

L'indentation : un outil de caractérisation multi-échelle des matériaux

E. Barthel,¹ D. Chicot,² J.P. Guin,³ E. Le Bourhis,⁴ G. Mauvoisin⁵

¹SIMM, ESPCI Paris, ²Laboratoire de Mécanique de Lille, ³Institut de Physique de Rennes (IPR), ⁴Institut P', Poitiers, ⁵LGCGM, Université de Rennes

Commission thématique Indentation, SF2M

Introduction

L'indentation, un outil ancien plein d'actualité

L'indentation est un outil ancien, qui est mentionné dès 1890 par Huygens dans son *Traité de la Lumière* [1]. L'intérêt pour cette propriété est allé grandissant que ce soit pour protéger les objets des rayures ou au contraire pour les polir. En 1950, Tabor publie son livre *The Hardness of Metals* qui établit la discipline [2]. A partir des années 80, l'indentation instrumentée apparaît et conduit à l'essor de ces techniques de caractérisation mécanique des surfaces. De nombreux conférences et numéros spéciaux de revue sont consacrés à ce sujet (cf. [Empreinte N°5](#) (2013)). En France la [commission Indentation](#) apparaît en 2009 fruit d'activités existant depuis 2000. Au fil des ans l'outil d'indentation s'est révélé incontournable pour l'étude des matériaux quels qu'ils soient. Dans cet article, nous rappelons rapidement les principes généraux avant de décrire la technique d'indentation instrumentée et ses applications à l'étude de plasticité de surface et des revêtements.

Brefs rappels de mécanique du contact

Nous considérons le chargement normal d'une pointe au contact de l'objet d'étude (Figure 1). Nous excluons ici les études de frottement et scratch test pour lesquelles il est nécessaire de considérer une composante tangentielle. Dans la communauté, on définit deux géométries dite émoussée (pointe sphérique) et pointue (pointes conique et pyramidale) [2,3]. Le chargement élastique de telles pointes est bien connu et décrit par les équations de Hertz et Sneddon respectivement. Les choses se compliquent dès lors que l'on considère qu'à la déformation élastique s'ajoute une déformation irréversible : plastique, visqueuse ou fragile. Des approches empiriques existent mais la modélisation (par éléments finis notamment) s'avère indispensable. En outre, il faut considérer les inhomogénéités des matériaux (joints de grain, défauts, gradient de composition, interface). On définit la dureté comme la pression moyenne sur le contact. Celle-ci traduit la résistance à la déformation irréversible et est exprimée en Pa.

$$H = \frac{F_m}{A}$$

Cette propriété est liée à la contrainte d'écoulement Y . On suppose en général que $H = 3Y$. L'instrumentation des machines d'essai permet désormais de déterminer un module élastique d'indentation E_r aussi exprimé en Pa voire la viscosité η exprimée en Pa.s. Enfin, l'observation de fissures sous relativement fortes charges permet de remonter à la ténacité de l'échantillon K_c voire à la ténacité d'interface.

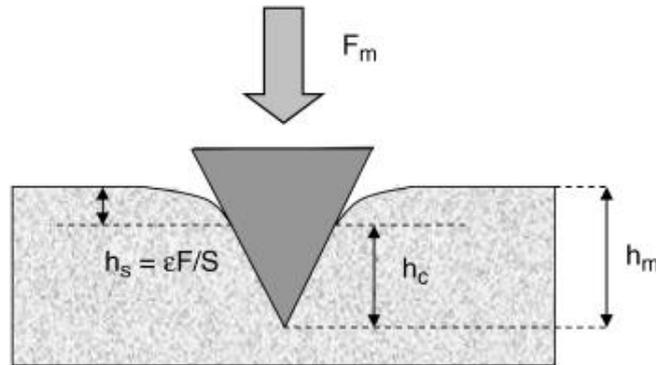


Figure 1 : Contact entre un poinçon et un échantillon.

L'indentation, un outil complet de caractérisation mécanique

La technique d'indentation est donc sur le principe un outil complet de caractérisation mécanique pouvant opérer sur de petits volumes de matière. La technique est relativement simple de mise en œuvre ce qui l'a rendu extrêmement populaire. Cependant, comme nous venons de l'indiquer la modélisation est nécessaire à l'interprétation des données et de nombreuses questions restent ouvertes. Dans la suite, nous rappelons les principes généraux de l'indentation instrumentée avant de discuter des modélisations et interprétations actuelles des comportements sous chargement local.

L'indentation instrumentée

Les machines actuelles permettent de mesurer l'enfoncement h de la pointe en fonction de la charge F appliquée pendant la charge et la décharge (Figure 2). La déformation irréversible se traduit par une hystérésis de cette courbe. La courbe de décharge est souvent supposée purement élastique, ce qui permet de déterminer la pénétration de contact donc l'aire de contact A . Le module élastique d'indentation E_r est lié à la pente à la décharge S et vaut (β étant un facteur relatif à la géométrie de la pointe)

$$E_r = \frac{\sqrt{\pi}}{2\beta} \frac{S}{\sqrt{A}}$$

L'indentation instrumentée en charge et positionnement

Dans le cas de polymères et biomatériaux, il est nécessaire de considérer avec soin l'hypothèse de décharge élastique. Dans certains cas, le chemin de chargement et sa dynamique peuvent être adaptés afin de limiter les effets viscoélastiques.

