARS 2005**

<i><b>Horaire</b></i>	<i><b>Intitulé des communications</b></i>	<i><b>Auteurs</b></i>
9.00-9.30	<b>Accueil</b>	
9.30-10.15	<b>Analyse mécanique des essais d'indentation avec des cônes</b>	<b>E. Felder</b>
10.15-10.40	Interaction entre les mécanismes de plasticité et la réactivité de la surface des métaux c.f.c. en milieu acide	X. Feaugas
10.40-11.05	Dureté et résistance à l'usure des verres métalliques et des alliages nanostructurés obtenus par dévitrification de phases amorphes	T. Gloriant
11.05-11.30	<b>Pause</b>	
11.30-11.55	Simulation par différences finies de traitement de surfaces par faisceau laser pulsé	A. Laazizi
11.55-13.00	<b>Présentation des posters</b>	
13.00-14.00	<b>Repas</b>	
14.00-15.00	<b>Séance posters (et café)</b>	
15.00-15.30	Le comportement élastique de films minces ou multicouches analysé par diffraction des rayons X	P.-O. Renault
15.30-16.00	Indentation des milieux poreux: phénomènes et application aux matériaux fragiles	F. Tancret
16.00-17.00	<b>Séance posters</b>	
17.00-17.20	Remise du prix DEA et de la meilleure affiche. Exposé oral du lauréat (prix DEA)	S. Leclerc
17.20-17.40	<b>Table Ronde (Perspectives SF2M Ouest)</b>	
17.40-18.05	Optimisation instrumentale d'un test de Nanoindentation sur film polyéthylène basse densité	M. Fajfrowski
18.05-18.30	Nanoindentation et microrayage en environnement contrôlé	P. Kempé
18.30-19.30	<b>Séance posters</b>	
19.30-23.00	<b>Départ en bus et Dîner</b>	

**JEUDI 17 MARS 2005**

<i><b>Horaire</b></i>	<i><b>Intitulé des communications</b></i>	<i><b>Auteurs</b></i>
9.00-9.45	<b>Indentation strain, reduced modulus and the determination of the elastic modulus of thin coatings using nanoindentation</b>	<b>M. Chaudhri</b>
9.45-10.15	Etude de la morphologie des empreintes résiduelles de nano-rayures réalisées sur différentes surfaces métalliques	H. Pelletier
10.15-10.45	La méthode des deux pentes en nanoindentation	M. Troyon
10.45-11.15	<b>Pause</b>	
11.15-11.45	Transformation de phase dans un film de germanium amorphe induite par nano-indentation	G. Patriarche
11.45-12.15	Caractérisation mécanique de matériaux élastoplastiques - Utilisation d'indenteurs de forme axi-symétrique	S. Malherbe
12.15-12.45	Sur l'analyse des résultats de nanoindentation	J. Woïgard
12.45-13.45	<b>Repas</b>	
13.45-14.45	<b>Séance posters (et café)</b>	
14.45-15.30	<b>Quelques avancées sur les mesures des propriétés mécaniques par nanoindentation sur les polymères</b>	<b>J.-L. Loubet</b>
15.30-16.00	Nanoindentation sur un substrat revêtu : nouvelle approche de l'estimation du rayon de contact	A. Perriot
16.00-16.30	Simulation numérique tridimensionnelle par éléments finis de l'essai de rayure	G. Kermouche
16.30-17.00	<b>Pause</b>	
17.00-17.30	Amélioration des surfaces de verre indentés et érodés par dépôt sol-gel	S. Bouzid
17.30-18.00	<b>Table Ronde (Perspectives : congrès national, GDR, ...)</b>	

## COMMUNICATIONS

<i>Auteurs</i>	<i>Titres des communications</i>	<i>Pages</i>
<b><u>E. Felder</u></b>	Analyse mécanique des essais d'indentation avec des cônes	9
<b><u>X. Feaugas</u></b>	Interaction entre les mécanismes de plasticité et la réactivité de la surface des métaux c.f.c. en milieu acide	13
<b><u>T. Gloriant</u></b> , A.L. Greer	Dureté et résistance à l'usure des verres métalliques et des alliages nanostructurés obtenus par dévitrification de phases amorphes	15
<b><u>A. Laazizi</u></b> , L. Avril, B. Courant, F. Jacquemin, J.-J. Hantzpergue, R. Guillén	Simulation par différences finies de traitement de surfaces par faisceau laser pulsé	17
<b><u>P.-O. Renault</u></b>	L'utilisation de la diffraction X dans l'étude des propriétés mécaniques des traitements surfaces.	19
<b><u>E. Tancret</u></b> , F. Osterstock	Indentation des milieux poreux : phénomènes et application aux matériaux fragiles	21
<b><u>S. Leclerc</u></b>	Etude de l'endommagement créée par implantation d'Hélium dans le carbure de silicium	23
<b><u>M. Fajfrowski</u></b>	Optimisation instrumentale d'un test de Nanoindentation sur film polyéthylène basse densité	25
<b><u>P. Kempé</u></b>	Nanoindentation et microrayage en environnement contrôlé	25
<b><u>M. Chaudhri</u></b>	Indentation strain, reduced modulus and the determination of the elastic modulus of thin coatings using nanoindentation	27
<b><u>H. Pelletier</u></b> , C.-H. Daunois, J.-C. Arnault	Etude de la morphologie des empreintes résiduelles de nano-rayures réalisées sur différentes surfaces métalliques	29
<b><u>M. Troyon</u></b> et L. Huang	La méthode des deux pentes en nanoindentation	31
<b><u>G. Patriarche</u></b> , E. Le Bourhis, M.M.O. Khayyat et M.M. Chaudhri	Transformation de phase dans un film de germanium amorphe induite par nano-indentation	33
<b><u>S. Malherbe</u></b> , S. Benayoun	Caractérisation mécanique de matériaux élastoplastiques - Utilisation d'indenteurs de forme axi-symétrique	35
<b><u>J. Woiregard</u></b>	Sur l'analyse des résultats de nanoindentation	37
<b><u>J.-L. Loubet</u></b>	Quelques avancées sur les mesures des propriétés mécaniques par nanoindentation sur les polymères	39
<b><u>A. Perriot</u></b> , E. Barthel	Nanoindentation sur un substrat revêtu : nouvelle approche de l'estimation du rayon de contact	41
<b><u>G. Kermouche</u></b> , J-L Loubet., J.-M. Bergheau	Simulation numérique tridimensionnelle par éléments finis de l'essai de rayure.	43
<b><u>S. Bouzid</u></b>	Amélioration des surfaces de verre indentés et érodés par dépôt sol-gel	45

## STANDS EXPOSANTS

**Michel Fajfrowski (MTS)**  
**Didier Pellerin (Scientec)**  
**Christophe Dubegny (Schaefer Techniques)**  
**Philippe Kempé (CSM)**

## POSTERS

<i>Auteurs</i>	<i>Titres des posters</i>	<i>Pages</i>
<u>P. Aubert</u> , S. Labdi, O. Maciejak, L. Maillé, M. Ben Daia	Propriétés mécaniques des multicouches élaborées par pulvérisation cathodique RF	47
P. Carré, P. Rogeon, E. Feulvarch, <u>D. Carron</u> , J. Costa, G. Sibilia	Détermination des résistances de contact électriques : application au soudage par ponts de tôles d'acier nues	49
<u>L. Charleux</u> , M. Fivel, M. Verdier	Défaut de pointe et indentation auto similaire : effets induits et exploitations possibles	51
<u>N. Chemin</u> , M. Klotz, A. Ayral, E. Barthel	Propriétés mécaniques de films de silice mésoporeux par nanoindentation : effet du traitement thermique	53
<u>D. Faurie</u> , E. Le Bourhis, S. Charvet, P. Goudeau, M. Lejeune, P. Gergaud	Etude des propriétés mécaniques de films minces de carbone amorphe	55
<u>F. Fournier Dit Chabert</u> , R. Le Gall, F. Tancret	Étude de l'endommagement d'un superalliage au cours d'un procédé de rechargement laser	57
S. Tabone, <u>H. Francillette</u>	Application de l'essai de dureté à l'analyse du comportement mécanique anisotrope d'un alliage d'aluminium déformé par laminage	59
<u>B. Girault</u> , L. Madier, D. Faurie, P.O. Renault, E. Le Bourhis	Dérive thermique et nanoindentation	61
<u>D.M. Gordin</u> , T. Gloriant, A. Guillou, I. Thibon, G. Texier, D. Ansel	Traitements de nitruration des alliages de titane pour des applications biomédicales	63
<u>S. Hamlat</u> , F. Hammoum P.-Y. Hicher	L'importance du phénomène d'indentation dans l'adhérence gomme-revêtement.	65
<u>A. Iost</u> , Y. Ruderman M. Bigerelle	Dureté des revêtements : quel modèle choisir ?	69
<u>A. Iost</u> , A. Rabhi, M. Bigerelle	Variation de dureté avec la charge : quel modèle choisir ?	71
<u>A. Jellad</u> , S. Labdi, O. Maciejak, G. Renou	Étude mécanique de films minces nanostructurés : influence de la nature des matériaux et des conditions de dépôt	73
<u>S. Lafaye</u> et M. Troyon	Etude de l'influence du rayon de courbure de l'indenteur sur le coefficient de frottement dans le cas d'un essai de nano-rayure	75
<u>J. Laigo</u> , F. Tancret, R. Le Gall, J. Furtado	Modélisation et caractérisation de l'endommagement de superalliages Fe-Ni-Cr à haute température	77
<u>L. Largeau</u> , G. Patriarche, E. Le Bourhis, J.-P. Rivière <sup>c</sup>	Écoulement plastique à travers des films minces (011) de semi-conducteurs III-V déformés par indentation, mesure de la CRSS, effets de polarité	79
V. Fouquet, <u>E. Le Bourhis</u> , L. Pichon, M. Drouet, A. Straboni	Etude des propriétés élasto-plastiques de titane et Ti-6Al-4V nitrurés par nanoindentation en section transverse	81
<u>S. Lebaili</u> , T. Sayah, G. Marcon	Microstructure et comportement à l'abrasion d'alliages Ni-Cr(10%)-B-Si	83
<u>P.-O. Logerais</u> , M. Girtan, L. Avril, F. Gonzzatti <sup>2</sup> , A. Bouteville	Thermal profile evaluation of a silicon wafer in a rapid thermal chemical vapour deposition apparatus	85
<u>N. T. Niane</u> , R. Kouitat Njiwa, J. von Stebut	Indentation cylindrique de matériaux revêtus en régime élasto-plastique : étude numérique par la méthode des éléments de frontières	87

<i>Auteurs</i>	<i>Titres des posters</i>	<i>Pages</i>
<u>N. Oumarou</u> , I. Boccara-Riahi, F. Cleymand, S. Testu, R. Kouitat Njiwa, J. von Stebut	Etude de l'endommagement des verres silicosodocalciques en indentation sphère/plan : comparaison entre la nanoindentation instrumentée et la microindentation	89
<u>B. Passilly</u> , R. Mévrel	Microindentation instrumentée sur barrières thermiques de 20 à 900°C	91
<u>H. Pelletier</u> , C.-H. Daunois, J. Krier, C. Gauthier	Etude de la formation du bourrelet autour des empreintes de nanoindentation	93
<u>H. Pelletier</u> , J. Krier, J.-C. Arnault	Etude de la déformation moyenne en indentation et en rayure en fonction de l'angle d'attaque et du coefficient de frottement	94
<u>M. Piellard</u> , F. Badawi, E. Le Bourhis, P.O Renault, R. Prière	Etude de l'adhérence obtenue par thermocompression et dépôt PVD à l'interface alumine-platine	95
<u>T. Sayah</u> , S. Lebaili, G. Marcon	Microstructure et sclérométrie d'alliages durs de type Ni-Cr-B-Si-C-W	97
<u>J. Tranchant</u> , B. Angleraud, P.-Y. Tessier, M.-P. Besland, J.-P. Landesman, A. Djouadi	Contrôle des contraintes résiduelles dans des couches minces de MoCr par pulvérisation magnétron ionisée	99
<u>B. Vasques</u> , R. Leroy, A. Bouchou, P. Donnadiou, N. Ranganathan	Analyse de l'usure superficielle de plaquettes durant une opération de tournage	101
<u>P. Villain</u> , D. Faurie, P.-O Renault, E. Le Bourhis, P. Goudeau, K.F. Badawi	Propriétés mécaniques, effets de taille dans des multicouches W/Cu	105

Participants :

107

## Analyse mécanique des essais d'indentation avec des cônes

ERIC FELDER

CEMEF, UMR 7635 du CNRS, Ecole des Mines de Paris BP 207 F 06904 Sophia-Antipolis France [Eric.Felder@ensmp.fr](mailto:Eric.Felder@ensmp.fr)

### I Introduction

Depuis leur invention au début du XX<sup>e</sup> siècle [1], les essais de dureté ont constamment évolué : la géométrie des indenteurs s'est diversifiée et les valeurs minimales des forces et des pénétrations imposées n'ont cessé de diminuer pour atteindre des valeurs de l'ordre du  $\mu\text{N}$  et du  $\text{nm}$  [2] : on peut ainsi mesurer les propriétés mécaniques des matériaux aux échelles nano- et microscopique. En parallèle, la procédure d'essai a changé : on utilise des pyramides Berkovich à trois faces pour minimiser les défauts de pointe et on suit l'évolution de la force  $P$  avec la pénétration dans l'échantillon  $h$  durant la pénétration et lors du retrait. L'interprétation de l'essai en terme de

$$\text{dureté } h = \frac{P}{A} \quad \text{et de module d'Young } E^* \sim \frac{1}{2} \sqrt{\frac{P}{A}} S \quad S = -\left(\frac{dP}{dh}\right)_{h=h_{\max}^-} \quad (1)$$

nécessite la connaissance de l'aire  $A$  de la surface de contact projetée sur le plan de l'échantillon, donc de la hauteur de contact  $h_c = ch$  ou de  $c$ , facteur de forme de l'indentation; en outre, il est souhaitable d'évaluer une grandeur plus intrinsèque que  $H$ , la contrainte d'écoulement plastique  $\sigma_0(\epsilon, \dot{\epsilon})$ . Le passage de la courbe  $F(h)$  à ces grandeurs nécessite une analyse mécanique de l'essai, ceci explique la multiplicité des travaux théoriques depuis le travail pionnier de Tabor sur l'essai interprété par observation de l'empreinte [1,3].

Cette conférence décrit la nature des phénomènes possibles dans le cas d'indenteurs coniques et présente les résultats obtenus par diverses méthodes. Nous nous concentrons sur le cône de révolution de demi-angle  $\theta=70,3^\circ$ , équivalent au sens du volume déplacé des pyramides Berkovich et Vickers. On note  $a$  le rayon de contact équivalent :

$$A = \pi a^2 = \pi c^2 h^2 \tan^2 \theta \sim 24,5 c^2 h^2 \quad (2)$$

Nous en discutons les conséquences sur la mise en œuvre et l'interprétation de l'essai.

### II Analyse qualitative préliminaire

Le niveau de déformation  $\epsilon$  et de vitesse de déformation  $\dot{\epsilon}$  et l'index d'indentation  $X$  [4] caractérisant la compétition élasticité/plasticité s'en déduisent aisément :

$$\epsilon \sim \frac{h}{a} \sim \cot \alpha n q \quad \dot{\epsilon} \sim \frac{\dot{h}}{a} \sim \frac{\dot{h}}{h} \cot \alpha n q \quad X = \frac{E^*}{S_0} \cot \alpha n q \rightarrow \text{plasticité croissante avec } X \quad (2)$$

L'analyse qualitative permet de discuter l'influence de la rhéologie du matériau sur  $c$ . Le modèle de l'expansion de la cavité creuse [4] précise ces résultats et l'influence de l'élasticité, croissante pour  $X$  décroissant.

### II Analyse quantitative de l'indentation des corps élastique parfaitement plastiques

Pour un corps de rhéologie non sensible à  $\dot{\epsilon}$ , on a aussitôt, pour un cône parfait :

$$\begin{aligned} \text{pénétration } P &= Ch^2 \quad (\text{loi de Kick}) \quad c = \text{cons} \tan \theta \\ \text{retrait } \frac{P}{P_{\max}} &= f\left(\frac{h_{\max} - h}{h_{\max}}\right) \quad m_d = \frac{h_{\max}}{P_{\max}} S = Cte \quad \Delta h^* = 1 - \frac{h_{Res}}{h_{\max}} = Cte \end{aligned} \quad (4)$$

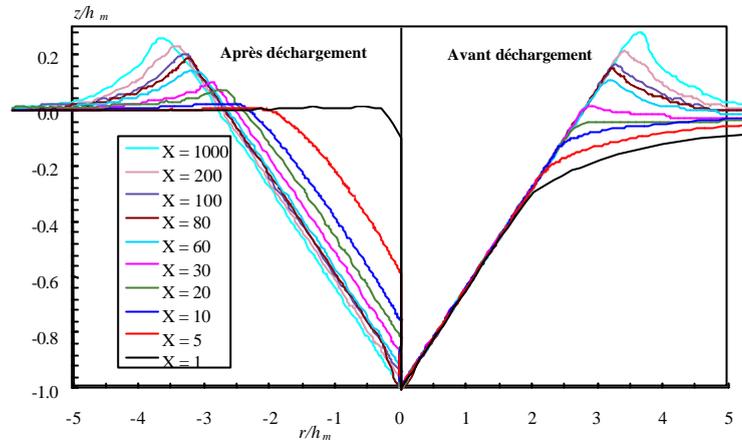


Fig. 1 : Indentation par le cône  $q = 70,3^\circ$  d'un corps EPP (à frottement nul) ; influence de l'index d'indentation  $X$  sur le profil sous charge et le profil résiduel de l'empreinte.  
 Pour  $X > 10$ , ces profils sont influencés par le frottement [5]  
 (dimensions normées par la pénétration maximale  $h_m$ )

Pour un corps EPP,  $c$ ,  $H^* = C / (\sigma_0 \pi c^2 h^2 \tan^2 \theta)$  et  $\Delta h^*$  sont des fonctions de  $X$  et  $\bar{m}$ , coefficient de frottement sur l'indenteur qui ont été calculées par éléments finis [5] (Fig. 1). En outre, la courbe de décharge est bien représentée par une loi puissance  $P = A \Delta h^m$  et nous précisons et discutons l'évolution de son exposant  $m$  avec  $X$ .

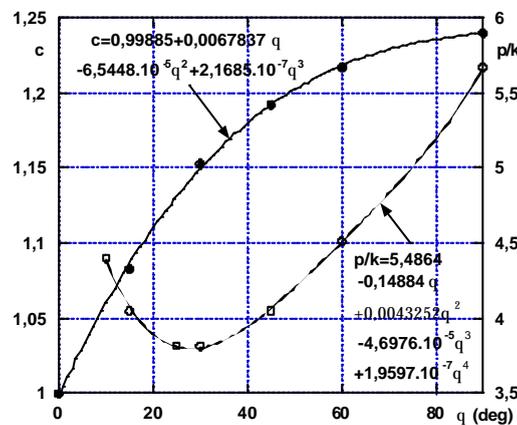


Fig. 2: Evolution de la dureté réduite  $H/k$  ( $k$  cission maximale) et du facteur de forme  $c$  avec l'angle du cône selon la méthode du champ de lignes de glissement pour un frottement nul.

Une analyse élémentaire permet de retrouver semi-quantitativement l'évolution de  $c$  avec  $X$ . Ces résultats sont en bon accord avec les résultats fournis par la méthode du champ de glissement [6] (Fig. 2), la méthode asymptotique [7], une analyse de tranches pour un corps RPP ( $X \rightarrow \infty$ ) et l'expérience [8,9] ; elle révèle une grande similitude avec le cas plan (dièdre). Des calculs tridimensionnels de l'indentation par des pyramides ont validé l'approche axisymétrique [5].

### III Analyse de l'indentation des matériaux plastiques hétérogènes (RPP)

Une analyse cinématique [10,11] permet de préciser la pression d'indentation ; le mode de déformation de bicouches est très différent selon que la dureté relative

$$\lambda = H/H_s \quad (5)$$

( $H_s$  dureté du substrat) est inférieure (mou sur dur) ou supérieure à 1 (dur sur mou). On en déduit des formules simples d'estimation de la dureté du film pour  $\lambda > 1$ , la valeur des pénétrations critiques à partir desquelles la dureté est affectée par le substrat. Ces résultats ont été confirmés et précisés par des calculs par éléments finis [5,12]. Une méthode simple d'établissement de la filiation de micro-duretés d'un corps traité superficiellement a été établie [13].

#### IV Analyse de l'indentation des matériaux non parfaitement plastiques

Nous présentons ici des exemples d'apport de la simulation numérique pour identifier à partir de l'essai de nano-indentation la courbe contrainte –déformation  $\sigma_0(\epsilon, \dot{\epsilon})$  de films minces polymères [14] et la courbe d'écrouissage  $\sigma_0 = \sigma_1 \epsilon^n$  [15,16]. Nous terminons en faisant le point du problème concernant les corps viscoplastiques :  $\sigma_0 = \sigma_1 \epsilon^n \dot{\epsilon}^m$ .

#### Références :

- [1] D. Tabor, The hardness of solids, Oxford, Clarendon Press, 1951
- [2] W. C. Oliver, G. M. Pharr, Measurement of hardness and elastic modulus by instrumented indentation. Advances in understanding and refinement methodology using load and displacement sensing indentation experiments, J. Mat. Res., 19, N°1 (2004) 3-20.
- [3] D. Tabor, The hardness of solids, Proc. of the Institute of Physics F- Physics in Technology, 1 (1970) 145-179
- [4] K. L. Johnson, The correlation of indentation experiments, J. Mech. Phys. Solids, 18 (1970) 115-126.
- [5] C. Ramond-ngéléli Analyse mécanique des essais d'indentation sur matériaux élastoplastiques homogènes ou multicouches. Application à la caractérisation de la rhéologie et de la tenue mécanique des films minces, Thèse en Sciences et Génie des Matériaux, Ecole des Mines de Paris, 1998.
- [6] D. Chitkara, M. A. Butt, Numerical construction of axisymmetric slip-sline fields for indentation of thick blocks by rigid conical indenters and friction at the tool-metal interface, Int. J. Mech. Sci. 34, N°11 (1992) 849-862
- [7] A. F. Bower, N. A. Fleck, A. Needleman, N. Ogdonna, Indentation of a power law creeping solid, Proc. R. Soc. Lond. A 441 (1993) 97-124.
- [8] D. S. Dugdale, Cone indentation experiments, J. Mech. Phys. Solids, 2 (1954) 285-277.
- [9] A. G. Atkins, D. Tabor, Indentation in metals with cones, J. Mech. Phys. Solids **13** (1965) 149-164.
- [10] D. Lebouvier, L'essai de dureté sur les produits revêtus-Approche théorique en plasticité et étude expérimentale, Thèse de doctorat en Sciences et Génie des Matériaux, Ecole des Mines de Paris, 1987.
- [11] D. Lebouvier, P. Gilormini, E. Felder, A kinematical model for plastic indentation of a bilayer, Thin Solid Films, 172 (1989) 227-239.
- [12] P. Laval, Etude théorique et expérimentale de l'indentation des matériaux élastoplastiques homogènes ou revêtus. Application à la mesure de la rhéologie et à l'adhérence des films minces, Thèse en Sciences et Génie des Matériaux, Ecole des Mines de Paris, 1995.
- [13] M. L. Edlinger, E. Felder, A Theoretical approach of hardness distribution in rigid perfectly plastic coated materials in Mechanics of Coatings, D. Dowson, C. M. Taylor, M. Godet (Ed.) Trib. Series 17, Elsevier, 175-182 (1990)
- [14] J.L. Bucaille, Simulation numérique de l'indentation et de la mesure des verres organiques, Thèse de doctorat en Sciences et Génie des Matériaux, Ecole des Mines de Paris, 2001
- [16] M. Dao, N. Chollacoop, K. J. Van Vliet T. A. Venkatesh, S. Suresh, Computational modeling of the forward and reverse problems in instrumented sharp indentation, Acta mater. 49 (2001) 3899-3918.
- [16] J. L. Bucaille, S. Stauss, E. Felder, J. Michler, Determination of plastic properties of metals by instrumented indentation using different sharp indenters, Acta Mater. 51 (2003) 1663-1678.
- [17] J. L. Bucaille, E. Felder, Vitesse de déformation moyenne en indentation, in Tribologie des matériaux organiques, Actes des Journées Francophones de Tribologie, Obernai, 2-4 mai 2001, M. Brendle, A. Chateauminois ; C. Gauthier, SIRPE Ed., Paris, 2002, 95-107.



**SF2M**  
Section Ouest

**P P F**  
Surfaces-Interfaces

## Interaction entre les mécanismes de plasticité et la réactivité de la surface des métaux c.f.c. en milieu acide

M. SAHAL, D. LARGE, H. EL ALAMI, J. CREUS, C. HUVIER, C. SAVAL, R. SABOT, X. FEAUGAS

*Laboratoire d'Etudes des Matériaux en Milieux Agressifs EA 316, Université de La Rochelle, Avenue Michel Crépeau, 17042 La Rochelle cedex 01*

La corrosion sous contrainte (CSC) des métaux c.f.c. est un mode d'endommagement structural difficile à modéliser. En effet, il implique l'interaction entre des paramètres chimiques et électrochimiques, liés à la nature du métal et au milieu, des paramètres caractéristiques de la structure macroscopique et microscopique du métal, et des paramètres mécaniques liés aux contraintes résiduelles ou appliquées au métal. Cette dégradation fait intervenir deux types de réactions opérant conjointement : des réactions anodiques impliquant les phénomènes de dissolution-repassivation, et des réactions cathodiques impliquant les effets de l'hydrogène. Trois mécanismes contribuent à favoriser la fissuration : la dissolution anodique, l'absorption d'hydrogène qui fragilise le matériau et/ou favorise la mobilité des dislocations et la rupture du film passif [1, 2]. De nombreux travaux expérimentaux et théoriques ont investigué l'influence de l'environnement sur le comportement mécanique [3, 4] tel que l'effet de l'hydrogène sur la plasticité (mobilité des dislocations, formation d'hydrure, fragilisation,...). Par contre, peu d'études se sont intéressées à l'influence de la plasticité sur les processus de corrosion [5, 6]. Parce qu'il est souvent clamé que la CSC correspond à des effets de synergie entre les processus de corrosion et le champ mécanique; il semble important d'identifier les effets du comportement élasto-plastique du métal sur les cinétiques électrochimiques associées aux processus de corrosion. Dans cet esprit, nous avons récemment étudié un système modèle : échantillon de nickel polycristallin pré-déformés en traction immergé dans un milieu acide désaéré de type 1M H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> à 291 K [7-10]. Les courbes de polarisation ont été réalisées dans les domaines cathodique et anodique pour différentes densités et distributions de dislocations développées en traction simple. Notre premier objectif a été de comprendre l'influence de la présence des défauts cristallins en l'absence de tous changements de rugosité associée à l'émergence des bandes de glissement à la surface. Pour s'affranchir des problèmes de rugosité, de la présence d'une couche d'oxyde et des contraintes résiduelles de surface, les électrodes de nickel sont polies mécaniquement puis électrochimiquement. Le protocole de préparation de la surface des échantillons a fait l'objet d'une optimisation lors d'une étude antérieure [7]. La durée du transfert de l'électrode de la cellule d'électropolissage à la cellule d'analyse doit être inférieure à 3 minutes de façon à éviter la formation de la couche d'oxyde et à garantir une bonne reproductibilité des résultats. Nous avons utilisé deux méthodes d'analyse : la voltampérométrie linéaire et la spectroscopie d'impédance électrochimique.

Dans le domaine cathodique, l'étude de la réaction d'évolution de l'hydrogène (REH) a montré que celle-ci suivait le mécanisme de Volmer-Heyrovsky, dont nous avons déterminé les paramètres cinétiques. La déformation plastique n'influe pas sur la nature du mécanisme de la REH. En revanche, elle induit une augmentation de la densité de courant cathodique développée à la surface du nickel en augmentant le nombre de sites d'adsorption disponibles en surface, jusqu'à une valeur maximale atteinte à 2,4% de déformation plastique. Au-delà de ce taux de déformation, il apparaît une hétérogénéité dans la répartition des dislocations, ce qui semble conduire à une réduction du nombre de sites d'adsorption et par conséquent à une diminution de la densité de courant cathodique. Cette dernière reste cependant supérieure à celle de l'échantillon non déformé.

Dans le domaine anodique, la déformation plastique ne modifie pas les mécanismes réactionnels de dissolution et de passivation par contre la densité de courant de dissolution est augmentée d'un facteur pouvant atteindre 7. Le stade de pré-passivation intervient pour des potentiels plus faibles lorsque la déformation plastique augmente, et la densité de courant résiduel dans le domaine passif est plus importante pour un état déformé. En d'autre terme, la présence de défauts cristallins est favorable à la dissolution, à l'adsorption de [OH<sup>-</sup>], à l'étape de passivation mais semble affecter les propriétés de la couche passive.

Une analyse thermodynamique de la modification de l'équilibre solide-liquide en présence de dislocations est proposée afin de développer un modèle susceptible de décrire les résultats expérimentaux. La présence des dislocations modifie le potentiel chimique du nickel en perturbant l'entropie du système et en affectant le volume molaire par l'intermédiaire du champ élastique associé à celles-ci. Les premiers résultats montrent clairement qu'il est nécessaire de

prendre en compte l'hétérogénéité de distribution des dislocations et en particulier les contraintes internes associées à cette hétérogénéité pour décrire les effets de la déformation plastique sur le courant de dissolution.

Les différences obtenues entre la modélisation et l'expérience sont interprétées en terme d'influence des dislocations sur l'étape d'adsorption des ions [OH<sup>-</sup>].

#### Références :

- [1] F.P. Ford, Corrosion sous contrainte. phénoménologie et mécanismes, EDP (1990) 307.
- [2] T. Magnin, Materials Science Forum, 202, Trans. Tech. Publications, (1995).
- [3] HK Birnbaum, P. Sofronis, Material Science and Engineering A, 176 (1994) 191.
- [4] J.P. Chateau, D. Delafosse and T. Magnin, Acta Mater., 50, (2002) 1507.
- [5] I. Garz and U. Häfke, Corrosion Science, 11, (1971) 329.
- [6] E. Gutman, G. Solovioff and D. Eliezer, Corrosion Science, 38 (1996) 1141.
- [7] M. Sahal, J. Creus, C. Huvier, R. Sabot, X. Feugas, EDEM 2003, Bordeaux, (2003).
- [8] M. Sahal, J. Creus, R. Sabot, X. Feugas, Scripta Met., 51 (2004) 869.
- [9] M. Sahal, J. Creus, R. Sabot, X. Feugas, EUROCORR, Nice (2004).
- [10] H. El Alami, J. Creus, X. Feugas, 17<sup>ième</sup> Forum sur les impédances électrochimiques, Paris (2005).

## Dureté et résistance à l'usure des verres métalliques et des alliages nanostructurés obtenus par dévitrification de phases amorphes

T. GLORIAN<sup>A)</sup>, A.L. GREER<sup>B)</sup>

<sup>a)</sup>Institut National des Sciences Appliquées (INSA de Rennes), Groupe de Recherche en Chimie-Métallurgie (G.R.C.M. EA2620), 20 avenue des Buttes de Coësmes, 35043 Rennes cedex, France

<sup>b)</sup>University of Cambridge, Department of Materials Science and Metallurgy, Pembroke Street, Cambridge CB2 3QZ, United Kingdom

### I Introduction

A cause des épaisseurs réduites obtenues lors de l'élaboration des verres métalliques et particulièrement avec les alliages à base d'aluminium, nos recherches ont surtout été focalisées sur les propriétés tribologiques, avec comme but de rendre attractif l'utilisation de ces matériaux amorphes et nanostructurés comme revêtement de protection par la combinaison d'une bonne dureté et d'une bonne résistance à l'usure. Les compositions (en pourcentage atomique) dont nous avons été amenés à élaborer puis à caractériser dans le cadre de ces recherches sont pour les verres métalliques massifs:  $Zr_{65}Al_{7.5}Ni_{10}Cu_{17.5}$ ,  $Pd_{40}Ni_{10}Cu_{30}P_{20}$  et  $La_{60}Al_{20}Ni_{10}Co_5Cu_5$  et pour les rubans amorphes à base d'aluminium:  $Al_{86}Ni_{11}Yb_3$  et huit compositions du système ternaire Al-Ni-Sm (avec Al% > 88at%).

### II Expériences

Il est possible de produire par solidification des amorphes métalliques par différentes méthodes d'élaboration. Sous forme de rubans après trempe sur roue lorsque les vitesses de trempe doivent être importantes mais aussi par des techniques de solidification par coulage plus classique pour l'élaboration de verres métalliques massifs dans des moules de cuivre plus ou moins évasés suivant la composition de l'alliage et le potentiel d'amorphisation possible. Ces différents procédés d'élaboration sont détaillés dans [1] et pour les alliages étudiés dans le cadre de nos travaux dans [2,3].

Nous avons vérifié par diffraction des rayons X (DRX) et par microscopie électronique en transmission (MET) que les alliages massifs  $Zr_{65}Al_{7.5}Ni_{10}Cu_{17.5}$ ,  $Pd_{40}Ni_{10}Cu_{30}P_{20}$  et  $La_{60}Al_{20}Ni_{10}Co_5Cu_5$  sont complètement amorphes ainsi que l'alliage  $Al_{86}Ni_{11}Yb_3$ . Par contre, pour les alliages à base d'aluminium obtenus à partir du système Al-Ni-Sm, seulement trois d'entre-eux (sur les huit compositions) ont pu être vitrifiés par solidification rapide.

La dureté a été évaluée à l'aide d'un microduromètre Vickers. Le dispositif de micro-abrasion qui a été utilisé pour mesurer la résistance à l'usure consiste à mettre en rotation une bille d'acier contre l'échantillon à tester en présence d'un fluide abrasif constitué de fines particules de carbure de silicium. Ce type d'abrasion, communément appelé "montage à trois corps", est décrit plus en détail dans les références [4].

### III Résultats et discussion

En comparant différentes familles de matériaux dans un diagramme microdureté/résistance à l'usure, on constate que les verres métalliques peuvent être clairement catégorisés dans les alliages à durcissement structural. Pour ce type d'alliages, la résistance à l'usure, pour une valeur de dureté donnée, est de manière significative plus élevée que pour les matériaux céramiques qui sont en fait beaucoup plus fragiles dans leur comportement à l'abrasion. Par conséquent, la résistance à l'usure des verres métalliques qui n'induit pas de mécanisme de rupture fragile comme c'est le cas avec les céramiques représente un grand intérêt pour des applications tribologiques.

Dans le cas des alliages amorphes élaborés à partir du système Al-Ni-Sm, nous avons suivi la nanocristallisation (thermiquement activée) de particules pures en aluminium (de forme dendritique et de structure cfc) uniformément réparties dans la matrice amorphe mère. Au cours du traitement thermique, les atomes de soluté (Sm et Ni), totalement rejetés vers la matrice amorphe, jouent un rôle significatif sur le mécanisme de croissance des nanocristaux et sur la stabilité finale des alliages nanostructurés ainsi obtenus [5].

Nous avons observé une augmentation très sensible des propriétés mécaniques, et en particulier des propriétés tribologiques, lors de la dévitrification de nos alliages amorphes à base d'aluminium. En fait, il existe une parfaite corrélation entre l'augmentation de la microdureté et de la résistance à l'usure avec le pourcentage en volume de nanophases cristallisées. Une dureté deux fois supérieures aux meilleurs alliages à base d'aluminium, actuellement disponibles sur le marché, est mesurée pour les rubans complètement amorphes et une valeur presque triple peut-être obtenue avec des taux

de nanocristallisation élevé (environ 30% en volume). De la même manière, la résistance à l'usure augmente de façon significative atteignant environ deux fois la valeur obtenue sur la structure amorphe initiale [3, 6].

#### IV Conclusion

Par solidification rapide, il est possible d'obtenir des verres métalliques et des alliages nanostructurés par traitements thermiques de dévitrification qui présentent des propriétés de dureté et de résistance à l'usure exceptionnelles. Toutefois, à cause de la trop faible stabilité des phases amorphes, il n'est toujours pas possible à l'heure actuelle de les élaborer sous forme de matériaux réellement massifs réduisant ainsi leurs potentiels d'application. Cependant, pour les pièces mécaniques de faibles dimensions ou en tant que revêtements de protection, ces alliages se révèlent très efficaces en situation de sollicitation par frottement.

#### Références :

- [1] A. Inoue, in Bulk Amorphous Alloys, Trans Tech Publications Ltd, Switzerland, Materials Science Foundations, 4 (1998) 27
- [2] A. Inoue, N. Nishiyama, T. Matsuda, Mater. Trans. JIM, 37 (1996) 181
- [3] T. Gloriant, A. L. Greer, Nanostruc. Mater., 10 (1998) 389
- [4] K. L. Rutherford, I. M. Hutchings, J. Testing Eval., 25 (1997) 250
- [5] T. Gloriant, D. H. Ping, K. Hono, A. L. Greer, M. D. Baro, Mater. Sci. Eng. A, 304-306 (2001) 315
- [6] G. E. Abrosimova, A. S. Aronin, Y. V. Kir'janov, T. Gloriant, A. L. Greer, Nanostruc. Mater., 12 (1999) 617

# SIMULATION PAR DIFFERENCES FINIES DE TRAITEMENT DE SURFACES PAR FAISCEAU LASER PULSE

A. LAAZIZI<sup>1)</sup> – L. AVRIL<sup>2)</sup> – B. COURANT<sup>1)</sup> – F. JACQUEMIN<sup>1)</sup> –  
J.J. HANTZPERGUE<sup>2)</sup> – R. GUILLÉN<sup>1)</sup>

<sup>1)</sup>Institut de Recherche en Génie Civil et Mécanique - UMR CNRS 6183 CRTT 37 Boulevard de l'Université, BP 406, 44600 Saint-Nazaire  
[abdellah.laazizi@univ-nantes.fr](mailto:abdellah.laazizi@univ-nantes.fr)

<sup>2)</sup>Laboratoire Procédés-Matériaux-Instrumentations ENSAM Angers 2, Boulevard du Ronceray, BP 93525, 49035 Angers Cedex 01

## I Introduction

Un traitement thermique est souvent effectué sur les surfaces soumises à des sollicitations sévères. Cela permet d'augmenter leur dureté, d'accroître leurs résistances au frottement ou à la corrosion. Les lasers de puissance à émission continue ou pulsée peuvent être utilisés pour de tels traitements notamment lorsque la zone à traiter est très localisée. La mise au point, très délicate, de ces traitements demande un grand nombre d'essais et est par conséquent coûteuse. En particulier lorsque un laser pulsé est utilisé car on dispose alors de quatre paramètres opératoires[1] : énergie, durée d'impulsion, fréquence et vitesse de balayage. La simulation numérique du procédé apporte alors une aide précieuse pour limiter le nombre d'expérimentations. De plus, la simulation permet le calcul de grandeurs difficilement accessibles expérimentalement comme l'évolution de la température dans le matériau ou l'intensité des mouvements de convection dans la zone fondue. Ces grandeurs sont pourtant essentielles pour comprendre ce qui s'est effectivement produit lors du traitement dans le matériau.

## II Simulation – Expériences

Dans cette étude, nous nous intéressons au traitement de surface d'échantillons d'acier inoxydable X30Cr13, par un faisceau laser pulsé de type Nd-YAG, après un pré-dépôt d'une poudre de bore ou de nitrure de bore et sous couverture d'argon pour éviter l'oxydation. Les revêtements ainsi obtenus ont une dureté 2 à 3 fois plus grande que celle de l'acier d'origine. Certains échantillons présentent également un taux d'usure volumique divisé par cinquante lorsqu'ils sont soumis au frottement d'une bille en rubis et sous une charge de 1 N.

La confrontation entre résultats expérimentaux et simulés permet de mieux interpréter les résultats expérimentaux et comprendre l'importance relative des différents phénomènes induits lors d'un traitement de surface par faisceau laser pulsé : échanges thermiques avec le milieu ambiant, propagation de la chaleur par conduction et par convection dans le matériau, modification des propriétés thermophysiques avec la température...