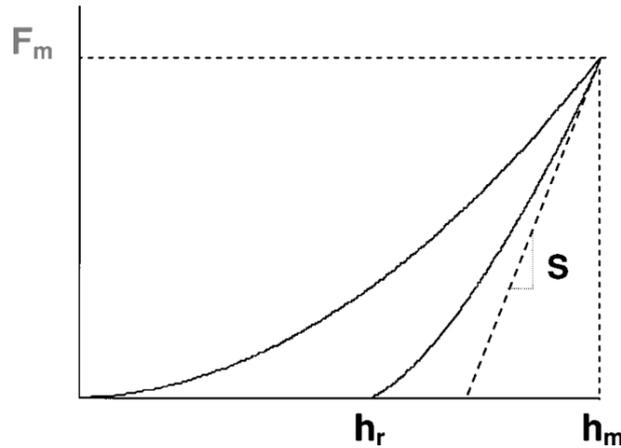


Figure 2 : Courbe de charge décharge.

Il est utile par ailleurs d'ajouter à la rampe de charge une oscillation de faible amplitude. Cette instrumentation permet alors une analyse mécanique dynamique pendant la charge en atteignant le module élastique et le module de perte.

L'instrumentation de la tête d'indentation est accompagnée de celle de la table de déplacement de l'échantillon. Il est alors possible de collecter automatiquement des courbes de charge-décharge sur une matrice de positionnement choisie par l'opérateur. La réponse mécanique des surfaces hétérogènes est alors cartographiée en terme élastique et plastique.

'Plasticité de surface' et comportement de cœur

L'indentation d'un matériau peut être vue comme le déplacement imposé d'un volume connu de l'indenteur de la surface vers l'intérieur du matériau. Le champ de déformation induit sous l'indenteur est très hétérogène et complexe mais la mesure précise de l'évolution de l'effort et du champ de déplacement imposé peut conduire à la connaissance de propriétés mécaniques du matériau, grâce à des modélisations reliant les grandeurs mesurables et les propriétés mécaniques du matériau étudié, ou grâce à des techniques d'analyse inverse. L'indentation instrumentée des matériaux est un réel champ d'investigations, c'est un sujet de recherche dont les applications sont nombreuses pour la caractérisation mécanique locale des matériaux. Dans certains cas l'empreinte laissée à la surface du matériau est de taille suffisamment faible pour considérer le test comme non destructif. La technique est d'un grand intérêt car elle s'applique sur des échantillons ne demandant que peu de préparation et ne requiert qu'un petit volume de matière. Ce test mécanique peut être appliqué à différentes échelles : macro, micro et nanométriques. L'échelle est fixée par la charge maximale appliquée sur l'indenteur. La nanoindentation permet d'appliquer des charges maximales de l'ordre de quelques centaines de millinewton. Au-delà, et jusqu'à des charges maximales de quelques newtons, on parle de micro indentation alors que la macro indentation permet d'appliquer des charges maximales de plusieurs centaines de newtons. Même à cette dernière échelle, la

taille de l'empreinte d'indentation sphérique est de l'ordre de quelques dixièmes de millimètre dans les aciers.

Pour l'utilisateur, le choix de l'échelle doit être guidé par le volume élémentaire représentatif du matériau à étudier. A priori, un matériau parfaitement homogène peut être testé indifféremment en nano, micro ou macro indentation. A l'inverse, pour des matériaux dont « l'homogénéité » dépend de l'échelle d'observation, la réponse à l'indentation dépendra du volume plastifié sous l'indenteur. Ainsi, pour les matériaux métalliques, le test très local de nano indentation permet de tester le comportement des grains alors que la macro indentation permet de tester le comportement global du matériau, tel qu'il peut être obtenu par un test classique de traction. Les courbes d'indentation dépendent de l'indenteur (géométrie et propriétés élastiques), des conditions expérimentales de contact (vitesse d'essai, lubrification) et des propriétés mécaniques du matériau testé. Pour la caractérisation mécanique des matériaux par indentation instrumentée, on utilise un indenteur de propriétés mécaniques et géométriques connues et on fixe les conditions expérimentales.

L'indentation instrumentée: un outil quantitatif Le module d'élasticité réduit du matériau ainsi que sa dureté peuvent être déterminés, à partir d'une courbe d'indentation, selon une procédure normalisée (NF EN ISO 14577-1). Il n'existe en revanche pas de norme pour la détermination des paramètres de la loi d'écrouissage du matériau. On distingue principalement quatre approches, décrites ci-après, qui permettent l'exploitation des courbes d'indentation obtenues sur des matériaux homogènes.

La première consiste à utiliser plusieurs couples de données (effort appliqué, taille d'empreinte) issus de plusieurs essais d'indentation ou essais de dureté à différents niveaux de chargement. Les méthodes basées sur cette approche reposent d'une part sur la détermination de la déformation représentative d'indentation et d'autre part sur la détermination de la contrainte correspondante dépendant de la pression moyenne d'indentation, ou dureté Meyer. La connaissance de ces couples contrainte-déformation pour plusieurs niveaux de chargement suffit à reconstruire la courbe d'écrouissage "point par point" du matériau testé [4].

La seconde approche consiste à minimiser l'écart entre la courbe d'indentation expérimentale $F(h)$ et un modèle qui relie les grandeurs mesurées (F, h) et les paramètres d'une loi d'écrouissage, généralement la loi d'Hollomon. On peut distinguer, parmi les nombreux modèles existants, (i) les modèles déterminés empiriquement à partir d'un grand nombre de simulations numériques avec une large gamme de valeurs de limite d'élasticité et d'exposant d'écrouissage [5] et (ii) les modèles basés sur une déformation représentative [6].

La troisième, dite d'analyse inverse, consiste à optimiser le jeu de paramètres d'une loi d'érouissage minimisant l'écart entre la courbe d'indentation expérimentale et la courbe numérique [7].

Enfin une dernière approche, récente, consiste à comparer la courbe expérimentale d'indentation à chacune des courbes d'indentation d'une base de données, constituée au préalable à partir de nombreuses simulations numériques de l'indentation avec des conditions similaires à celles de l'expérimentation. Concrètement, les paramètres de la loi d'érouissage d'Hollomon peuvent être obtenus en étudiant la distribution de l'écart entre la courbe d'indentation expérimentale $F(h)$ et l'ensemble des courbes d'indentation $F(h)$ de la base de données [8]. La forme particulière de la distribution de l'écart, cône de base elliptique, peut être mise en équation. La détermination des 5 paramètres de cette équation permet d'identifier les propriétés mécaniques pour lesquelles l'écart entre la base de données et la courbe expérimentale est minimal ainsi qu'une déformation représentative moyenne, correspondant à l'orientation du cône de base elliptique. Toutes les lois d'érouissage de type Hollomon qui se croisent pour cette valeur de déformation donnent des courbes d'indentation très similaires à celle de la solution. Afin de prendre en compte l'imprécision expérimentale et l'hétérogénéité du matériau, la notion de domaines de solution et de domaine de confiance ont été proposés, ce qui permet d'identifier, à partir d'une famille de courbe d'indentation obtenues pour un même matériau, un domaine qui délimite les solutions possibles [9].

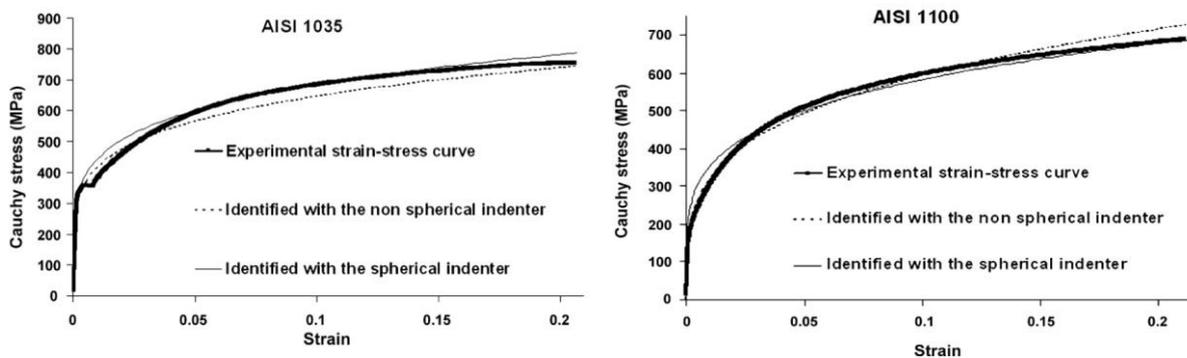


Figure 3 : Comparaison des lois de comportement obtenues par essai classique de traction et par la méthode d'indentation pour un acier C35 et un acier C100. [5]

Pour comprendre l'importance de l'essai d'indentation pour les matériaux fragiles et en particulier les verres, il faut considérer ces matériaux dans leur spécificité. Les verres d'oxydes sont en effet les seuls matériaux qui conjuguent transparence et rigidité mécanique, tout en se prêtant à la fabrication de masse, à travers des procédés d'élaboration et de mise en forme simples et de faible coût. Prenons l'exemple des écrans tactiles de téléphone portable. Pourquoi sont-ils en verre, alors qu'une simple feuille de polycarbonate serait bien moins chère ? Parce que le verre se révélera bien plus durable. Les performances

Les verres d'oxydes,
des matériaux
ductiles ?

mécaniques de surface sont donc une question technologique majeure pour les verres. Sans prétendre traiter la question complexe de la fracture induite par exemple par un choc brutal sur un verre feuilleté, les phénomènes plus simple de résistance à l'endommagement par contact (impact, rayage, indentation), par exemple d'un grain de poussière coincé entre écran et poche, étui, voire doigt, doivent pouvoir être appréhendés en fonction de la composition et de la structure du verre. L'indentation est pour ce faire une technique privilégiée.