## III Discussion

La méthode des différences finies avec un maillage cartésien bidimensionnel irrégulier est utilisée pour résoudre l'équation de conservation de la chaleur seule dans un premier temps puis associée aux équations de Navier Stokes dans un second temps grâce à l'algorithme SIMPLE de Patankar [2]. L'importance des mouvements de convection est alors discutée (Fig 1).

Les avantages et les limites des schémas explicites et implicites sont également étudiés. Le schéma explicite permet d'exprimer les grandeurs recherchées en chaque point du maillage à un instant  $t+\Delta t$  en fonction des grandeurs connues à l'instant  $t$ . Cependant, ce schéma est soumis à un critère de stabilité difficile à respecter lorsque les mouvements de convection deviennent importants. Le schéma implicite est basé sur un algorithme coûteux en temps de calcul mais inconditionnellement stable.

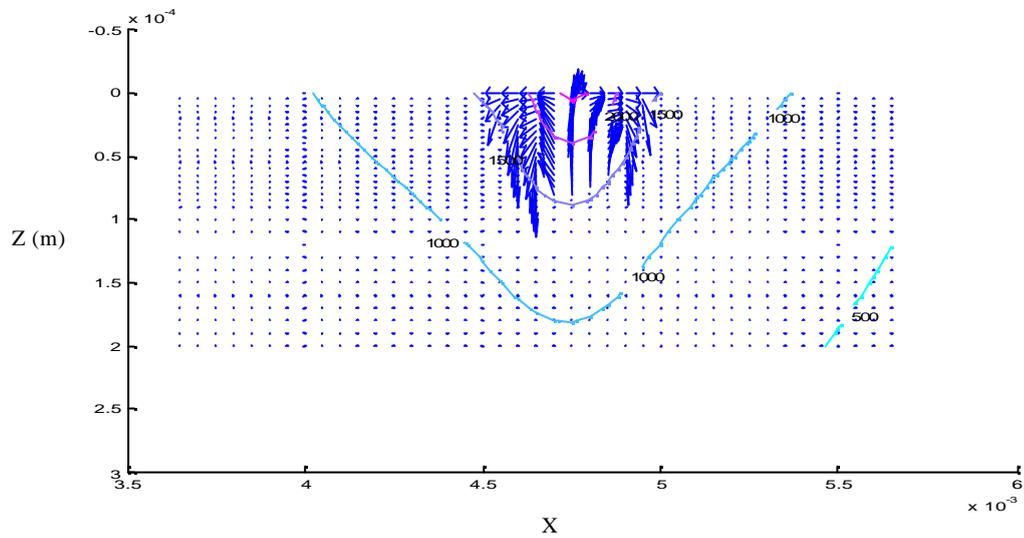


Fig 1 : Isothermes et mouvements de convection dans la zone fondue

**Références :**

- [1] B. Courant, JJ Hantzpergue, S. Benayoun and J-P L'Huillier, Melting and solidification processes in a moving graphite-covered titanium surface subject to multi-pulse laser irradiation, J. Phys. D: Appl. Phys.34(2001) 1437-1446.
- [2] S.V. Patankar, Numerical Heat Transfer and Fluid Flow, Ed.Taylor & Francis 1980.

## Le comportement élastique de films minces ou multicouches analysé par diffraction des rayons X

P.O. RENAULT, D. FAURIE, E. LE BOURHIS, PH. GOUDEAU, P. VILLAIN, <sup>A)</sup>

<sup>a)</sup> Lab. Métallurgie Physique - UMR 6630 CNRS/Univ. Poitiers, SP2MI, BP 30179, 86962 Futuroscope

### I Introduction

Les caractéristiques mécaniques comme les contraintes résiduelles, la dureté, le module d'élasticité et l'adhésion interfaciale sont des paramètres importants dans le domaine des revêtements. La diffraction des rayons X est l'une des techniques les plus utilisées pour analyser l'état de contraintes résiduelles dans des petits volumes cristallins. Cette technique est non destructive, et permet d'étudier les différentes phases dans un matériau indépendamment les unes des autres. De plus, elle permet à la fois de déterminer l'état microstructural et d'étudier les propriétés mécaniques des phases diffractantes. Cependant, la connaissance des constantes d'élasticité radiocristallographiques est nécessaire pour déterminer les contraintes résiduelles à partir des mesures de déformations du réseau cristallin. Les constantes d'élasticité mécaniques et radiocristallographiques d'un matériau sous forme de film mince ou multicouche peuvent différer de celle du même matériau à l'état massif. Cette différence peut être due à la microstructure particulière, à la grande valeur du rapport surface sur volume, et aux contraintes induites par le substrat. Différentes techniques peuvent être utilisées pour déterminer les constantes d'élasticité d'un film mince ou d'une multicouche comme par exemple la nanoindentation, la microscopie acoustique, la diffusion Brillouin, la diffraction des rayons X.

L'exposé présentera, dans ce cadre, des mesures de constantes d'élasticité de films minces et multicouches métalliques déposés par pulvérisation sur un polyimide.

### II Expériences

Dans un premier temps, de façon à illustrer les différences de comportement mécanique dans le domaine de déformation élastique, deux types de matériaux ont été choisis. Des dépôts de films minces de tungstène (140 nm) et d'or (560 nm) respectivement isotrope et anisotrope d'un point de vue mécanique ont été réalisés à température ambiante par pulvérisation ionique (faisceau d'ions Ar<sup>+</sup>, énergie 1,2 keV). Le dépôt de tungstène a été soumis à une irradiation (Ar<sup>2+</sup>, E=340 keV, fluence  $7 \times 10^{14}$  cm<sup>-2</sup>) pour améliorer sa cristallinité et si possible l'accrochage de la couche sur son substrat, et relaxer le fort état initial de contraintes résiduelles de compression.

Dans un deuxième temps, nous avons essayé d'observer l'évolution des constantes d'élasticité dans une multicouche métallique Cu/W lorsque la période décroît de 24 à 3 nm (le rapport d'épaisseur Cu sur W restant égal à un).

Dans toutes ces expériences, les substrats sont des éprouvettes de traction en polyimide (Kapton®) dont les caractéristiques mécaniques sont : module d'Young 5,17 GPa et coefficient de Poisson 0,35 et les caractéristiques géométriques : épaisseur 127,5 µm, largeur 6 mm, et longueur utile 20 mm.

En raison du faible volume diffractant, certaines expériences de diffraction ont été réalisées au LURE sur les lignes de lumière DW22 et H10. Dans le cas du film d'or texturé, les mesures de diffraction ont été réalisées sur un goniomètre 4 cercles (Seifert).

Le principe de l'expérience consiste à soumettre le composite film mince/substrat à un essai de traction uniaxiale, puis à déterminer, d'une part, la contrainte appliquée à l'échantillon, et d'autre part, la déformation appliquée. L'essai de traction est réalisé à l'aide d'une machine de traction DEBEN<sup>TM</sup> équipée d'une cellule de force qui permet d'estimer la contrainte totale appliquée à 0,1 N près. De part son faible volume ( $90 \times 60 \times 30$  mm<sup>3</sup>) et son faible poids (350 g) cette machine peut être aisément installée sur la plupart des goniomètres. Pour chaque traction appliquée, les déformations sont mesurées par diffraction des rayons X en suivant le déplacement des pics de Bragg dans différentes directions  $\psi$  (fig.1).

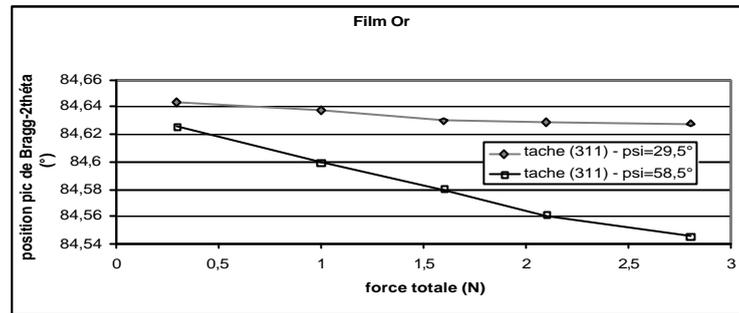


Fig. 1 : Déplacement du pic de Bragg en fonction de la force appliquée pour 2 valeurs de psi (exemple : tache (311) film d'or).

### III Discussion

Cette expérience repose donc sur l'obtention de 2 mesures : la contrainte appliquée au composite dépôt/substrat qui est donnée par un capteur de force, et la déformation mesurée par diffraction des rayons X. Il faut ensuite relier ces 2 grandeurs entre elles de façon à remonter aux constantes d'élasticité du dépôt, autrement dit trouver la relation contrainte déformation. Pour cela, il nous faut déduire de la mesure de la contrainte totale appliquée au composite, le tenseur des contraintes sur le dépôt lui-même. La difficulté consiste ensuite à décrire correctement le comportement mécanique du film mince ou de la multicouche polycristalline, c'est-à-dire choisir un modèle d'interaction « grain à grain » approprié. En effet, les mesures de déformations par DRX conduisent à la déformation selon un vecteur de diffraction, ces mesures concernent uniquement une partie de l'échantillon : l'ensemble des cristallites qui contribuent au pic de Bragg. Pour obtenir la relation contrainte-déformation, il est nécessaire de connaître le comportement élastique moyen du cristal, qui conduit à moyenniser les propriétés élastiques du volume étudié où des interactions élastiques intergranulaires doivent être considérées.

Les résultats expérimentaux des 2 films minces de comportements mécaniques différents seront présentés: l'un isotrope (le film de W) et l'autre anisotrope (film d'or présentant une texture de fibre (111)) [1].

D'autre part, l'évolution du comportement mécanique de la composante de tungstène dans les multicouches Cu/W a été observée en fonction de la période de la multicouche (3, 6, 24 nm) [2].

### Références :

- [1] D. Faurie, P.O. Renault, E. Le Bourhis, P. Villain, Ph. Goudeau, F. Badawi, Measurement of thin film elastic constants by X-ray diffraction, *Thin Solid Films* 469-470 (2004) 201
- [2] P. Villain, Ph. Goudeau, P.O. Renault; F. Badawi, Size effect on intragranular elastic constants in thin tungsten films, *Appl.Phys. Lett.*, 81 (2002) 4365

## Indentation des milieux poreux : phénomènes et application aux matériaux fragiles

FRANCK TANCRET<sup>A)</sup>, FEU FRÉDÉRIC OSTERSTOCK<sup>B)</sup>

<sup>a)</sup> *Laboratoire Génie des Matériaux et Procédés Associés ; Polytech' Nantes ;  
La Chantrerie – Rue Christian Pauc ; BP50609 ; 44306 Nantes Cedex 3*

<sup>b)</sup> *Équipe Structure et Comportement Thermomécanique des Matériaux ; CRISMAT / ENSICAEN ;  
6, boulevard du Maréchal Juin ; 14050 Caen Cedex*

### I Introduction

Les phénomènes de contact concernent de nombreux matériaux lors de leur mise en œuvre ou de leur utilisation ; l'étude de ce comportement par indentation revêt donc une importance particulière. Par ailleurs, l'indentation Vickers est aussi connue comme technique de caractérisation de la ténacité et de la résistance au choc thermique des matériaux fragiles [1-3]. Si la mécanique de l'indentation est relativement bien documentée en ce qui concerne les matériaux denses, ce n'est pas le cas des matériaux poreux, qui présentent un comportement particulier en raison de la compaction de la matière sous le poinçon [4]. Le présent travail illustre ce phénomène et ses conséquences sur l'applicabilité de la technique d'indentation Vickers à la détermination des caractéristiques mécaniques des matériaux fragiles poreux.

### II Matériaux et méthodes expérimentales

Divers matériaux ont été testés : aciers austénitiques frittés de porosités comprises entre 0 et 32% et indentés à l'aide d'un poinçon Vickers ou d'un poinçon parallélépipédique sous une contrainte de 265 MPa ; céramiques  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$  frittées de porosités comprises entre 6% et 31% et indentées à l'aide d'un poinçon Vickers. Le module d'Young, la limite d'élasticité des aciers et la ténacité des céramiques  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$  ont également été mesurées par flexion trois points (sur éprouvette entaillée pour la ténacité). Après indentation, les aciers poreux ont été imprégnés sous vide d'une résine époxy, puis coupés, polis et observés au microscope électronique à balayage. Dans le cas des céramiques  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$ , les fissures d'indentation de type médian-radial ont été mesurées à l'aide d'un microscope optique, de manière à remonter à une mesure de la ténacité (cf. § III).

### III Résultats et discussion

Il a été montré et vérifié que l'on pouvait mesurer la ténacité  $K_C$  des matériaux fragiles denses en mesurant la longueur,  $c$ , des fissures d'indentation Vickers provoquées par les contraintes résiduelles de contact, en utilisant l'une des deux équations ci-dessous [1,2] :

$$K_C = c_r P c^{-3/2} \quad \text{ou} \quad \frac{K_C \Phi}{H a^{1/2}} \left( \frac{H}{E \Phi} \right)^{0,4} = 0,129 \left( \frac{c}{a} \right)^{-3/2}$$

$P$  est la charge d'indentation,  $H$  et  $E$  sont respectivement la dureté et le module d'Young du matériau,  $a$  est la demi-diagonale de l'empreinte Vickers et  $\Phi$  est le facteur de confinement hydrostatique, défini comme le rapport entre la dureté et la limite d'élasticité du matériau,  $\sigma_y$  [5,6].  $\chi_r$  est un facteur de proportionnalité, souvent défini par  $\chi_r = \Phi (E/H)^{1/2}$ , avec  $\Phi$  une constante géométrique [1]. Ces approches ont de longue date été validées dans le cas des matériaux denses, mais il apparaît d'importantes déviations entre théorie et expérience dans le cas des matériaux poreux. Notamment, dans le cas des céramiques  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$ , l'efficacité de l'indentation, estimée par la capacité des contraintes résiduelles de contact à ouvrir et propager les fissures d'indentation, décroît fortement lorsque la porosité augmente. Ceci se traduit par une diminution de  $\chi_r$  avec la porosité alors que le rapport  $E/H$  augmente, ce qui va à l'encontre de la théorie. Également, on observe une forte déviation du comportement par rapport à la deuxième équation si l'on considère un facteur de confinement prenant une valeur usuelle voisine de trois [5,6]. À titre de comparaison, des mesures mécaniques et microstructurales ont été effectuées sur les aciers poreux. La figure 1 montre l'évolution avec la porosité de la déformation totale et de la densification (fraction de la déformation totale absorbée par la compaction du matériau) lors d'un poinçonnage sous une contrainte de 265 MPa. Il apparaît clairement que plus le matériau est poreux, plus il se densifie. Par conséquent, une fraction de plus en plus réduite de la déformation totale imposée est disponible pour générer des contraintes résiduelles de contact. Par ailleurs, le facteur de

confinement hydrostatique,  $\Phi = H/\sigma_y$ , a été mesuré sur ces aciers poreux, et son évolution avec la porosité a été estimée. L'introduction de ces valeurs de  $\Phi$  dans la seconde équation pour les céramiques  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$  a permis de recaler l'ensemble des points sur la droite théorique, et ce quelque soit la porosité (figure 2).

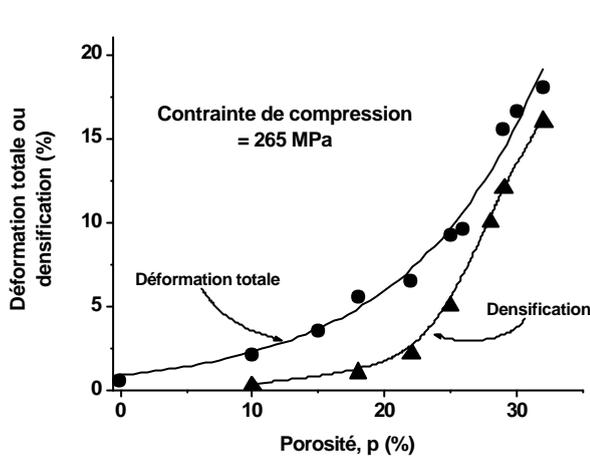


Fig. 1 : Déformation totale et densification des aciers en fonction de la porosité

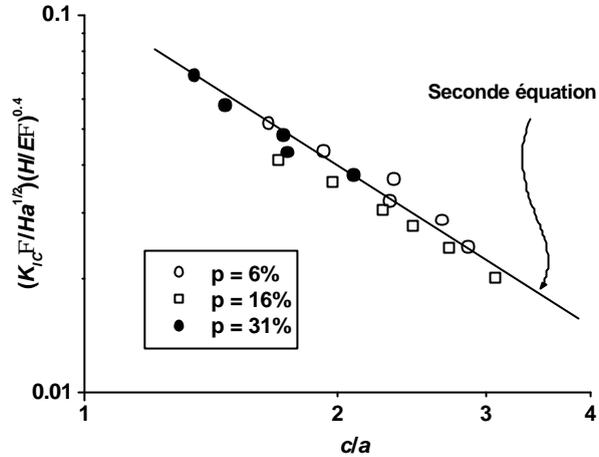


Fig. 2: Diagramme « universel » de l'indentation des matériaux fragiles ; cas des céramiques  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$  poreuses

Ces résultats suggèrent qu'il existe des points communs dans le comportement au contact des matériaux poreux métalliques et céramiques. Notamment, la compaction du corps poreux sous le poinçon, observée et mesurée sur les aciers, résulte d'un réarrangement des grains suite au cisaillement par déformation plastique des cous de frittage. La compaction des céramiques poreuses se produit également par un réarrangement des grains, mais suite à la rupture des cous de frittage. Ces similitudes morphologiques, ainsi que le succès de la correction du diagramme de la figure 2 pour les céramiques en introduisant des mesures de  $\Phi$  effectuées sur les aciers, pourraient suggérer un certain nombre de similarités dans l'évolution avec la porosité du comportement mécanique sous contact de tous les matériaux poreux.

#### Références :

- [1] B. R. Lawn, A.G. Evans, D.B. Marshall, J. Amer. Ceram. Soc., 63 (1980) 574
- [2] K. Niihara, R. Morena, D.P.H. Hasselman, J. Amer. Ceram. Soc., 65 (1982) C116
- [3] F. Tancret, F. Osterstock, Scripta Mater., 37 (1997) 443
- [4] F. Tancret, F. Osterstock, Phil. Mag., 83 (2003) 125
- [5] R. Hill, The mathematical theory of plasticity (Clarendon, Oxford), (1960)
- [6] K.L. Johnson, Contact mechanics (Cambridge University Press), (1985)

## Etude de l'endommagement crée par implantation d'Hélium dans le carbure de silicium

S. LECLERC

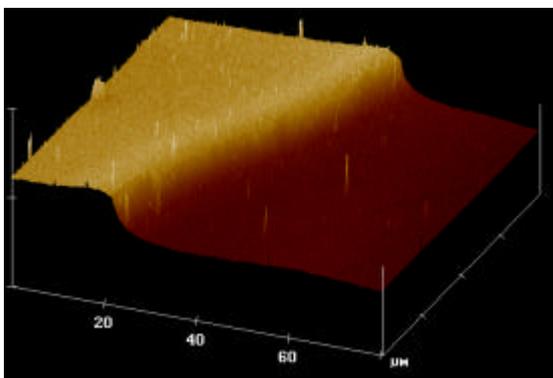
*Laboratoire de Métallurgie Physique UMR 6630, Université de Poitiers, boulevard Pierre et Marie Curie, SP2MI, BP 30179, 86962 Chasseneuil-Futuroscope cedex*

Le carbure de silicium (SiC) peut être considéré comme un semi-conducteur ou comme une céramique suivant son utilisation (composants ou matrice inerte de combustible).

C'est un semi-conducteur à large bande interdite dont les propriétés physiques sont très intéressantes pour des applications hautes températures, hautes fréquences et en puissance.

Cependant la filière à base de SiC n'a pas encore atteint la maturité suffisante requise pour la fabrication à l'échelle industrielle de composants répondant aux attentes. L'obtention de dopage p reste une des difficultés technologiques majeures. Par ailleurs les coefficients de diffusion des dopants étant très faibles, des températures très élevées sont nécessaires pour élaborer des jonctions. L'implantation ionique de dopants est donc une étape cruciale de fabrication. L'inconvénient majeur de ce procédé est l'endommagement du matériau qui nécessite une étape supplémentaire : le recuit thermique (activation des dopants et guérison des défauts). L'implantation ionique pose également de nombreux problèmes liés à l'amorphisation et à la recristallisation à haute température. Même à faible fluence l'implantation d'ions légers dans le SiC produit de nombreux défauts ponctuels intrinsèques qui peuvent entraîner des effets de compensation du matériau. L'optimisation de l'implantation ionique apparaît comme inévitable dans le développement des filières composants à base de SiC.

Le SiC, en particulier sous sa forme cubique, est également considéré comme l'une des meilleures céramiques pouvant servir de matrice inerte du combustible pour les futurs réacteurs dits nouvelle génération fonctionnant à haute température (1000°C). Différents matériaux à base carbure sont également proposés (ZrC, ...); ils doivent présenter une grande résistance mécanique, une bonne conductivité thermique (4.9 W/cm/K pour le 4H-SiC) et une faible activation sous irradiation. Un grand nombre d'inconnues subsistent encore sur les défauts produits par irradiation neutronique et autres produits de fission (en particulier la production de gaz légers, hydrogène et hélium, atteint 2000 ppm dans le cas de SiC soumis à une irradiation neutronique de 1 MWa/m<sup>2</sup>) [1]. Ces irradiations entraînent la déformation et le gonflement du matériau (figure 1 [2]). Dans ce contexte, la modélisation du comportement mécanique, en se basant sur l'étude de la microstructure, apparaît incontournable pour envisager de nouvelles conditions de fonctionnement du parc nucléaire français.



**Figure 1** : Image AFM montrant le gonflement de la surface implantée

Les dégâts d'irradiation, leur formation, évolution et restauration sont donc l'un des points à maîtriser dans le développement de technologies de pointe basées sur le SiC. Le laboratoire de Métallurgie Physique travaille depuis plusieurs années déjà sur les défauts d'irradiation dans le carbure de silicium (4H essentiellement). Ces irradiations ont été effectuées à faible (Thèse M.L David, 2003) et forte fluence (Thèse E. Oliviero, 2002) mais avec des énergies incidentes de l'ordre du MeV (irradiations réalisées à Oslo et au CERI Orléans). Dans le cas des faibles fluences, l'activité électrique des défauts primaires a été étudiée par mesures capacitives (Deep Level Transient Spectroscopy). A forte fluence, l'endommagement créé a été principalement caractérisé par microscopie électronique en transmission et par diffraction des rayons X. En particulier, la formation et l'évolution des bulles d'hélium ont été étudiées. Tous ces précédents travaux ont fait l'objet de nombreuses collaborations internationales (B.Svensson : Oslo, A.Von Veen : Delft, A.Shiryaev : post-doctorat au LMP, ...). Le sujet de DEA qui m'a été proposé était également centré sur l'étude de la formation des défauts produits par irradiation d'ions hélium à forte fluence mais à des énergies incidentes de l'ordre du keV et pour des températures de la cible allant jusqu'à 600°C.

Au cours de mon stage de DEA, la diffraction des rayons X et la microscopie électronique en transmission ont été utilisées de façon complémentaire pour étudier l'endommagement provoqué par l'implantation d'Hélium dans le carbure de silicium. Dans un premier temps, l'analyse des courbes de diffraction des rayons X nous a permis de montrer que la déformation élastique est directionnelle (perpendiculaire à la surface irradiée c'est-à-dire dans la direction d'implantation) et de déterminer les valeurs extrêmes de la déformation de la partie cristalline endommagée. Dans un deuxième temps, nous avons simulé ces courbes à l'aide d'un code de calcul développé par une équipe Américaine (S. Stepanov : [http://sergey.gmca.aps.anl.gov/gid\\_sl.html](http://sergey.gmca.aps.anl.gov/gid_sl.html)) pour affiner les résultats. Un profil de déformation, tout le long du parcours des ions, a ainsi été obtenu.

Les hypothèses émises à partir des résultats de diffraction des rayons X ont été confirmées par microscopie électronique en transmission. La contribution de la déformation élastique au gonflement a ensuite pu être calculée par intégration du profil de déformation construit par la simulation.

Les caractéristiques des déformations observées par ces deux méthodes, dans les échantillons de 4H-SiC implantés par un faisceau d'ions Hélium d'énergie 50 keV, sont en bon accord avec les précédents travaux réalisés au laboratoire concernant l'implantation d'hélium à 1,6 MeV. L'ordre de grandeur de l'énergie-seuil d'amorphisation du carbure de silicium, donné dans la littérature, a ainsi été ré-estimé à  $45 \times 10^{21}$  keV/cm<sup>3</sup>. La contribution de l'amorphisation au gonflement a également été évaluée autour de 20 %. Celle-ci correspond aux valeurs couramment citées dans la littérature et comprises entre 15 et 20 %.

#### Références :

- [1] L. L. Snead et al. J. of Nuclear Materials 307-311 (2002) 1141
- [2] E. Oliviero et al. Materials science and Engineering B102 (2003) 289-292

## Optimisation instrumentale d'un test de Nanoindentation sur film polyéthylène basse densité

MICHEL FAJFROWSKI <sup>A)</sup>,

<sup>a)</sup> MTS Systèmes, 58 rue A Perret 94000 Créteil France

### Résumé

La mesure pertinente de matériaux mous en nanoindentation est sujette à l'optimisation de nombreux paramètres. Nous nous proposons de décrire l'historique d'un tel test en s'intéressant aux différents facteurs susceptibles de créer des erreurs de mesure et en tentant de les hiérarchiser par ordre d'importance.

Figurent en effet parmi les sources d'erreur ou de mauvaise interprétation : la détection de surface, la température, le calcul de l'aire de contact, la rugosité de l'échantillon, le parallélisme de la surface avec le plan de référence de l'instrument, la fréquence d'excitation, le mode d'asservissement notamment, sans que cette liste ne soit exhaustive.

Au travers de l'exemple de la mesure d'un film polyéthylène basse densité, nous visualiserons ces influences et essaierons de les corrélérer avec une cartographie spatiale des propriétés mécaniques de ce matériau.

---

## Nanoindentation et microrayage en environnement contrôlé

PHILIPPE KEMPE

CSM Instruments  
rue de la Gare 4, CH-2034 Peseux, Suisse  
e-mail [philippe.kempe@esm-instruments.com](mailto:philippe.kempe@esm-instruments.com), Ph +41 32 557 56 00

### Résumé

L'intérêt de la technique de nanoindentation est de réaliser des mesures dans le domaine nanométrique, et la précision des mesures de profondeur et de force est par conséquent déterminante pour cette technique. La tête de mesure de nanoindentation a été largement utilisée pour mesurer les propriétés mécaniques des matériaux dans les conditions ambiantes mais son utilisation a été plus rare dans les environnements contrôlés en vide, humidité et température. Les limitations de cette technique sont notamment liées aux effets de la dérive thermique de l'instrumentation.

La conception de la tête de nanoindentation utilisée est décrite et les avantages de cette conception pour des tests en environnement contrôlé sont expliqués. Le test de nanoindentation repose sur le déplacement d'un indenteur à une vitesse de charge précisément contrôlée. Le déplacement de l'indenteur est mesuré en permanence par rapport à une surface de référence. L'idée de mesurer le déplacement de l'indenteur par rapport à une surface référencée permet d'éliminer l'effet nuisible de l'expansion thermique du bâti.

Deux têtes de mesures de nanoindentation et de microrayage ont été construites et installées dans une enceinte permettant d'atteindre un vide poussé. Les caractéristiques de cet équipement sont décrites. La dureté et le module élastique des matériaux peuvent être mesurés à différentes pressions contrôlées. Ce système peut opérer sous différentes pressions, le vide pouvant aller jusqu'à  $10^{-7}$  mbars.

Une tête de mesure de nanoindentation a été également installée dans un Microscope Electronique à Balayage (MEB) pour offrir la possibilité de combiner des mesures d'indentation avec des images de microscopie électronique. L'installation et le fonctionnement de cet équipement sont expliqués. Des séries de mesures ont été réalisées dans du ciment avec des degrés d'humidité variables. Les résultats de séries d'indentations sont alors comparés. L'interprétation des mesures d'indentation sur des matériaux assez poreux est discutée.



## Indentation strain, reduced modulus and the determination of the elastic modulus of thin coatings using nanoindentation

M. MUNAWAR CHAUDHRI<sup>A)</sup>

<sup>a)</sup> Cavendish Laboratory, University of Cambridge, Madingley Road, Cambridge CB3 0HE, UK.

### Abstract

During the past 25 years there has been a very rapid increase in the use of nanoindentation techniques for determining the mechanical properties of a wide variety of solids and thin coatings and for investigating localised pressure- and plastic-strain-induced phenomena, such as crystallization and structural phase transitions. To give some idea of the intensity of activity in this field, over 8000 papers have been published in the open literature during the above period.

In most indentation studies, knowledge of the magnitude and distribution of plastic strain around an indentation is very valuable in understanding the response of the test solid. In fact, spherical and pointed indenters have been extensively used for determining the stress versus strain properties of bulk solids and thin coatings. In this work detailed information about the magnitude and distribution of plastic strain has been gained by first sectioning through spherical indentations made in annealed blocks of polycrystalline copper so as to produce median plane sections. These sections were mechanically polished using only 1  $\mu\text{m}$  diamond paste in order to minimise any mechanical damage to the surface. Then, using a relatively small indenter load of 500 mN, a Vickers hardness survey was made of the sectioned surfaces. By comparing the hardness values thus determined with the hardness values of blocks of the copper, which had been compressed to different plastic natural strains, the strain distribution around the indentations was determined. It is shown that, contrary to the previously established view, the maximum plastic natural strain occurs along the load axis, next to the bottom of the indentation. Moreover, the magnitude of the maximum plastic strain is found to be more than twice the previously accepted 'representative strain' value. Nanohardness mapping of the curved indentation surface of spherical indentations of relatively small  $a/R$  values of 0.011 and 0.024, where  $a$  and  $R$  are the radii of indentation and indenter, respectively, has also been carried out. This work has shown that plasticity emerges on to the curved indentation surface at a significantly smaller  $a/R$  value than that previously predicted theoretically.

By using spherical indenters of radii 7 to 500  $\mu\text{m}$ , it has also been shown that the mean indentation pressure is not only a function of  $a/R$ , but it also depends upon  $R$ .

Similar indentation hardness surveys have also been carried out of the median plane sections through relatively large Vickers indentations in annealed blocks of the copper. Again it is shown that the maximum plastic natural strain occurs along the load axis, close to the indentation tip, where the plastic strain value goes up to 0.36. The latter is more than four times higher than the traditionally accepted representative strain value of 0.08.

All the above information has been used to discuss and to propose a concept of the 'representative strain' values around spherical and Vickers indentations.

Another concept that has been extensively used in nanoindentation studies is that of the 'reduced modulus', which is a combination of the elastic moduli of the indenter and the test solid. In the case of a spherical indenter, the use of the reduced modulus is correct, but for pointed pyramidal and conical indenters, the use of the reduced modulus is neither supported theoretically nor experimentally.

Finally, an analytical method of data analysis is presented, which is used, in combination with nanoindentation experimental data, to determine the elastic modulus of a soft coating deposited on a hard substrate of a known elastic modulus and Poisson's ratio.



**SF2M**  
Section Ouest

*P P F*  
Surfaces-Interfaces

## Etude de la morphologie des empreintes résiduelles de nano-rayures réalisées sur différentes surfaces métalliques

HERVE PELLETIER <sup>A)</sup>, CHARLES-HENRI DAUNOIS <sup>A)</sup>, JEAN CHARLES ARNAULT <sup>B)</sup>

<sup>a)</sup> LISS, Institut National des Sciences Appliquées de Strasbourg, 24, Boulevard de la Victoire, 67000 STRASBOURG

<sup>b)</sup> Laboratoire de Surfaces et Interfaces de Matériaux Avancés, DSM-DRECAM-SPCI, Bâtiment 462, F-91191 GIF sur YVETTE, FRANCE

### Résumé :

Tout comme l'indentation, un des problèmes majeurs associés au test de nano-rayure réside dans la détermination de la profondeur de contact, et plus généralement dans la détermination de l'aire de contact entre l'indenteur et la surface du matériau, en prenant en compte la géométrie de la pointe utilisée et du retour élastique à l'arrière de l'indenteur durant la rayure. Les travaux de Jardret *et al.* [1] montrent expérimentalement sur divers matériaux que le facteur de forme,  $c^2$ , correspondant au rapport de la profondeur de contact,  $h_c$ , et la profondeur totale de pénétration,  $h_t$ , est fonction du rapport  $H/E$  variant de 4 (élastomère) à 100 (aluminium), avec  $H$  la dureté du matériau et  $E$  son module élastique dans le cas d'un indenteur Berkovich supposé parfait. Plus récemment, Bucaille [2] a montré à l'aide la simulation numérique que le facteur de forme  $c^2$  est directement relié au facteur rhéologique  $X$ , fonction de la géométrie de l'indenteur (angle d'attaque) et la déformation élastique admissible par le matériau. Les simulations numériques effectuées par Bucaille supposent un contact sans frottement entre un indenteur conique d'angle d'ouverture  $70,2^\circ$  et la surface d'un matériau possédant un comportement élastique parfaitement plastique. Les résultats obtenus en simulation numérique sont en accord avec ceux obtenus expérimentalement par Jardret *et al.* pour un facteur rhéologique  $X \leq 100$ . Cependant, ils ne sont valables que dans le cas d'un indenteur Berkovich ou conique équivalent, pour lesquels l'influence du coefficient de frottement est négligeable.

Dans un premier temps, pour tester les approches précédentes [1, 2], nous avons effectué dans différentes surfaces métalliques (Cu, Fe, Ni, Zn) des rayures à charges variables comprises entre 0.25 mN et 15 mN. Les tests sont réalisés à vitesse constante  $V = 10\mu\text{m/s}$  avec une pointe Berkovich montée arête en avant. Des observations AFM (Fig. 1) permettent d'observer la morphologie des sillons résiduels des rayures. Les images AFM montrent comme le prévoit le modèle de Bucaille, que la hauteur des bourrelets est largement plus importante en rayure qu'en indentation.

Dans un second temps, nous avons réalisé dans cette étude des simulations numériques par la méthode des éléments finis du test de rayure à vitesse constante ( $V = 8\mu\text{m/s}$ ). L'indenteur est modélisé par une sphère de rayon  $R$ . Nous avons effectué des simulations pour deux valeurs  $a/R = 0,3$  et  $a/R = 0,6$  (avec  $a$ , rayon de contact entre l'indenteur sphérique et la surface) pour les différents matériaux testés expérimentalement. Nous avons utilisé les lois de comportement identifiées en indentation normale en supposant un écrouissage linéaire [3]. Nous avons suivi l'évolution de la hauteur du bourrelet latéral,  $h_b$ , en fonction du rapport  $a/R$  et du coefficient de frottement vrai compris entre 0 et 1 (Fig. 2). Par ailleurs, l'évolution du rapport  $h_b/h_{bf}$  avec  $h_{bf}$  hauteur du bourrelet frontal, est également étudié. Les résultats obtenus sont comparés aux tests expérimentaux effectués avec un indenteur Berkovich et au modèle de Bucaille, correspondant à un rapport  $a/R = 0,36$ . Enfin, pour chaque simulation, nous comparons les facteurs de forme déterminés en phase d'indentation et en phase de rayure.

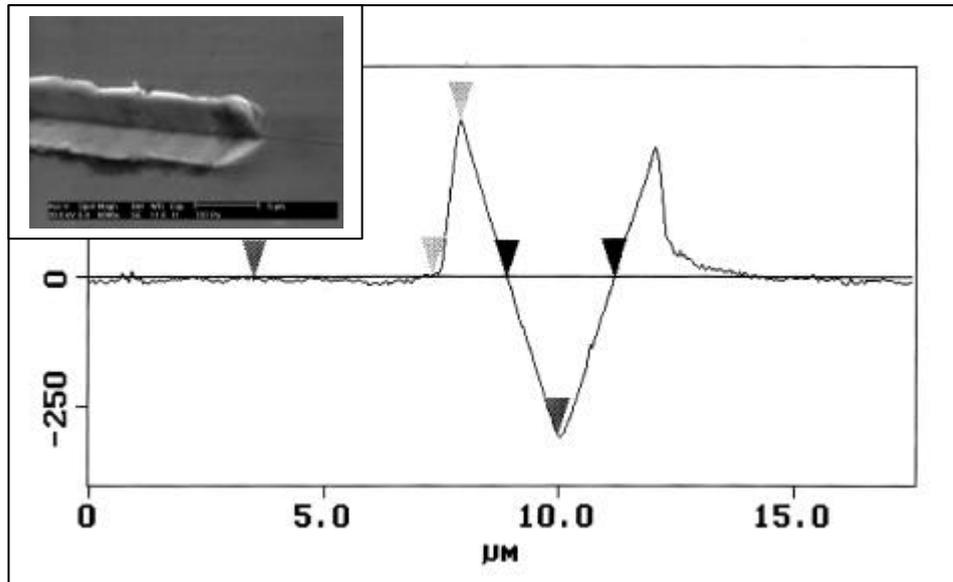


Fig. 1 : Observation AFM et SEM d'une rayure réalisée dans du fer.

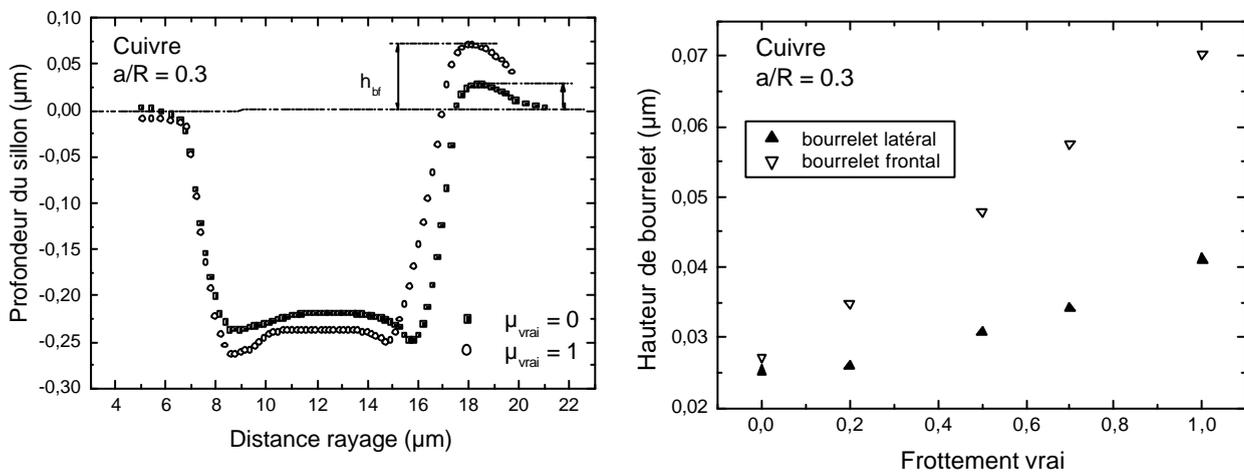


Fig. 2 : Evolution de morphologie du sillon en fonction du coefficient de frottement vrai  $m$

**Références :**

- [1] V. Jardret, H. Zahouani, J.L. Loubet, T.G. Mathia, Wear, 218 (1998) p.8
- [2] J.L. Bucaille, Thèse en science et génie des Matériaux, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris (CEMEF), 2001.
- [3] H. Pelletier, J. Krier, P. Mille, A. Cornet, Thin Solid Films, 379 (2000) p. 147.

## La méthode des deux pentes en nanoindentation

M. TROYON ET L. HUANG

Laboratoire de Microscopies et d'Etude de Nanostructures, EA 3799, Université de Reims, 21, rue clément Ader, 51685 Reims Cedex 2, France. E-mail : michel.troyon@univ-reims.fr

### I Introduction

Une nouvelle technique d'analyse des courbes de charge-décharge en nanoindentation a été formulée par Oliver [1] permettant de déterminer la dureté, le module élastique et l'aire de contact. Cette technique que nous dénommerons ci-dessous la méthode des deux pentes repose sur le calcul des pentes des courbes de charge et de décharge à charge maximale, qui représentent respectivement la rigidité du contact lors de la charge et la décharge. La méthode des deux pentes est basée sur la même série d'équations et hypothèses utilisées dans l'analyse d'Oliver et Pharr (O&P) [2]. Son intérêt majeur est qu'il n'est pas nécessaire d'évaluer la fonction d'aire de l'indenteur qui est une tâche fastidieuse et souvent source d'erreurs. L'utilisation des formules données par Oliver sur un échantillon de silice fondue avec une pointe Berkovich dont l'extrémité était légèrement émoussée (rayon  $R \sim 350$  nm) conduisait à une surévaluation du module élastique et de la dureté par rapport aux valeurs obtenues par la méthode O&P, de 25% et 70%, respectivement. Cette constatation nous a conduit à une reformulation des équations que nous allons exposer ci-dessous.