Les verres d'oxydes tels que la silice ou les verres à vitre, à bouteille sont souvent présentés comme les archétypes des matériaux à rupture fragile, par contraste avec le comportement (et la rupture) généralement ductile des métaux. A première vue, l'indentation confirme cette perception des choses. Dans les verres d'oxydes, la micro indentation génère des fissures, et les systèmes particuliers de fissures qui se développent ainsi ont été étudiés en détail, en fonction de la nature des verres [10] (cf. Figure 4). Au-delà de ce simple aspect descriptif, la génération de fissures par indentation a été exploitée pour obtenir une mesure de la ténacité du matériau (K_c). En particulier, lorsque les fissures rayonnant autour de l'indent et normales à la surface (le système des fissures dites médianes/radiales) sont suffisamment développées ($c/a > 2,5$), il est possible de calculer un paramètre K_c s'approchant de la ténacité de mode I du matériau [11]. Cependant, il est bon de souligner que l'essai d'indentation ne constitue pas une méthode de mesure de ténacité normalisée [12]. En effet, une limitation forte de l'essai d'indentation est qu'il ne découple pas assez la nucléation du ou des défauts initiaux, les processus de déformation non-élastiques du matériau (voir ci-dessous) et la propagation de la fissure à proprement parler. Or c'est ce dernier phénomène que nous voudrions considérer exclusivement ici, puisque la ténacité mesure uniquement la résistance qu'offre le matériau à la propagation d'une fissure. Notons enfin que les verres d'oxydes sont sensibles à l'effet d'environnement : la fissure peut se propager de manière sous-critique pour $K < K_c$ ce qui se traduit bien souvent par une surévaluation de la longueur mesurée des fissures.

Ajoutons néanmoins que la limitation majeure de la technique est que tous les verres ne forment pas de fissures radiales. Comme on l'a dit plus haut, le système de fissures généré dépend à la fois du type de chargement et de la nature des verres étudiés. Plus précisément, pour un indenteur sphérique de grand rayon, les verres développent des fissures coniques, dont l'axe est l'axe de l'indenteur, appelées cône de Hertz. Pour un indenteur pointu mais encore assez plat comme les Vickers, les verres usuels développent le système latéral-radial dont on vient de parler, alors que la silice présente encore le cône de Hertz. Pour un indenteur encore plus pointu comme le coin de cube, même la silice commence à subir une fissuration radiale [13]. Ces résultats trahissent le fait que le champ de contrainte développé au cours de l'indentation est très largement piloté par un élément complexe du comportement des verres : l'écoulement plastique.

Plasticité des silicates sous indentation

La notion de plasticité dans les silicates amorphes suscite de nombreuses interrogations : à l'échelle atomique, quels sont les mécanismes élémentaires? A l'échelle du milieu continu, quelle est la loi de comportement ? Expérimentalement, comment la quantifier ?

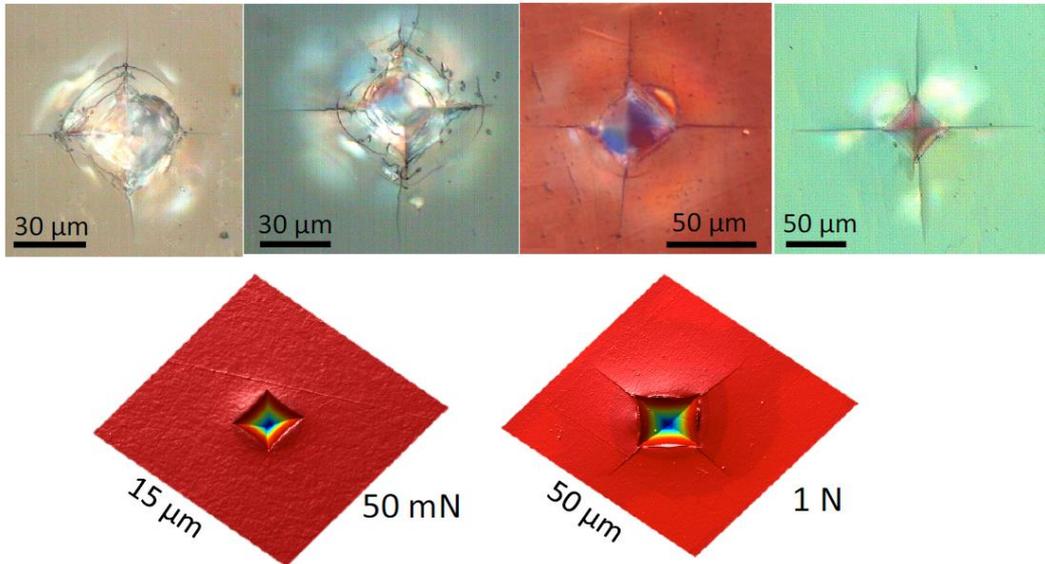


Figure 4 : Indentation Vickers sur différents verres: En haut: charge 10 N, temps de maintien 15 s, 55 % Rh et de gauche à droite : silice vitreuse, borosilicate, obsidienne, verre à vitre); En bas images AFM d'indentations sur du verre à vitre où l'on retrouve les fissures médianes/radiales pour une charge de 1 N et leur absence pour 50 mN.

C'est ce dernier point que nous allons aborder ici. Pour mettre en évidence la plasticité, il faut éviter la rupture, et donc empêcher le développement des contraintes de traction (cf. Figures 4 et 5). Pour ce faire, on confine la région sollicitée. C'est le but par exemple des différents dispositifs d'enclume, à plus ou moins grande échelle. En pratique, les dispositifs d'enclume sont complexes : l'indentation est donc très utilisée, les déformations plastiques du verre dans la zone indentée conduisent à la présence d'une empreinte résiduelle laissée à la surface du matériau. Mais ces déformations sont confinées par l'expansion du volume élastique qui l'environne. D'ailleurs, du fait de la faible valeur du rapport entre seuil de plasticité et module de Young pour les silicates, ce confinement est plutôt réduit en comparaison du cas classique des métaux : le rapport entre dureté et seuil de plasticité vaut environ $H/\gamma=1.5$ au lieu de 3 comme classiquement attendu pour les métaux.

Lorsqu'on augmente la charge appliquée, la fissuration apparaît : c'est la notion de transition fragile (aux grandes échelles)-ductile (aux petites échelles). Qualitativement, on peut donner

Transition fragile-ductile

une description en loi d'échelle de cette transition : l'énergie élastique stockée peut être relaxée soit par déformation plastique ($E_p=\gamma^2/E \times a^3$) soit sous forme de fracture ($E_f=\gamma \times a^2$). Il apparaît donc une longueur caractéristique $a_c= (\gamma \times E)^{1/2}/ Y$ en dessous de laquelle la déformation

plastique est favorable. En ordre de grandeur, on obtient pour a_c une valeur de quelques microns.

Dans les mécanismes de déformation plastique, les verres se différencient également des métaux. La structure atomique des verres d'oxydes est très ouverte du fait de la structure de liquide iono-covalent gelé. Ces matériaux présentent donc une fraction de volume libre plus ou moins grande (jusqu'à 30% pour la silice). Outre le classique écoulement par cisaillement (qui conserve le volume lors de la déformation) ces matériaux peuvent aussi subir une déformation volumique permanente. C'est une densification par laquelle le volume spécifique diminue de façon permanente à travers une modification de la structure amorphe, et en ce sens elle constitue une forme d'écroutissage.

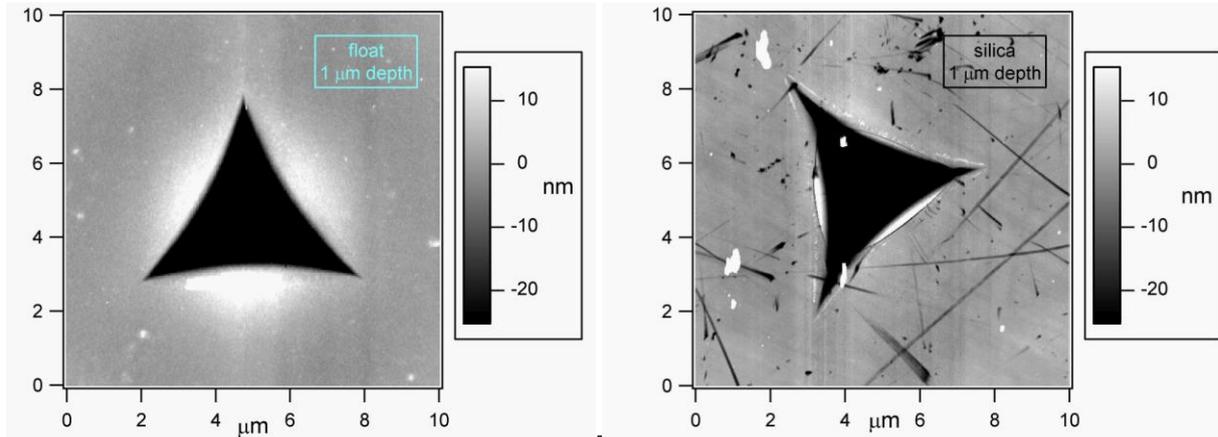


Figure 5 : Micro-indentés de type Berkovich dans le verre float et dans la silice (1 μm de pénétration à charge maximum). A cette échelle l'indent est dominé par la déformation plastique, et on n'observe pas le développement de fissures de taille notable. De discrètes différences morphologiques trahissent cependant des nuances dans le comportement plastique de ces deux silicates.

Cette densification des verres d'oxydes est mise en évidence et étudiée lors d'essais de compression hydrostatique à haute pression [14-16]. Que ce soit pour la silice ou le verre à vitre la densification (non réversible après décharge) débute pour un niveau seuil de pression qui est de l'ordre de 8-10 GPa puis augmente progressivement avec la pression pour saturer et atteindre une valeur maximale vers 20 GPa. La densification maximale (ρ/ρ_0-1) est à saturation de 21 % pour la silice et de 6.7% pour le verre à vitre. Le comportement hydrostatique de la silice est bien caractérisé, il peut être décrit mécaniquement par une loi de comportement, y compris aux très hautes pressions [17], et les changements structuraux occasionnés par cette densification caractérisés par spectroscopie Raman [18, 19]. Différentes méthodes ont été utilisées pour modéliser le comportement à l'indentation des verres : la méthode des éléments discrets ou la plus classique modélisation par éléments finis. Pour cette dernière méthode plusieurs lois de comportement ont été proposées [20-22] pour décrire le comportement à l'indentation notamment de la silice. Toutefois la communauté n'est pas encore arrivée à un consensus, notamment sur la façon de décrire le rôle respectif de la densification et de l'écoulement en cisaillement, et leur éventuel couplage. A ce débat plusieurs raisons : 1) l'essai d'indentation génère un champ de contrainte infiniment plus complexe que celui rencontré lors d'un essai hydrostatique ; 2) pour étudier le plus proprement possible le comportement plastique des verres, il serait

Densification sous indentation

nécessaire d'observer des zones déformées de taille micrométrique, afin de minimiser la création et propagation de fissures. Ceci rend extrêmement complexe sa caractérisation tant géométrique (forme et dimensions) que structurale (distribution de densité, écrouissage en cisaillement).