### II Théorie

Le premier problème, dans la formulation d'Oliver ci-dessus, vient de la présence du facteur de correction appelé  $\mathbf{a}$  dans l'Eq. ci-dessous, qu'il considère comme étant égal à 1.034 [3] pour tenir compte que l'indenteur n'est pas axi-symétrique.

$$S_u = \mathbf{a} \frac{2}{\sqrt{p}} E_r \sqrt{A_c} \quad (1)$$

La valeur de  $\mathbf{a}$  n'est pas une valeur fixe qui serait uniquement reliée au type d'indenteur. Nous avons montré que  $\mathbf{a}$  dépend de la taille du rayon de la pointe et également du matériau à indenter [4]. Dans la méthode O&P, l'aire de contact est dérivée de l'Eq. (1), dans laquelle  $\mathbf{a}$  est omis et la dureté est donc  $H = P_{\max} / A_c = P_{\max} / (\sqrt{p} S_u / 2E_r)^2$ . En réalité, la dureté calculée par la méthode O&P n'est pas  $H = P / A_c$  mais  $H = P / \mathbf{a}^2 A_c$ . La fonction d'aire déterminée par la méthode O&P inclut en réalité le facteur de correction  $\mathbf{a}$ . Ceci est un point très important qui a des conséquences sur les équations décrivant la méthode des deux pentes. Le point de départ de la démonstration est d'écrire la profondeur de pénétration comme  $h = h_c + \mathbf{e}P / S_u$ . Avec  $A_c = Ch_c^2$  ( $C=24.56$  pour une pointe Berkovich), il vient:

$$h_c = \sqrt{\frac{P}{C\mathbf{a}^2 H}} \quad \text{et} \quad \frac{\mathbf{e} P}{S_u} = \frac{\mathbf{e} \sqrt{pPH}}{2E_r} \quad (2)$$

En substituant les Eqs. (2) dans l'expression de  $h$ , après quelques réarrangements, la relation entre la charge et la profondeur de pénétration devient :

$$P = E_r \left( \frac{1}{\sqrt{C\mathbf{a}^2}} \sqrt{\frac{E_r}{H}} + \frac{\mathbf{e} \sqrt{p}}{2} \sqrt{\frac{H}{E_r}} \right)^{-2} h^2. \quad (3)$$

En dérivant l'Eq. (3) par rapport au déplacement, on obtient la pente de la courbe de charge  $S_l$ , puis après quelques calculs nous obtenons le module élastique réduit et la dureté :

$$E_r = \sqrt{\frac{p}{C}} \frac{1}{2P\mathbf{a}} \left( \frac{S_u^2 S_l}{2S_u - \mathbf{e} S_l} \right) \quad \text{et} \quad H = \frac{1}{C\mathbf{a}^2} \frac{1}{P} \left( \frac{S_u S_l}{2S_u - \mathbf{e} S_l} \right)^2 \quad (4)$$

Il est important de remarquer que les différences entre les équations obtenues ci-dessus et celles d'Oliver viennent essentiellement du fait que dans la méthode O&P telle qu'elle est utilisée habituellement la fonction d'aire contient implicitement le facteur de correction  $a$  car celui-ci est omis dans la relation (1).

### III Expérimentation et résultats

Les mesures de nanoindentation ont été effectuées avec un nanoindenteur (Triboscope Hysitron Inc.) couplé à un microscope à force atomique (Nanoscope II, Digital Instruments). La validité des équations corrigées que nous avons formulées ci-dessus a été vérifiée sur de la silice fondue avec une pointe Berkovich. Tous les détails de procédure pour déterminer la compliance de l'appareil, la vitesse de chargement et la correction de la dérive sont donnés en Réf. [4]. Les pentes des courbes de charge et décharge ont été déterminées à une charge maximale  $P_{max}=10$  mN par ajustement de la courbe de décharge avec la loi de puissance habituellement utilisée  $P = B(h-h_f)^m$  et la courbe de décharge avec la loi de puissance  $P=K(h+x)^2$  puisque la relation entre  $P$  et  $h$  est une loi variant en puissance de 2. Le coefficient  $a$  que nous avons déterminé pour une charge de 10 mN en modélisant la pointe par un cône tronqué par une sphère est  $a=1.26$  [4]. Il est également possible de déterminer  $a$  à partir de l'expression de  $E_r$  donné par l'Eq. 4 si  $E_r$  est connu. Avec  $E_r=69.6$ ,  $a=1.31$  ce qui est en bon accord avec la valeur trouvée précédemment. Le tableau ci-dessous donne les valeurs calculées par les équations d'Oliver et par les nôtres, comparées à celles obtenues par la méthode O&P.

		$E_r$ (GPa)	H (GPa)
méthode O&P		69.6	8.2
Equations d'Oliver		88.1	14
Nos équations (4)	$\alpha=1.26$	72.3	8.8
	$\alpha=1.31$	69.6	8.1

On peut constater que la méthode des deux pentes avec notre formulation donne des résultats en excellent accord avec la méthode O&P, ce qui n'est pas le cas avec les équations formulées par Oliver.

### Références :

- [1] W.C. Oliver, Alternative technique for analyzing instrumented indentation data, J. Mater. Res., 16 (2001) 3202.
- [2] W.C. Oliver, and G.M. Pharr, An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments, J. Mater. Res., 7 (1992) 564.
- [3] R.B. King, Elastic analysis of some punch problems for a layered medium. Int. J. Solids Structures, 23 (1987) 1657.
- [4] M.Troyon, and L. Huang, Correction factor for contact area in nanoindentation measurements, sous presse J. Mater. Res., 20 (2005).

# Transformation de phase dans un film de germanium amorphe induite par nano-indentation

G. PATRIARCHE<sup>A)</sup>, E. LE BOURHIS<sup>B)</sup>, M.M.O. KHAYYAT<sup>C)</sup> ET M.M. CHAUDHRI<sup>C)</sup>

<sup>a)</sup> *Laboratoire de Photonique et de Nanostructures, CNRS UPR 20, Route de Nozay, 91460 Marcoussis*

<sup>b)</sup> *Adresse Laboratoire de Métallurgie Physique, Université de Poitiers, UMR 6630, SP2MI, Téléport 2, Boulevard Marie et Pierre Curie, BP 30179, 86962 Futuroscope-Chasseneuil Cedex*

<sup>c)</sup> *Cavendish Laboratory, Department of Physics, University of Cambridge, Madingley Road, Cambridge CB3 0HE, Royaume-Unis*

## I Introduction

On sait depuis une quinzaine d'années que le silicium cristallin (Si-I) subit une transformation de phase lorsqu'il est soumis à une déformation localisée par indentation. En fait, une première phase métallique (Si-II) apparaît en cours de chargement qui va se transformer en une phase amorphe (a-Si) après le retrait de l'indenteur. Beaucoup de travaux ont déjà été réalisés sur les transformations de phase induites par indentation dans le silicium, alors qu'il existe très peu d'études concernant les autres semiconducteurs. Dans un premier temps, nous avons étudié le comportement sous chargement localisé par nanoindentation d'un film de germanium amorphe, d'épaisseur variable, déposé sur un substrat de GaAs(001). Nous avons utilisé un indenteur de type Berkovich avec des charges variant entre 0.2mN et 50 mN.

## II Expériences et discussion

Toutes les sites d'indentation ont été observées en microscopie électronique en transmission après retrait sélectif du substrat de GaAs [1]. Il apparaît que seules les indentations réalisées sous fortes charges montrent une transformation de phase. Ainsi les zones indentées avec des charges inférieures à 5 mN restent totalement amorphes, alors que les indentations réalisées avec des charges de 10mN et 50mN montrent la présence de cristallites (Fig 1). Pour les charges de 10 mN on observe uniquement l'apparition de cristallites de structure cubique (Ge-I). Lorsque l'on atteint 50mN, on voit apparaître en plus de la phase cubique, une phase quadratique (Ge-III) normalement stable uniquement à haute pression (environ 12 GPa). L'apparition de cette seconde phase (métastable) est d'autant plus surprenante que l'on atteint jamais cette pression effective sous la pointe même au maximum de la charge, en effet la dureté du film de germanium amorphe est très proche de celle du substrat GaAs : environ 8 GPa. La présence de cette phase Ge-III réside certainement dans l'existence d'une forte contrainte de cisaillement sous l'indenteur. Notons que des transformations sous pointe ont déjà été mises en évidence dans des alliages métalliques vitreux cependant les mécanismes dans ces alliages (localisation des bandes de cisaillement) diffèrent notablement de ceux proposés dans le cas du Germanium amorphe [2].

## Références

- [1] G. Patriarche, E. Le Bourhis, M.M.O. Khayyat and M.M. Chaudhri, J. Appl. Phys. 96 (2004) 1464
- [2] J.-J. Kim, Y. Choi, S. Suresh and A. S. Argon, Science 295 (2002) 654

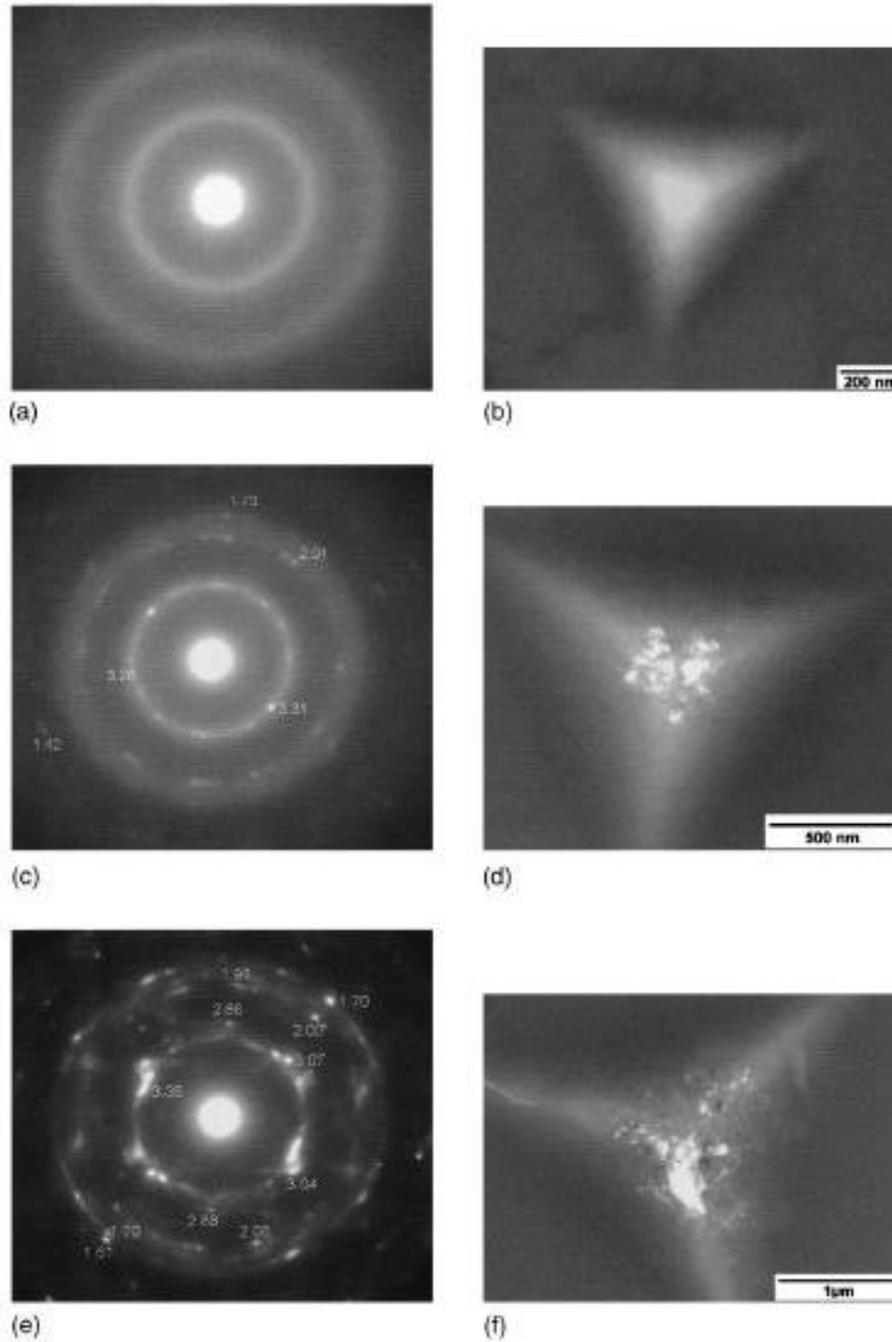


Fig. 1 : Clichés de diffraction électronique en aire sélectionnée (a, c, e) et images en champ clair (b) ou champ sombre (d, f) d'indentations réalisées dans un film de germanium amorphe de  $0.3\mu\text{m}$  d'épaisseur déposé sur substrat GaAs. Les indentations obtenues avec une charge de  $5\text{mN}$  (a, b) ne montrent aucune présence de phase cristallisée, le matériau reste parfaitement amorphe. Lorsque la charge atteint  $10\text{mN}$  (c, d) on observe l'apparition de cristallites appartenant à la phase cubique Ge-I. Pour une charge de  $50\text{mN}$  on identifie la présence de deux phases du germanium: Ge-I et Ge-III (phase quadratique appelée également ST-12).

## Surfaces et interfaces ; Indentation, rayage et abrasion

### Caractérisation mécanique de matériaux élastoplastiques - Utilisation d'indenteurs de forme axi-symétrique

S. MALHERBE, S. BENA YOUN

*LPMI, EMSM – ENSAM - 2 bd du Ronceray - 49035 ANGERS*

Ces travaux ont pour objet la détermination de relations entre les propriétés mécaniques d'un matériau et ses propriétés mesurées par indentation ; notamment sa dureté, que l'on identifiera à sa pression moyenne de contact sous l'indenteur. Ce problème a déjà été étudié par H. Hertz dans le cas d'un contact entre matériaux au comportement élastique et linéaire, et par D. Tabor dans le cas de matériaux rigides parfaitement plastiques. On cherche à généraliser ces résultats à des matériaux aux comportements plus complexes.

Le problème de l'indentation par un cône rigide (ou par un indenteur assimilable à un cône) d'un matériau élastoplastique écrouissable est étudié par simulation numérique par la méthode des éléments finis. Les résultats de ces simulations numériques sont comparés avec les valeurs calculées par la théorie du contact élastique. Il est ainsi mis en évidence qu'il est possible d'adapter la solution élastique pour tenir compte de la plasticité et de l'écrouissage du matériau en introduisant une déformation représentative et en déterminant la contrainte correspondant à cette déformation. On définit ainsi un indice de plasticité qui permet à lui seul d'adapter la solution élastique reliant la pression moyenne de contact sous l'indenteur aux paramètres de la loi de comportement du matériau. Cette relation reste valable pour un contact élastique. Elle est également compatible avec les observations de D. Tabor concernant les matériaux au comportement rigide parfaitement plastique.

Une fois la pression moyenne de contact déterminée, l'enfoncement résiduel dans le matériau est calculé, ainsi que les travaux des forces appliquées à l'indenteur. Ces énergies peuvent être déduites directement des courbes force-déplacement, de l'essai d'indentation tandis que la pression moyenne de contact nécessite la prise en considération d'un modèle tenant compte de l'affaissement ou de la formation de bourrelets qui apparaissent sous l'indenteur dans le matériau.

Afin de déterminer l'ensemble de la loi de comportement du matériau, dans une démarche de solution à des « problèmes inverses », les résultats présentés sont étendus à l'indentation au moyen d'indenteurs axisymétriques (notamment sphérique, ce qui permet d'envisager de balayer un large domaine de déformations représentatives lors du même essai). La prise en considération du défaut de pointe (extrémité émoussée des indenteurs pyramidaux) fait aussi l'objet d'une attention particulière.



**SF2M**  
Section Ouest

*P P F*  
Surfaces-Interfaces

## Sur l'analyse des résultats de nanoindentation

J. WOIRGARD

LMP - UMR 6630 - Université de Poitiers SP2 MI 2 boulevard Marie et Pierre Curie BP 30179  
86962 FUTUROSCOPE CHASSENEUIL Cedex



**SF2M**  
Section Ouest

*P P F*  
Surfaces-Interfaces

## **Quelques avancées sur les mesures des propriétés mécaniques par nanoindentation sur les polymères**

J.L. LOUBET

*LTDS UMR 5513 CNRS Ecole Centrale de Lyon 36 avenue Guy de Collongue 69134 Ecully Cedex*



**SF2M**  
Section Ouest

*P P F*  
Surfaces-Interfaces

# Nanoindentation sur un substrat revêtu : nouvelle approche de l'estimation du rayon de contact

A. PERRIOT<sup>A)</sup>, E. BARTHEL<sup>A)</sup>

<sup>A)</sup> Laboratoire Surface du Verre et Interfaces, UMR 125 CNRS/Saint-Gobain, 39 Quai Lucien Lefranc, 93303 Aubervilliers cedex

## I Introduction

La méthode de Oliver et Pharr [1] est basée sur des équations établies pour des matériaux homogènes. Appliquer cette méthode à un substrat revêtu d'un film d'épaisseur  $t$  revient à substituer un système équivalent homogène au système réel. Si de nombreux modèles décrivent l'évolution, au cours de l'indentation, du module élastique de ce système équivalent en fonction des observables expérimentales ( $S$  la raideur du contact,  $P$  la charge appliquée et  $d$  la pénétration), il est généralement implicitement postulé que le rayon  $a$  du contact évolue de la même façon pour un système revêtu et un système massif. Or ce postulat est une approximation de validité décroissante avec un désaccord de modules croissant entre film et substrat [2], causant ainsi une erreur systématique parfois conséquente sur l'évaluation de  $a$ . Nous proposons ici une relation permettant d'améliorer l'évaluation de  $a$  pour un contact élastique conique sur un substrat revêtu d'une couche complaisante. Des travaux sont en cours pour l'adapter à des systèmes élastoplastiques.

## II Le problème d'évaluation du rayon de contact

La figure 1 présente les résultats obtenus pour la pénétration  $d$  lors de la simulation d'un contact conique (ou sphérique) sur un système revêtu d'une couche complaisante. La pénétration  $d$  calculée pour une géométrie d'indenteur et un rapport  $a/t$  fixé, est normalisée par la pénétration équivalente  $d_{hom}$ , obtenue pour le même rapport  $a/t$  et avec la même géométrie mais pour un matériau homogène. Lorsque le rapport  $d/d_{hom}$  est proche de 1, le contact est similaire à celui d'un matériau homogène ; lorsqu'il s'éloigne de 1, un comportement distinct propre au système revêtu est observé.

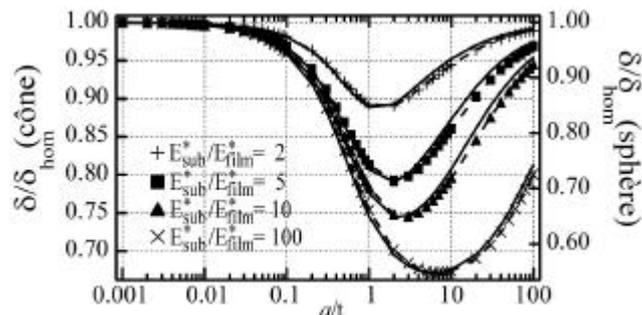


Fig. 1 : Pénétration normalisée dans un système avec revêtement complaisant, pour un contact conique (traits pleins) ou sphérique (pointillés).

Nos résultats montrent que le rayon de contact est sous-évalué par les formules établies pour un contact homogène dès que couche et substrat contribuent à la réponse. Faible pour des systèmes peu inhomogènes, l'erreur commise sur le rayon de contact croît avec le désaccord de modules. Or, il est crucial de limiter l'erreur sur l'évaluation du rayon de contact car celle-ci induit à la fois une erreur directe de même ordre sur la valeur du module équivalent mais aussi une erreur indirecte supplémentaire liée à l'utilisation du rapport  $a/t$  comme paramètre dans les lois de mélange reliant le module équivalent au module du film. L'erreur provenant d'une assimilation abusive du système réel et du système équivalent homogène, une généralisation de la méthode de Oliver et Pharr passe par une évaluation directe du rayon de contact, sans intermédiaire équivalent homogène (SIEH).

## III Evaluation directe du rayon de contact

Dans le cas de films très complaisants par rapport à leur substrat, on peut considérer le substrat revêtu comme un système de raideurs en série. Si on pose  $S_{sub}$  (resp.  $S_{film}$ ) la raideur et  $d_{sub}$  (resp.  $d_{film}$ ) la contribution du substrat (resp. du film) à la pénétration globale  $d$  la contribution relative du film à la déformation du système soumis à une force  $P$  est donnée par :

$$\frac{d_{film}}{d_{film} + d_{sub}} = \frac{d_{film}}{d} = \frac{1}{S_{film}} \frac{P}{d} \quad (1)$$

Dans le cas où  $S_{film} \ll S_{sub}$ ,  $S \approx S_{film}$ , avec  $S$  la raideur équivalente du système film/substrat. Cette approximation est valide dans le cas de films très complaisants devant leur substrat, pour des valeurs de  $a/t$  petites. Le rapport  $d_{film}/d$  constituant une évaluation de la non-homogénéité de la contribution des deux sous-systèmes à la déformation globale du système, il s'apparente la pénétration adimensionnée  $D = d/d_{hom}$ . Dans l'optique d'une extension de la méthode de Oliver et Pharr aux systèmes revêtus, nous recherchons alors une dépendance de  $D$  vis-a-vis du rapport  $P/Sd$  telle que  $D=1$  pour un contact élastique homogène, soit :

$$\frac{d}{d_{hom}} = \frac{P/Sd}{\left(\frac{P}{Sd}\right)_{hom}} \quad (2)$$

Cette dernière équation se réécrit dans le cas d'un cône:

$$d_{hom}(a) = \frac{p}{2 \tan w} \frac{a}{2P} = \frac{Sd^2}{2P} \quad (3)$$

Cette expression met en évidence l'intérêt de cette approche :  $a$  est exprimé en fonction du demi-angle au sommet  $w$  de l'indenteur et des seules observables expérimentales. Il est notamment indépendant de l'épaisseur  $t$  ainsi que des propriétés élastiques du film et du substrat. Bien qu'a priori valable seulement pour des films très complaisants par rapport au substrat, il apparaît que la relation (2) reste une bonne approximation de l'évolution calculée de la pénétration réduite même pour de faibles contrastes de modules (Voir figure 2). De plus, dans le cas de films plus complaisants que le substrat, l'équation (3) permet une meilleure évaluation du rayon de contact que la méthode de Oliver et Pharr.

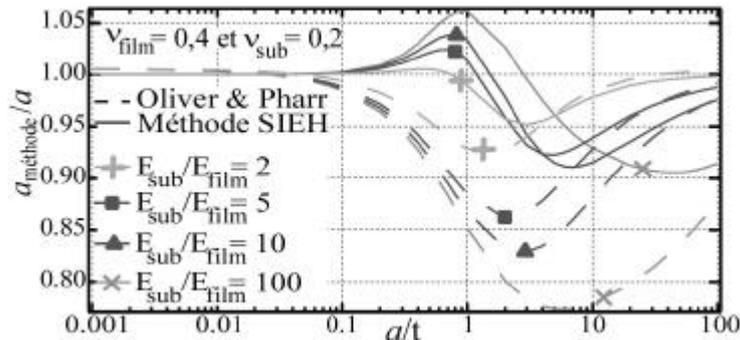


Fig. 2 : Evolution du rayon de contact évalué par la méthode d'Oliver et Pharr et la méthode SIEH rapportée au rayon de contact réel. Les pointillés figurent la méthode d'Oliver et Pharr. Les traits pleins représentent la méthode SIEH. Chaque couleur est associée à un contraste particulier des modules réduits. La méthode SIEH évalue globalement mieux le rayon de contact que la méthode de Oliver et Pharr

#### Références :

- [1] W.C. Oliver et G.M. Pharr, An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments, J.Mater.Res.7(6) (1992) 1564-83
- [2] A. Perriot et E. Barthel, Elastic contact to a coated half-space: Effective elastic modulus and real penetration, J.Mater.Res. 19(2) (2004) 600-8

## Simulation numérique tridimensionnelle par éléments finis de l'essai de rayure.

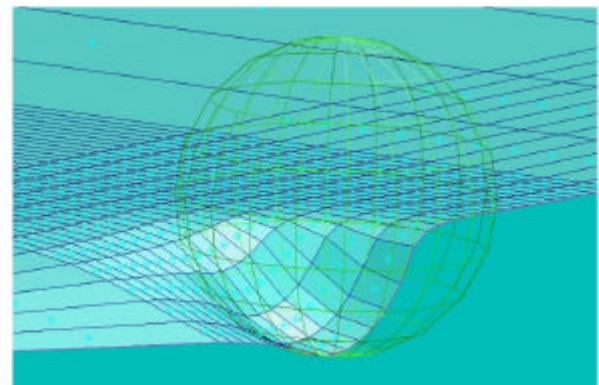
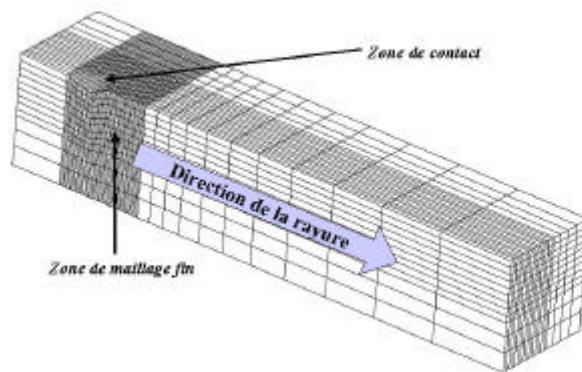
KERMOUCHE G., LOUBET J-L., BERGHEAU J-M.

LTDS UMR5513 CNRS/ECL/ENISE  
58 rue Jean Parot 42023 SAINT-ETIENNE  
guillaume.kermouche@enise.fr

### I Résumé

La caractérisation mécanique des surfaces constitue aujourd'hui un enjeu majeur pour le développement de certains secteurs industriels. Ainsi, par exemple, l'industrie optique et l'industrie automobile sont, pour des raisons évidentes, très demandeurs de films anti-rayure. La caractérisation mécanique des surfaces nécessite une connaissance approfondie des essais d'indentation et de rayure. En effet ceux-ci permettent d'identifier très localement et de façon non destructive, les propriétés mécaniques de surfaces liées aux comportements mécaniques (élasticité, viscoplasticité) et aux comportements d'interfaces (frottement, adhérence et usure). De nombreux travaux reposant sur une approche expérimentale, ont vu le jour pendant ces 30 dernières années [1]. Ceux-ci ont permis de mieux comprendre comment réagissait un matériau métallique à la rayure suivant la forme et la pénétration des indenteurs. Toutefois, le nombre de paramètres mis en jeu (conditions expérimentales, ...), rend difficile et onéreux la compréhension de ces essais. Ceci, particulièrement lorsque ces matériaux sont des films de surface (polymères, films de frottement) où il faut prendre en en considération, les phénomènes de densification, d'adhérence et ceux liés aux comportements viscoélastique et viscoplastique de ces matériaux.

La méthode des éléments-finis permet de palier à ces problèmes [2]. En effet elle permet de prendre en compte seulement certains paramètres et ainsi d'affiner la compréhension de ces essais. A terme, elle pourrait même être un outil de prédiction pour le comportement à la rayure de tel ou tel matériau. La simulation numérique de la rayure est complexe car il est nécessaire de prendre en compte les grands déplacements, grandes rotations et grandes déformations. Un des obstacles majeurs à l'utilisation de l'outil numérique vient du fait qu'il est nécessaire de prendre en compte les grandes distorsions des éléments (non convergence des calculs) et le temps CPU considérable pour la réalisation d'une seule rayure. Une méthode de remaillage, dédiée spécialement à la simulation de l'essai de rayure, a été développée et implantée dans le logiciel Systus/Sysweld [3]. Cette méthode repose sur la gestion de zone de maillage à fortes ou faibles concentrations d'éléments (voir figure 2-gauche). Les zones de maillage sont mobiles et s'adaptent automatiquement à la position et à la pénétration de l'indenteur.



Fi

g. 1 :A gauche : zones de maillage,

A droite :simulation numérique de la rayure sphérique

Dans une seconde partie, une application concernant la rayure de matériaux suivant des lois de comportement de type viscoélastique ou élastique-viscoplastique (représentatif du comportement de certains polymères) est ensuite présentée. On étudie alors l'effet de la vitesse de rayure sur certaines grandeurs caractéristiques comme le coefficient de frottement apparent, la profondeur résiduelle après rayure et la forme des bourrelets (voir figure 2). Le frottement interfacial entre l'indenteur et le massif n'est pas pris en compte. Le coefficient de frottement calculé dépend alors seulement de la déformation du massif sous sollicitation de rayure. Concernant les conditions de chargement, la pénétration et la vitesse de rayure sont constantes. Les indenteurs considérés dans cette étude sont des sphères.

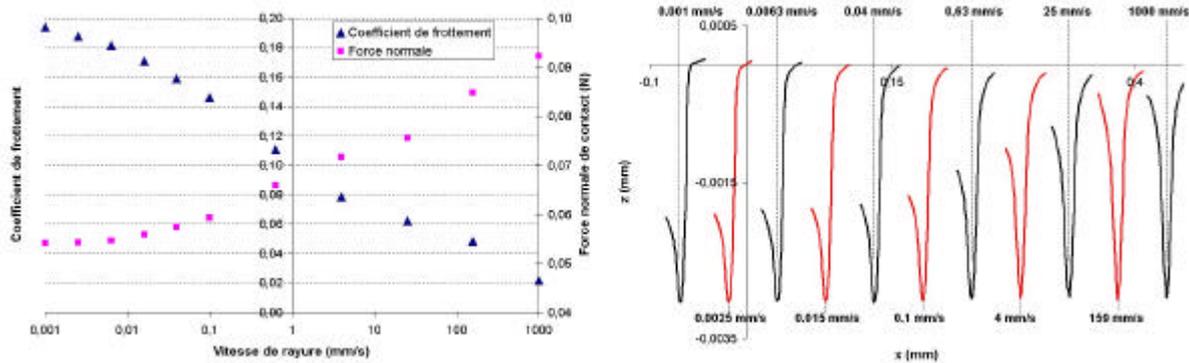


Fig. 2 : Rayure d'un solide élastique-viscoplastique, A gauche - Effort de contact et coefficient de frottement en fonction de la vitesse de rayure, A droite - Profil longitudinal pour différentes vitesses de rayure

Dans une dernière partie, une adaptation des algorithmes précédents pour simuler la rayure de milieux bicouches est présenté (voir figure 3). Finalement, on conclue sur l'apport de la méthode par éléments finis pour modéliser l'essai de rayure et sur l'extension de ce travail à la modélisation de la décohésion d'une couche mince sous sollicitation de rayure par utilisation de modèles d'interface spécifiques.

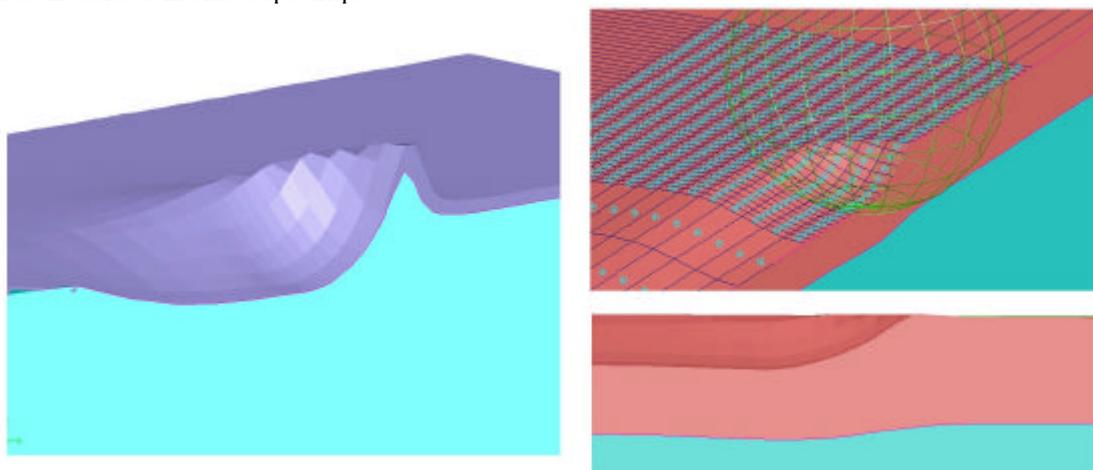


Fig. 3 : Rayure d'un solide composé de deux couches élastoplastiques pour deux profondeurs de pénétration, A gauche : 500% de l'épaisseur de la couche, A droite : 50% de l'épaisseur de la couche

#### Références :

- [1] Georges J.M. - Frottement, Usure et Lubrification, Eyrolles, 2000, 424p, ISBN 2-212-05823-3
- [2] Bucaille J.L., Felder E., Hochstetter G. – Mechanical analysis of the scratch test on elastic perfectly plastic material with the three dimensional finite element modelling, Wear, vol 249,2001, p. 422-432.
- [3] Systus/Sysweld, Manuel d'utilisation, ESI-Group, 2004

## Amélioration des surfaces de verre indentés et érodés par dépôt sol-gel

SAID BOUZID

*L.O.A, Département d'optique et de mécanique, Université Ferhat Abbas, Sétif, 19000, Algérie  
Said\_bouزيد@yahoo.fr*

Mots clés : Méthode sol-gel, Sablage, Transmission, Résistance mécanique, Simulation

### RESUME

Lorsque il s'agit d'un produit en verre, le plus intéressant est de caractériser son état de surface afin d'améliorer sa résistance aux agents extérieurs, à l'abrasion et à la rayure. La fragilité du verre est essentiellement liée à l'existence de défauts de surface de type fissure, qui jouent le rôle néfaste de concentrateur de contrainte.

La méthode de revêtement sol-gel consiste à renforcer le verre par une cicatrisation des défauts de surface, pouvant assurer de surcroît un rôle protecteur (lubrifiant). Ils s'expliquent essentiellement par une diminution de la sévérité des défauts, c'est à dire par diminution de leur profondeur et augmentation de leur rayon de courbure en fond de fissure. La théorie d'Inglis, qui définit la concentration de contrainte en fond du fissure, en fonction de ces deux caractéristiques géométriques, rend bien compte de ce mécanisme. Ceci est expliqué par la présence du défaut le plus critique dans l'éprouvette en verre sous l'effet de la contrainte appliquée. Dans ce cas, le revêtement doit assurer un renforcement mécanique par guérison des fissures de surface.

Notre travail consiste à déposer le gel de silice sur des substrats en verre bruts, érodés par sablage et indentés. La transmission optique et l'indice de réfraction ont été mesurés pour solutions du gel élaborés. Enfin, pour vérifier la relation d'Inglis sur la concentration de contrainte au niveau du défaut, les résultats de calcul par FEM ont été présentés, pour les différentes formes des défauts appliqués.

Mots clés : Sol-gel, verre, sablage, indentation, transmission, résistance mécanique, simulation



**SF2M**  
Section Ouest

*P P F*  
Surfaces-Interfaces

## Propriétés mécaniques des multicouches élaborées par pulvérisation cathodique RF

P. AUBERT, S. LABDI, O. MACIEJAK, L. MAILLE, M.BEN DAIA

*Laboratoire d'études des Milieux Nanométriques, Université d'Evry Val d'Essonne, bâtiment Maupertuis, bd F. Mitterrand, 91025 Evry cedex,*

Les matériaux élaborés sous forme de multicouches avec des périodes nanométriques présentent des propriétés particulières. L'empilement périodique d'un matériau tenace (métal) et fragile (céramique) en est un bon exemple puisque l'on observe dans ces systèmes un renforcement des propriétés mécaniques et tribologiques. Ce phénomène est essentiellement dominé par les interfaces avec des densités de l'ordre de  $10^6 \text{mm}^2/\text{mm}^3$ .

Dans le cadre de cette problématique, nous présentons l'étude des propriétés mécaniques d'empilements symétriques et asymétriques de multicouches (métal/nitride ou oxyde métallique) réalisés par pulvérisation cathodique radiofréquence. Les multicouches d'épaisseur totale égale à 300 nm avec des périodes variant entre 20 et 2.5 nm sont élaborés à partir d'une cible métallique à température ambiante. L'introduction d'azote ou d'oxygène permet la nitruration/oxydation du métal.

La structure cristalline des multicouches est caractérisée par diffraction des rayons X tandis que la réflectométrie X est utilisée afin de déterminer la nature des interfaces (chimique et étendue spatiale). Les propriétés mécaniques sont mesurées par nanoindentation à l'aide d'un diamant de type Berkovitch.

Nous discuterons les mécanismes de durcissement et leur prédominance dans le renforcement mécanique. On montrera que la présence d'une structure multicouche ainsi que la nature cristalline des phases en présence ont un impact direct sur le durcissement.

Enfin dans certains cas le durcissement sera expliqué à partir des modèles basés sur le phénomène d'empilement des dislocations.



**SF2M**  
Section Ouest

*P P F*  
Surfaces-Interfaces

# DETERMINATION DES RESISTANCES DE CONTACT ELECTRIQUES: APPLICATION AU SOUDAGE PAR POINTS DE TOLES D'ACIER NUES

PATRICK CARRE<sup>1</sup>, PHILIPPE ROGEON<sup>1</sup>, E.FEULVARCH<sup>2,3</sup>, DENIS CARRON<sup>1</sup>, JEAN COSTA<sup>1</sup>, GAUTIER SIBILIA<sup>4,5</sup>

<sup>1</sup>Laboratoire d'Études Thermiques Énergétiques et Environnement, Université de Bretagne Sud, Rue de Saint-Maudé, BP 92116, 56321 Lorient Cedex, [patrick.carre@univ-ubs.fr](mailto:patrick.carre@univ-ubs.fr), [philippe.rogeon@univ-ubs.fr](mailto:philippe.rogeon@univ-ubs.fr)

<sup>2</sup>Laboratoire de Tribologie et Dynamique des Systèmes, UMR 5513, CNRS/ECL/ENISE, 58 rue Jean Parot 42100 St Etienne.

<sup>3</sup>ESI Group, Le Discover, 84 Bd Vivier Merle, 69485 Lyon Cedex 03

<sup>4</sup>PSA Peugeot Citroën, Section Assemblage Poissy, DPTA/DMOV/STRP/FER/SRM, 45, rue Jean-Pierre Timbaud, 78037 Poissy Cedex,

<sup>5</sup>Laboratoire Génie des Matériaux, Ecole Polytechnique de l'Université de Nantes, La Chantellerie, Rue Christian Pauc, BP 50609, 44306 Nantes Cedex 3,

## Introduction

Le soudage par résistance par points est un procédé courant dans l'industrie automobile en raison de sa capacité à assembler des tôles minces. L'adaptation de cette technique à de nouveaux matériaux, en particulier à haute limite élastique, nécessite une meilleure compréhension des phénomènes physiques mis en œuvre lors de ce procédé. Le travail réalisé au LET2E dans le cadre de la thèse de G. Sibilias [1], a notamment mis en évidence la complexité du couplage des différents phénomènes électrocinétiques, thermiques, métallurgiques et mécaniques dans la modélisation d'un tel procédé [1,2] et le rôle essentiel des conditions de contact aux interfaces électrode-tôle et tôle-tôle.

Le travail présenté ici se rapporte à la détermination expérimentale des résistances électriques de contact existant lors du soudage de tôles nues et à leur influence sur le développement du point de soudure.

## I Dispositif expérimental et méthode de mesure des résistances électriques de contact (R<sub>ce</sub>)

La mesure des résistances électriques de contact compte deux approches possibles : la mesure in-situ telle que développée par Thiéblemont [3] ou la mesure ex-situ (Vogler et Sheppard [4], Babu et al. [5]). C'est une méthode de cette seconde famille que nous avons retenue. On effectue des mesures sur *n* contacts, obtenus grâce à un empilement d'échantillons, qui permettent d'amplifier le signal.