Ces dernières années la communauté scientifique a développé de nombreuses techniques expérimentales originales pour tenter de lever ce verrou scientifique parmi lesquelles : 1) la cartographie tridimensionnelle de la zone affectée par la densification par spectroscopie Raman ou Brillouin [23, 24]. Néanmoins la résolution spatiale de ces techniques est de l'ordre du micromètre, et elle n'autorise donc pas leur utilisation pour les plus petits indents; 2) les attaques chimiques sélectives couplées à l'imagerie par microscopie à force atomique, qui permet de reconstruire la forme géométrique de la zone plastique sous des indentations de taille micrométrique [25] ; 3) la compression quasi-uni axiale. Un indenteur plat est utilisé pour comprimer des piliers de forme proche du cylindre. C'est donc au sens propre un test de plasticité à la Von Mises, mais le test peut aussi être vu comme une indentation déconfinée. Les résultats obtenus semblent d'ailleurs confirmer les lois de comportement obtenus antérieurement [26].

Devant la difficulté du problème, il ne fait pas de doute que beaucoup reste à faire. Il est nécessaire en particulier 1) d'affiner et d'arriver à un consensus sur la loi de comportement de la silice 2) de développer des lois pertinentes pour les verres dits normaux 3) de mettre en évidence les mécanismes élémentaires de la déformation plastique des verres, tâche pour laquelle des simulations atomistiques, si on peut les mettre en relation avec les descriptions à l'échelle du milieu continu, semblent l'outil de choix 4) et enfin raccorder déformation plastique et fissuration à travers la description fine de la nucléation des fissures.

Film et revêtement

Pour accéder aux propriétés mécaniques des films minces, on fait souvent appel à la nanoindentation pensant résoudre tous les problèmes liés à l'influence du substrat dans la mesure des propriétés mécaniques. Cela peut être souvent le cas mais encore faut-il le vérifier. Une règle simple bien qu'approximative permet de le faire. Par exemple dans le cas de films durs sur des substrats plus mous, il est reconnu que la mesure par indentation est modifiée dès que la profondeur de l'empreinte dépasse 10 % de l'épaisseur du film pour la mesure de dureté [27,28], ce chiffre étant ramené à 1-2 % lorsque l'on s'intéresse à la détermination du module d'élasticité [29,30]. Un exemple de détermination par nanoindentation des propriétés mécaniques d'un film mince de TiHfCN déposé sur un acier à bas carbone est montré sur la Figure 6 où les paliers correspondent à la mesure de dureté (Fig. 6a) ou du module d'élasticité (Fig. 6b) du film seul. Toutefois, dans le cas où on ne peut s'affranchir de l'influence du substrat, il faut utiliser des modèles pour extraire la dureté [31-

34] et le module d'élasticité [35]. Là encore, il est conseillé d'appliquer plusieurs modèles et d'étudier leurs convergences.

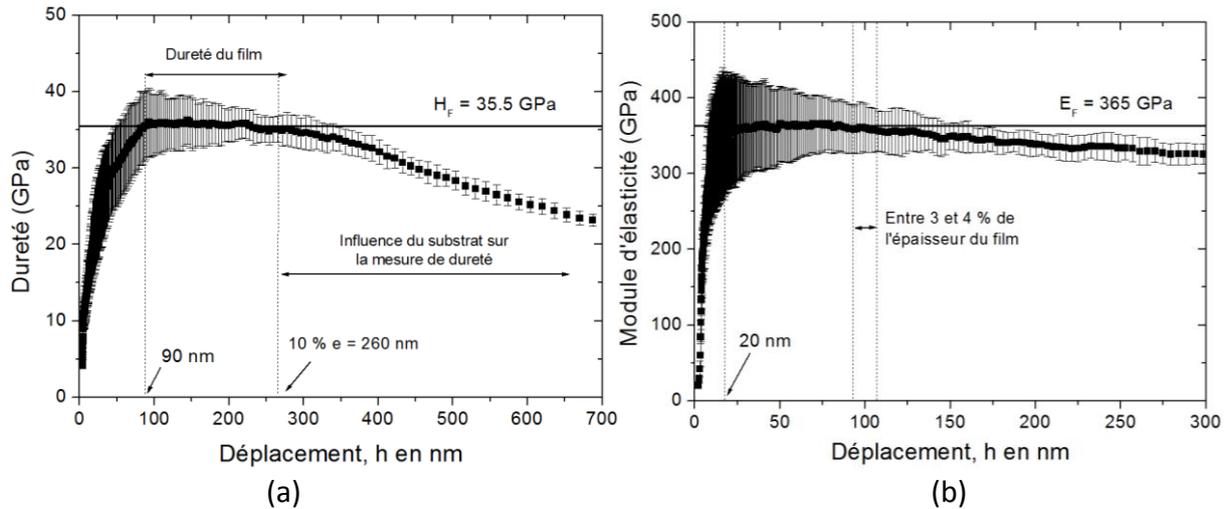


Figure 6. Dureté (a) et module d'élasticité d'un film mince TiHfCN de 2,6 µm d'épaisseur.

Indépendamment de la détermination des propriétés mécaniques, pour qu'un film ou un revêtement puisse assurer sa fonctionnalité quelle qu'elle soit, une des conditions nécessaires est qu'il adhère au substrat sur lequel il a été déposé. Pour caractériser cette adhérence, plusieurs méthodes expérimentales existent comme l'essai de traction mais il est possible d'utiliser l'essai d'indentation. Il s'agit de l'essai à la rayure plus particulièrement utilisé pour caractériser l'adhérence d'un film mince. Dans cet essai, la pointe de l'indenteur est déplacée sur le film avec une charge constante ou croissante. La charge critique relative à l'arrachement du film est utilisée comme critère d'adhérence. Pour des revêtements épais, les charges à appliquer seraient trop élevées pour endommager le film jusqu'à l'interface. C'est pourquoi, sur la base des travaux de Choulier [36], Chicot et al. [37] ont développé l'essai d'indentation interfaciale qui consiste à placer l'indenteur dans le plan de l'interface pour séparer le revêtement de son substrat par un effet de « coin » comme le montre la Figure 7.

La charge critique de fissuration à l'interface associée à la dimension de l'empreinte correspondante permet de calculer la ténacité apparente d'interface dont le développement mathématique a permis de faire apparaître le rôle des contraintes résiduelles [38].

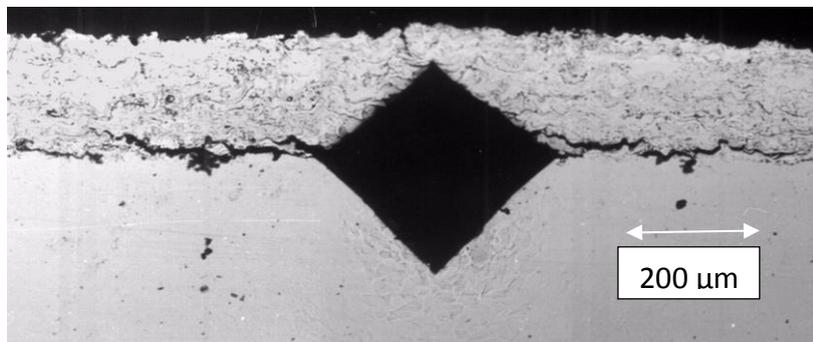


Figure 7. Indentation interfaciale d'un revêtement $Cr_3C_2/NiCr$ déposé sur un acier bas carbone.

Autres propriétés par indentation

Le développement de l'essai d'indentation instrumentée permet d'appliquer l'indenteur dans de nombreuses conditions d'indentation en termes de vitesse de chargement, de maintien de la charge ou de cycles de chargement. De ce point de vue, cet essai est très attractif pour de nombreux chercheurs car il permet entre autres d'étudier la fissuration par indentation de matériaux fragiles [39], d'établir la loi de comportement en traction [39], d'analyser l'enfoncement de l'indenteur sous chargement constant (*fluage*) [41] ou encore d'étudier le comportement du matériau sous des sollicitations dynamiques avec un chargement constant ou incrémental (*fatigue*) [42].

L'indentation, un outil attractif pour la caractérisation mécanique des matériaux.

Selon la fragilité des matériaux, une fissure peut apparaître aux extrémités de l'empreinte et se développer en fonction de la charge appliquée, comme illustré précédemment pour les verres. De nombreuses relations entre la charge et la longueur de fissure proposent de calculer une ténacité dont l'expression générale diffère selon la forme de la fissure développée sous l'empreinte [39]. On distingue généralement deux types de fissures, Median ou Palmqvist. Plus récemment, l'indentation a permis de remonter à la ténacité des matériaux ductiles [43]. Cela peut paraître surprenant mais, pour se faire, la ténacité est évaluée à partir de la variation du module d'Young avec la charge appliquée en relation avec la théorie de l'endommagement continu.

Pour accéder à loi de comportement en traction, habituellement celle proposée par Hollomon, un lissage de la courbe au chargement de type $C.h^2$ est effectué. Selon la forme de l'indenteur et le comportement elasto-plastique présumé du matériau, la constante C fait intervenir différemment la contrainte d'écoulement et le coefficient d'écrouissage [44]. Malheureusement, l'indentation propose une infinité de solutions. C'est pourquoi l'essai « punch test » a été développé pour croiser les solutions et proposer une solution unique.

Lorsque la charge est maintenue constante, on observe souvent que l'indenteur continue à s'enfoncer comme le montre la Figure 8a dans le cas de l'alliage eutectique plomb-étain [41]. Des lois phénoménologiques ou basées sur la rhéologie introduisent le coefficient de viscosité par indentation. Il est clair que l'indentation ne permet pas d'étudier le fluage dans les conditions classiques d'application de la charge, par contre, les résultats obtenus par indentation le sont au bout de quelques minutes, bien loin des mois habituellement nécessaires pour les essais classiques.

Sous des conditions de chargement cyclique cette fois-ci (Figure 8b), le matériau est sollicité en fatigue. On observe généralement que l'indenteur s'enfonce à l'issue de chaque cycle. Une loi de type Manson-Coffin peut être employée pour caractériser le comportement en fatigue [41]. En nanoindentation avec le mode Continuous Stiffness Measurement (CSM), le comportement en fatigue est caractérisé par un nombre de cycles à la rupture associé à une chute de la rigidité.