Les empilements sont constitués de *n* échantillons en acier pour l'étude du contact tôle-tôle ou de *n* couples d'échantillons cuivre allié/acier pour l'étude du contact électrode-tôle. Ces empilements sont placés dans une presse entre deux poinçons par l'intermédiaire desquels est exercée une pression et est amené le courant de mesure. Avec des échantillons carrés de 7mm\*7mm le dispositif permet d'atteindre une pression de 80 MPa. Aux bornes de chaque empilement deux échantillons instrumentés servent à la mesure de la différence de potentiel (figure 1).

Les poinçons sont équipés de colliers chauffants permettant d'atteindre des températures de 500°C au niveau des empilements. Le principe de la mesure est de déterminer successivement les résistances d'empilements composés d'un nombre *n* variable d'échantillons en fonction de la température. Ce choix est motivé par la nécessité de réaliser les mesures sur un matériau industriel présentant un état de surface non maîtrisé. La multiplication du nombre d'interfaces dans l'empilement permettra d'accéder à des valeurs moyennes pour les résistances de contact électriques R<sub>ce</sub>.

Concernant l'étude des contacts électrode-tôle et tôle-tôle, les résistances d'empilements R<sub>n</sub>(T) s'expriment respectivement par :

$$R_n(T) = n \cdot (2 \cdot R_{ce}(E/T) + R_{tôle} + R_{cuivre}) + R_o$$

et

$$R_n(T) = n \cdot (R_{ce}(T/T) + R_{tôle}) + R_o$$

où R<sub>o</sub> comprend d'éventuelles résistances parasites. R<sub>ce</sub> est donc calculée à partir de la pente de la droite R<sub>n</sub>(T) = f(n)

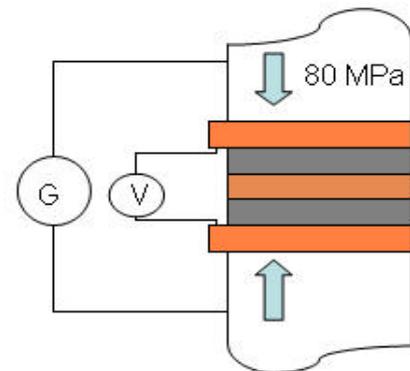


Fig. 1 Principe de mesure

## Résultats expérimentaux

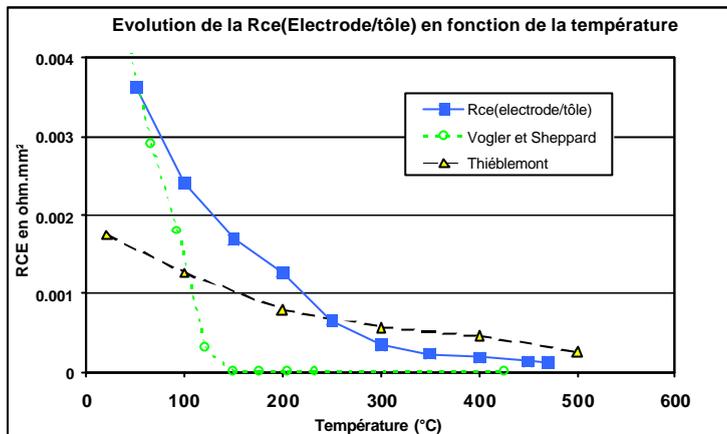


Fig. 2 Résistance de contact électrique électrode/tôle: comparaison avec la littérature

Les résultats obtenus par cette méthode sont présentés figure 3. Nous observons une dispersion importante des mesures à basse température puis au fur et à mesure que la température augmente la dispersion diminue pour être quasiment nulle à partir de 300°C.

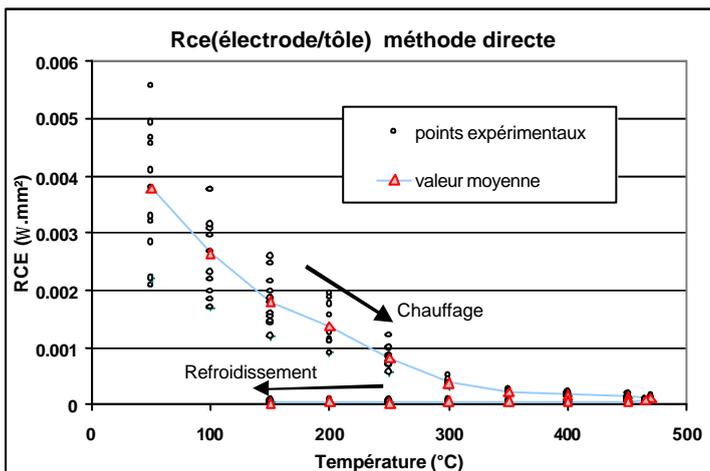


Fig. 3 Résistance électrique de contact électrode/tôle: dispersion des valeurs expérimentales

Nous présentons sur la figure 2 les résultats obtenus pour le contact électrode-tôle à l'aide du dispositif et de la méthode décrits précédemment. Nous comparons nos résultats à ceux disponibles dans la littérature.

Nos résultats sont intermédiaires entre ceux obtenus par Thiéblemont [3] et Vogler et Sheppard [4]. Nous observons une chute importante et continue de la Rce électrode-tôle en fonction de la température.

Cependant si la méthode de détermination utilisée permet de définir une valeur moyenne elle ne met pas en évidence la dispersion des mesures. Les résistances parasites dans  $R_o$  étant négligeables, il est aussi possible de calculer directement Rce à partir de chaque mesure de résistance d'empilement.

À froid le taux de contact est faible, les différences d'états de surface dues à l'origine industrielle des tôles créent une dispersion des mesures de Rce. Quand la température augmente, l'accroissement du taux de contact se traduit par une chute de la Rce et une uniformisation des valeurs mesurées.

Ces jeux de données sont mis en œuvre dans des simulations numériques à l'aide du modèle développé par E. Feulvarch [6] sur le logiciel SYSWELD®. On étudie l'influence des conditions interfaciales sur les tailles des noyaux et sur les cinétiques thermiques dans les électrodes et dans les tôles. Les résultats des simulations numériques sont enfin confrontés à l'expérience.

## Références :

- [1] G. Sibilis "Modélisation du soudage par point - Influence des conditions interfaciales sur le procédé", Thèse de Doctorat, Polytech'Nantes, novembre 2003.
- [2] G. Sibilis, P. Rogeon, P. Paillard, G. Saindrean *et al.* "Experimental validation of an electro-thermometallurgical predictive model in resistance spot welding.", *Journal de Physique IV- France*, 120 (2004) 689-696.
- [3] Eric Thiéblemont : "Modélisation du soudage par résistance par points", Thèse INPL, 1992.
- [4] M. Vogler, S. Sheppard : "Electrical contact resistance under high loads and elevated temperatures.", *Welding research Supplement*, vol. 72 (1993) 231-238.
- [5] S.S. Babu, M.L. Santella, Z. Feng, B.W. Riemer, J.W. Cohron, "Empirical model of effects of pressure and temperature on Electrical Contact Resistance of metals", *Science and Technology of Welding and Joining*, Vol. 6 (2001), n°3, 126-132.
- [6] E. Feulvarch, V. Robin, J.M. Bergheau, "Resistance spot welding simulation: a general finite element formulation of electrothermal contact conditions.", *Journal of Materials Processing Technology*, 153-154 (2004) 436-441.

## Défaut de pointe et indentation auto similaire : effets induits et exploitations possibles

L. CHARLEUX<sup>A),B)</sup>, M. FIVEL<sup>A)</sup>, M. VERDIER<sup>B)</sup>

<sup>a)</sup>Génie Physique et Mécanique des Matériaux, CNRS UMR 5010 ENSPG - BP 46 Domaine Universitaire - 101 rue de la Physique 38402 Saint Martin d'Hères - FRANCE

<sup>b)</sup>Laboratoire de Thermodynamique et Physico-Chimie Métallurgique, CNRS UMR 5614 Domaine Universitaire 1130 rue de la Piscine F-38402 Saint Martin d'Hères - France Téléphone : 04 76 82 67 73 – Télécopie : 04 76 82 66 44  
E-mail : ludovic.charleux@ltpcm.inpg.fr

**Mots clés :** indentation auto similaire, défaut de pointe, analyse inverse, éléments finis.

### Introduction

Ce travail est focalisé sur l'essai d'indentation conique où un indenteur de forme conique<sup>1</sup> est pressé sur une éprouvette de surface plane supposée de grand volume devant l'échelle des essais. Un tel indenteur est dit auto similaire car sa forme est identique à elle-même par homothétie. Du point de vue de la mécanique des milieux continus cette particularité géométrique a des conséquences multiples. L'essai induit notamment des champs de contraintes et de déformations de magnitudes invariantes se propageant homothétiquement dans l'éprouvette avec la pénétration de l'indenteur dans celle-ci. Un indenteur réel présente des imperfections géométriques qui influencent surtout l'essai aux profondeurs proches de l'échelle des défauts. Les grandeurs mesurées présentent alors un régime transitoire convergent vers le régime conique. Cette transition est étudiée pour satisfaire deux objectifs:

- Eliminer les perturbations induites sur l'essai par les défauts.
- Exploiter le régime transitoire pour obtenir plus d'informations sur le comportement du matériau indenté et sur la géométrie de l'indenteur.

### Méthodologie adoptée

Deux descriptions géométriques de pointes sont exploitées au travers de modèles analytiques et numériques (méthodes éléments finis). Une large gamme de comportements élastoplastiques est étudiée. L'évolution de la charge appliquée sur l'indenteur (notée  $P$ ) et de la raideur du contact (notée  $S$ ) sont suivies au cours de l'essai. Bien que liées par des relations simples dans le cas d'un matériau élastique,  $P$  et  $S$  ont des évolutions indépendantes avec l'introduction de la plasticité. La raideur est modélisée analytiquement par les solutions de Hertz[1] et Love[2] couplées et élargies à la plasticité la théorie de Sneddon[3]<sup>2</sup>. Les travaux expérimentaux de Oliver et Pharr[4] permettent d'ajuster finement les relations de Sneddon[3] à la géométrie de l'indenteur. Dans le domaine élastoplastique, la charge est difficile à modéliser analytiquement, le recours à une étude numérique paramétrique nous est nécessaire.

### Résultats

Deux applications sont en cours de validation expérimentale. Elles visent à utiliser la raideur pour imager la forme de l'indenteur sur un matériau de référence et à exploiter la vitesse de convergence de la charge entre un deux matériaux, l'un servant de référence. La hauteur de contact associée au régime conique est ainsi estimée même en présence de pile up ce que les méthodes type Oliver&Pharr[4] ne peuvent prendre en compte.

---

<sup>1</sup> On parle ici de cônes au sens générale et non uniquement des cônes de révolution. Leur caractère auto similaire est à l'origine des propriétés utilisées dans cette étude.

<sup>2</sup> Sa théorie est basée sur les solutions analytiques associées à divers indenteurs. Elle relie proportionnellement au module élastique et au rayon de contact équivalent et permet ainsi la prise en compte d'un bourrelet plastique. Oliver et Pharr ont montré que sont application peut être étendue aux matériaux élastoplastiques.

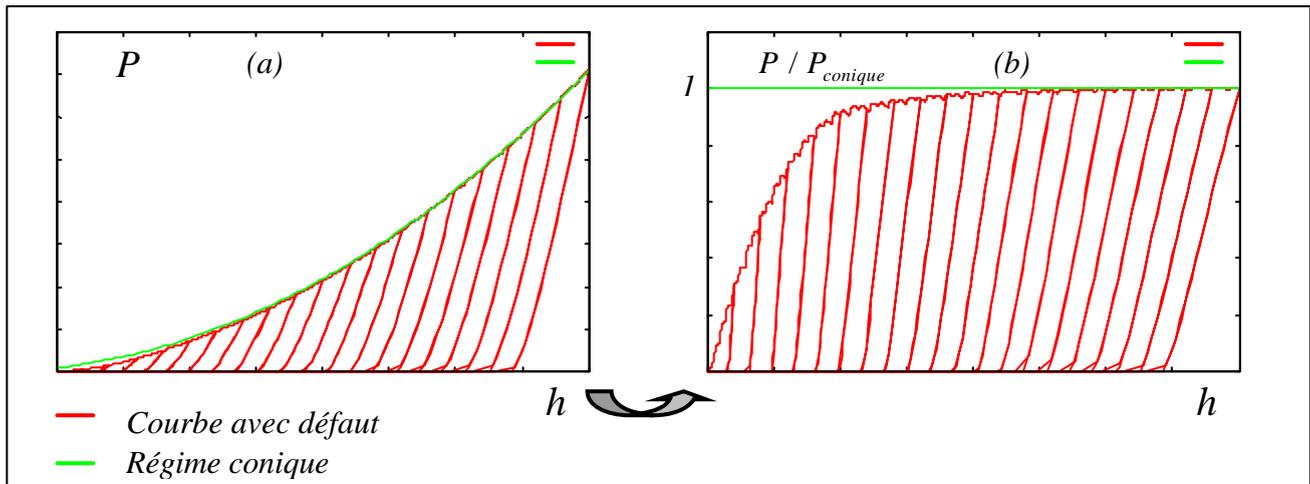


Figure 1 - Exploitation de la convergence de la charge : La figure (a) représente la convergence de la charge (en rouge) dans le cas d'un indenteur équivalent Berkovich obtenu par simulation par éléments finis sur un matériau élastoplastique. Le régime conique est représenté en vert (évolution parabolique) et permet d'obtenir la figure (b) où le rapport de la charge par la charge associée au régime conique met en évidence la convergence. La longueur de convergence est mesurée en intégrant l'aire entre les courbes vertes et rouges sur la figure (b). La comparaison des longueurs de convergence du matériau de référence et du matériau testé permet de remonter au rapport de leurs aires de contact.

## REFERENCES

- [1] Hertz, H.(1896). Miscellaneous Papers by H. Hertz, Eds. Jones & Shott, London:Macmillan.
- [2] Love, A.E.H. (1939). Boussinesq's problem for a rigid cone. Quaterly journal of Mathematics (Oxford series), 10,161,[114].
- [3] Johnson, K.L.(1985). Contact mechanics. Cambridge University Press.
- [4] Oliver, W.C. (2004) Measurement of hardness and elastic modulus by instrumented indentation: Advances in understanding and refinements to methodology. J. Mater. Res. Vol. 19 No1.

## Propriétés mécaniques de films de silice mésoporeux par nanoindentation : effet du traitement thermique

N.CHEMIN<sup>A)</sup>, M.KLOTZ<sup>A)</sup>, A.AYRAL<sup>B)</sup>, E. BARTHEL<sup>A)</sup>

<sup>a)</sup> Laboratoire CNRS/Saint-Gobain "Surface du Verre et Interfaces" UMR 125, 39, quai Lucien Lefranc, BP 135, F-93303 Aubervilliers Cedex, France

<sup>b)</sup> Institut Européen des Membranes, UMR 5635, CNRS-ENSCM-UMII, CC047, Université Montpellier II, F-34095 Montpellier Cedex 5, France

La réponse mécanique de films minces (400 à 800nm) de silice mésoporeuse obtenue par effet d'empreinte a été étudiée par nanoindentation et spectroscopie IR. L'étude porte sur deux séries de films, structurées par deux tensioactifs de natures différentes (un copolymère tribloc et un tensioactif cationique) subissant différents traitements thermiques. Les propriétés mécaniques des films ont été mesurées par nanoindentation. A forte pénétration, des discontinuités dans les courbes d'indentation induites par la délamination du film sont corrélées à la capacité du film à se densifier. Par ailleurs, à partir des mesures à faibles pénétration, nous nous sommes intéressés à la relation entre l'évolution du module élastique des films et l'évolution de la fréquence de vibration du mode longitudinal optique (LO) des liaisons Si-O-Si, indicatrice de changements structuraux du réseau de silice. L'augmentation de la température de recuit conduit à une amélioration du module élastique des films et s'accompagne parallèlement d'un déplacement de la position du pic LO vers les hautes fréquences. La nature du tensioactif induit des comportements distincts tant au niveau de la réponse mécanique que du déplacement de la fréquence de vibration. Les films structurés par le copolymère présentent de larges variations de module (2 à 18 GPa) et de fréquence de vibration (1200 à 1242cm<sup>-1</sup>). Au contraire, on constate que les variations de module (10 à 16 GPa) et de fréquence de vibrations (1216 à 1241cm<sup>-1</sup>) sont plus resserrées pour les films structurés par le tensioactif cationique. Ces observations nous amènent à penser que la position du pic LO peut être un bon indicateur des propriétés mécaniques des films de silice mésoporeuse.



## Etude des propriétés mécaniques de films minces de carbone amorphe

D. FAURIE<sup>A)</sup>, E. LE BOURHIS<sup>A)</sup>, S. CHARVET<sup>B)</sup>, P. GOUDEAU<sup>A)</sup>, M. LEJEUNE<sup>C)</sup>, P. GERGAUD<sup>D)</sup>

<sup>a)</sup>LMP-UMR CNRS 6630, Université de Poitiers, Bvd Marie et Pierre Curie, 86962 Futuroscope Chasseneuil, France

<sup>b)</sup>LPMC, Université de Picardie Jules Verne, 33 rue Saint-Leu, 80039 Amiens Cedex 1

<sup>c)</sup>IHCP, Joint Research Centre, European Commission, TP 263, Via Fermi 21020 Ispra, Italy

<sup>d)</sup>Laboratoire TECSSEN - UMR CNRS 6122, Case 262, Faculté des Sciences et Techniques de St Jérôme, 13397 Marseille cedex 20, France

### I Introduction

Les propriétés mécaniques aux échelles nanométriques gouvernent les applications industrielles [1]. En effet, elles déterminent la durabilité des couches et des revêtements fonctionnels. Les enjeux sont donc considérables. Les propriétés mécaniques et tribologiques des films minces de carbone amorphe demeurent très intéressantes en vue d'applications technologiques en tant que couches protectrices. Il est bien connu que ces propriétés, telle que la dureté, peuvent être corrélées avec la microstructure du film (contribution des liaisons de type  $sp^2$  et  $sp^3$ ) et ainsi reliées à la contrainte résiduelle. Une contrainte résiduelle excessive dans le film mince peut mener à des problèmes drastiques d'un point de vue industriel. En particulier, une contrainte résiduelle de compression peut induire une décohésion entre le film et le substrat et ainsi mener à un phénomène de cloquage à partir d'une épaisseur critique du film. C'est notamment le cas pour des films préparés par pulvérisation pour lesquels l'épaisseur est un facteur limitant pour des futures applications. L'origine d'une contrainte résiduelle de compression lors de dépôts effectués par pulvérisation est principalement intrinsèque et ainsi due aux hautes énergies mises en jeu ( $\sim 10$  eV). Néanmoins, les impuretés (hydrogène, oxygène...) peuvent fortement affecter l'état de contrainte des films de carbone amorphe, et la compréhension de la genèse des contraintes résiduelles devient délicate.

### II Expériences

Lors de notre étude, des films minces de carbone amorphe de 320 nm d'épaisseur ont été déposés par pulvérisation magnétron sur des substrats de silicium de 500 et 200  $\mu\text{m}$  d'épaisseur. Leurs microstructures et leurs propriétés mécaniques (dureté, module d'indentation, et contrainte résiduelle globale) ont été investiguées par spectroscopie Raman et infrarouge, par la méthode de la courbure de l'échantillon, et par des essais de nanoindentation. En particulier, l'évolution de la contrainte globale dans le film a été analysée in-situ durant différents recuits, pendant que l'évolution de la réponse élasto-plastique induite par implantation d'hydrogène a été étudiée par nanoindentation [2].

### III Discussion

L'évolution de la contrainte résiduelle avec la température de recuit est fortement dépendante des impuretés présentes dans le film après dépôt. Dans le cas d'une contamination d'hydrogène, un phénomène de cloquage peut apparaître à partir de 600°C, comme il a été observé ex-situ par microscopie optique (Figure 1). Concernant l'implantation d'azote, nous observons une détérioration dramatique des propriétés mécaniques des films d'autant plus que la dose implantée est importante (Figure 2). Néanmoins, la détermination des propriétés mécaniques par indentation est complexe dans notre cas du fait de l'existence d'une bi-couche après bombardement ionique, constituée d'une première zone irradiée suivie d'une deuxième zone implantée. L'objet d'une prochaine étude sera donc de bien séparer la contribution des deux couches à la réponse mécanique totale et d'en suivre l'évolution.

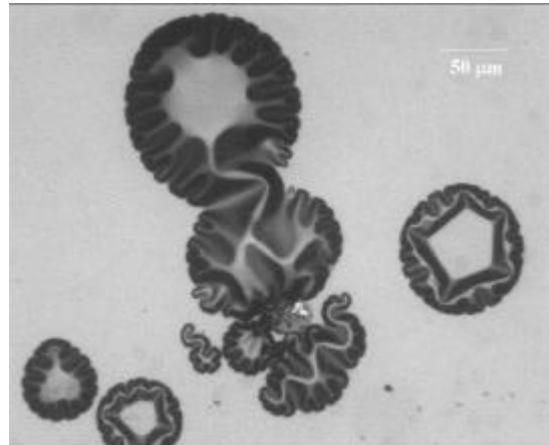


Figure 2 : Image optique d'un film cloqué après un recuit de 800°C.

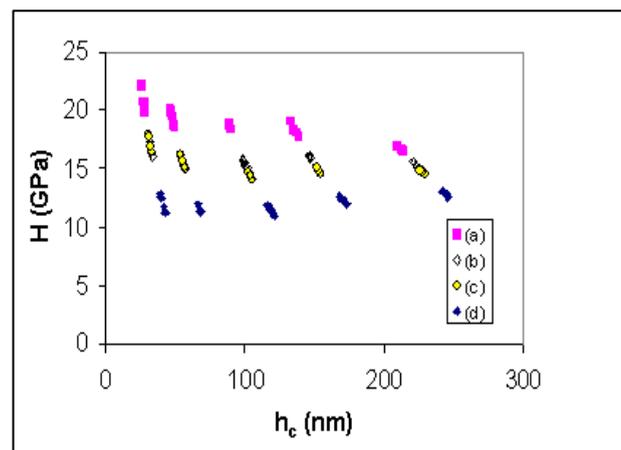


Figure 2 : Dureté  $H$  de films minces de carbone amorphe après implantation d'azote en fonction de la pénétration de contact  $h_c$ . (a) Reference, (b)  $10^{15}$ , (c)  $10^{16}$ , (d)  $5 \cdot 10^{16}$

**Références :**

- [1] P. -O. Renault, E. Le Bourhis, P. Villain, Ph. Goudeau, K. F. Badawi, D. Faurie, Appl. Phys. Letters 83, 473 (2003)
- [2] S. Charvet, E. Le Bourhis, D. Faurie, P. Goudeau, M. Lejeune and P. Gergaud, Thin Solid Film, in press (2005)

## Étude de l'endommagement d'un superalliage au cours d'un procédé de rechargement laser

FOURNIER DIT CHABERT F., LE GALL R., TANCRET F.

École Polytechnique de l'Université de Nantes, Laboratoire Génie des Matériaux et Procédés Associés, rue Christian Pauc 44306 cedex 3, Nantes

### I Introduction

Certaines pièces des turboréacteurs, telles que les aubes de turbine, sont soumises à des sollicitations mécaniques élevées à haute température, en présence d'écoulements liquides ou gazeux. Les superalliages base nickel permettent d'opérer dans ces conditions extrêmes du fait de leur excellente tenue à la corrosion ainsi que de leurs très bonnes propriétés mécaniques notamment en terme de limite d'élasticité et de résistance au fluage. Les aubes de turbine d'avion présentent une microstructure qui peut être équiaxe, à solidification dirigée ou monocristalline. À la suite de leur usure ou de leur endommagement en service, pour des raisons économiques, il est nécessaire de procéder à leur réparation par rechargement plutôt que de les remplacer. L'opération consiste à recharger la zone usée lors du fonctionnement, en apportant l'alliage sous forme de poudre fondue par un laser. Les superalliages base nickel sont réputés être très difficiles à souder de par leur tendance à la microfissuration dans la zone affectée thermiquement du métal de base [1]. Les principales causes de fissuration à chaud recensées dans la littérature sont la ségrégation interfaciale de soufre ou de bore [2] ainsi que la liquation de particules à des températures inférieures au solidus de l'alliage [3], conséquence directe de la présence de phases hors équilibre thermodynamique résultant d'une ségrégation au cours de la solidification ou de vitesses de chauffages élevées. De plus, une des volontés de SNECMA SERVICES est d'éliminer le préchauffage de la pièce (étape permettant d'éliminer la fissuration des pièces) car celle-ci est longue et coûteuse. Les rechargements sont alors systématiquement fissurés soit en cours de rechargement soit lors des traitements thermiques postérieurs. Dans la présente étude, les aspects métallurgiques de l'endommagement à chaud sont présentés, explicités et discutés.

### II Expériences

Les essais de traction à chaud ont été effectués sur des éprouvettes ayant la même composition que la poudre de rechargement. L'alliage a été fourni par SNECMA SERVICES. L'éprouvette est placée dans une enceinte étanche, sous environnement réducteur (argon-hydrogène 95% -5%), montée sur une machine de traction. Le chauffage est assuré par un four à images refroidi par circulation d'eau. Le contrôle de la température se fait par un thermocouple placé dans la tête de l'éprouvette. Deux cycles thermiques ont été retenus dont un consistant à simuler les effets du vieillissement en température lors des passes successives du procédé de rechargement.

L'analyse de surfaces de rupture est réalisée à l'aide d'un spectromètre d'électrons Auger. Afin de simuler des conditions de rupture voisines de celles impliquées lors du rechargement, les échantillons sont chauffés par effet joule puis cassés sous ultra-vide dans le spectromètre d'électrons Auger de façon à éviter la contamination de la surface par l'oxygène et le carbone.

L'observation des fissures est réalisée avec un microscope électronique à balayage Leo S440. Le canon à électrons est équipé d'un filament en LaB<sub>6</sub>.

### III Discussion

La figure 1 présente l'évolution de la ductilité de l'alliage, mesurée par le taux de striction à la rupture, en fonction de la température réduite (c.à.d. ramenée au solidus de l'alliage), et ce pour les deux cycles thermiques retenus. Tout d'abord, il est important de remarquer sur la figure 1 la présence d'un trou de ductilité centré sur  $T/T_s=0,72$  (courbe en pointillés). De plus, il semblerait que les effets de vieillissement dans l'alliage au cours du dépôt des couches supérieures entraînent un décalage du trou de ductilité vers les basses températures ainsi qu'une augmentation de la fragilité des éprouvettes (courbe pleine). En outre, l'analyse des faciès de rupture par spectrométrie d'électrons Auger (figure 2) révèle la présence systématique du soufre lorsque la rupture est interdendritique, que la rupture ait lieu à froid ou à chaud. Les observations métallographiques réalisées sur les éprouvettes de traction cassées au delà de  $T/T_s=0,91$  montrent la présence de phases liquides à des températures relativement basses. Au-delà de  $T/T_s=0,71$  les surfaces de ruptures sont totalement interdendritiques pour les deux cycles. À l'inverse en dessous de  $T/T_s=0,56$ , les faciès de rupture sont ductiles et cela même

sous l'effet du vieillissement. Entre ces deux températures, l'alliage présente des ruptures qui peuvent être à la fois ductiles et interdendritiques, comme le montre l'éprouvette de traction cassée à  $T/T_s=0,67$  avec le cycle 1 et celle cassée à  $T/T_s=0,6$  avec le cycle 2. Il est très intéressant de remarquer que le vieillissement a pour effet de favoriser l'apparition de zones purement interdendritiques sur la surface de rupture de l'éprouvette fracturée à  $T/T_s=0,6$  alors que cette dernière présentait une rupture ductile au cours du cycle n°1. De plus, les observations micrographiques faites sur des éprouvettes fracturées à froid, qui contenaient des fissures amorcées à chaud de façon interdendritique montre un changement de mode de propagation de la fissure initiale passant dans le volume. Le caractère purement interdendritique des fissures observées dans les éprouvettes rechargées peut donc nous faire penser qu'elles s'amorcent plutôt au-delà de  $800^\circ\text{C}$ .

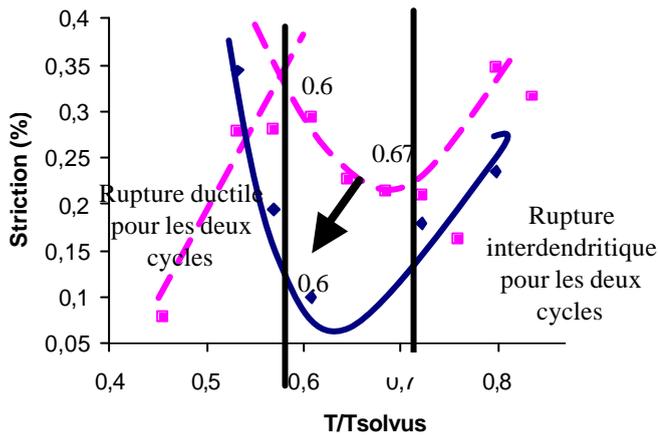


Fig 1 : Courbe de ductilité

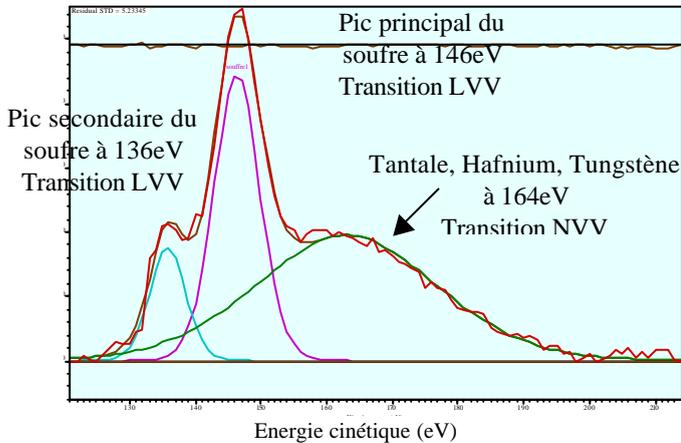


Fig 2 : Spectre Auger déconvolué

#### Références :

- [1] R. G. Thomson, J. R. Dobs, D. E. Mayo, The Effect of Heat Treatment on Microfissuring in Alloy 718, Welding Journal, November 1986, vol.65, n°11, pp. 299s-304s
- [2] L. Ben Mostefa, G. Saindrenan, M.P. Solignac, J.P. Clin, Effect of interfacial sulfur segregation on the hot ductility drop of Fe-Ni36 alloys, Acta metall. mater., Vol.39, No.12, 1991, pp. 3111-3118
- [3] O. A. Ojo, N. L. Richards, M. C. Chaturvedi, Contribution of constitutional liquation of gamma prime precipitate to weld HAZ cracking of cast Inconel 738 superalloy, Scripta Materialia, 50, 2004, pp. 641-646

## Application de l'essai de dureté à l'analyse du comportement mécanique anisotrope d'un alliage d'aluminium déformé par laminage

S. TABONE, H. FRANCILLETTE

GRCM, INSA, 20 avenue des Buttes de Coësmes, 35043 Rennes Cédex

On considère dans cette étude en cours des échantillons d'un alliage d'aluminium de la série 2000 déformés plastiquement pour différents sens de prélèvements dans une tôle de départ (sens long, travers et dans l'épaisseur). La caractérisation de la microstructure initiale des échantillons a été réalisée grâce à la microscopie optique, la microscopie électronique à balayage (MEB ; Figure 1), la microanalyse X, la diffraction des électrons rétrodiffusés (EBSD ; détermination de cartographies d'orientations) et la diffraction X (caractérisation des textures cristallographiques). Les échantillons ont systématiquement été polis mécaniquement puis attaqués chimiquement dans une solution de 64%  $H_3PO_4$ , 27%  $H_2SO_4$  et 9%  $NH_3$  afin d'effectuer les observations et les mesures expérimentales. L'anisotropie du matériau d'étude a été mise en évidence au cours du laminage à froid. Lorsque la déformation plastique croît de façon importante un endommagement progressif apparaît dans les échantillons se traduisant par une fissuration des bords des éprouvettes.

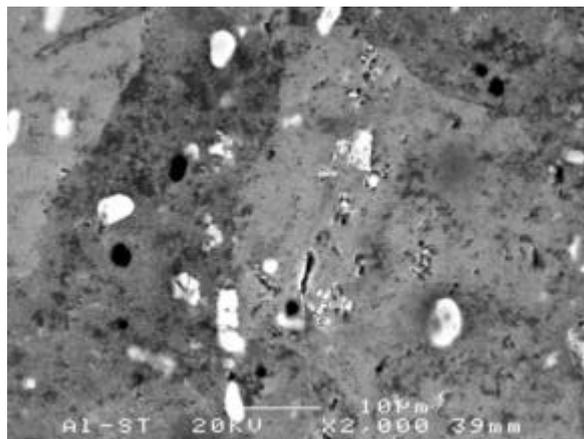


Figure 1: Micrographie (MEB) du matériau d'étude avant laminage.

Le suivi systématique de l'évolution de dureté Vickers a été effectué pour chaque échantillon d'étude sur deux faces perpendiculaires (plan de laminage et face transverse) par pas de 5% déformation. Dans certains cas les mesures de dureté ont été possibles jusqu'à des taux de déformation supérieurs à 95% (mesure logarithmique). Des différences notables apparaissent dans les mesures selon la face considérée. Des essais de traction et de compression plane sont également envisagés sur le matériau d'étude afin de compléter la caractérisation du comportement anisotrope du matériau.



**SF2M**  
Section Ouest

*P P F*  
Surfaces-Interfaces

## Dérive thermique et nanoindentation

B. GIRAULT, L. MADIER, D. FAURIE, P.O. RENAULT, E. LE BOURHIS

*Université de Poitiers, Laboratoire de Métallurgie Physique, UMR 6630 CNRS, SP2MI-Téléport 2-Bd Marie et Pierre Curie, B.P. 30179, 86962 Futuroscope-Chasseneuil Cedex, France*

### I Introduction

Avec l'émergence des nanotechnologies, l'étude des propriétés des matériaux à l'échelle nanométrique revêt une importance capitale. Une des techniques d'investigation, largement utilisée est la nanoindentation. L'étude de films minces déposés sur substrat, requiert la connaissance de la contribution du substrat. On admet souvent que celle-ci devient négligeable lorsque la profondeur d'indentation est limitée à 10% de l'épaisseur du film (typiquement de l'ordre de quelques centaines de nanomètres). La précision de mesure de la profondeur d'indentation devient donc primordiale.

Une source d'imprécision est la dérive thermique en particulier pour des machines à chargement électromagnétique. Nous rapportons une étude réalisée au cours d'un stage de T.E.R. (Travail d'Etude et de Recherche) en maîtrise. Nous avons cherché à mesurer l'influence de la dérive thermique sur les mesures à faibles charges. Les expériences menées nous ont alors permis de déterminer le temps d'attente nécessaire pour pouvoir négliger l'effet de dérive thermique sur des échantillons relativement durs.

### II Experiences

Afin de caractériser la variation de profondeur d'indentation liée à la dérive thermique, nous avons effectué un schéma de chargement, dans lequel un palier à force constante est imposé (Indenteur NHT CSEM). Notons que la variation de profondeur peut être le résultat d'un autre phénomène : le fluage. Cette considération a donc motivé le choix de matériaux peu ou pas enclin au fluage (GaAs et verre). Dans ces conditions, au cours du palier à force constante, la variation de profondeur reflète essentiellement l'effet de la dérive thermique. Néanmoins, ceci n'est vrai qu'au cours d'une déformation purement élastique. Ainsi, il est nécessaire d'effectuer une déformation élasto-plastique préalable, dont le palier de charge est supérieur à celui du palier utilisé pour les mesures. Nous avons alors déterminé l'évolution au cours du temps de la pénétration au cours de paliers de charge (supposés purement élastiques). Nous avons utilisés deux types de chargement : soit une répétition d'un schéma simple charge-palier-décharge au sein d'une matrice, soit un schéma multicycles de ce chargement. La vitesse de variation de la profondeur due à la dérive thermique est déterminée par les pentes des courbes donnant la profondeur en fonction du temps, et ce durant le palier de force. Par modélisation et intégration de celle-ci, il est ainsi possible d'obtenir, moyennant quelques hypothèses, la variation de profondeur de dérive thermique en fonction du temps. Le recalcul des mesures offre alors une variation plus réaliste de la profondeur en fonction de la force appliquée (voir figure 1) et permet une estimation des temps de relaxation de la dérive thermique lors d'indentations multicycle et standard. Ces derniers ont été estimés respectivement à 16 et 17 minutes pour des charges de 0.5-1 mN.

### Comparatif des courbes $F(h)$ avant et après correction de la dérive thermique pour un essai de nanoindentation de type multicycle

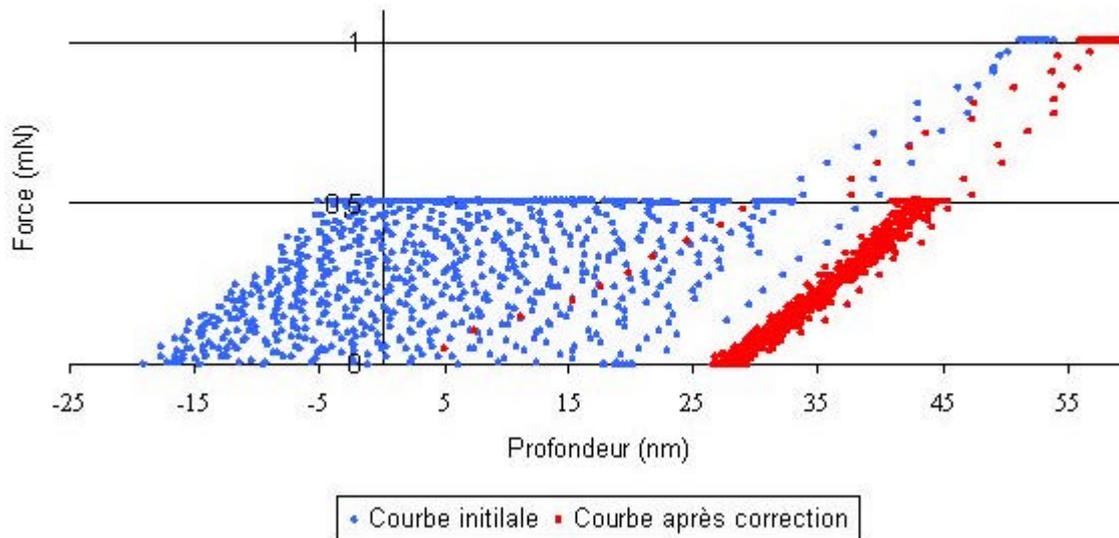


Fig. 1 :Dérive thermique et correction

### III Discussion

La modélisation de la thermalisation selon une loi exponentielle simple s'est avérée être une approximation qui n'est valable que lors des premiers instants d'une expérience. Il apparaît donc clairement que la loi revêt une forme plus complexe. Cependant, la dispersion des mesures ainsi que les incertitudes afférentes interdisent toute discussion quantitative sur la valeur asymptotique de  $(d(\delta h)/dt)(t)$ . Seul un ordre de grandeur peut être avancé: 0,01 nm/s sous une charge de 0,5 mN. Or, dans un article "Accurate measurement of tip-sample contact size during nanoindentation of viscoelastic materials", B. Tang et A.H.W. Ngan avance une dérive de 0,1 nm/s sous une charge de 300 mN ce qui semble rendre plausible l'ordre de grandeur obtenu ici sous plus faible charge.

La similitude des résultats obtenus sur les deux substrats étudiés témoigne de la cohérence des expériences réalisées d'une part, ainsi que de l'indépendance de la dérive thermique vis-à-vis du matériau étudié d'autre part. De plus, cette étude permet de déterminer l'incertitude associée aux phénomènes de dérive thermique et l'ordre de grandeur du temps à partir duquel ceux-ci peuvent être négligés.

Notons que lors d'un chargement multicycle, la référence étant maintenue sur l'ensemble des essais, la correction de dérive thermique cumulée devient importante. Afin de palier cet inconvénient, il serait nécessaire de patienter au moins 50 minutes sous faibles charges, temps au bout duquel l'erreur induite par dérive thermique pourrait être considérée comme négligeable. Cependant, une étude plus précise serait nécessaire afin de connaître la dérive en régime stationnaire.

### Références :

- [1] B.Tang, A.H.W. Ngan, J.mater. Res. 17,2604 (2002)

## Traitements de nitruration des alliages de titane pour des applications biomédicales

D.M. GORDIN, T. GLORANT, A. GUILLOU, I. THIBON, G. TEXIER, D. ANSEL

*Institut National des Sciences Appliquées de Rennes, Groupe de Recherche en Chimie-Métallurgie, GRM EA 2620, CS 14315, F-35043 Rennes Cedex, France*

### I Introduction

Durant les dernières années, les alliages de titane ont été utilisés couramment pour des applications dentaires, orthopédiques et d'ostéosynthèse grâce à l'excellente combinaison de leurs propriétés: très bonne biocompatibilité, haute résistance à la corrosion en milieu physiologique, masse spécifique réduite, module d'élasticité bas, etc... Malheureusement, les alliages de titane ont une très faible résistance à l'usure qui induit une altération prématurée, en particulier pour les prothèses et les implants qui sont soumis aux forces de frottement. La plupart des prothèses et des implants chirurgicaux ont besoin de propriétés qui diffèrent entre la surface et le cœur de l'alliage utilisé. En général, ils ont besoin d'une dureté en surface assez élevée induisant une bonne résistance à l'usure. Par contre, à cœur, il est nécessaire d'obtenir un module d'élasticité bas, le plus proche possible de celui d'os (~30GPa). Une solution consiste à réaliser des revêtements de nitrure de titane sur les alliages biocompatibles [1]. En effet, les nitrures de titane, en plus de leur excellente dureté, ont une biocompatibilité supérieure à celle des alliages de titane et une haute résistance à la corrosion en milieu physiologique. Nous présentons dans cette communication différentes techniques de traitement de surface de nitruration. Les conditions de dépôts et les morphologies structurales sont présentées. Les avantages et les inconvénients de chaque technique sont discutés.

### II Expériences

Les alliages de titane élaborés appartiennent à la classe des alliages les plus utilisés pour la réalisation des prothèses et implants chirurgicaux: Ti-6Al-4V, les alliages Ti-Ta-Mo et Ti-Mo. Trois techniques de dépôt de revêtements de nitrures de titane ont été utilisées sur ces alliages biocompatibles. Dans ce travail, des couches minces de nitrures ont été élaborées par nitruration en phase gazeuse (en four à induction moyenne fréquence), par nitruration en phase liquide assistée par laser et par évaporation réactive par arc cathodique. Différents paramètres sont étudiés afin d'optimiser les conditions expérimentales qui jouent un rôle primordial pour une bonne qualité de dépôt: le temps de nitruration/diffusion et les températures correspondantes pour la technique de nitruration en phase gazeuse, la puissance du faisceau et la vitesse de balayage pour la technique assistée par laser, la tension et le courant de l'arc pour l'évaporation réactive en arc cathodique.

Les revêtements ont été analysés par diffraction des rayons X (DRX), par microscopie optique et électronique à balayage (MEB), par diffraction des électrons rétro-diffusés (EBSD), par microscopie à force atomique (AFM). L'analyse chimique a été réalisée à la microsonde de Castaing et pour mesurer la microdureté, nous avons utilisé un micro-duromètre de type Vickers.

### III Résultats et discussion

Chaque technique utilisée donne des revêtements de nitrure de titane qui ont des caractéristiques spécifiques. Les couches déposées par évaporation assistée par arc cathodique ont une morphologie de croissance colonnaire depuis la surface du substrat et une composition chimique qui correspond au composé TiN stœchiométrique [2].

Les revêtements réalisés en phase liquide par la technique assistée d'un faisceau laser présentent une microstructure très complexe et non uniforme [3,4]. La surface présente une région très dense formée essentiellement de dendrites de TiN. Au milieu de la zone modifiée, on retrouve des dendrites TiN dans une matrice re-solidifiée constituée d'aiguilles de Ti-alpha (hexagonale), enrichies en azote, et probablement formées par transformation martensitique lors du refroidissement (après le passage du faisceau).

Dans le cas du dépôt en phase gazeuse, la température et le temps de traitement de nitruration vont favoriser la formation d'une couche de TiN sur la surface de l'alliage dont l'épaisseur varie selon les paramètres de traitement [5]. Des traitements de diffusion ont été réalisés sur un alliage de titane de type beta-métastable (Ti-Mo) nitruré. La couche de nitrure TiN peut alors sous certaines conditions se transformer partiellement en une couche intermédiaire de type Ti-alpha enrichie en azote. Cette transformation a pour objectif de favoriser la cohésion et de diminuer la fragilité du revêtement de manière à éviter la libération de débris qui sont souvent néfastes pour l'organisme.

**Références :**

- [1] Y. Tamura, A. Yokoyama, F. Watari, M. Uo, T. Kawasaki, Mechanical Properties of Surface Nitrided Titanium for Abrasion Resistant Implant Materials, *Materials Transaction*, Vol.43, No.12, (2002) 3043-3051;
- [2] J. R. Tuck, A. M. Koursunsky, D. G. Bhat, S. J. Bull, Indentation hardness evaluation of cathodic arc deposited thin hard coatings, *Surface and Coatings Technology*, 139 (2001) 63-74;
- [3] M. S. Selamat, T. N. Baker, L. M. Watson, Study of the surface layer formed by laser processing of Ti-6Al-4V alloy in a dilute nitrogen environment, *Journal of Materials Technology*, 113 (2001) 509-515;
- [4] D. M. Gordin, T. Gloriant, M. Bohn, A. Guillou, I. Thibon, D. Ansel, Characterisation of a laser nitrided titanium alloy by electron backscattered diffraction and electron probe microanalysis, *Materials Characterization*, soumise;
- [5] C. Ponticaud, A. Guillou, P. Lefort, Direct gaseous nitridation of Ti-6Al-4V alloy by nitrogen, *Phys. Chem. Chem. Phys.*, 2 (2000) 1709-1715.

# L'importance du phénomène d'indentation dans l'adhérence gomme-revêtement.

SMAIL HAMLAT <sup>A)</sup>, FERHAT HAMMOUM <sup>A)</sup>, PIERRE-YVES HICHER <sup>B)</sup>

a) Laboratoire Central des Ponts et Chaussées, Division Matériaux et Structures de Chaussées, route de Bouaye - BP 4129, 44341 Bouguenais cedex

## I Introduction

L'adhérence entre un pneumatique et un revêtement routier résulte de deux mécanismes superposés : l'adhésion et l'indentation ; dans lesquels les états de surface des matériaux en contact (pneumatique, revêtement) et le caractère viscoélastique de la gomme jouent un rôle déterminant.

**L'indentation** est la déformation de la gomme par glissement sur les aspérités du revêtement dont la taille varie du centimètre au micron.

**L'adhésion** provient du phénomène de liaison moléculaire qui intervient à une échelle de l'ordre du centième de micron et qui se trouve amplifié par le glissement.

Cette adhérence va dépendre aussi de la charge appliquée par le trafic, de la géométrie de la chaussée, de la qualité de ses constituants (matériaux utilisés) et des conditions environnementales (pluie, neige, variation de température ).

Pour préserver l'adhérence du pneumatique sur un revêtement routier dans toutes les situations, il faut privilégier le phénomène d'indentation car il est prépondérant par rapport au phénomène d'adhésion. Il est donc nécessaire de prendre en compte à la fois les aspects de surface des matériaux en contact (texture du revêtement et sculpture du pneumatique) et le comportement rhéologique de la gomme qui compose la bande de roulement du pneumatique.

Pour cela, on a réalisé des tests d'adhérence sur trois revêtements routiers de formulation différentes : un BBTM\* de granulométrie 0-6 mm, un BBTM de granulométrie 0-10 mm un SMA (Stone Mastic Asphalt) de granulométrie 0-4mm.

### Principe de l'essai

Pour un couple de matériau gomme-revêtement, chaque combinaison d'intensité de charge, fréquence et amplitude produit une vitesse de glissement spécifique.

Pour reproduire l'effet d'une force tangentielle, on a choisi un contact du type courbe-plan qui permet de générer dans la zone de contact un effort de cisaillement identique en tout point dans des conditions bien maîtrisées.

On applique une force verticale  $F_v$  cyclique et on mesure la réponse donnée par la force horizontale (voir Fig 1-b) ainsi que le déplacement vertical du vérin.

Le frottement cinématique entre la gomme et le revêtement est donné par le rapport de la force horizontale sur la force verticale.

$$\mu_{c(t)} = F_{h(t)} / F_{v(t)}$$

\*BBTM : Béton Bitumineux Très Mince.

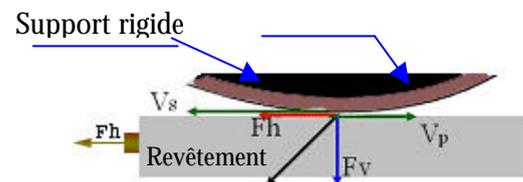


FIG. 1-a : Principe d'essai

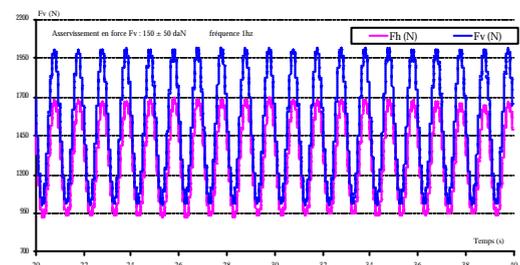


FIG. 1-b : Réponse ( $F_h$ ) à une sollicitation sinusoïdale ( $F_v$ )

## II Corrélation entre les paramètres issus de la caractérisation géométrique et le frottement :

Les mesures de texture sur le revêtement routier permettent de relier la hauteur du taux de portance ?SHTp? aux performances d'adhérence (frottement généré dans la zone de contact, voir Fig. 1).

Les résultats sur la figure 1 sont obtenus avec un asservissement en force verticale cyclique de  $(1500 \pm 500)N$  à 1 Hz. Cette figure montre qu'il y a une dépendance entre le paramètre de portance  $\mu_{SHTp}$  et le coefficient de frottement  $\mu_i$  des différents revêtements.

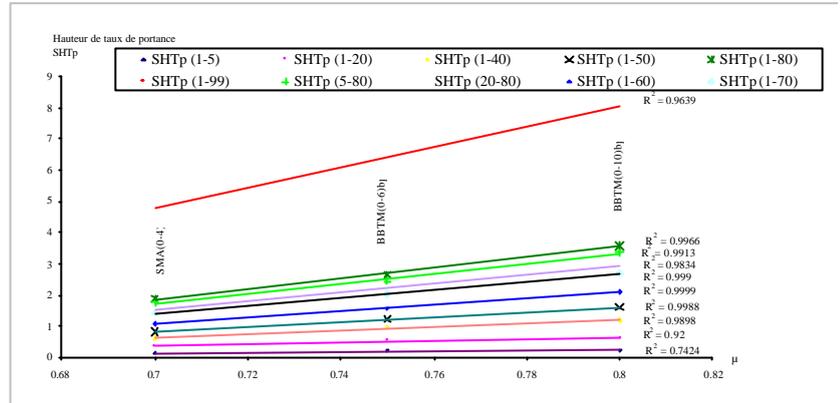


Fig. 2 : Corrélation entre la hauteur de portance et le frottement

On obtient une corrélation maximale de 0.9999 pour une coupe entre un plan moyen  $Z=1\%$  de H et  $Z=60\%$  de H  $\mu_{SHTp}(1\%-60\%)$ , voir Fig.3. Cela peut être expliqué par la profondeur de l'indentation de la gomme dans les aspérités du revêtement (60% de l'amplitude totale).

Cette hauteur de portance est fonction de la charge appliquée, en l'occurrence  $(1500 \pm 500)N$ .

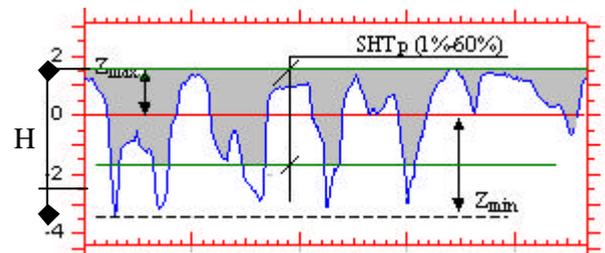


Fig. 3 : Illustration du taux de portance

### III L'influence des conditions de chargement et de la granulométrie sur l'indentation :

#### a- Influence de la charge

L'augmentation de la charge verticale induit une surface de contact réelle plus importante par indentation de la gomme dans les aspérités du revêtement.

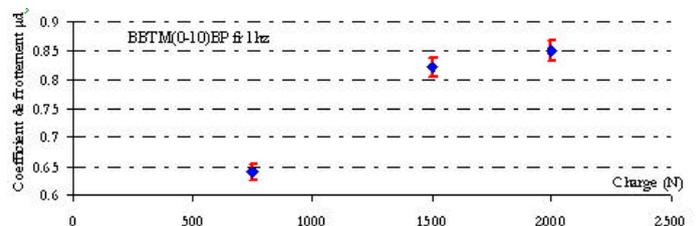


Fig 4 : Influence de la charge sur le

frottement

#### b- Influence de la granulométrie

L'enfoncement de la gomme dans les aspérités du revêtement est proportionnel à la charge appliquée (Fig.4) et à la taille "D" de la granulométrie du revêtement (Fig.5). Cette dépendance traduit le rôle joué par le phénomène d'indentation de la gomme.

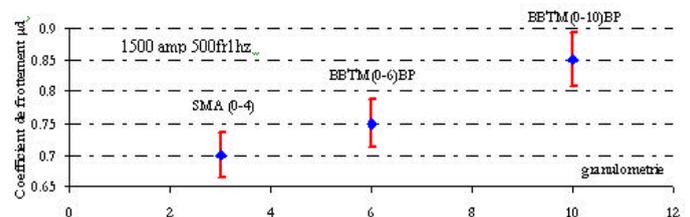
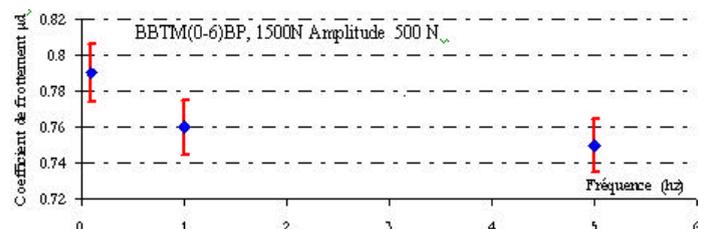


Fig. 5 : Influence de la granulométrie du revêtement sur le frottement

#### c- Influence de la vitesse

Les résultats sur la figure 6 sont obtenus sur un BBTM (0-6) fabriqué avec un liant pur sollicité à différentes fréquences (0.1, 1 et 5).



Le frottement cinématique diminue lorsque la vitesse de sollicitation augmente

*Fig. 6 :Influence de la vitesse du chargement sur le frottement*

### Références

- [1] M De Beer, L Kannemeyer, C Fisher. Towards improved mechanistic design of thin asphalt layer surfacings based on actual tyre/pavement contact stress-in-motion (SIM) data in south Africa. CAPSA 99.
- [2] Société de Technologie Michelin, 2001. Le pneu l'adhérence. Janvier 2001.
- [3] D.Vanky, S.Fouvry, P Kapsa, H. Maitournam. « Contact entre solide, aspect mécaniques, fatigue, endommagement ». octobre 1998.
- [4] Desmond .F. Moore. The friction of pneumatic tyres, 1975.
- [5] Adhérence des couches de roulement neuves (Contrôle de la macrotecture). Direction des routes, mai 2002.
- [6] L. Bureau. Élasticité et rhéologie d'une interface macroscopique. Thèse de doctorat, Université Paris VII, juillet 2002.
- [7] F.Prevoist, P .Gresset, Y.Ghiron. Les enrobés bitumineux 'Tome 2' . USIREF – 2003.
- [8] Transportation.Development.Centre (Canada October 1999), Friction fundamentals, concepts and methodology.
- [9] J.Lucas, P.A.Begou, M. Barquins, juin 1993. Adhérence des chaussées, bulletin de liaison des laboratoires des ponts et chaussées N°185.
- [10] K.J.Stout, P.J.Sullivan, W.P.Dong, E.Mainsah, N.Luo, T.Mathia, H.Zahouani, 1993. The development of methods for the characterisation of roughness in three dimensions, Report of the Commission of the European Communities.



**SF2M**  
Section Ouest

*P P F*  
Surfaces-Interfaces

## Dureté des revêtements : quel modèle choisir ?

ALAIN IOST<sup>A)</sup>, YANN RUDERMAN<sup>A)</sup> MAXENCE BIGERELLE<sup>B)</sup>

<sup>a)</sup> Laboratoire de Métallurgie Physique et Génie des Matériaux, CNRS UMR 8517, Equipe Surfaces et Interfaces ENSAM 8 Boulevard Louis XIV, 59046 Lille CEDEX, FRANCE

<sup>b)</sup> Laboratoire Roberval, CNRS FRE 2833, UTC Centre de Royallieu, BP 20529 Compiègne, FRANCE

### I Introduction

La mesure de la dureté d'un revêtement déposé sur un substrat est un problème ancien qui a déjà fait l'objet de nombreuses études et de la proposition de différents modèles. Par référence aux travaux de Bückle [1] ces modèles sont exprimés sous la forme :  $(H_c - H_s) / (H_f - H_s) = a$  ; où  $H_c$ ,  $H_f$ ,  $H_s$ , sont respectivement les duretés du « composite », du film (revêtement) et du substrat. La dureté du « composite » correspond à une profondeur de pénétration dans le film par l'indenteur supérieure à une valeur critique (règle du dixième de Bückle) qui fait que la mesure est fonction à la fois de la dureté du film et de celle du substrat. La valeur de  $a$  est une caractéristique du modèle qui dépend de l'épaisseur du revêtement,  $t$ , et de la profondeur de pénétration,  $h$ , qui correspond pour un diamant Vickers au septième de la diagonale de l'empreinte,  $d$ , et de différents paramètres qui peuvent être ajustables voir Fig. 1). Nous avons considéré également que la dureté d'un matériau massif variait avec la charge appliquée (donc avec la diagonale de l'empreinte) suivant la relation :  $H_i = H_0i + B_i / d$  ; dans laquelle l'indice  $i$  peut représenter le film ( $i=f$ ) ou le substrat ( $i=s$ ).

Généralement, les auteurs des modèles justifient la validité de celui-ci en montrant que la connaissance de  $H_s$ , et les résultats supposés pour  $H_f$  permettent de retrouver avec une bonne approximation  $H_c$ . Cette validation ne nous semble pas pertinente parce que l'inconnue n'est pas la dureté du « composite », qui est mesurée expérimentalement, mais celle du film qui est inconnue. Pour cette raison nous avons étudié la robustesse de différents modèles sur un matériau comportant un revêtement suffisamment épais pour que sa dureté puisse être mesurée et vérifiée.

### II Experiences

Pour étudier la robustesse de différents modèles proposés dans la littérature nous avons choisis d'effectuer des essais de macro dureté instrumentée sur un revêtement de Nickel déposé sur un substrat acier (Z12C13). La pièce étudiée est un corps de vanne fourni par la société Verbrugge [2]. Nous ne présentons ici que les résultats de trois des modèles étudiés, celui de Jönsson-Hogmark [3] que nous avons précédemment modifié [4], et ceux de Korsunsky et al. [5] et Puchi- Cabrera et al. [6].

Nous avons d'abord pris comme données expérimentales la dureté du film et celle du substrat, recherché la valeur de  $a$  qui, pour chaque modèle permettait au mieux de décrire le comportement du « composite », puis tracé la courbe théorique de chaque modèle (Fig.1).

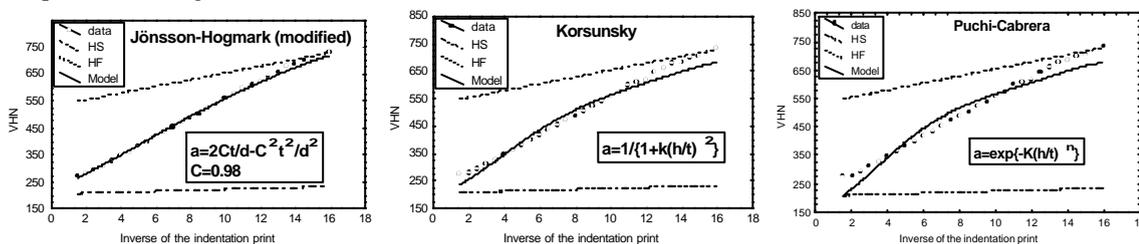


Fig. 1 : Points expérimentaux et courbes théoriques déduites pour les trois modèles étudiés

Ces courbes théoriques (qui correspondent parfaitement au modèle choisi) sont alors perturbées par un bruit censé représenter l'incertitude sur la mesure. A chaque valeur de la diagonale de l'empreinte on ajoute un bruit aléatoire Gaussien centré sur 0 et d'écart type  $1\mu\text{m}$ , puis on procède à 10000 simulations Monte Carlo pour optimiser les coefficients ( $H_0f$ ,  $B_f$  et autres coefficients dans  $a$ ) calculer la dureté du film.

### III Discussion

Colloque SF2M Section-Ouest : Surfaces et Interfaces, indentation, rayage et abrasion, Angers, 16 et 17 mars 2005

La recherche des paramètres des modèles est obtenue par régression non linéaire (optimisation par descente de gradient) et les histogrammes sont représentés dans la figure 2.

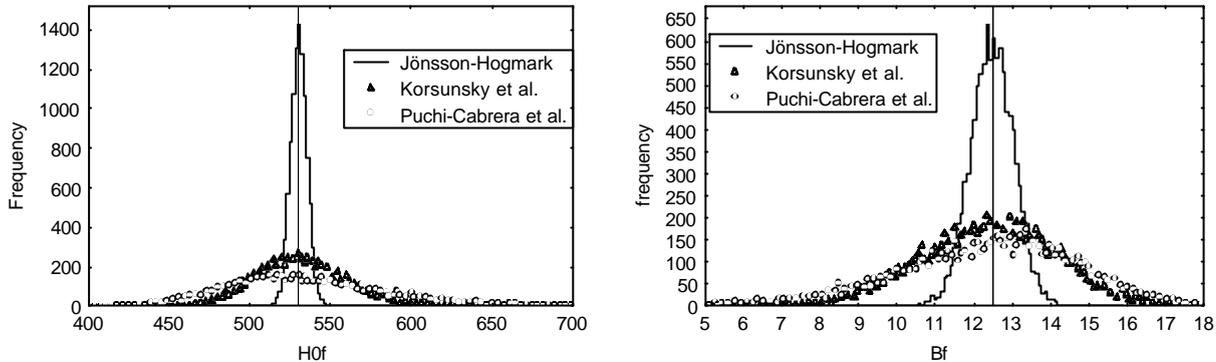


Fig. 2 : Histogrammes des valeurs obtenues pour H0f et Bf

On constate que les coefficients suivent une allure Gaussienne, qu'ils sont centrés sur les valeurs théoriques (courbes verticales) et qu'il n'existe pas de biais. Le modèle qui ne contient que deux paramètres ( $H0f$  et  $Bf$ ) est plus robuste que ceux qui en contiennent trois (on peut montrer que ces paramètres sont corrélés), et donc meilleur pour la recherche de la dureté du film. Nous avons également tronqué les résultats expérimentaux (courbes simulées) en retirant les valeurs de dureté les plus proches du film pour correspondre aux conditions réelles. On constate sur le tableau suivant que la dispersion des modèles avec 3 paramètres augmente notablement, ce qui rend illusoire la détermination correcte de la dureté du revêtement.

Hardness range	$d^{-1} < 18$				$d^{-1} < 10$			
	H0f		Bf		H0f		Bf	
Film hardness	$\mu$	$\sigma$	$\mu$	$\sigma$	$\mu$	$\sigma$	$\mu$	$\sigma$
Jönsson Hogmark (modifié)	530	5	12.46	0.55	529	4	12.48	0.74
Korsunsky et al.	532	28	12.35	1.83	537	69	11.85	5.53
Puchi-Cabrera et al.	535	51	12.27	2.42	541	85	11.80	5.67

#### Références :

- [1] H. Bückle, L'essai de micro dureté et ses applications, Publications scientifiques et techniques du ministère de l'air, NT90 Paris (1960)
- [2] Société Verbrugge, <http://www.chromage-dur.com/index2.htm>
- [3] B. Jönsson, S. Hogmark, Hardness measurements on thin films, Thin Solid Films, 114 (1984) 257
- [4] A. Iost, R. Bigot, Hardness of coatings, Surf. Coat. Techn., 80 (1996) 117
- [5] A.M. Korsunsky, M.R. McGurk, S.J. Bull, T.F. Page, On the hardness of coated systems, Surf. Coat. Techn., 99 (1998) 171
- [6] E.S. Puchi-Cabrera, J.A. Berrios, D.G. Teer, On the computation of the absolute hardness of thin solid films, Surf. Coat. Techn., 160 (2002) 177

## VARIATION DE LA DURETE AVEC LA CHARGE : QUEL MODELE CHOISIR ?

ALAIN IOST <sup>A)</sup>, ADI RABHI <sup>A)</sup> MAXENCE BIGERELLE <sup>B)</sup>

<sup>a)</sup> *Laboratoire de Métallurgie Physique et Génie des Matériaux, CNRS UMR 8517, Equipe Surfaces et Interfaces ENSAM 8 Boulevard Louis XIV, 59046 Lille CEDEX, FRANCE*

<sup>b)</sup> *Laboratoire Roberval, CNRS FRE 2833, UTC Centre de Royallieu, BP 20529 Compiègne, FRANCE*

### I Introduction

Il est bien connu que la dureté Vickers d'un matériau ( $VHN=1,8544 F/d^2$ ) dépend de la charge utilisée pour la mesurer. Dans cette équation  $VHN$  est la valeur de dureté exprimée en  $Kgf/mm^2$  (les unités sont généralement omises),  $F$  est la charge appliquée en  $Kgf$  et  $d$  la diagonale de l'empreinte en  $mm$ . Dans le tableau suivant nous avons représenté les modèles les plus couramment utilisés, et nous nous proposons de rechercher celui qui correspond le mieux aux données expérimentales et est le plus robuste.

Auteur	Modèle
Kick [1]	$F = a.d^2 . H = cste$
Meyer [2]	$F = a.d^n ; H = b d^{n-2}$
Bernhardt [3]	$F = a_1 d + a_2 d^2 ; H = H_0 + B/d$
Ashby [4] "Strain Gradient Plasticity"	$H^2 = H_0^2 + \frac{h^*}{h} ; H_0^2 \sim \mathbf{r}_s$

### II Expériences

Les essais sont effectués à l'aide d'un macroduremètre Zwick ZHU. La figure 1 représente les courbes Force – déplacement mesurées sur trois matériaux différents (acier, aluminium, cuivre), et la figure 2 la corrélation entre les points expérimentaux et les trois modèles choisis.

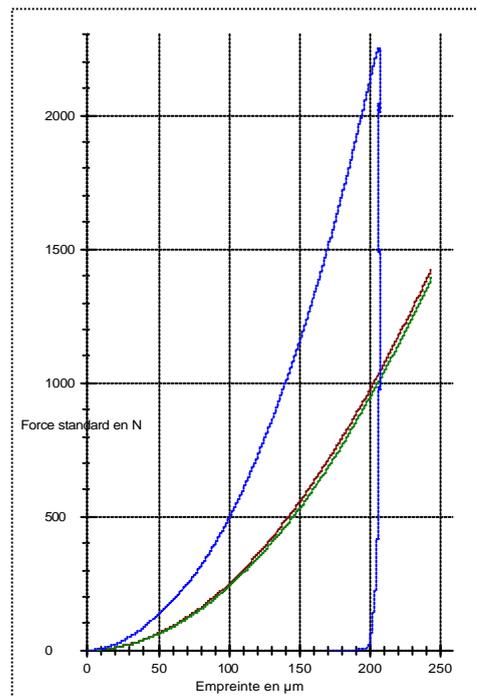
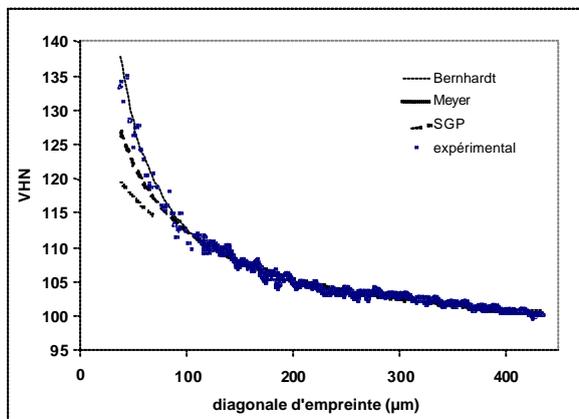


Figure 2 : Comparaison entre les modèles et les points expérimentaux (Aluminium)

Figure 1 : Courbe force - déplacement déterminée par essai d'indentation (Acier/Aluminium/Cuivre)

### III Discussion

Dans un domaine étendu de charge ( $d$  variant entre 100 et 450  $\mu\text{m}$ ), nous constatons que les trois modèles étudiés s'appliquent, avec des corrélations semblables. Cependant le modèle de Bernhardt devient meilleur quand on augmente l'étendue du domaine d'étude.

Dans le domaine de la microdureté ou de la nanodureté, une grande attention doit être portée à la préparation des échantillons, et en particulier au mode de polissage. La figure 3 représente notre interprétation des résultats de Liu et Ngan [5]. Les points expérimentaux représentent respectivement les mesures de nanodureté effectuées sur des monocristaux de cuivre (plans {111}) après polissage mécanique ( $\bullet$ ) ou électrolytique ( $\circ$ ). Les régressions effectuées par ces auteurs montrent que le  $H_0$  du cuivre écroui est inférieur à celui du cuivre poli électrolytique (qui contient donc moins de dislocations) contrairement au modèle SGP (voir tableau). Nous proposons sur la figure 3 d'interpréter les résultats comme correspondants à un dépôt dur (cuivre écroui) sur un substrat mou (cuivre poli électrolytique). La couche écrouie est estimée à 120 nm (entre 100 et 200 nm d'après les auteurs), ce qui correspond à environ deux fois le diamètre des grains de silice utilisés pour le polissage. En utilisant le modèle de Jönsson Hogmark modifié [6-7] avec  $C=0.98$  et en considérant que les empreintes les plus petites ne sont pas perturbées par le substrat, nous obtenons la dureté du cuivre écroui (droite en traits pleins) et celle du composite film+revêtement (courbe en trait plein) qui montrent que la dureté intrinsèque ( $H_0$ ) du cuivre est indépendante du degré d'écrouissage.

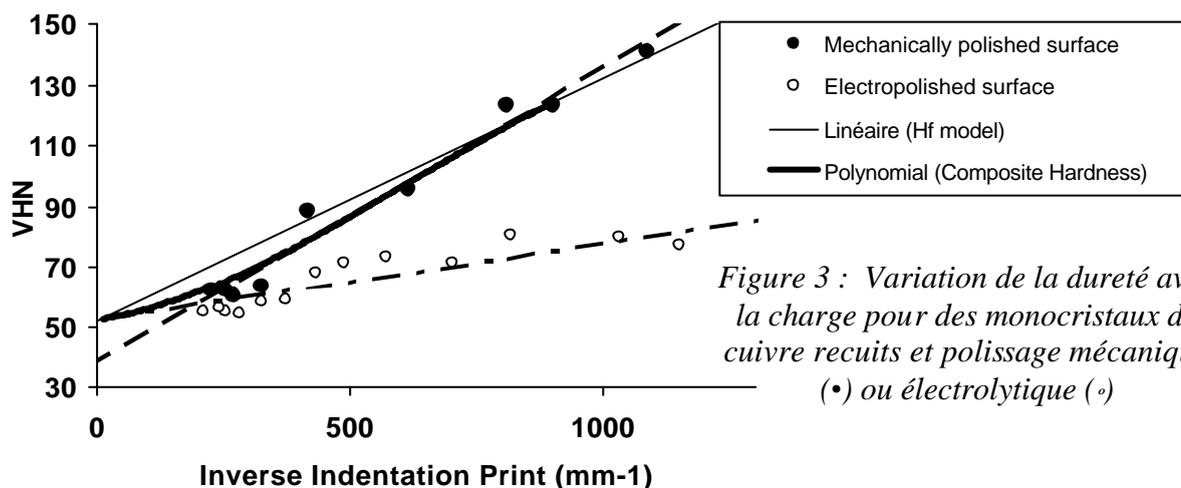


Figure 3 : Variation de la dureté avec la charge pour des monocristaux de cuivre recuits et polissage mécanique ( $\bullet$ ) ou électrolytique ( $\circ$ )

### Références :

- [1] F. Kick, Das Gesetz der proportionalen widerstände, Leipzig, Arthur Felix Ed., (1885)
- [2] E. Meyer, Untersuchungen über härteprüfung und härte, Z. Ver. Dtsch. Ing., 52 (1908) 645, 740, 835
- [3] E.O. Bernhardt, Über die Mikrohärtigkeit der Feststoffe im Grenzbereich des Kickschen Ähnlichkeitssatzes, Z. Metallkdt, 33 (1941) 135
- [4] M.F. Ashby, The deformation of plastically non-homogeneous materials, Phil. Mag. 21 (1970) 399
- [5] Y. Liu, A.H.W. Ngan, Depth dependence of hardness in copper single crystals measured by nanoindentation, Scripta mater., (2001) 237
- [6] B. Jönsson, S. Hogmark, Hardness measurements on thin films, Thin Solid Films, 114 (1984) 257
- [7] A. Iost, R. Bigot, Hardness of coatings, Surf. Coat. Techn., 80 (1996) 117

## Etude mécanique de films minces nanostructurés : influence de la nature des matériaux et des conditions de dépôt

A. JELLAD, S. LABDI, O. MACIEJAK, G. RENOU

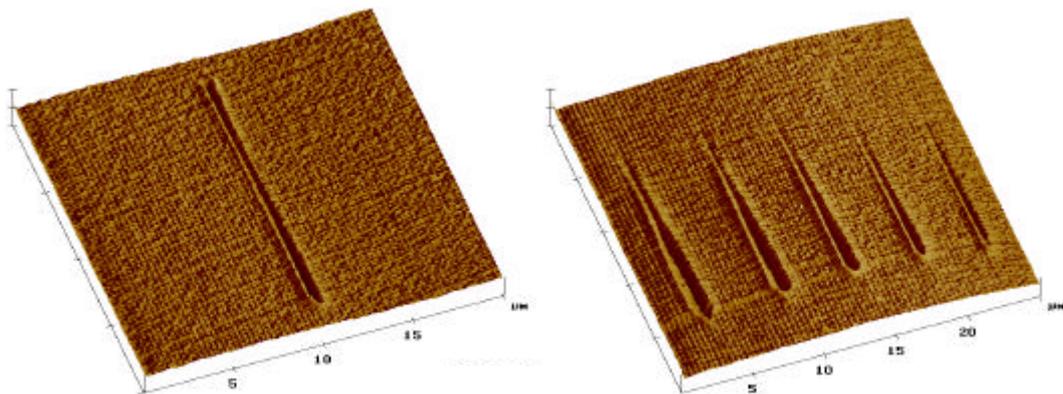
*Laboratoire d'études des Milieux Nanométriques, Université d'Evry Val d'Essonne, bâtiment Maupertuis, bd F. Mitterand, 91025 Evry cedex*

Dans le but d'étudier les propriétés mécaniques de systèmes nanostructurés, des tests de nanoindentation [1] et de nanoscratch [2] sont effectués sur des films minces (épaisseur : 300 nm) de titane, de nitrure de titane et de carbure de chrome. Dans un premier temps la méthodologie particulière à l'étude de ce type de systèmes est expliquée.

Les films sont déposés par pulvérisation cathodique RF sur un substrat de silicium ou d'oxyde de magnésium monocristallin. Un indenteur en diamant de type Berkovich est utilisé pour les tests de nanoindentation et de nanoscratch. A partir de ces mesures, nous avons étudié l'influence du sens et de la vitesse de déplacement latéral de la pointe sur la profondeur de pénétration et la force latérale. Des différences de comportement significatives entre les différents types de matériaux sont mises en évidence. Les lois d'échelle que nous établissons montrent la nécessité d'effectuer les tests de scratch avec une vitesse de chargement verticale constante afin d'avoir des résultats de mesure cohérents. Concernant le carbure de chrome, les premiers résultats relatifs à l'influence du taux d'incorporation du carbone dans le film et à la cristallinité, liée à la température utilisée lors du dépôt, seront exposés.

### Références :

- [1] R.J. Rodriguez (2002) *Vaccum* **67**
- [2] D. Beegan (2003) *Surface and coating technology* **176**



Images de scratch à force normale constante et croissante



## Etude de l'influence du rayon de courbure de l'indenteur sur le coefficient de frottement dans le cas d'un essai de nano-rayure

SEBASTIEN LAFAYE ET MICHEL TROYON

Laboratoire de Microscopies et d'Etude de Nanostructures, EA 3799, Université de Reims, 21, rue Clément Ader, 51685 Reims Cedex 2, France.

### I Introduction

L'origine du frottement macroscopique provient de deux processus. Le premier processus a une origine physique dû à l'adhésion des surfaces en contact. Le second processus a une origine mécanique lié au labourage des surfaces par les aspérités, c'est à dire l'écoulement plastique autour des aspérités les plus rigides. Le coefficient de frottement se décompose ainsi en une partie adhésion et une partie déformation [1] :  $m = m_{adh} + m_{def}$ .

### II Expérience

Les essais de nano-rayures sont réalisés avec un dispositif (Triboscope, Hysitron) couplé à un microscope à force atomique (Nanoscope II, Digital Instruments). Ils sont réalisés à charge appliquée constante, à vitesse constante (0.13  $\mu\text{m/s}$ ) et à température ambiante. Les mesures obtenues sont des valeurs moyennes issues de plusieurs essais. Deux matériaux ont été étudiés, le premier est un échantillon de Ti-6Al-4V (alliage de titane) et le second est un échantillon de cuivre.

### III Modèle de la pointe réelle

L'évolution de la force de frottement en fonction de la force normale appliquée montre que la force de frottement n'évolue pas de façon linéaire contrairement à ce que prévoit la loi de Coulomb. Divers processus peuvent être envisagés pour expliquer cette évolution, comme la présence d'une transition due à un mécanisme d'endommagement de la surface différent selon la charge appliquée, ou à un effet de la géométrie de pointe. Si l'analyse des images des rayures montre que le processus d'endommagement est à écarter, il n'en est pas de même de l'effet de la géométrie de pointe.

Les pointes utilisées que ce soit lors des essais de rayures ou de nano-rayures ont un bout émoussé et ne sont donc pas parfaitement coniques ou pyramidales. Les modèles analytiques actuels d'évaluation du frottement ne s'appliquent qu'aux pointes parfaites et la plupart du temps le relâchement élastique n'est pas pris en compte. Récemment Lafaye, Gauthier et Schirrer [Erreur ! Source du renvoi introuvable.] ont proposé un modèle analytique d'évaluation de la part déformation du frottement, qui généralise l'approche de Tabor [Erreur ! Source du renvoi introuvable.] et de Goddard [Erreur ! Source du renvoi introuvable.] en prenant en compte le relâchement élastique dans le cas d'une pointe réelle conique avec défaut de pointe sphérique. Ce modèle permet de simuler l'évolution de la part déformation du frottement en fonction de la largeur de contact ou de l'enfoncement et ainsi de visualiser l'effet du défaut de pointe sur l'évolution du frottement.

La figure 1, représente une simulation du modèle de la pointe réelle pour une pointe conique avec défaut de pointe sphérique équivalente à une pointe cube-corner de rayon de courbure de 400 nm, avec le coin en avant. L'évolution de la part déformation du frottement en fonction de l'enfoncement de la pointe est calculée pour deux valeurs du relâchement élastique de 0 et 0.15 rad. Sur cette même figure est représentée l'évolution du rapport  $F_t / F_n$  obtenu expérimentalement dans le cas du cuivre.

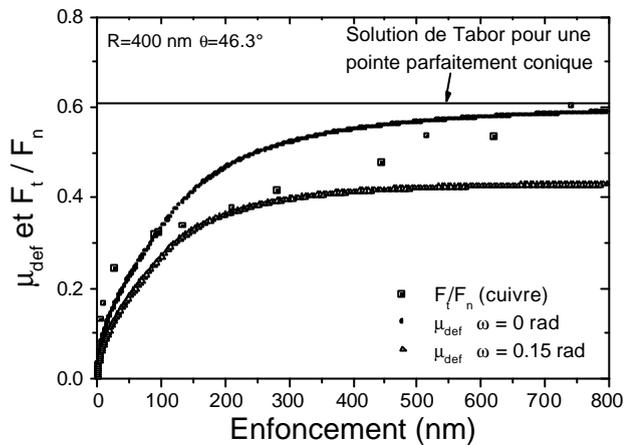


Fig. 1 : simulation de la part déformation du frottement et évolution du coefficient de frottement en fonction de l'enfoncement de la pointe.

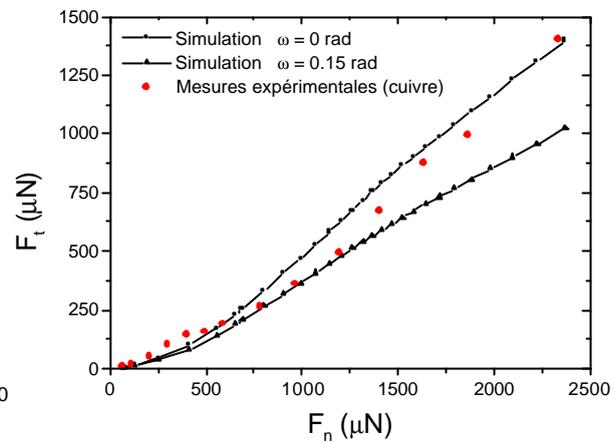


Fig. 2 : évolution de  $F_t$  en fonction de  $F_n$  pour le cuivre et simulation à partir du modèle de la pointe réelle.

La figure 1 montre que des enfoncements importants sont nécessaires pour tendre vers la solution de Tabor d'un cône parfait. Par ailleurs, l'évolution du frottement mesuré et l'évolution de la part déformation du frottement simulé à partir du modèle de la pointe réelle sont qualitativement identiques. La figure 2 représente l'évolution de la force de frottement en fonction de la force normale ainsi qu'une simulation de la force de frottement évaluée à partir du modèle de la pointe réelle par la relation  $F_t = m_{def} F_n$  pour deux valeurs du relâchement élastique de 0 et 0.15 rad.

En conclusion, le modèle de la pointe réelle permet de décrire correctement l'évolution du frottement. Par ailleurs, le rayon de courbure du bout de la pointe a pour effet de modifier le frottement, qui dans le cas d'une pointe parfaitement conique est constant. Ainsi, la « transition » observée dans l'évolution de la force tangentielle en fonction de la force normale est donc due à un effet de géométrie de pointe.

#### Références :

- [1] D.F. Moore, The Friction and Lubrication of Elastomers, Pergamon Press, London (1972).
- [2] S. Lafaye, C. Gauthier, R. Schirrer, Ploughing friction : analytic model with elastic recovery of a conical tip with blunted spherical extremity, soumise à Tribol. Lett. (2005).
- [3] D. Tabor, The Hardness of metals, Clarendon Press Oxford, (1951).
- [4] J. Goddard, H. Wilman, A theory of friction and wear during the abrasion of metals, Wear **5** (1962) 114.

## Modélisation et caractérisation de l'endommagement de superalliages Fe-Ni-Cr à haute température

LAIGO J.<sup>A)B)</sup>, TANCRET F.<sup>A)</sup>, LE GALL R.<sup>A)</sup>, FURTADO J.<sup>B)</sup>

<sup>a)</sup> *Laboratoire génie des matériaux et procédés associés ; Polytech'Nantes BP 50609 ; 44306 Nantes cedex 3*

<sup>b)</sup> *Air Liquide ; Centre de recherche Claude-Delorme 1 chemin de la porte des loges ; Les Loges-en-Josas ; 78354 Jouy-en-Josas*

### I Introduction

Le procédé Syngas permet, par une réaction chimique catalysée à haute température entre du méthane et de l'eau, de produire simultanément de l'hydrogène et du monoxyde de carbone. La réaction chimique s'effectue par une circulation des gaz en continu dans des tubes de superalliages à base de fer-nickel-chrome, chauffés de l'extérieur par des brûleurs à gaz. Sous l'effet combiné de contraintes d'origine thermique et de hautes températures, les tubes subissent en service un endommagement d'origine inconnue conduisant à leur rupture prématurée et donc à l'arrêt de la production des gaz.

L'objectif du présent travail est de caractériser expérimentalement l'endommagement de manière à en comprendre l'origine. D'après la littérature scientifique sur le comportement à chaud des superalliages Fe-Ni-Cr, les mécanismes d'endommagement possibles sont une rupture par fluage [1], une ségrégation interfaciale de soufre [2] ou des transformations de phases [3]. Il est ici proposé de caractériser l'endommagement accumulé dans un tube après plusieurs années en service.

### II Expériences

La composition nominale de l'alliage en pourcentage massique est Fe-25Cr-35Ni-1Nb-0,4C. Les tubes sont fabriqués par coulée centrifuge et sont utilisés bruts de fonderie dans les reformeurs. L'alliage étudié a été exposé à une température d'environ 950°C pendant 4 ans.

La caractérisation de l'alliage a mis en œuvre diverses techniques expérimentales, telles que la microscopie électronique à balayage sur des coupes métallographiques et sur des surfaces de rupture, et la spectrométrie d'électrons Auger sur fracture à chaud. On mesure également la sensibilité des alliages à la fragilisation à chaud, par le biais d'essais de traction à différentes températures ; la ductilité de l'alliage étant estimée par mesure de la striction à la rupture.

### III Discussions

La figure 1 représente la microstructure de l'alliage. Ce dernier est constitué d'une matrice austénitique Fe-Ni-Cr, avec des précipités interdendritiques de carbures de chrome (précipités gris foncés), d'une phase de type siliciure appelé phase G (précipités gris clairs) et de carbures de niobium (précipités blancs). Les précipités forment des films continus et de nombreuses fissures et cavités sont observées dans et entre les précipités, indiquant un endommagement sévère. La figure 2 représente un spectre Auger dérivé d'une surface de rupture. Les surfaces de rupture des éprouvettes de traction, rompues à haute température, montrent une ségrégation importante de soufre localisée sur les carbures.

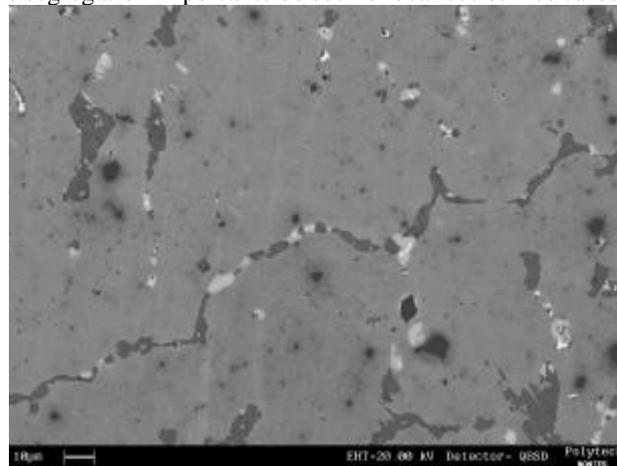


Figure 1 : Micrographie de l'alliage

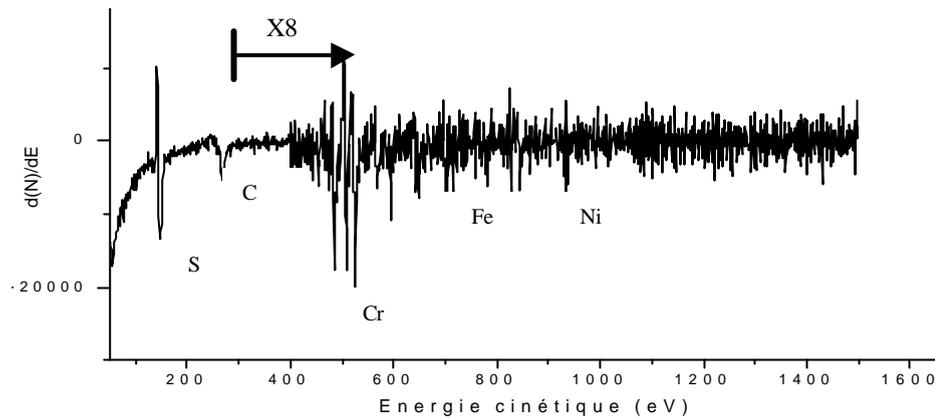


Figure 2 : Spectre Auger dérivé de l'alliage

Cependant, concernant les propriétés mécaniques de l'alliage, les essais de traction à chaud ne permettent pas de mettre en évidence la présence éventuelle d'un trou de ductilité à haute température, le pourcentage de striction de l'alliage étant compris entre 40 et 60. L'alliage est donc ductile mais présente une surface de rupture de type interdendritique, non caractéristique des alliages ductiles, à savoir la présence de cupules.

Les hypothèses sur l'endommagement des tubes de superalliages Fe-Ni-Cr sont donc provisoirement toutes trois retenues mais l'idée serait un couplage des trois phénomènes : on peut en effet imaginer une accélération de la fissuration, ou de la cavitation par fluage, par ségrégation de soufre sur les interfaces ou sur les surfaces libres nouvellement créées. Les transformations de phases peuvent également jouer un rôle important, notamment la transformation en service des carbures primaires NbC en carbures secondaires  $M_{23}C_6$  et en phase G, de composition approchée  $Ni_{16}Nb_6Si_7$ . L'effet de cette dernière sur le comportement mécanique des alliages à base de Fe-Ni-Cr est en effet assez peu documenté et reste très controversé.

#### Références :

- [1] P. Rodriguez, K. Bhanu Sankara Rao, Nucleation and growth of cracks and cavities under creep-fatigue interaction, Progress in Materials Science, 403-480 (1993) 37.
- [2] R. Le Gall, G.Saindrenan, F. Christien, Endommagement interfacial des métaux, Ellipse, Paris, 206-212 (2002).
- [3] L. H.De Almeida, A. F. Ribeiro, I. Le May, Microstructural characterization of modified 25Cr-35Ni centrifugally cast steel furnaces tubes, Mat. Charact., 219-229 (2002) 49.

# Écoulement plastique à travers des films minces (011) de semi-conducteurs III-V déformés par indentation, mesure de la CRSS, effets de polarité

L. LARGEAU<sup>A)</sup>, G. PATRIARCHE<sup>A)</sup>, E. LE BOURHIS<sup>B)</sup>, J. P. RIVIERE<sup>C)</sup>

<sup>a)</sup> CNRS LPN, UPR 20, Route de Nozay, 91460 Marcoussis

<sup>b)</sup> Université de Poitiers, LMP, UMR 6630, SP2MI, Téléport 2, boulevard Marie et Pierre Curie, BP 30179, 86962 Futuroscope-Chasseneuil Cedex

<sup>c)</sup> CNRS LPSC, UMR 8635, 1 place Aristide Briand, 92195 Meudon Cedex

## I Introduction

La microindentation et la nanoindentation sont devenues primordiales pour l'étude de la plasticité à l'échelle micrométrique, en outre elles permettent de travailler à des températures proches voire inférieures à la température de transition fragile-ductile. Les modèles d'écoulement plastique développés jusque là traitent de l'indentation de demi-espaces dans lesquels les effets cristallographiques ne sont pas vraiment pris en compte. Dans cette étude, nous nous sommes concentrés sur l'indentation d'échantillons amincis polis double face et orientés selon [011] afin d'observer un écoulement plastique à travers les échantillons. Dans cette orientation, quatre plans denses {111} sont normaux à la surface indentée et permettent donc de canaliser les dislocations vers la face arrière. Deux de ces plans permettent l'écoulement de dislocations  $\alpha$  alors que les dislocations  $\beta$  glissent dans les deux autres plans. Les autres plans {111} sont inclinés à 35° par rapport à la surface. Nous avons indenté des films minces d'InP et de GaAs dans des conditions pour lesquelles les vitesses de glissement des dislocations  $\alpha$  et  $\beta$  sont très voisines pour l'InP et différentes d'un facteur 100 pour le GaAs. Il en résulte un écoulement isotrope dans le cas de l'InP qui nous a permis de déterminer la contrainte de cisaillement résolue à partir de la simple mesure de la taille de la figure de déformation reportée en face arrière. Dans le cas du GaAs, la forte polarité du matériau induit un écoulement anisotrope que nous avons détaillé.

## II Expériences

Les tests de microindentation ont été réalisés entre 350 et 400°C avec des charges variant de 0,9 à 2,9 N sur des échantillons d'InP et de GaAs non dopés, polis miroir sur les deux faces. Les échantillons ont été placés sur des supports chauffants percés de façon à laisser la face opposée libre de déformation à l'aplomb de l'indentation. Nous avons observé les faces indentées et les faces opposées par microscopie optique et interférométrie optique en lumière blanche. Dans le cas du GaAs, la polarité des échantillons a été déterminée par diffraction électronique en faisceau convergent (CBED). Les dislocations ont été observées en microscopie électronique en transmission, en vue plane autour des sites d'indentations et sur des coupes transverses réalisées par faisceau d'ions focalisés (FIB) à travers le site d'indentation.

## III Discussion

La figure 1a montre la remontée de matière autour d'une indentation réalisée sous une charge de 0,9 N sur un échantillon d'InP. Cette remontée de matière se fait dans les plans inclinés. La figure 1b montre la déformation isotrope résultante sur la face opposée. Pour des charges de plus en plus importantes, la remontée de matière diminue alors que le mécanisme de poinçonnement devient prédominant. La mesure de la taille de la figure d'émergence de matière en face arrière nous a permis de remonter à une contrainte moyenne de cisaillement résolue de l'ordre de 20 MPa en accord avec des résultats déjà obtenus mais sur des échantillons massifs déformés en compression.

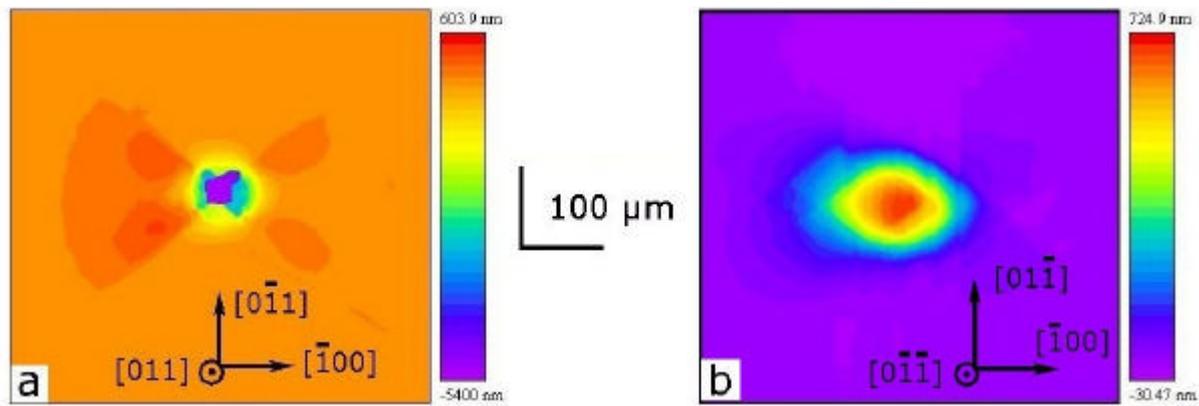


Fig. 1 : Images d'interférométrie en lumière blanche de (a) la face indentée et de (b) la face opposée d'un échantillon d'InP de 250  $\mu\text{m}$  indenté avec une charge de 0.9 N

Dans le cas du GaAs, la figure d'émergence de matière en face arrière n'est pas un losange comme dans le cas de l'InP mais uniquement un V qui indique qu'un seul type de dislocation a atteint la face arrière. En face avant, la remontée de matière est, elle aussi fortement anisotrope. La détermination de la polarité des échantillons par CBED nous a permis de vérifier que les dislocations atteignant la face arrière sont de type  $\alpha$ . Les dislocations  $\beta$ , 100 fois plus lentes que les  $\alpha$  dans le GaAs non dopé n'atteignent pas la face arrière et se décomposent en dislocations glissant dans les plans inclinés responsables de la forte remontée de matière. Nous présentons un modèle d'écoulement complet prenant en compte la différence de vitesse des dislocations  $\alpha$  et  $\beta$ .

#### Références :

- [1] L. Largeau, G. Patriarche, E. Le Bourhis et J. P. Rivière, Journal of Materials Science, 39 (2004) 943
- [2] L. Largeau, G. Patriarche, E. Le Bourhis, A. Rivière et J. P. Rivière, Philosophical Magazine, 83 (2003) 1653

## Etude des propriétés élasto-plastiques de titane et Ti-6Al-4V nitrurés par nanoindentation en section transverse

V. FOUQUET, E. LE BOURHIS, L. PICHON, M. DROUET, A. STRABONI

*Université de Poitiers, Laboratoire de Métallurgie Physique, UMR 6630 CNRS, SP2MI-Téléport 2-Bd Marie et Pierre Curie, B.P. 30179, 86962 Futuroscope-Chasseneuil Cedex, France*

### I Introduction

Les alliages "base titane" et plus particulièrement le Ti-6Al-4V sont largement utilisés dans l'industrie aéronautique et dans le domaine biomédical du fait de la combinaison de leurs bonnes propriétés mécaniques et de leurs faibles masses volumiques. Cependant la faible résistance des surfaces aux sollicitations mécaniques et à la corrosion montre qu'il est nécessaire d'améliorer les propriétés physico - chimiques des pièces en surface [1]. L'implantation par immersion plasma est une technique de traitement originale qui réalisée à basse température, permet de modifier les caractéristiques physico-chimique de la surface sans engendrer de pertes de propriétés mécaniques du massif. De plus, cette technique permet de traiter des pièces de géométrie complexe [2]. Afin d'obtenir des informations sur les propriétés mécaniques de surface, nous avons développé une procédure de mesure de nanoindentation instrumentée sur sections transverses et dont nous illustrerons quelques résultats.

### II Experiences

Les implantation par immersion plasma (N<sub>2</sub>-H<sub>2</sub>) ont été réalisés sur du titane et du Ti-6Al-4V (alliage commercial) à différentes températures. Nous décrivons dans ce résumé les résultats sur titane. Les études structurales ont été réalisées par DRX, MEB.. tandis que l'étude des propriétés mécaniques a été réalisée par nanoindentation instrumentée. Afin de déterminer les propriétés élasto-plastique (module élastique  $E_r$  et dureté  $H$ ) des surfaces traitées, nous avons réalisé des profils de nanoindentation sur la coupe transverse des échantillons de titane et de Ti-6Al-4V traités en soignant particulièrement le polissage des surfaces [3]. En effet, du fait du gradient de propriétés généré par le traitement, la préparation est délicate et nous avons mis en œuvre des techniques utilisées pour la préparation des lames minces de microscopie électronique. Un profil d'indents sous 10 mN a été réalisé dans un premier temps (figure). Enfin pour améliorer la résolution spatiale le profil est réalisé sous un angle de  $\sim 20^\circ$  et sous charge de 1 mN.

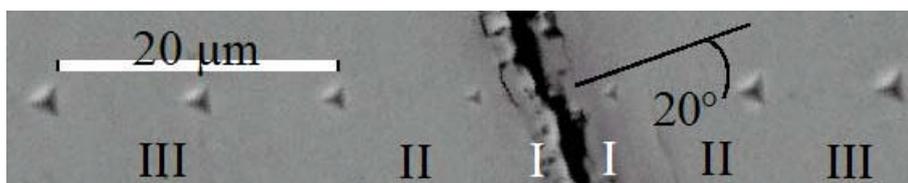


Fig. 1 : Observation MEB des indents réalisés sous 10 mN

### III Résultats et discussion

La figure MEB montre des indents de taille notablement différente suivant que l'on sonde la surface ou le cœur de l'échantillon. Les courbes donnant la force appliquée à l'indenteur en fonction de sa pénétration (obtenues sous une force maximale de 1 mN) montrent en effet que le traitement de nitruration conduit à de fortes variations dans la réponse mécanique. Par ailleurs, l'étude du profil de propriétés mécaniques et celui de composition montrent qu'il y a corrélation entre distribution d'azote et propriétés élasto-plastiques ( $H$  et  $E_r$ ). Enfin, cette étude permet de prédire des comportements tribologiques notablement différents par rapport aux substrats non traités puisque la charge critique pour initier la déformation plastique sous contact sphérique (émoussé) est proportionnelle à  $H^3/E^2$  [4,5].

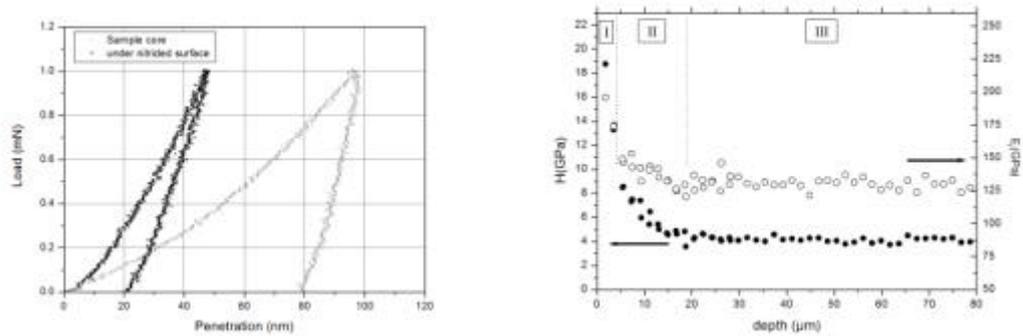


Fig. 2: Courbe de charge-décharge, profil de dureté et module d'indentation.

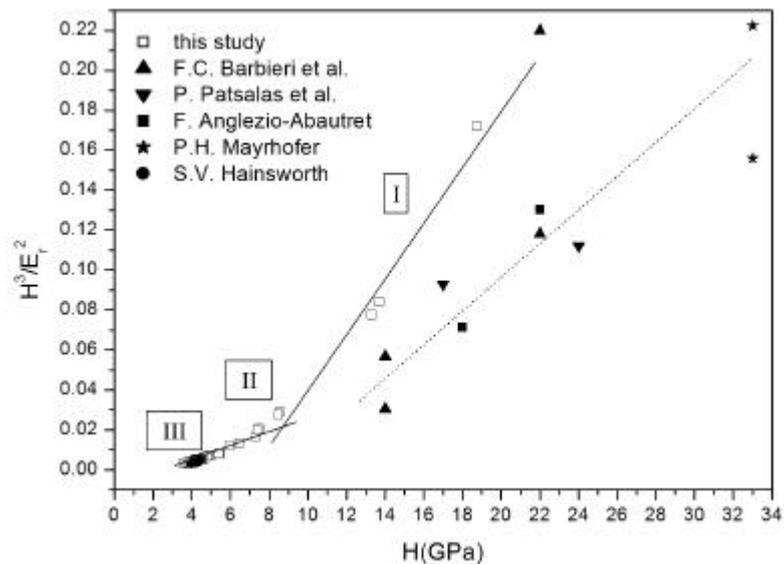


Fig. 3: Carte de  $H^3/E^2$  en fonction de la dureté pour les nitrures de Titane.

#### Références :

- [1] V. Fouquet, L. Pichon, M. Drouet, A. Straboni (2004) *Applied Surface Science* **221** 248
- [2] L. Marot, M. Drouet, Berneau, A. Straboni (2002) *Surface and Coating Technology* **156** 155
- [3] L. Marot, E. Le Bourhis, A. Straboni (2002) *Materials Letters* **56** 76
- [4] K.L. Johnson, *Contact Mechanics*, Cambridge University Press (1985).
- [5] V Fouquet, E Le Bourhis, L Pichon, M Drouet, A Straboni, *Scripta Materialia*, **51**, 899 (2004)

# Microstructure et comportement à l'abrasion d'alliages Ni-Cr(10%)-B-Si

S. LEBAILI<sup>A)</sup>, T. SAYAH<sup>A)</sup>, G. MARCON<sup>B)</sup>

<sup>a)</sup> Laboratoire de Science et Génie des Matériaux, Faculté de Génie Mécanique et Procédés U.S.T.H.B, B.P. 32 El Alia, Bab Ezzouar, Alger 16111, ALGERIE

<sup>b)</sup> Laboratoire de Thermodynamique et Physico-chimie Métallurgiques, UMR 5614, INPG, CNRS/UJF, BP 75, Domaine Universitaire, 38402 - Saint-Martin-d'Hères Cedex (France).

## 1 Introduction

Les alliages du type Ni-Cr-B-Si sont essentiellement hétérogènes. Ils sont constitués d'une matrice Ni $\gamma$  et de composés durs (CrB, Cr<sub>3</sub>B<sub>3</sub>, Ni<sub>3</sub>B, Ni<sub>5</sub>Si<sub>2</sub>, Ni<sub>3</sub>Si) qui améliorent les propriétés mécaniques et chimique [1]. Ils sont utilisés comme revêtement et ont fait l'objet de nombreuses études motivées principalement par leur intérêt industriel : corrosion, dureté et dilatation thermique [2]. Les études du comportement mécanique de ces alliages en corrélation avec les phases formées sont peu nombreuses. Dans ce travail, l'influence de l'addition d'une teneur constante de 10 % at. Cr à certains alliages Ni-B-Si a été examinée dans le but de déterminer: la nature et la séquence de formation des phases et leur corrélation avec les tests d'abrasion pratiqués dans des conditions d'utilisations industrielles.

## II Expériences

Les alliages sont élaborés à partir d'éléments purs massifs et d'alliage Ni-B16%, dans un four à arc sous argon. L'observation fine de la microstructure est réalisée par la microscopie électronique à balayage (MEB). La nature des phases formées est déterminée par la microsonde électronique (ME). Les essais d'abrasion sont du type trois corps à voie sèche, pratiqués sur des séries d'échantillons placés sur un plateau tournant avec une force nominale de 0.15 N et une vitesse linéaire de 0,4 m/s. L'abrasif utilisé est de l'Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> de taille 30-40  $\mu$ m.

## III Résultats et Discussion

Le tableau 1 rassemble les résultats des observations fines et analyses. Les alliages 1 et 2 présentent comme phase primaire majoritaire la solution solide Ni $\gamma$  occupant un taux surfacique de 80% et de 70%. Sa dureté est entre 190 et 210 Hv. Le borure eutectique CrB, de taille 15 à 20  $\mu$ m, se répartit uniformément dans les deux alliages à un taux surfacique de 15%. L'alliage 2 est constitué des borures eutectiques : CrB et Cr<sub>3</sub>B<sub>3</sub> dans une matrice Ni $\gamma$ .

Tableau 1 : Composition chimique, phases formées et températures obtenues.

Alliage (% at.)					Phases			Températures (°C)				
N°	Ni	B	Si	Cr	Primaire	Eutectiques						
1	70	10	10	10	Ni $\gamma$	CrB	Ni <sub>3</sub> B+Ni <sub>5</sub> Si <sub>2</sub>		1160	1100	965	
2	65	15	10	10	Ni $\gamma$	CrB	Cr <sub>3</sub> B <sub>3</sub>	Ni <sub>3</sub> B+Ni <sub>5</sub> Si <sub>2</sub>		1120	1050	980 960
3	55	15	20	10	CrB	Ni <sub>5</sub> Si <sub>2</sub>	Ni $\gamma$	Ni $\gamma$ +Ni <sub>3</sub> B+Ni <sub>5</sub> Si <sub>2</sub>		1100	1060	1040 950

Les résultats obtenus de la variation de la perte de masse cumulée par unité de surface abrasée dans les alliages en fonction du temps peuvent être décomposées en deux stades successifs : Le rodage qui s'étale jusqu'à 60 h de tests pour les alliages 1 et 2 à matrice Ni $\gamma$  suivit d'un stade secondaire d'usure stabilisée qui s'étend largement dans le temps. Par contre, dans l'alliage 3, les deux stades ne sont pas marqués et son usure évolue rapidement vers un stade tertiaire catastrophique [3]. Une autre forme linéaire, du rapport existant entre le taux d'usure et la durée des tests est présentée. Les alliages 1 et 2 débutent par un taux d'usure élevé de la matrice Ni $\gamma$  ductile de 11 à 15%. L'usure favorise la mise en relief et l'émergence des composés durs existants au fur et à mesure des tests (fig. 1-a).

L'alliage 3 a une structure métallurgique majoritairement formée des composés durs Ni<sub>5</sub>Si<sub>2</sub> (800-900Hv) en bâtonnets allongés (figure 1-b), du CrB (primaire et eutectique, >1700Hv) et peu de Ni $\gamma$  (190-210 Hv) ductile. Au début des tests d'abrasion ces composés durs sont directement mis en contact avec les particules abrasives et le demeurent jusqu'à la fin des essais.

A la fin des essais, l'alliage 2 présente les meilleurs résultats de résistance à l'abrasion avec un taux d'usure inférieur à 2%.

**Colloque SF2M Section-Ouest : Surfaces et Interfaces, indentation, rayage et abrasion, Angers, 16 et 17 mars 2005**

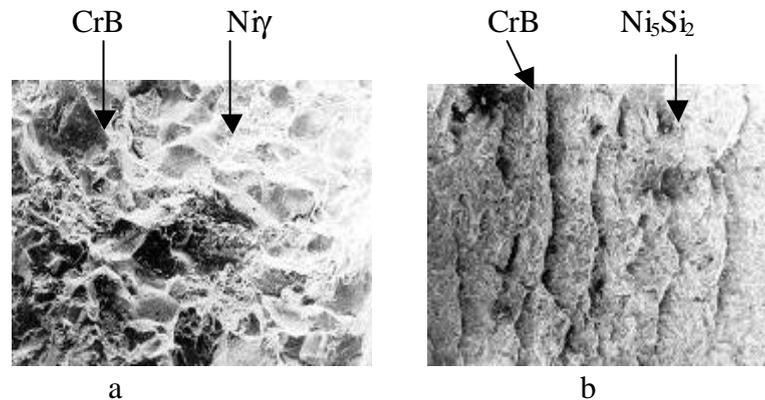


Fig. 1: Micrographies montrant l'état de surface et la morphologie de l'écoulement plastique après 120 h de tests d'abrasion (MEB-SED). a) Emergence des borures durs en surface (alliages 1 et 2). b) Surface homogène et lisse de l'alliage 3.

L'ensemble de résultats présentés permet de relier la structure métallurgique des alliages et les résultats de tests d'usure. Une partie importante de la résistance à l'abrasion réside dans la nature, la taille, la répartition et la localisation des composés durs dans une matrice plus ductile. Ainsi une matrice durcie par des précipités fins bien dispersés présente une meilleure tenue lors de l'abrasion. Pour ces alliages quaternaires à base Ni étudiés, l'alliage 2 contenant 10 % at. Cr, 15 % at. B, 10 % at. Si présente les meilleurs résultats de résistance à l'usure.

#### V Références:

- [1] S. Abdi, S. Lebailly, S. Hamar-Thibault, Addition effect of Iron in NiCrWSiBC, alloys. Phases and compartments, Materials engineering, 121-139 (2002) 1, 13
- [2] Q. Li, D. Zhang, T. Lei, C. Chen, W. Chen, Comparison of laser-clad and furnace-melted Ni-based alloy microstructures, Surface and Coatings technology, 122-135(2001) 137
- [3] H.J. Kim, S.Y. Hwang, C.H. Lee, Assessment of wear performance of flame sprayed and fused Ni-based coatings Surface and Coatings technology 262-269(2003) 172
- [4] M.S. Bingley, S. Schnee, A study of the mechanisms of abrasive wear for ductile metals under wet and dry three-body conditions, Wear, 50-61 (2005) 258

## Thermal profile evaluation of a silicon wafer in a rapid thermal chemical vapour deposition apparatus

P.O LOGERAIS<sup>1</sup>, MIHAELA GIRTAN<sup>1</sup>, L. AVRIL<sup>1</sup>, F. GONZZATTI<sup>2</sup>, ANNE BOUTEVILLE<sup>1</sup>,

<sup>1</sup>ENSAM- LPMI, Angers, France, <sup>2</sup>Qualiflow, Montpellier, France

Rapid Thermal Processing (RTP) is currently a very popular technology. It is widely used for many applications in semiconductor manufacturing processes including annealing (Rapid Thermal Annealing, RTA), oxidation (Rapid Thermal Oxidation, RTO) and chemical vapour deposition (Rapid Thermal Chemical vapour Deposition, RTCVD). RTP systems are single-wafer, cold wall chambers that utilize radiant heat sources to rapidly heat up the semiconductor substrate at high temperature and maintain it for a short length of time.

One of the main technological hurdles that RTP must overcome is that of heating the wafer uniformly.

The aim of this contribution is to evaluate the different ways used for the simulation of the heating of a silicon wafer by infrared lamps in a RTCVD system. The simulation results obtained, especially the temperature profiles of the wafer, are compared with experimental data.

The reactor of the RTCVD system used is cylindrical. The heating is performed with two banks of twelve tungsten-halogen lamps located above a quartz window on top of the reactor.

Numerical calculations are carried out through a computational fluid dynamics code CFD'ACE+ by using both discrete ordinate method (DOM) or Monte-Carlo method (MCM) of the radiation module.

Experimental results are obtained by heating a silicon wafer having thermocouples embedded along a wafer diameter.

Finally, we conclude by a comparison between both the approaches.



## Indentation cylindrique de matériaux revêtus en régime élasto – plastique : étude numérique par la méthode des éléments de frontières

N. T. NIANE<sup>\*)</sup>, R. KOUTAT NJIWA and J. von STEBUT

*Laboratoire de Science et Génie des Surfaces - Ecole des Mines, UMR CNRS 7570, INPL-UHP Nancy 1,  
Parc de Saurupt, 54042 Nancy Cedex, France*

Mot clé : Film / Substrat , indentation cylindrique, méthode des éléments de frontières, solide élasto – plastique.

### Résumé

L'indentation instrumentée est une technique expérimentale de plus en plus utilisée pour accéder aux propriétés mécaniques de surfaces ou de couches minces. Les paramètres couramment utilisés pour qualifier le matériau testé sont la charge appliquée, la profondeur de pénétration et les caractéristiques géométriques de l'empreinte résiduelle.

Dans le cas de matériaux revêtus, l'analyse élastique de l'état de contrainte dans l'échantillon a permis de mettre en évidence le rôle majeur du rapport de l'épaisseur du film sur le rayon de contact [1]. Ce dernier est fortement tributaire du rayon de courbure de l'indenteur. Il convient alors d'analyser l'impact de ce rayon de courbure sur la déformation plastique de l'échantillon.

Nous proposons une étude numérique du contact élasto-plastique cylindre/plan (2D) basée sur la méthode des éléments de frontières. Une charge maximale de 10N est appliquée aux poinçons de rayons 2, 20 et 200  $\mu\text{m}$  de caractéristiques mécaniques assimilables à celles du diamant. Le massif en acier est supposé avoir un comportement plastique parfait et est revêtu d'un film de DLC ou de chrome de 2 $\mu\text{m}$  d'épaisseur.

Dans un premier temps, du fait de sa limite d'élasticité élevée, nous considérons que durant le processus d'indentation, la déformation du film demeure élastique. Nous mettons en évidence l'effet du rayon de l'indenteur sur la déformation plastique du substrat et l'empreinte résiduelle. C'est ainsi que pour de faibles rayons, la déformation plastique s'initie à l'interface. Dans un second temps, nous prenons en compte la plasticité du film et analysons les modifications qu'elle induit sur le processus global de déformation.

### Références

[1] S. Colombe, thèse de doctorat de l'Institut National Polytechnique de Lorraine, (2004)

---

<sup>\*)</sup> niane@mines.inpl-nancy.fr



## Etude de l'endommagement des verres silicosodocalciques en indentation sphère/plan : comparaison entre la nanoindentation instrumentée et la microindentation

N. OUMAROU<sup>a</sup>, I. BOCCARA-RIAH<sup>a</sup>, F. CLEYMAND<sup>a\*</sup>, S. TESTU<sup>b</sup>, R. KOUTAT NJIWA<sup>a</sup>, et J. von STEBUT<sup>a</sup>.

<sup>a</sup> Ecole des Mines de Nancy, Laboratoire de Sciences et Génie des Surfaces, UMR CNRS 7570, parc Saurupt, F-54000 Nancy Cedex (France)

<sup>b</sup> Ecole des Mines de Nancy, Laboratoire de Physique des Matériaux, UMR CNRS 7556, parc Saurupt, F-54000 Nancy Cedex (France)

### Résumé

Les verres silicosodocalciques ( $\text{SiO}_2\text{-CaO-Na}_2\text{O}$ ) utilisés pour l'emballage ou pour les vitres ont un comportement fragile pouvant être néfaste pour leurs utilisations. L'amélioration de la ténacité de ce matériau est donc d'un enjeu économique primordial. Malgré l'importance technologique et scientifique de l'endommagement par fissuration des verres, les mécanismes d'initiation et de propagation des fissures au sein du réseau verrier restent encore mal connus. Dès lors, des efforts doivent être faits afin de mieux comprendre les mécanismes d'endommagement du verre à différentes échelles. C'est dans ce cadre que des essais d'indentation sous forte charge et des essais de nanoindentation instrumentée ont été réalisées, en contact sphère/plan, pour mettre en évidence expérimentalement l'influence du champ de contrainte induit par une trempe thermique sur :

- i) la formation des fissures de Hertz à une échelle micrométrique et sur
- ii) l'apparition d'un seuil de densification en nanoindentation.

Les échantillons étudiés sont des verres silicosodocalciques bruts d'élaboration, recuits et trempés. Les essais d'indentation (nanoindentation et microindentation) ont été effectués sur les différents verres et en particulier sur les différentes zones de contraintes résiduelles des verres trempés révélées par photoélasticité. La géométrie de contact choisie est une géométrie sphère/plan avec un rayon d'indenteur,  $R$ , de 200  $\mu\text{m}$  dans le cas de la microindentation et de 5  $\mu\text{m}$  dans le cas de la nanoindentation instrumentée.

Les essais de nanoindentation instrumentée ont été analysés par les méthodes d'Oliver et Pharr [1] et de Field et Swain [2] permettant ainsi de déterminer le module d'Young,  $E$ , la dureté en nanoindentation,  $H$ , et un « seuil de densification statistique » en fonction du champ de contrainte induit par le traitement thermique. Les résultats ont été comparés à ceux obtenus par les essais de microindentation instrumentée en émission acoustique pour lesquels nous avons déterminés la dureté Vickers,  $H_v$ , le facteur d'intensité des contraintes en mode ouvrant,  $K_{Ic}$  [3], et le rayon de contact théorique,  $a_{\text{hertz}}^{\text{théorique}}$  [4].

Cette comparaison des résultats d'indentation à différentes échelles en géométrie sphère/plan nous a permis de mieux comprendre le comportement mécanique du verre lors d'une sollicitation de contact.

### Références

- [1] Oliver et Pharr W.C. Oliver, G.M. Pharr, J. Mater. Res. 7 (6) (1992) 1564-1583
- [2]: J.S. Field, M.V. Swain. A simple predictive model for spherical indentation. J. Mater. Res., Vol. 8, N0.2, Feb 1993
- [3]: P.D. Warren, Determining the Fracture Toughness of Brittle Materials by Hertzian Indentation. Journal of European Ceramic Society 15 (1995) 201-207
- [4] H. Hertz, Hertz Miscellaneous Paper, Chapitres 5 and 6, Macmillan, Londres, 1896

\*E-mail:Cleymand@mines.inpl-nancy.fr



## Microindentation instrumentée sur barrières thermiques de 20 à 900°C

BRUNO PASSILLY<sup>A</sup>, RÉMY MÉVREL<sup>B</sup>

<sup>a</sup>ONERA – DMSC, BP 72, 92322 Châtillon Cedex – Tél 01 4673 4554 (bruno.passilly@onera.fr)

<sup>b</sup>ONERA – DMMP, BP 72, 92322 Châtillon Cedex – Tél 01 4673 4499 (remy.mevrel@onera.fr)

### I Introduction

Les techniques de microindentation instrumentée sont développées généralement pour des études menées à température ambiante [1]. Or il peut être intéressant, dans certains cas, de pouvoir explorer par cette technique les propriétés mécaniques locales à haute température. Ainsi, dans les barrières thermiques qui sont des systèmes multicouches [2] protégeant les aubes des turbines, le comportement mécanique de la couche de liaison, constituée d'un alliage  $\beta$ -NiAl(Pt), joue un rôle primordial pour l'intégrité du système en cyclage thermique. Or il serait difficile et fastidieux de caractériser sous forme d'éprouvette massive le matériau constituant cette couche de liaison (épaisseur: 50  $\mu$ m), d'autant plus que sa composition et sa microstructure évoluent à haute température en raison de phénomènes d'oxydation et d'interdiffusion. Pour caractériser de tels systèmes, certains groupes [3] ont développé des essais sur micro-éprouvettes prélevées dans ces barrières, avec les difficultés expérimentales afférentes. La microindentation instrumentée à chaud apparaît comme une technique particulièrement adaptée à l'étude de tels systèmes.

### II. Techniques expérimentales

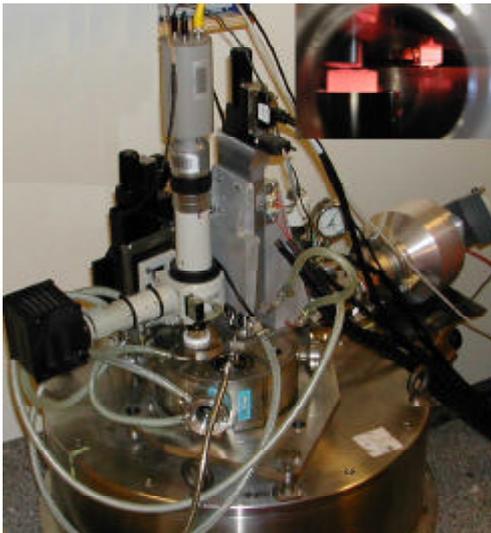


Fig. 1 : Equipement de microdureté instrumentée à chaud (1000°C)

La conception de prototypes de microindentation instrumentée à haute température est délicate et peu d'instruments semblent avoir été développés jusqu'à présent [4,5]. La recherche de solutions technologiques pour réaliser des mesures à faible charge ( $F_{\max} < 1N$ ), détecter des déplacements de quelques micromètres, assurer un positionnement de la pointe au micromètre près, et ceci sur un intervalle de température allant de l'ambiante jusqu'à plus de 900°C, est un défi. A la suite de la construction d'un premier prototype de microindentation instrumentée fonctionnant à température ambiante, nous avons conçu et réalisé un second équipement (fig. 1) permettant de mener des essais jusqu'à 1000°C [6], et récemment un troisième prototype pour un fonctionnement à 1200°C. Dans cette étude, nous présentons les trois équipements et des résultats obtenus avec les deux premiers.

Nous avons étudié par microindentation instrumentée, jusqu'à 900°C, les caractéristiques d'alliages  $\beta$ -NiAl(Pt). Pour ce faire, des alliages massifs ont été élaborés par fusion à l'arc et trois couples de diffusion ont été réalisés de façon à disposer d'un ensemble de compositions représentatives.

### III. Résultats

Les variations, en fonction de la composition, de la microdureté et du module d'élasticité à température ambiante seront présentées et discutées. La figure 2 montre en particulier une microdureté très élevée pour les faibles teneurs en aluminium et ceci est à relier avec la présence de martensite dans ce domaine.

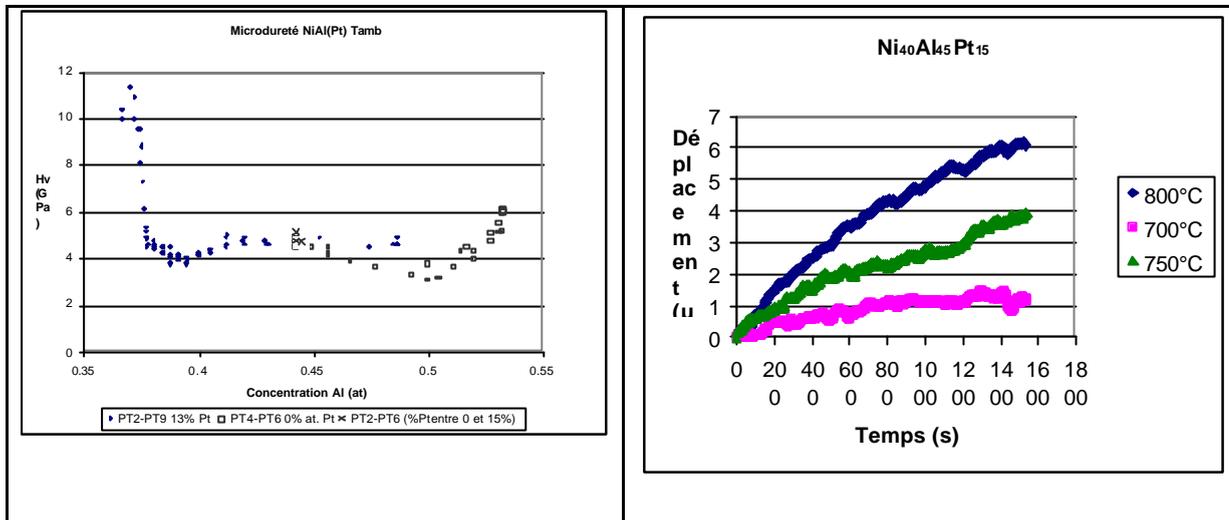


Fig. 2 : Variation de la microdureté d'alliages NiAl(Pt) en fonction de la composition en Al.

Fig. 3 : Variations du déplacement en fonction du temps dans un alliage Ni<sub>40</sub>Al<sub>45</sub>Pt<sub>15</sub> pour une charge imposée de 0,7 N entre 700°C et 800°C.

Les variations de microdureté en fonction de la température montrent que l'influence de la composition s'atténue à haute température.

Enfin, on illustrera les possibilités de la technique avec des essais réalisés en maintenant la charge imposée et en enregistrant le déplacement en fonction du temps (figure 3). Les caractéristiques ainsi obtenues sont susceptibles de fournir des informations sur le comportement des couches de liaison de barrières thermiques lors de cyclages thermiques.

### IV. Conclusion

Ces premiers résultats obtenus par microindention instrumentée jusqu'à 900°C démontrent l'intérêt de cette technique et les efforts vont désormais se focaliser sur l'exploitation des données pour déduire une loi de comportement de ces matériaux par une modélisation par éléments finis [7].

### Références :

- [1] Bhushan Bharat, "Nanomechanical Properties of solid surfaces and thin films ", *Handbook of Micro/Nano tribology* (1995) p 321-397
- [2] Mévrel R, " Barrières thermiques pour aubages de moteurs aéronautiques. Etat de l'art et perspectives " *La recherche aérospatiale* (1996), n°5-6, p381-392
- [3] D. Pan, M.W. Chen, P.K. Wright, K.J. Hemker, "Evolution of a diffusion aluminide bond coat for thermal barrier coatings during thermal cycling". *Acta Mater.* 51 (2003) 2205-2217.
- [4] Eldridge, J.I., "Elevated temperature fiber push-out testing ", *Material Research Soc. Symposium Proc.* (1995) p283-290.
- [5] Farber, B.Ya, Orlov V.I., Heuer A.H., " Energy Dissipation during high temperature displacement sensitive indentation in cubic zirconia single crystals ", *Phys. Stat. Sol.*(1997) 166 p115-126.
- [6] Passilly B, Jamet N, "Conception d'un moyen d'essai micromécanique à haute température piloté par Labview", *Actes des premières journées francophones sur la programmation graphique pour la mesure et l'automatisation avec le langage Labview*, ENSMA, (2003) pp215-220.
- [7] Kanouté P., Leroy F.H, Passilly B, " Mise au point d'un modèle d'évaluation des propriétés mécaniques des sous-couches de barrières thermiques " Rapport ONERA (2004) RTS 1/07667 DMSE.

## Etude de la formation du bourrelet autour des empreintes de nanoindentation

HERVE PELLETIER <sup>A)</sup>, JOËL KRIER <sup>A)</sup>, JEAN CHARLES ARNAULT <sup>B)</sup>

<sup>a)</sup> LISS, Institut National des Sciences Appliquées de Strasbourg, 24, Boulevard de la Victoire, F-67000 STRASBOURG, FRANCE

<sup>b)</sup> Laboratoire de Surfaces et Interfaces de Matériaux Avancés, DSM-DRECAM-SPCI, Bâtiment 462, F-91191 GIF sur YVETTE, FRANCE

Deux problèmes sont souvent associés à la technique de nanoindentation : (i) la définition de la géométrie de la pointe et (ii) le calcul de la profondeur de contact  $h_C$  réelle entre la pointe et la surface du matériau. Le premier problème a fait l'objet de nombreux travaux, tandis que la formation d'un éventuel bourrelet a souvent été observée dans le cas d'indentation d'une surface métallique par une pointe diamant de forme tétraédrique. On distingue, en général dans le cas de l'indentation normale quasi-statique, les modèles développés par Loubet [1], puis par Oliver et Pharr [2], enfin par Laval [3] sont couramment utilisés pour prendre en compte à la fois le défaut de pointe et la formation d'un bourrelet.

Dans ce travail, après une étude bibliographique sur la formation du bourrelet autour des empreintes d'indentation, nous présentons tout d'abord les résultats des travaux expérimentaux effectués sur plusieurs surfaces métalliques (Cu, Fe, Ni, Zn) en nanoindentation à profondeur imposée avec  $50 \leq h_T \leq 1000$  nm. Les courbes charge-déplacement sont analysées à l'aide des modèles de Oliver-Pharr [2] et de Laval [3]. Puis, des mesures AFM ont permis d'observer la topographie des empreintes résiduelles des indentations réalisées sur les surfaces métalliques. Ces mesures confirment que le modèle de Laval [3] surestime la hauteur du bourrelet quel que soit le matériau étudié.

Dans un second temps, nous présentons les résultats des simulations numériques du test d'indentation par la méthode des éléments finis. Nous montrons l'influence de la loi de comportement et en particulier de l'aptitude du matériau à s'écrouir, mais aussi de la présence du défaut de pointe ainsi que de la vitesse de déformation. En effet, les observations AFM montrent que le bourrelet est sensible à la charge appliquée (*effet de taille et défaut de pointe*) ainsi qu'à la vitesse de déformation. Des tests de nano-rayure montrent une formation de bourrelet plus importante qu'en indentation quasi statique [4].

Pour les métaux testés, dont la surface est préparée mécaniquement, la correction du modèle de Oliver-Pharr [2] est inutile pour le calcul de H et de E. La mécanique de formation du bourrelet est un phénomène complexe et, actuellement, aucun modèle ne peut réellement chiffrer de la profondeur de contact et donc corriger les valeurs mesurées. Ce dernier semble relié aux propriétés rhéologiques du matériau, notamment au facteur rhéologique et à l'écrouissage du matériau, ainsi qu'à la géométrie de la pointe utilisée. [1] J.L. Loubet, J.M. Georges, G. Meille, *Microindentation Techniques in Materials Science and Engineering*, ASTM STP 889, P.J. Blau and B.R. Lawn, Eds., ASTM, Philadelphia, (1986) p.72.

[2] W.C. Oliver and G.M. Pharr, *J. Mater. Res.*, 7 (1992) p.1564.

[3] P. Laval, Thèse en science et génie des Matériaux, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris (CEMEF), 1995

[4] H. Pelletier, Thèse de l'Université Louis Pasteur de Strasbourg, 2001

## Etude de la déformation moyenne en indentation et en rayure en fonction de l'angle d'attaque et du coefficient de frottement

HERVE PELLETIER <sup>A)</sup>, CHARLES-HENRI DAUNOIS <sup>A)</sup>, JOËL KRIER <sup>A)</sup>, CHRISTIAN GAUTHIER <sup>B)</sup>

<sup>a)</sup> LISS, INSA de Strasbourg 24, Boulevard de la Victoire, F-67000 Strasbourg

<sup>b)</sup> Institut Charles Sadron (ICS) UPR 22, 6 rue Boussingault, F-67083 Strasbourg cedex

### Résumé :

Le niveau de déformation au cours d'un essai d'indentation ou de rayure est imposé par la géométrie de l'indenteur utilisé. De manière générale, la déformation moyenne imposée est proportionnelle au rapport  $h/a$ , avec  $h$  la profondeur de contact et  $a$  le rayon de contact entre l'indenteur et la surface du matériau. Cette déformation moyenne est de plus en plus importante pour l'interprétation des courbes charge – enfoncement obtenues en indentation et en rayure, notamment dans les mécanismes de fissuration de matériaux massifs ou revêtus. Dans le cas de l'indentation normale quasi statique, la valeur de la déformation moyenne est exprimée par la relation suivante :  $\bar{\epsilon} = K \cdot \tan \mathbf{b}$ , avec  $\mathbf{b}$  l'angle d'attaque et  $K$  une constante variant de 0,2 à 0,3 [1, 2]. Le niveau de déformation est indépendant de la profondeur de pénétration,  $h_T$ , dans le cas des indenteurs pointus (coniques et pyramidaux), tandis que celui-ci augmente avec  $h_T$  dans le cas d'indenteurs sphériques.

En rayure, le niveau de déformation est supposé 5 fois plus important que celui estimé en indentation, expliquant la formation plus importante de bourrelets autour des empreintes résiduelles de rayure. En supposant un contact sans frottement et un comportement élastique parfaitement plastique, défini par le facteur rhéologique  $X = \frac{E}{\mathbf{s}_0} \tan \mathbf{b}$ , avec  $E$ ,

le module élastique et  $\mathbf{s}_0$ , la limite élastique du matériau, Bucaille [3] a montré à l'aide de la simulation numérique dans le cas d'un indenteur conique de demi angle au sommet  $\mathbf{q} = 70,2^\circ$  que la déformation moyenne en rayure est définie par les relations suivantes :  $\bar{\epsilon} = 0,412 \cdot \log(X)$  pour  $X < 200$  et  $\bar{\epsilon} = cste = 0,936$  pour  $X \geq 200$ .

Dans ce travail, nous avons réalisé des simulations numériques par la méthode des éléments finis du test de rayure (MSC MARC®). L'indenteur est modélisé par une sphère de rayon  $R$ . Pour deux rhéologies différentes correspondant à un matériau métallique ( $E/\mathbf{s}_0 = 527$ ) et à un matériau polymère ( $E/\mathbf{s}_0 = 35$ ), nous avons étudié le niveau de déformation plastique moyen sous l'indenteur lors de la phase initiale d'indentation et lors de la phase de rayure à vitesse constante ( $V = 8 \mu\text{m/s}$ ). Pour les deux rhéologies, nous avons supposé un écrouissage linéaire caractérisé par un module tangent  $E_T = E/10$ . Pour les deux rhéologies, la déformation plastique moyenne  $\bar{\epsilon}$  est décrite en fonction du rapport  $a/R$  et en fonction du facteur de frottement vrai entre la surface du matériau et l'indenteur sphérique. Le frottement est modélisé par une loi de Coulomb.

### Références :

- [1] K.L. Johnson, J. Mech. Phys. Solids., 18 (1970) p.115.
- [2] D. Tabor, Philos. Mag., A74 (1996) p.1207.
- [3] J.L. Bucaille, Thèse en science et génie des Matériaux, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris (CEMEF), 2001

## Etude de l'adhérence obtenue par thermocompression et dépôt PVD à l'interface alumine-platine

MICKAËL PIELLARD<sup>A)</sup>, FREDERIC BADAWI<sup>A)</sup>, ERIC LE BOURHIS<sup>A)</sup>, P.O RENAULT<sup>A)</sup>, RENE PRIERE<sup>B)</sup>

<sup>a)</sup> Université de Poitiers, Laboratoire de Métallurgie Physique, UMR 6630 CNRS, SP2MI-Téléport 2-Bd Marie et Pierre Curie, BP 30179, 86962 Futuroscope-chasseneuil Cedex, France

<sup>b)</sup> Auxitrol S.A., Aerospace Sensors Division, 5- allée Charles Pathé, 18941 Bourges Cedex, France

### I Introduction

Dans l'optique de la création d'un capteur capacitif haute température (i.e.>1000°C) pour l'aéronautique, un assemblage céramique-métal doit être envisagé par la société Auxitrol. Une première étape de choix des matériaux a été menée, déterminant le couple le plus susceptible de répondre aux sollicitations de fonctionnement (variations de températures, atmosphère...), et a abouti à l'alumine associée au platine. Différentes méthodes de fabrication sont envisageables : dépôts en couches minces (évaporation ou pulvérisation magnétron) et thermo-compression. Cette dernière constitue la voie industrielle la plus avantageuse. Nous avons voulu comparer l'adhérence Pt-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> obtenu par les deux voies.

### II Experiences

Les dépôts sont réalisés sur monocristaux d'alumine a orientés (0001) pour obtenir une relation d'orientation épitaxiale [1]. Cette épitaxie est recherchée pour augmenter l'adhérence de la couche au substrat. Les deux modes de dépôts permettent effectivement d'obtenir des dépôts de platine épitaxiés caractérisés par rayons X (figures de pôles, contraintes résiduelles...). L'adhérence est obtenue, en première approximation, selon la méthode dite de « surcouche » [2]. Cette méthode consiste à déposer une couche très mince du matériau dont on veut caractériser l'adhérence puis de le recouvrir d'une couche épaisse d'un matériau fortement contraint en compression équi-biaxiale. Sous une énergie élastique stockée suffisante, souvent proportionnelle à l'épaisseur de la surcouche, une délamination spontanée se produit entre le substrat et la couche mince. En première approximation, une application de la formule donnant l'énergie élastique stockée dans une couche contrainte équi-biaxialement, nous permet d'évaluer l'énergie d'adhérence [3], soit  $w_s$  l'énergie de surface :

$$w_s = \frac{(1 - \nu_f^2) h_f \sigma_r^2}{2E_f} . \text{ Avec } \nu_f \text{ et } E_f \text{ les coefficient de Poisson et module d'Young de la surcouche, } h_f \text{ son épaisseur et } \sigma_r$$

ses contraintes internes. Cette technique n'est, bien sûr, valable que pour des adhérences beaucoup plus faible entre le substrat et la couche mince qu'entre la couche mince et sa surcouche.

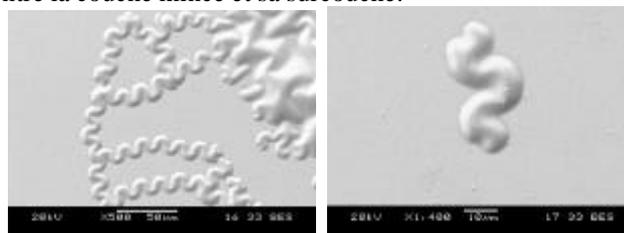


Fig. 1 : Délaminations en cordons de téléphones

Nous utilisons une surcouche de molybdène déposée par pulvérisation Au delà d'une certaine épaisseur une délamination en cordons de téléphones apparaît (fig1) ce qui nous permet d'évaluer l'énergie d'adhérence à quelques J.m<sup>-2</sup>.

Les thermo-compressions sont réalisées sous forme de sandwich Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/Pt/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> compressés à chaud dans une machine de fluage modifiée. Ces échantillons sont ensuite contraints en traction jusqu'à la rupture afin d'évaluer l'adhérence du contact céramique-métal. Les résultats montrent une forte dispersion des contraintes à la rupture pour des conditions de réalisation identiques. Cette dispersion a été caractérisée par une loi de Weibull [4], simulant la probabilité de survie d'un échantillon sous une contrainte d'arrachement donnée (fig. 2). Une première estimation nous donne aussi une énergie de surface de l'ordre du J.m<sup>-2</sup>. Cette forte adhérence est sans doute en très grande partie, due à la porosité ouverte de l'alumine dans laquelle le platine pénètre et crée une accroche mécanique.

**Colloque SF2M Section-Ouest : Surfaces et Interfaces, indentation, rayage et abrasion, Angers, 16 et 17 mars 2005**

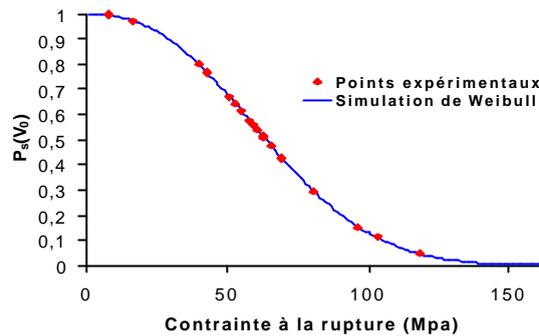


Fig. 2 : Courbe de probabilité de survie expérimentale et simulée (Weibull)

### III Discussion

Les premiers résultats permettent de penser que la thermocompression est une solution industrielle intéressante. Toutefois la dispersion des résultats soulève le problème de fiabilité du procédé et les valeurs chiffrées d'adhérence sont approximées. En effet, les premiers calculs semblent donner une égale adhérence aux deux techniques, mais ils sont perfectibles. Une analyse par éléments finis de l'énergie totale dissipée lors de la création d'un cordon est en cours et nous permettra de calculer plus précisément l'énergie d'adhérence des couches minces (fig. 3). Un calcul plus complet sera développé pour la traction des thermocompressés.

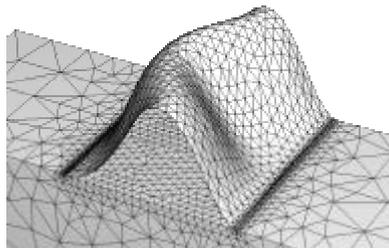


Fig. 3 : Modélisation par éléments finis d'une délamination en cordon de téléphone

### Références :

- [1] H. Zhou, Investigation of platinum films grown on sapphire (0 0 0 1) by molecular beam epitaxy, *Journal of Crystal Growth* 234 (2002) 561–568
- [2] A.A.Volinsky, Stress induced delamination methods for the study of adhesion of Pt thin films to Si, *Acta Materialia* 52 (2004) 2081–2093
- [3] D.B.Marshall, Measurement of adherence of residually stressed thin films by indentation, *Journal of Applied Physics* 56 (1984) 2632-2638
- [4] Do Won Seo, Tensile, bending and shear strength distributions of adhesive-bonded butt joint specimen, *Composites Science and Technology*, (2005) article in press

## Microstructure et sclérométrie d'alliages durs de type Ni-Cr-B-Si-C-W

T. SAYAH<sup>A)</sup>, S. LEBAILL<sup>A)</sup>, G. MARCON<sup>B)</sup>

<sup>a)</sup> *Laboratoire de Science et Génie des Matériaux, Faculté de Génie Mécanique et Procédés U.S.T.H.B, B.P. 32 El Alia, Bab Ezzouar, Alger 16111, ALGERIE.*

<sup>b)</sup> *Laboratoire de Thermodynamique et Physico-chimie Métallurgiques, UMR 5614, INPG, CNRS/UJF, BP 75, Domaine Universitaire, 38402 - Saint-Martin-d'Hères Cedex (France).*

### I Introduction

Les alliages durs de type NiCrBSiCW sont proposés comme remède aux problèmes de frottement et d'usure rencontrés dans la pratique industrielle. Ils sont utilisés comme revêtement sur des alliages de moindre valeur et font l'objet de nombreuses études motivées principalement par leurs intérêts technologiques : comportement à la corrosion à des températures élevées, dureté à chaud et à froid, dilatation thermique [1]. Ils sont constitués d'une matrice métallique ductile Ni $\gamma$  qui sert de liant dans lequel sont ajoutés des éléments (Cr, B, Si, C, W) susceptibles d'améliorer les propriétés mécaniques et chimiques en favorisant la formation de composés durs : carbures, borures et siliciures. Notre travail consiste à la caractérisation physicochimique de la microstructure complexe d'alliages élaborés et sa relation avec les tests du comportement en service du type sclérométriques.

### II Expériences

Les alliages sont élaborés dans un four à arc sous argon. La caractérisation physico-chimique des phases formées a été réalisée par microscopie et microsonde électroniques (MEB et ME). Les températures des transformations sont obtenues par ATD à Vr = 5°C/mn. Nous avons utilisé des tests de rayage pour la détermination des paramètres sclérométriques qui caractérisent la résistance à l'usure.

### III Résultats et discussion

Les résultats obtenus des observations microstructurales fines (MEB) et des analyses chimiques ponctuelles des phases formées dans les alliages types (ME), sont regroupés dans le tableau 1. Les composés durs formés dans une matrice Ni $\gamma$  ductile sont : les carbures M<sub>7</sub>C<sub>3</sub>, M<sub>6</sub>C, les borures : M<sub>3</sub>B<sub>3</sub>, Ni<sub>3</sub>B et le siliciure : Ni<sub>5</sub>Si<sub>2</sub> (fig.1). Ces phases se forment, avec des taux surfaciques variables, en primaire ou en agrégat eutectique biphasé, suivant la composition nominale de l'alliage (tableau1), et se dispersent au sein de la matrice Ni $\gamma$  (fig.1).

Tableau 1. Compositions chimiques, nature des phases et températures de transformations.

Alliage	Composition chimique					Phases formées		Températures des transformations (°C)		
	C	Si	B	Cr	W	Primaires	Eutectiques			
1	2,0	1,0	2,1	20	3,8	Ni ( $\gamma$ )	Ni ( $\gamma$ ), M <sub>7</sub> C <sub>3</sub> , M <sub>3</sub> B <sub>3</sub>	1300	1250	1190
2	4,6	3,0	3,0	25	0,0	M <sub>7</sub> C <sub>3</sub>	M <sub>7</sub> C <sub>3</sub> , Ni ( $\gamma$ ), Cr <sub>3</sub> B <sub>3</sub> , Ni <sub>3</sub> B	1270	1250	1050 1000
3	4,8	6,0	5,0	25	3,5	M <sub>6</sub> C	M <sub>6</sub> C, Ni ( $\gamma$ ), M <sub>7</sub> C <sub>3</sub> , M <sub>3</sub> B <sub>3</sub> , Ni <sub>5</sub> Si <sub>2</sub>	1240	1175	1065

Le modèle basé sur les essais d'indentation rectiligne, à charge imposée, a permis d'étudier les efforts agissants sur chacune des phases présentes (figure 1) à travers leurs réactions respectives sous l'action de l'indenteur. Les caractéristiques mécaniques : dureté, énergie de déformation, vitesse d'usure et volume déplacé des différentes phases ont été calculées et sont en bon accord avec d'autres travaux [3].

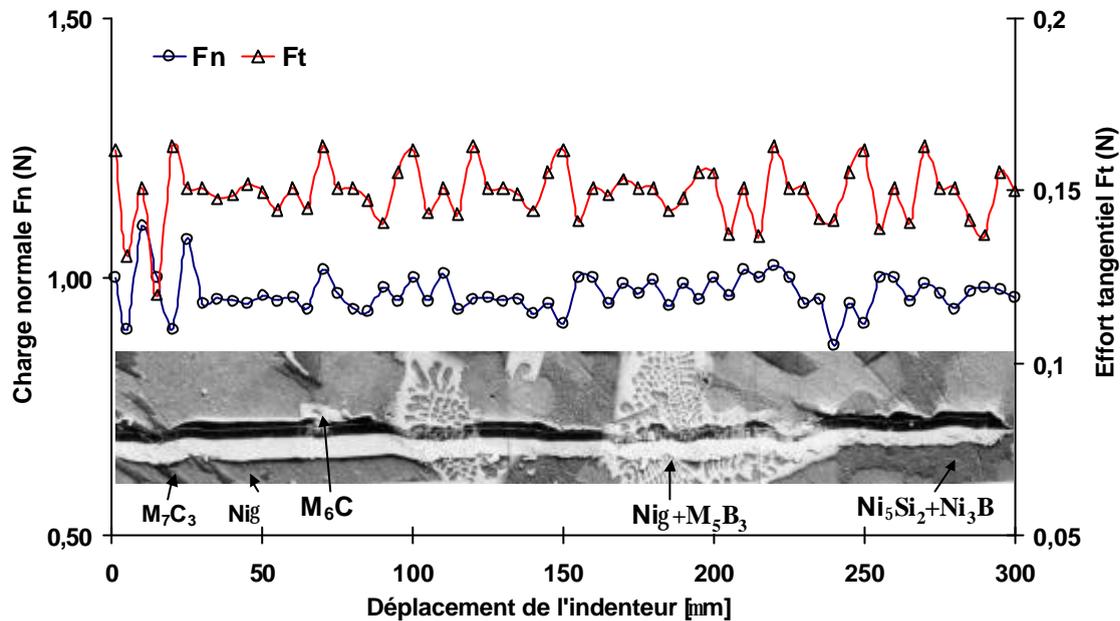


Fig. 1:- variation de la force tangentielle et de la charge appliquée en fonction du déplacement du pénétrateur lors du rayage.

- Microstructure complexe de l'alliage et Carbures, Borures et Siliciure formés.

Les résultats obtenus ont également, permis de mettre en évidence : la différence de comportement rhéologique présentée par la matrice et les composés durs formés dans les différents alliages étudiés. La vitesse de rayage n'a pas d'influence marquée sur la largeur du sillon. Elle est liée à l'effort normal imposé (figure 1). Une augmentation de la charge produit des efforts tangentiels correspondants et une diminution du coefficient de frottement apparent. La diminution de la charge produit une augmentation de la dureté au rayage et de l'énergie spécifique d'autant plus importante que ces charges sont faibles. Au contraire, une diminution de la vitesse de rayage produit une légère diminution de ces paramètres [4]. La largeur du sillon permet d'expliquer qualitativement les différences de comportement à l'usure des alliages. Ces résultats, combinés à la bonne connaissance de la structure métallurgique constituent des éléments de raisonnement pour la meilleure optimisation de ces alliages, à structure métallurgique complexe, destinés à résister à l'usure.

#### IV Références:

- [1] H.J. Kim, S.Y. Hwang, C.H. Lee, P. Juvanon, Assessment of wear performance of flame sprayed and fused Ni-based coatings, *Surface and Coatings technology* 262-269(2003) 172
- [2] S. Lafaye, C. Gauthier, R. Schirrer, A surface flow line model of a scratching tip: apparent and true local friction coefficients, *Tribology International* 38 (2005)113–127.
- [3] Hans Berns, Stefan Koch, High temperature sliding abrasion of a nickel-base alloy and composite, *Wear*, 225–229 (1999) 154–162
- [4] R. Ramesham, M.F. Rose, Growth of diamond thin films on nickel-base alloys, *Surface and Coatings Technology* 55-66 (1996) 79

## Contrôle des contraintes résiduelles dans des couches minces de MoCr par pulvérisation magnétron ionisée

JULIEN TRANCHANT, BENOIT ANGLERAUD, PIERRE-YVES TESSIER, MARIE-PAULE BESLAND, JEAN-PIERRE LANDESMAN, ABDOU DJOUADI

*Laboratoire des Plasmas et Couches Minces, Institut des Matériaux Jean Rouxel, UMR 6502 CNRS, Université de Nantes 44322 Nantes Cedex 3*

### I Introduction

Cette étude porte sur le contrôle des contraintes intrinsèques de l'alliage MoCr par pulvérisation magnétron ionisée utilisant un plasma secondaire créé par une antenne radio-fréquence (13.56 MHz). Ce procédé de dépôt original permet d'atteindre des taux d'ionisation d'espèces pulvérisées beaucoup plus élevés qu'en pulvérisation magnétron classique [1, 2]. Grâce au contrôle de la polarisation du substrat, de la puissance RF sur l'antenne et de la pression du gaz de décharge (argon), l'énergie des ions ainsi que leur flux peuvent être considérablement modifiés. Par conséquent, il est possible d'agir sur les contraintes résiduelles du film déposé et de mettre en œuvre de l'ingénierie de contraintes pour réaliser des micro objets tels que des micro ressorts [3, 4].

### II Procédures expérimentales

Le dispositif de dépôt est constitué d'une enceinte sous vide (vide résiduel avant dépôt compris entre  $10^{-6}$  et  $5.10^{-6}$  mbar) dans laquelle le substrat est posé sur un porte-substrat horizontal polarisable. La cible magnétron est à la verticale du substrat et une antenne (spire métallique parcourue par une puissance radio-fréquence à 13.56 MHz) est située entre la cible et le porte-substrat.

Les dépôts sont réalisés sur des échantillons de silicium mono cristallin d'orientation [100], à partir d'une cible composée de 80% de molybdène et 20% de chrome (en composition massique). La puissance appliquée sur la cible est fixée à 150W, le dépôt s'effectue à température ambiante et les épaisseurs de dépôt sont comprises entre 400 nm et 1  $\mu$ m. Les gammes de variation des paramètres expérimentaux sont :

- 5, 10, 25 et 50 mTorr pour la pression d'argon.
- -300 V, -100 V, potentiel flottant et 0 V pour la polarisation du substrat.
- 0 à 450 W pour la puissance sur l'antenne RF.

Les mesures de contraintes sont effectuées par la méthode de la courbure [5]. Cette dernière est mesurée par profilométrie ou par interférométrie optique (anneaux de Newton). Les contraintes résiduelles sont également mesurées par diffraction des rayons X. D'autre part, la spectroscopie d'émission optique a permis de faire un diagnostic in-situ du plasma.

### III Résultats

Les résultats expérimentaux montrent qu'à basse énergie de bombardement (haute pression ou polarisation du substrat proche de 0V) des contraintes en tension [6, 7] se développent. Elles sont liées aux forces attractives existant entre les colonnes de la microstructure du film (« relaxation aux joints de grain » [8]). Dans ces conditions expérimentales, la composition des couches est très proche de celle de la cible.

En revanche, à haute énergie de bombardement (basse pression ou polarisation négative élevée) des contraintes compressives sont générées par un processus de martèlement atomique (« atomic peening » [9]), qui densifie les couches. En outre l'augmentation de la tension de polarisation crée une repulvérisation sélective du chrome, plus léger que le molybdène, ce qui tend à augmenter le taux de molybdène dans les couches déposées. De plus, on constate dans ce cas une compétition entre dépôt et gravure qui conduit à une diminution de la vitesse de dépôt.

D'autre part, les premiers résultats sur l'influence de l'antenne radio-fréquence montrent que l'on obtient des contraintes de -2.8 GPa pour une pression d'argon de 50 mTorr et une polarisation du substrat de -80 V. On constate donc que le bombardement ionique augmente considérablement avec l'ajout de l'antenne radio-fréquence, offrant ainsi un meilleur contrôle des contraintes et une augmentation de la gamme de variation de celles-ci.

Ces résultats sont confirmés par spectroscopie d'émission optique. En effet, le rapport d'intensité des raies d'émission de Mo<sup>+</sup>/Mo, et donc le taux d'ionisation des atomes de molybdène, augmente linéairement avec la puissance sur l'antenne, et permet une maîtrise accrue de l'énergie de bombardement de ces espèces.

#### IV Conclusion

Les différents paramètres du procédé de pulvérisation magnétron ionisée permettent de contrôler les contraintes dans les films de MoCr. En particulier l'ajout de l'antenne radio-fréquence conduit à une ionisation plus importante des espèces pulvérisées, et donc un contrôle plus précis des contraintes. Une étude est en cours pour la détermination des constantes d'élasticité radio cristallographiques et des contraintes, par diffraction des rayons X et tests mécaniques. Les résultats de cette étude nous permettront de comparer les aspects micro- et macroscopique concernant les contraintes. En effet la réalisation de micro-dispositifs par ingénierie de contraintes nécessite une connaissance de ces deux aspects.

#### Références

- [1] B. Angleraud, P.Y. Tessier, «Improved film deposition of carbon and carbon nitride materials on patterned substrates by ionized magnetron sputtering », Surface and Coatings Technology 180-181, 59 (2004)
- [2] B. Angleraud, N. Mubumbila, P.Y. Tessier, « Effect of a r.f. antenna on carbon nitride films deposited by ionized r.f. magnetron sputtering », Diamond and Related Materials 12, 1093 (2003)
- [3] D.L. Smith, D.K.Fork, R.L. Thornton, A.S. Alimonda, C.L. Chua, C. Dunnrowicz, J. Ho, « Flip-chip bonding on 6 µm pitch using thin-film microspring technology », 1998 Electronic Components and Technology Conference, Seattle, USA
- [4] D.L. Smith, A.S. Alimonda, « A new flip-chip technology for high-density packaging », 1996 Electronic Components and Technology Conference, Orlando, USA
- [5] G.G. Stoney, Proc. Soc. London, A82, 172 (1909)
- [6] D.W. Hoffman, J.A. Thornton, « Internal stresses in sputtered chromium », Thin Solid Films, 40, 355 (1977)
- [7] D.W. Hoffman, J.A. Thornton, « Internal stresses in Cr, Mo, Ta and Pt films deposited by sputtering from a planar magnetron source », JVST, 20(3), 355 (1982)
- [8] H. Windischmann, Critical Reviews in Solid State and Materials Sciences, 17 (6), 547 (1992)
- [9] F.M. D'Heurle, J.M.E. Harper, «Note on the origin of intrinsic stresses in films deposited via evaporation and sputtering », Thin Solid Films, 171(1), 81 (1989)

## Analyse de l'usure superficielle de plaquettes durant une opération de tournage

B. VASQUES<sup>a)b)</sup>, R. LEROY<sup>a)</sup>, A. BOUCHOU<sup>c)</sup>, P. DONNADIEU<sup>b)</sup>, N. RANGANATHAN<sup>a)</sup>

<sup>a)</sup> LMR. Ecole polytechnique, Université de Tours, Département Productique, 7 rue Marcel Dassault, 37204 Tours

<sup>b)</sup> SAFETY Production SA, rue Henri Garih, 37230 FONDETTES

<sup>c)</sup> LMR. Ecole d'Ingénieur du Val de Loire, rue de la Chocolaterie, 41034 Blois

### Résumé

L'objectif de cette étude est de caractériser l'usure des faces de coupe et de dépouille des plaquettes de carbure de tungstène lors d'opérations de tournage. Cette caractérisation utilise une technique de mesure tridimensionnelle. Le matériel de mesure employé est un profilomètre WYKO-NT1100 qui utilise le principe de l'interférométrie en lumière blanche [1-2].

La machine outil utilisée est un tour SOMAB UNIMAB 500. La matière usinée est un acier inoxydable austénitique (316L). Les conditions de coupe sont : pour une vitesse de coupe de 100 (m/min), avance de 0.09 mm/tr et pour une vitesse de coupe de 150 m/min, avance de 0.06 mm/tr. La profondeur de passe est de 0.8 mm. Trois types de plaquettes sont testés. Ces plaquettes ont des revêtements différents et seront notées type A, B et C.

Deux types de mesures ont été effectués :

- des relevés sur la face de coupe pour visualiser le type et profile d'usure,
- des relevés sur la face de dépouille pour mesurer l'usure d'arête sur une surface de (0,62 x 0,47) mm<sup>2</sup>.

### Résultats

Le graphe suivant donne les valeurs d'usure en dépouille ( $v_b$ ) mesurée actuellement à partir d'une binoculaire associée à un logiciel de traitement d'image.

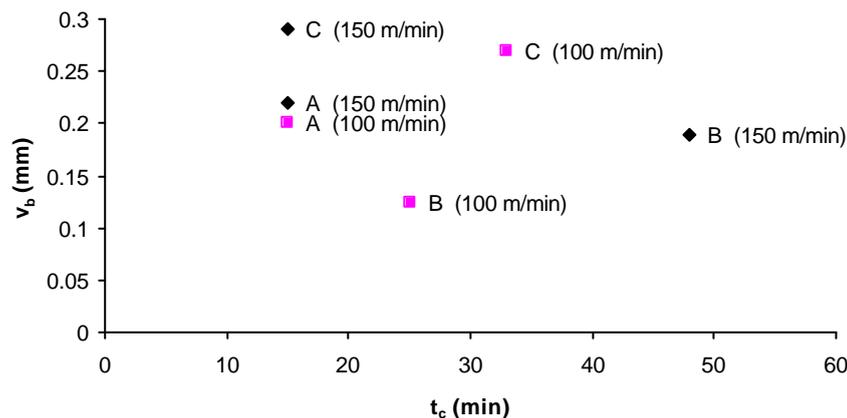


Figure 3: évolution de l'usure en dépouille des plaquette A, B et C pour deux vitesses de coupes.

Ces mesures ont été comparées avec celles réalisées à l'aide du profilomètre 3D. La figure 2 indique les valeurs d'usure en dépouille relevées sur les profilogrammes de la plaquette A, pour les conditions d'usinage décrites au tableau 1.

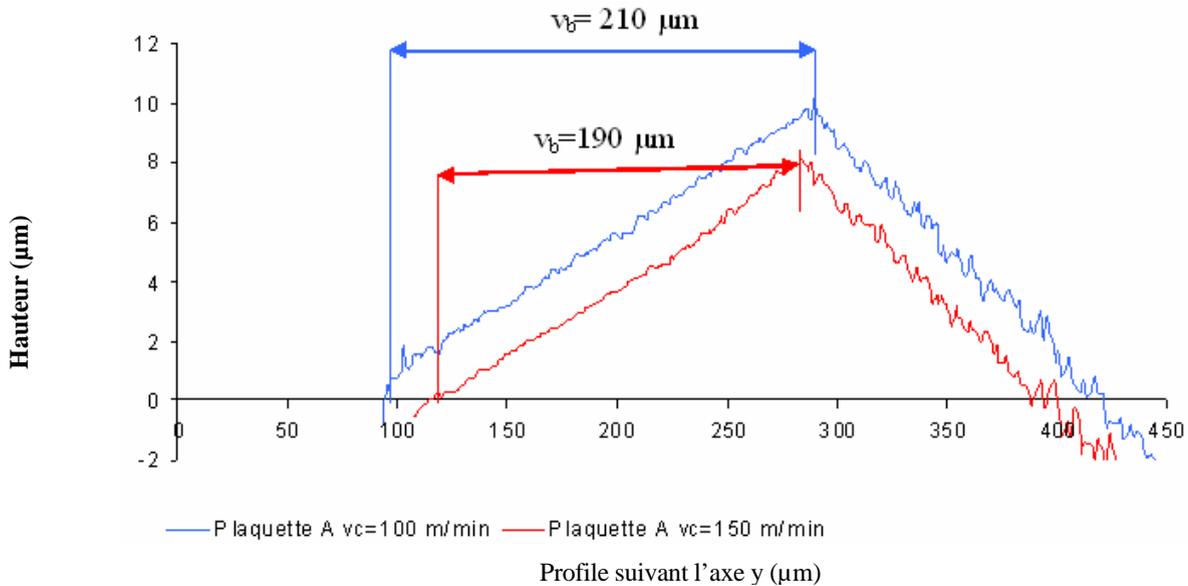


Figure 4: Mesure de l'usure en dépouille  $v_b$  à partir des courbes de profil de la plaquette A, avec  $v_c=100$  m/min et  $v_c=150$  m/min.

Tableau 1: Caractéristiques expérimentales et résultats.

Matière	Plaquette	$v_c$	$a_p$	$f_z$	$t_c$	$v_b$ (mm) (binoculaire)	$v_b$ ( $\mu\text{m}$ ) (profilo)
316L (acier inox austénitique)	A	100	0,8	0,09	15	0,2	210
		150		0,06	15	0,22	190
	B	100		0,09	25	0,12-0,13	130
		150		0,06	48	0,19	145
	C	100		0,09	33	0,27	180
		150		0,06	15	0,29	200

$a_p$  : profondeur de passe en (mm)  
 $v_c$  : vitesse de coupe en (m/min)  
 $f_z$  : avance (mm/tr)

$t_c$  : temps de contact matière en (min)  
 $v_b$  : usure sur la face de dépouille (mm)

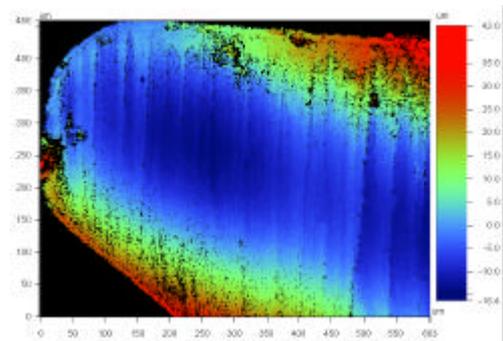
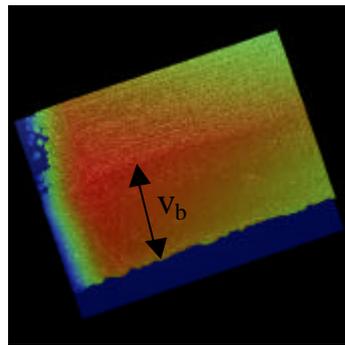
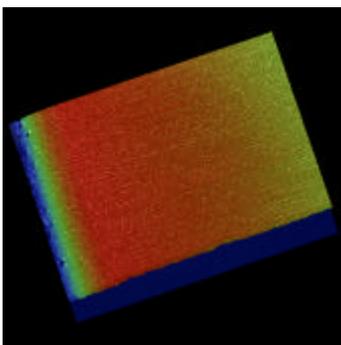


Figure 3: Image 3D de la face de dépouille, avant usinage,  $R_a=1,95\mu\text{m}$ . Plaquette A.

Figure 4: Image 3D de la face de dépouille, après usinage,  $v_c=150$  m/min, temps de contact 15 min,  $R_a=1,12\mu\text{m}$  pour une zone de largeur  $v_b$ . Plaquette A.

Figure 5: Analyse 2D de la face de coupe de la plaquette A,  $v_c=150$  m/min, après glissement du copeau.

La figure 4 montre l'image tridimensionnelle de l'usure en dépouille ( $v_b$ ) après usinage à une vitesse de coupe de 150 m/min. Sur la figure 5, les rayures nous renseignent sur le sens de glissement du copeau et sur la zone affectée par ce glissement.

Colloque SF2M Section-Ouest : Surfaces et Interfaces, indentation, rayage et abrasion, Angers, 16 et 17 mars 2005

## Discussion

Cette étude montre que l'interférométrie en lumière blanche est une technique de mesure pertinente pour analyser l'évolution du profil d'usure des plaquettes au cours de l'usinage. Cette technique permet de caractériser avec précision la variation de la rugosité des surfaces après différentes opérations de coupe.

L'usure en dépouille, qui se situe sur les flancs de l'arrête de coupe, est principalement due à un mécanisme d'usure par abrasion.

Les premières analyses montrent des différences entre les plaquettes A, B et C. Les barrières de comportement thermiques des revêtements semblent générer des phénomènes de déformation plastique, associées à des usures en dépouilles.

## Références :

- [1] A. Devillez, S. Lesko, W. Mozer, Cutting tool crater wear measurement with white light interferometry, *Wear* 256 (2004) 56-65.
- [2] Ty G. Dawson, Thomas R. Kurfess, Quantification of tool wear using white light interferometry and three-dimensional computational metrology, *International Journal of Machine Tools & Manufacture* 45 (2005) 591-596.



## Propriétés mécaniques, effets de taille dans des multicouches W/Cu

P. VILLAIN, D. FAURIE, P.-O. RENAULT, E. LE BOURHIS, P. GOUDEAU, K.F. BADAWI

Laboratoire de Métallurgie Physique UMR 6630 CNRS/Université de Poitiers, SP2MI, BP 30179, 86962 Futuroscope Chasseneuil CEDEX

### I Introduction

Dans les matériaux nanocristallisés, l'accroissement de la contribution des surfaces entraîne des modifications des propriétés mécaniques par rapport à l'état massif. Afin d'étudier plus particulièrement l'effet de taille sur la réponse élastique du tungstène nanométrique, nous avons élaboré des multicouches W/Cu par pulvérisation ionique sur substrats Si(001) (épaisseur 650  $\mu\text{m}$ ) et éprouvettes de traction en Kapton HN (polyimide, épaisseur 125  $\mu\text{m}$ ). Les valeurs nominales de la période  $\Lambda$  sont de 3, 6 et 24 nm avec équi-épaisseur de W et Cu, pour une épaisseur totale de 220 à 240 nm. Les constantes d'élasticité du tungstène ont été déterminées au moyen d'une méthode originale associant diffraction des rayons X (DRX) et déformation uniaxiale in situ ; un adoucissement du module d'Young du tungstène a ainsi été observé dans le cas de la multicouche de plus faible période [1]. Cet adoucissement est certainement lié à un effet de taille mais aussi à l'incorporation de cuivre dans le tungstène par *Surface alloying* [2], phénomène mis en évidence par des mesures EXAFS [3]. Nous avons également analysé l'initiation de fissures dans ces multicouches en fonction de la période lors d'un essai de traction, ainsi qu'à la réponse mécanique de ces systèmes (élasticité et dureté) lors d'essais d'indentation instrumentée. Ces derniers résultats font l'objet de cette communication.

### II Résultats expérimentaux

Au cours des essais de déformation uniaxiale in situ réalisés avec les multicouches déposées sur Kapton, la déformation élastique dans les sous-couches de tungstène a été calculée à partir des courbes en  $\sin^2\psi$  [4] pour chaque niveau de la contrainte globale appliquée. La fig.1a) présente les courbes ( $\epsilon$ ,  $\sigma$ ) ainsi obtenues ; on observe qu'au-delà une valeur-seuil de la contrainte, la déformation mesurée par DRX n'augmente plus avec la charge appliquée. Des observations ex-situ, par microscopie optique, de la surface des couches ont mis en évidence un réseau de fissures perpendiculaires à l'axe de traction, régulièrement espacées, sur toute la longueur utile des éprouvettes. La surface irradiée ( $\approx 1 \text{ mm}^2$ ) incluant de nombreuses fissures, la déformation mesurée est alors une moyenne entre des zones adhérentes qui continuent à se déformer et des régions relaxées au bord des fissures. La valeur maximale de la déformation augmente très significativement avec la période, de 0,4% pour  $\Lambda = 3 \text{ nm}$  à 1,1% pour  $\Lambda = 24 \text{ nm}$ .

Les essais de nanoindentation instrumentée effectués dans les multicouches déposées sur silicium nous ont permis d'analyser l'évolution du module réduit  $E_r = E/(1-\nu^2)$  et de la dureté H en fonction de la profondeur de pénétration de l'indenteur, pour les trois multicouches. On peut constater sur la fig.1b) que le module diminue légèrement lorsque  $\Lambda$  décroît. De même, la dureté de la multicouche de plus faible période est légèrement inférieure aux autres ( $\sim 10\%$ ).

### III Discussion

Un effet de taille (épaisseur) sur la résistance à la rupture des multicouches W/Cu a été mis en évidence. La diminution de la résistance à la rupture lorsque la période décroît peut en partie s'expliquer par le rôle des contraintes résiduelles : en effet, les couches de tungstène « brutes d'élaboration » sont soumises à de fortes contraintes résiduelles de compression dont l'amplitude diminue avec la période (de 5,1 GPa pour  $\Lambda = 24 \text{ nm}$  à 1,7 GPa pour  $\Lambda = 3 \text{ nm}$ ).

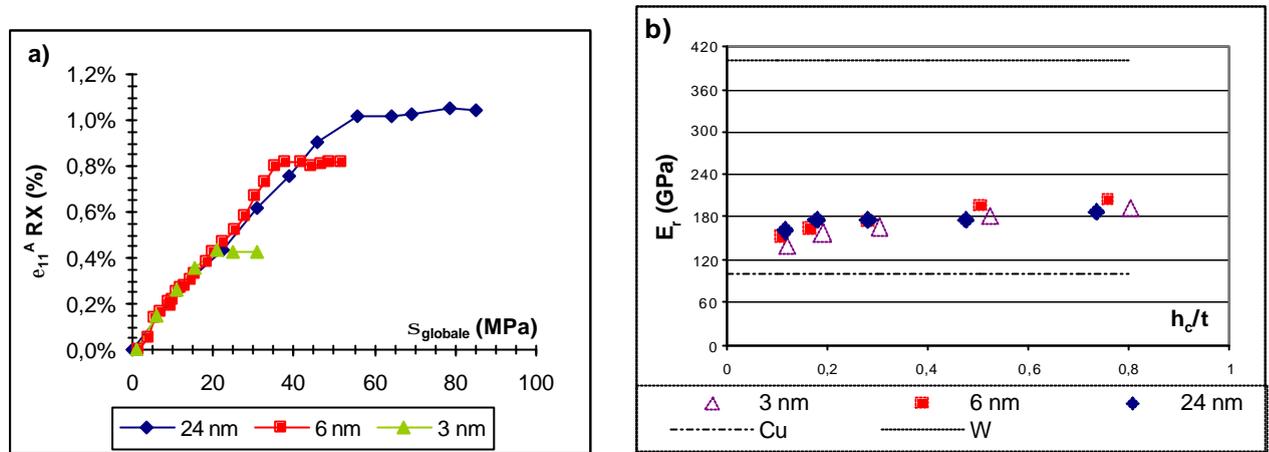


Fig. 1 : Réponse mécanique des 3 multicouches en fonction de la période

- a) Déformation élastique mesurée par DRX dans les sous-couches W en fonction de la contrainte appliquée  
 b) Module réduit  $E_r$  en fonction de la profondeur de pénétration de l'indenteur

Il en est de même pour la contrainte globale déduite de la méthode de la flèche (1,5 GPa aux grandes périodes et 0,2 GPa aux faibles périodes). Le cuivre semble donc être en tension et le différentiel de contraintes résiduelles entre les deux types de couche diminue fortement lorsque la période devient faible (3,6 à 1,5). L'effet de mélange du Cu dans les couches de W peut expliquer cette diminution de contrainte résiduelle et ainsi faciliter la propagation des fissures au travers des interfaces bien qu'elles soient en plus grand nombre [5]. La fissuration n'est observée que pour l'essai de traction (cisaillement aux interfaces) alors que, à charge maximale (300 mN), l'indentation ne génère pas de fissures.

Le module d'indentation élastique moyen de la multicouche déterminé par nanoindentation semble peu sensible à la période ; en revanche, il est dans les trois cas largement inférieur à la valeur donnée par la loi de mélange pour un système constitué de 50% W et 50% Cu en volume (~250 GPa, Fig.1b).

## Références :

- [1] P. Villain, P. Goudeau, P.-O. Renault, K.F. Badawi, Size effect on intragranular elastic constants in thin tungsten films, *Appl. Phys. Lett.* 81 (2002) 4365
- [2] X.K. Shu, P. Jiang, J.G. Che, Surface alloying of immiscible metals induced by surface state shift, *Surface Science* 545 (2003) 199
- [3] P. Goudeau, P. Villain, T. Girardeau, P.-O. Renault, K.F. Badawi, Elastic constant investigation by X-ray diffraction of in situ deformed metallic multilayers, *Scripta Mat.* 50 (2004) 723
- [4] V. Hauk, *Structural and residual stress analysis by non destructive methods: evaluation, application, assessment*; Elsevier, 1997
- [5] C. Mendibide, J. Fontaine, P. Steyer, C. Esnouf, Dry sliding wear model of nanometer scale multilayered TiN/CrN PVD hard coatings, *Tribology Letters* 17 (4) (2004) 779

### PARTICIPANTS

<b>ALEXIS</b>	Joël	ENI de Tarbes - Laboratoire Génie de Production	65000	TARBES		<a href="mailto:alexis@enit.fr">alexis@enit.fr</a> < <a href="mailto:alexis@enit.fr">alexis@enit.fr</a> >
<b>AUBERT</b>	Pascal	Université d'Evry - Val d'Essonne LMN	91027	EVRY		<a href="mailto:pascal.aubert@univ-evry.fr">pascal.aubert@univ-evry.fr</a>
<b>BENAYOUN</b>	Stéphane	ENSAM CER Angers	49035	ANGERS Cedex 01		<a href="mailto:stephane.benayoun@angers.ensam.fr">stephane.benayoun@angers.ensam.fr</a>
<b>BERGHEAU</b>	Jean-Michel	LTDS UMR 5513 - CNRS/ELL /ENISE	42023	SAINT ETIENNE Cedex 2		<a href="mailto:bergheau@enise.fr">bergheau@enise.fr</a>
<b>BERNARD</b>	Denis	ENSAM CER Angers	49035	ANGERS Cedex 01		<a href="mailto:2003-1042@etudiants.ensam.fr">2003-1042@etudiants.ensam.fr</a>
<b>BERNIER</b>	Sébastien	ENSAM CER Angers	49035	ANGERS Cedex 01		<a href="mailto:2003-1044@etudiants.ensam.fr">2003-1044@etudiants.ensam.fr</a>
<b>BESLAND</b>	Marie-Paule	Institut des Matériaux Nantes - LPCM	44322	NANTES Cedex 03		<a href="mailto:Marie-Paule.Besland@cnsr-imn.fr">Marie-Paule.Besland@cnsr-imn.fr</a>
<b>BITOUN</b>	Laura	ENSAM CER Angers	49035	ANGERS Cedex 01		<a href="mailto:2003-3028@etudiants.ensam.fr">2003-3028@etudiants.ensam.fr</a>
<b>BORRAT-MICHAU</b>	Pierre	ENSAM CER Angers	49035	ANGERS Cedex 01		<a href="mailto:2003-1065@etudiants.ensam.fr">2003-1065@etudiants.ensam.fr</a>
<b>BOUZID</b>	Saïd	LOA - Département d'Optique et de mécanique de Précision	19000	SETIF	Algérie	<a href="mailto:said_bouzid@yahoo.fr">said_bouzid@yahoo.fr</a>
<b>BRAUD</b>	Olivier	ENSAM CER Angers	49035	ANGERS Cedex 01		<a href="mailto:2003-1078@etudiants.ensam.fr">2003-1078@etudiants.ensam.fr</a>
<b>BRETAGNE</b>	Antoine	ENSAM CER Angers	49035	ANGERS Cedex 01		<a href="mailto:2002-1093@etudiants.ensam.fr">2002-1093@etudiants.ensam.fr</a>
<b>BRY</b>	Francois	ENSAM CER Angers	49035	ANGERS Cedex 01		<a href="mailto:2002-1100@etudiants.ensam.fr">2002-1100@etudiants.ensam.fr</a>
<b>BUCAILLE</b>	Jean-Luc	ROLEX	1211	GENEVE 26	Suisse	<a href="mailto:jean-luc.bucaille@rolex.com">jean-luc.bucaille@rolex.com</a>
<b>CARRE</b>	Patrick	LET2E - Université Bretagne Sud	56321	LORIENT Cedex		<a href="mailto:patrick.carre@univ-ubs.fr">patrick.carre@univ-ubs.fr</a>
<b>CARRON</b>	Denis	LET2E - Université Bretagne Sud	56321	LORIENT Cedex		<a href="mailto:denis.carron@univ-ubs.fr">denis.carron@univ-ubs.fr</a>
<b>CELIER</b>	Martin	ENSAM CER Angers	49035	ANGERS Cedex 01		<a href="mailto:2003-1101@etudiants.ensam.fr">2003-1101@etudiants.ensam.fr</a>
<b>CHANSON</b>	Jérôme	ENSAM CER Angers	49035	ANGERS Cedex 01		<a href="mailto:2003-1106@etudiants.ensam.fr">2003-1106@etudiants.ensam.fr</a>
<b>CHARLEUX</b>	Ludovic	LTPCM - INPG - CNRS	38402	SAINT MARTIN d'HERES Cedex		<a href="mailto:ludovic.charleux@ltpcm.inpg.fr">ludovic.charleux@ltpcm.inpg.fr</a>
<b>CHATEL</b>	Sébastien	ESSILOR International	94106	SAINT MAUR DES FOSSES		<a href="mailto:chatels@essilor.fr">chatels@essilor.fr</a>
<b>CHAUDHRI</b>	Munawar	Cavendish Laboratory, University of Cambridge		CAMBRIDGE	Royaume Uni	<a href="mailto:mmc11@phy.cam.ac.uk">mmc11@phy.cam.ac.uk</a>
<b>CHEMIN</b>	Nicolas	Surface du Verre et Interfaces UMR 125 CNRS	93303	AUBERVILLIERS Cedex		<a href="mailto:nicolas.chemin@saint-gobain.com">nicolas.chemin@saint-gobain.com</a>
<b>CORMIER</b>	Ghislain	ENSAM CER Angers	49035	ANGERS Cedex 01		<a href="mailto:2003-7024@etudiants.ensam.fr">2003-7024@etudiants.ensam.fr</a>
<b>DELAUNE</b>	Julien	ENSAM CER Angers	49035	ANGERS Cedex 01		<a href="mailto:2003-1149@etudiants.ensam.fr">2003-1149@etudiants.ensam.fr</a>
<b>DOLLET</b>	Benoit	ENSAM CER Angers	49035	ANGERS Cedex 01		<a href="mailto:2003-1171@etudiants.ensam.fr">2003-1171@etudiants.ensam.fr</a>
<b>DONNADIEU</b>	Pierre	Safety	37230	FONDETTES		<a href="mailto:pierre.donnadieu@groupe-safety.com">pierre.donnadieu@groupe-safety.com</a>
<b>DUBEGNY</b>	Christophe	Schaefer Techniques	91620	NOZAY		<a href="mailto:info@schaefer-tech.com">info@schaefer-tech.com</a>
<b>DUPE</b>	Erwan	LET2E - Université Bretagne Sud	56321	LORIENT Cedex		<a href="mailto:erwan.dupe@univ-ubs.fr">erwan.dupe@univ-ubs.fr</a>

<b>EL GHOUL</b>	Amine	ENSAM CER Angers	49035	ANGERS Cedex 01	<a href="mailto:2003-1193@etudiants.ensam.fr">2003-1193@etudiants.ensam.fr</a>
<b>FADTE</b>	Girish	ENSAM CER Angers	49035	ANGERS Cedex 01	<a href="mailto:2003-7803@etudiants.ensam.fr">2003-7803@etudiants.ensam.fr</a>
<b>FAJFROWSKI</b>	Michel	MTS Systèmes	94000	CRETEIL	<a href="mailto:michel.fajfrowski@mts.com">michel.fajfrowski@mts.com</a>
<b>FALIJY</b>	Lisa	ENSAM CER Angers	49035	ANGERS Cedex 01	<a href="mailto:2003-7041@etudiants.ensam.fr">2003-7041@etudiants.ensam.fr</a>
<b>FAURIE</b>	Damien	LMP - UMR 6630 - Université de Poitiers	86962	ANGERS Cedex 01 FUTUROSCOPE CHASSENEUIL Cedex LA ROCHELLE	<a href="mailto:damien.faurie@etu.univ-poitiers.fr">damien.faurie@etu.univ-poitiers.fr</a>
<b>FEAUGAS</b>	Xavier	LEMMA - Université La Rochelle	17042	Cedex 1	<a href="mailto:xavier.faugas@univ-lr.fr">xavier.faugas@univ-lr.fr</a>
<b>FELDER</b>	Eric	CEMEF UMR 7635 - Ecole des Mines de Paris	6904	SOPHIA ANTIPOLIS Cedex	<a href="mailto:eric.felder@ensmp.fr">eric.felder@ensmp.fr</a>
<b>FENDRI</b>	Samir	ENSAM CER Angers	49035	ANGERS Cedex 01	<a href="mailto:2002-3016@etudiants.ensam.fr">2002-3016@etudiants.ensam.fr</a>
<b>FOURNIER DIT CHABERT</b>	Florent	Ecole Polytechnique de l'Université de Nantes	44306	NANTES Cedex 3	<a href="mailto:florent.fournierditchabert@polytech.univ-nantes.fr">florent.fournierditchabert@polytech.univ-nantes.fr</a>
<b>FRANCILLETTE</b>	Henri	INSA Rennes	35043	RENNES Cedex	<a href="mailto:henri.francillette@insa-rennes.fr">henri.francillette@insa-rennes.fr</a>
<b>FRICHETEAU</b>	Romain	ENSAM CER Angers	49035	ANGERS Cedex 01	<a href="mailto:2003-1216@etudiants.ensam.fr">2003-1216@etudiants.ensam.fr</a>
<b>GIRAULT</b>	Baptiste	LMP - UMR 6630 - Université de Poitiers	86962	ANGERS Cedex 01 FUTUROSCOPE CHASSENEUIL Cedex	<a href="mailto:baptiste.girault@etu.univ-poitiers.fr">baptiste.girault@etu.univ-poitiers.fr</a>
<b>GLORIAN</b>	Thierry	INSA Rennes	35043	RENNES Cedex	<a href="mailto:Thierry.Gloriant@insa-rennes.fr">Thierry.Gloriant@insa-rennes.fr</a>
<b>GORDIN</b>	Doïna	INSA Rennes	35043	RENNES Cedex	<a href="mailto:Doïna.Gordin@insa-rennes.fr">Doïna.Gordin@insa-rennes.fr</a>
<b>GOUALLO</b>	Steve	ENSAM CER Angers	49035	ANGERS Cedex 01	<a href="mailto:2003-1241@etudiants.ensam.fr">2003-1241@etudiants.ensam.fr</a>
<b>GOUTARD</b>	Fabien	ENSAM CER Angers	49035	ANGERS Cedex 01	<a href="mailto:2003-1245@etudiants.ensam.fr">2003-1245@etudiants.ensam.fr</a>
<b>GRELLIER</b>	André	Aubert & Duval	63770	LES ANCIZES	<a href="mailto:andre.grellier@aubertduval.fr">andre.grellier@aubertduval.fr</a>
<b>GRILLO</b>	Stefano	PROMES - CNRS	66100	PERPIGNAN	<a href="mailto:grillo@univ-perp.fr">grillo@univ-perp.fr</a>
<b>GROSSEAU-POUSSARD</b>	Jean-Luc	LEMMA - Université La Rochelle	17042	LA ROCHELLE Cedex 1	<a href="mailto:jlgross@univ-lr.fr">jlgross@univ-lr.fr</a>
<b>GUIBRETEAU</b>	François	ENSAM CER Angers	49035	ANGERS Cedex 01	<a href="mailto:2003-1267@etudiants.ensam.fr">2003-1267@etudiants.ensam.fr</a>
<b>GUILLOU</b>	Annie	INSA Rennes	35043	RENNES Cedex	<a href="mailto:Annie.Guillou@insa-rennes.fr">Annie.Guillou@insa-rennes.fr</a>
<b>GUO</b>	Xiaochun	ENSAM CER Angers	49035	ANGERS Cedex 01	<a href="mailto:2004-7820@etudiants.ensam.fr">2004-7820@etudiants.ensam.fr</a>
<b>GURY</b>	Benjamin	ENSAM CER Angers	49035	ANGERS Cedex 01	<a href="mailto:2003-1277@etudiants.ensam.fr">2003-1277@etudiants.ensam.fr</a>
<b>HAMLAT</b>	Smail	Laboratoire Central des Ponts et Chaussées	44341	BOUGUENAI Cedex	<a href="mailto:smail.hamlat@lcp.fr">smail.hamlat@lcp.fr</a>
<b>HANTZPERGUE</b>	Jean-Jacques	ENSAM CER Angers	49035	ANGERS Cedex 01	<a href="mailto:jean-jacques.hantzpergue@angers.ensam.fr">jean-jacques.hantzpergue@angers.ensam.fr</a>
<b>HENON</b>	Alexandre	ENSAM CER Angers	49035	ANGERS Cedex 01	<a href="mailto:2003-7824@etudiants.ensam.fr">2003-7824@etudiants.ensam.fr</a>
<b>HU</b>	Fan	ENSAM CER Angers	49035	ANGERS Cedex 01	<a href="mailto:2004-7803@etudiants.ensam.fr">2004-7803@etudiants.ensam.fr</a>
<b>HUMBERT</b>	Jean Eudes	ENSAM CER Angers	49035	ANGERS Cedex 01	<a href="mailto:2003-1296@etudiants.ensam.fr">2003-1296@etudiants.ensam.fr</a>

<b>IOST</b>	Alain	ENSAM CER Lille Université d'Evry - Val d'Essonne	59046 LILLE CEDEX		<a href="mailto:alain.iost@lille.ensam.fr">alain.iost@lille.ensam.fr</a>
<b>JELLAD</b>	Asma	LMN	91025 EVRY		<a href="mailto:asma.jellad@physique.univ-evry.fr">asma.jellad@physique.univ-evry.fr</a>
<b>KEMPE</b>	Philippe	CSM Instruments	2034 PESEUX SAINT ETIENNE	Suisse	<a href="mailto:philippe.kempe@csm-instruments.com">philippe.kempe@csm-instruments.com</a>
<b>KERMOUCHE</b>	Guillaume	LTDS UMR 5513 - CNRS/ELL /ENISE	42024 Cedex 3		<a href="mailto:guillaume.kermouche@enise.fr">guillaume.kermouche@enise.fr</a>
<b>LAAZIZI</b>	Abdellah	IUT Saint Nazaire Université d'Evry - Val d'Essonne	44600 SAINT NAZAIRE		<a href="mailto:abdellah.laazizi@univ-nantes.fr">abdellah.laazizi@univ-nantes.fr</a>
<b>LABDI</b>	Sid	LMN	91027 EVRY		<a href="mailto:sid.labdi@univ-evry.fr">sid.labdi@univ-evry.fr</a>
<b>LAFAYE</b>	Sébastien	LMEN - Université de Reims Ecole Polytechnique de l'Université de Nantes	51686 REIMS Cedex 2		<a href="mailto:sebastien.lafaye@univ-reims.fr">sebastien.lafaye@univ-reims.fr</a>
<b>LAIGO</b>	Johanne		44306 NANTES Cedex 3		<a href="mailto:johanne.laigo@polytech.univ-nantes.fr">johanne.laigo@polytech.univ-nantes.fr</a>
<b>LAMARTHE</b>	Antoine	ENSAM CER Angers	49035 ANGERS Cedex 01		<a href="mailto:2003-1324@etudiants.ensam.fr">2003-1324@etudiants.ensam.fr</a>
<b>LARGEAU</b>	Ludovic	CNRS/LPN	91461 MARCOUSSIS		<a href="mailto:ludovic.largeau@lpn.cnrs.fr">ludovic.largeau@lpn.cnrs.fr</a>
<b>LAVOLE</b>	Anais	ENSAM CER Angers	49035 ANGERS Cedex 01		<a href="mailto:2002-9206@etudiants.ensam.fr">2002-9206@etudiants.ensam.fr</a>
<b>LE BOURHIS</b>	Eric	LMP - UMR 6630 - Université de Poitiers Faculté Génie Mécanique et Procédés	86962 Cedex		<a href="mailto:Eric.le.bourhis@univ-poitiers.fr">Eric.le.bourhis@univ-poitiers.fr</a>
<b>LEBAILI</b>	Soltane		16111 ALGER FUTUROSCOPE	Algérie	<a href="mailto:slebaili@yahoo.fr">slebaili@yahoo.fr</a>
<b>LECLERC</b>	Stéphanie	LMP - UMR 6630 - Université de Poitiers Ecole Polytechnique de l'Université de Nantes	86962 Cedex		<a href="mailto:stephanie.leclerc@etu.univ-poitiers.fr">stephanie.leclerc@etu.univ-poitiers.fr</a>
<b>LE GALL</b>	René		44306 NANTES Cedex 3		<a href="mailto:rene.legall@polytech.univ-nantes.fr">rene.legall@polytech.univ-nantes.fr</a>
<b>LEGEAY</b>	Alexandre	ENSAM CER Angers	49035 ANGERS Cedex 01		<a href="mailto:2003-1349@etudiants.ensam.fr">2003-1349@etudiants.ensam.fr</a>
<b>LEROY</b>	René	LMR - Université de Tours	37200 TOURS		<a href="mailto:leroy@univ-tours.fr">leroy@univ-tours.fr</a>
<b>LI</b>	Fan	ENSAM CER Angers	49035 ANGERS Cedex 01		<a href="mailto:2004-7826@etudiants.ensam.fr">2004-7826@etudiants.ensam.fr</a>
<b>LOGERAIS</b>	Pierre- Olivier	ENSAM CER Angers	49035 ANGERS Cedex 01		<a href="mailto:logerais@angers.ensam.fr">logerais@angers.ensam.fr</a>
<b>LOUBET</b>	Jean-Luc	LTDS UMR 5513 - Ecole Centrale de Lyon	69134 ECULLY Cedex		<a href="mailto:Jean-Luc.Loubet@ec-lyon.fr">Jean-Luc.Loubet@ec-lyon.fr</a>
<b>MACIEJAK</b>	Olek	Université d'Evry - Val d'Essonne	91026 EVRY		<a href="mailto:olek.maciejak@univ-evry.fr">olek.maciejak@univ-evry.fr</a>
<b>MALHERBE</b>	Simon	ENSAM CER Angers	49035 ANGERS Cedex 01		<a href="mailto:simon.malherbe@angers.ensam.fr">simon.malherbe@angers.ensam.fr</a>
<b>MERK</b>	Nima	ROLEX	1211 GENEVE 26	Suisse	<a href="mailto:nima.merk@rolex.com">nima.merk@rolex.com</a>
<b>MOREL</b>	Anne	ENSAM CER Angers	49035 ANGERS Cedex 01		<a href="mailto:anne.morel@angers.ensam.fr">anne.morel@angers.ensam.fr</a>
<b>NIANE</b>	Ngadia Taha	LSGS - Ecole des Mines	54042 NANCY Cedex		<a href="mailto:niane@mines.inpl-nancy.fr">niane@mines.inpl-nancy.fr</a>
<b>OUMAROU</b>	Noura	LSGS - Ecole des Mines	54042 NANCY Cedex		<a href="mailto:oumarou@mines.inpl-nancy.fr">oumarou@mines.inpl-nancy.fr</a>
<b>PANICAUD</b>	Benoît	LEMMA - Université La Rochelle	17042 Cedex 1		<a href="mailto:bpanicaud@univ-lr.fr">bpanicaud@univ-lr.fr</a>
<b>PAQUIEN</b>	Thomas	ENSAM CER Angers	49035 ANGERS Cedex 01		<a href="mailto:2003-1446@etudiants.ensam.fr">2003-1446@etudiants.ensam.fr</a>

<b>PASQUIER</b>	Eric	Oxford Instruments	91892	SACLAY	<a href="mailto:analytical-info@oxford-instrument.fr">analytical-info@oxford-instrument.fr</a>
<b>PASSILLY</b>	Bruno	ONERA/DMSC	92322	CHATILLON Cedex	<a href="mailto:bruno.passilly@onera.fr">bruno.passilly@onera.fr</a>
<b>PATRIARCHE</b>	Gilles	CNRS/LPN	91460	MARCOUSSIS	<a href="mailto:gilles.patriarche@lpn.cnrs.fr">gilles.patriarche@lpn.cnrs.fr</a>
<b>PEILLON</b>	Florence	Alcan - Aluminium Pechiney	13541	GARDANNE	<a href="mailto:Florence.peillon@alcan.com">Florence.peillon@alcan.com</a>
<b>PELLERIN</b>	Didier	Scientec	91120	PALaiseAU	<a href="mailto:info@scientec.fr">info@scientec.fr</a>
<b>PELLETIER</b>	Hervé	INSA Strasbourg	67000	STRASBOURG	<a href="mailto:pelletier@mail.insa-strasbourg.fr">pelletier@mail.insa-strasbourg.fr</a>
<b>PERON</b>	Jean-Jacques	Université de Bretagne Sud - IUT Lorient	56325	LORIENT Cedex	<a href="mailto:jean-jacques.peron@univ-ubs.fr">jean-jacques.peron@univ-ubs.fr</a>
<b>PERRIOT</b>	Antoine	Surface du Verre et Interfaces UMR 125 CNRS	93303	AUBERVILLIERS Cedex	<a href="mailto:antoine.perriot@saint-gobain.com">antoine.perriot@saint-gobain.com</a>
<b>PEYRATOUT</b>	Arnaud	ENSAM CER Angers	49035	ANGERS Cedex 01	<a href="mailto:2003-3216@etudiants.ensam.fr">2003-3216@etudiants.ensam.fr</a>
<b>PIELLARD</b>	Mickaël	LMP - UMR 6630 - Université de Poitiers	86962	FUTUROSCOPE CHASSENEUIL Cedex	<a href="mailto:mickael.piellard@etu.univ-poitiers.fr">mickael.piellard@etu.univ-poitiers.fr</a>
<b>PINEAU</b>	Yann	ENSAM CER Angers	49035	ANGERS Cedex 01	<a href="mailto:2002-1470@etudiants.ensam.fr">2002-1470@etudiants.ensam.fr</a>
<b>PIQUET</b>	Anne-Laurence	Alcan - Aluminium Pechiney	13541	GARDANNE	<a href="mailto:anne-laurence.piquet@alcan.com">anne-laurence.piquet@alcan.com</a>
<b>QUESNE</b>	Nicolas	ENSAM CER Angers	49035	ANGERS Cedex 01	<a href="mailto:2003-1487@etudiants.ensam.fr">2003-1487@etudiants.ensam.fr</a>
<b>RANGANATHAN</b>	Nohan	LMR - Université de Tours	37200	TOURS	<a href="mailto:naravanaswami.ranganathan@univ-tours.fr">naravanaswami.ranganathan@univ-tours.fr</a>
<b>REDON</b>	Stéphane	ENSAM CER Angers	49035	ANGERS Cedex 01	<a href="mailto:2003-1496@etudiants.ensam.fr">2003-1496@etudiants.ensam.fr</a>
<b>REGAS</b>	Adrien	ENSAM CER Angers	49035	ANGERS Cedex 01	<a href="mailto:2004-1517@etudiants.ensam.fr">2004-1517@etudiants.ensam.fr</a>
<b>RENAULT</b>	Pierre-Olivier	LMP - UMR 6630 - Université de Poitiers	86962	FUTUROSCOPE CHASSENEUIL Cedex	<a href="mailto:pierre.olivier.renault@univ-poitiers.fr">pierre.olivier.renault@univ-poitiers.fr</a>
<b>ROBERT</b>	Marie-Geneviève	ENSAM CER Angers	49035	ANGERS Cedex 01	<a href="mailto:marie-genevieve.robert@angers.ensam.fr">marie-genevieve.robert@angers.ensam.fr</a>
<b>SAYAH</b>	Tahar	Faculté Génie Mécanique et Procédés	16111	ALGER Algérie	<a href="mailto:sayahtahardz@yahoo.fr">sayahtahardz@yahoo.fr</a>
<b>SO</b>	KwokKai	ENSAM CER Angers	49035	ANGERS Cedex 01	<a href="mailto:2004-7832@etudiants.ensam.fr">2004-7832@etudiants.ensam.fr</a>
<b>TANCRET</b>	Franck	Ecole Polytechnique de l'Université de Nantes	44306	NANTES Cedex 3	<a href="mailto:franck.tancret@polytech.univ-nantes.fr">franck.tancret@polytech.univ-nantes.fr</a>
<b>TRANCHANT</b>	Julien	Institut des Matériaux Nantes - LPCM	44322	NANTES Cedex 3	<a href="mailto:Julien.Tranchant@cnrs-immn.fr">Julien.Tranchant@cnrs-immn.fr</a>
<b>TROYON</b>	Michel	LMEN - Université de Reims	51685	REIMS Cedex 2	<a href="mailto:michel.troyon@univ-reims.fr">michel.troyon@univ-reims.fr</a>
<b>URBAIN</b>	Pierre	ENSAM CER Angers	49035	ANGERS Cedex 01	<a href="mailto:2003-1576@etudiants.ensam.fr">2003-1576@etudiants.ensam.fr</a>
<b>VASQUES</b>	Brigitte	LMR - Université de Tours	37200	TOURS	<a href="mailto:brigitte.vasques@groupe-safety.com">brigitte.vasques@groupe-safety.com</a>
<b>VENUAT</b>	Pierre	ENSAM CER Angers	49035	ANGERS Cedex 01	<a href="mailto:2002-1575@etudiants.ensam.fr">2002-1575@etudiants.ensam.fr</a>
<b>VILLAIN</b>	Pascale	LMP - UMR 6630 - Université de Poitiers	86962	FUTUROSCOPE CHASSENEUIL Cedex	<a href="mailto:pascale.villain@univ-poitiers.fr">pascale.villain@univ-poitiers.fr</a>
<b>WANG</b>	Binghao	ENSAM CER Angers	49035	ANGERS Cedex 01	<a href="mailto:2004-7833@etudiants.ensam.fr">2004-7833@etudiants.ensam.fr</a>

*Colloque SF2M Section-Ouest : Surfaces et Interfaces, indentation, rayage et abrasion, Angers, 16 et 17 mars 2005*



<b>WOIRGARD</b>	Jacques	LMP - UMR 6630 - Université de Poitiers	FUTUROSCOPE CHASSENEUIL 86962 Cedex	<a href="mailto:jacques.Woirdgard@univ-poitiers.fr">jacques.Woirdgard@univ-poitiers.fr</a>
<b>ZEI</b>	Maria	Université d'Evry - Val d'Essonne LMN	91025 EVRY	<a href="mailto:mzei@univ-evry.fr">mzei@univ-evry.fr</a>