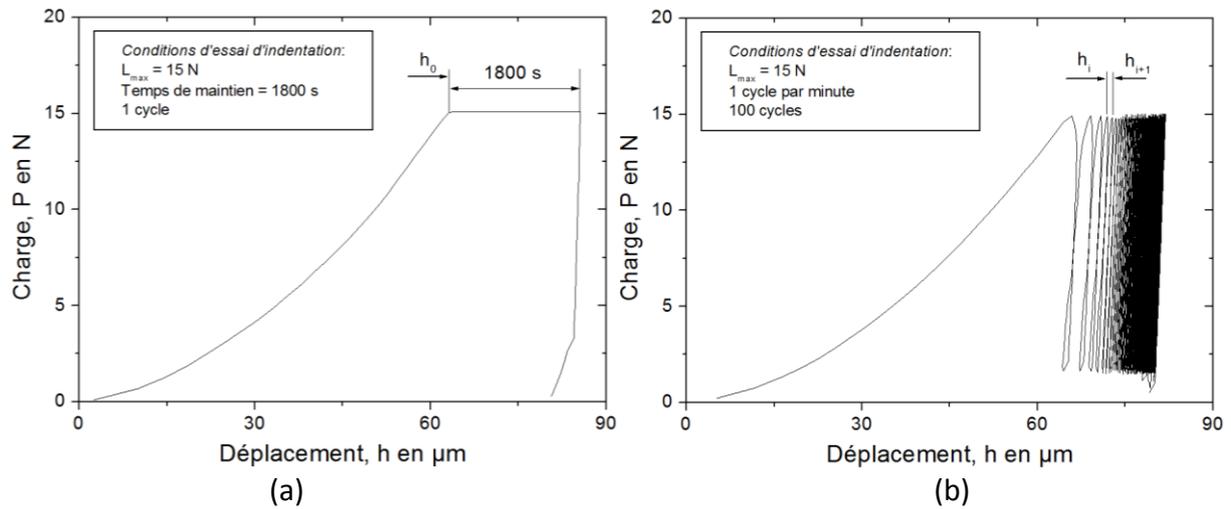


Figure 8. Fluage (a) et fatigue (b) par indentation de l'alliage eutectique Pb-Sn.

Pour observer les déformations autour de l'empreinte ou encore la propagation de fissures, un microindenteur peut être placé dans un microscope électronique à balayage. Cela permet de localiser avec une grande précision le pointé d'indentation (Figure 9) et une visualisation de l'indentation en cours d'essai. On peut ainsi observer l'apparition puis la propagation de la fissure aux extrémités de l'empreinte en fonction de la charge appliquée ainsi que la formation du bourrelet le long des arêtes ce qui ouvre des perspectives extrêmement intéressantes dans l'étude des mécanismes de déformation par indentation.

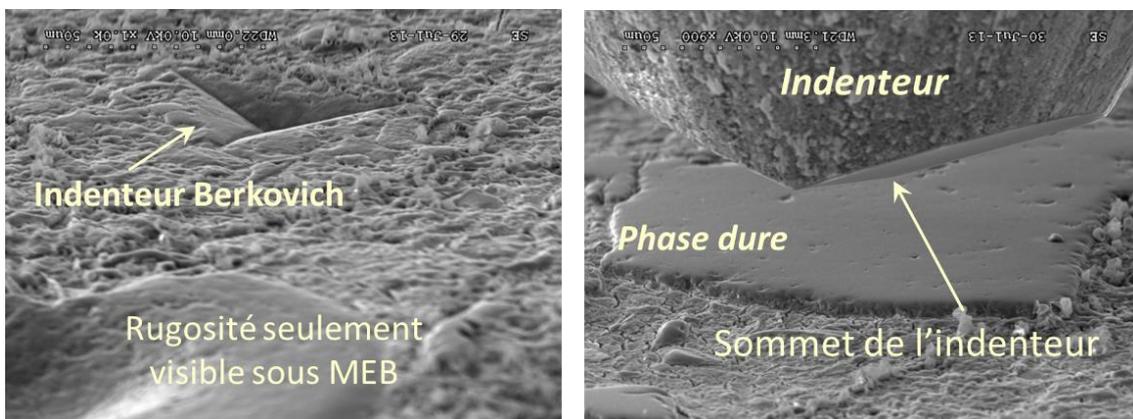


Figure 9. Indentation sous microscopie électronique à balayage d'une pâte de ciment montrant les anhydres (partie lisse) et les hydrates (partie granuleuse).

Conclusion

L'indentation instrumentée est devenue un outil indispensable d'analyse mécanique des surfaces. Elle connaît un engouement indéniable et est appliquée avec succès à des catégories de matériaux variées tant dans le monde académique qu'industriel. L'outil est disponible sur une très large gamme de pénétrations offrant une grande versatilité. A travers quelques exemples, nous avons illustré le large spectre d'études qui peut être abordé. De nombreuses questions sont encore soulevées à propos des modes de déformation

complexes sous chargement localisés, ce qui offre un vaste programme pour les jeunes chercheurs.

Références :

- [1] S.M. Walley, *Mater. Sci. & Techn.* 28, 1028 (2012)
- [2] D. Tabor, *The Hardness of Metals*. Oxford University Press, London, 1951
- [3] E. Le Bourhis, *Glass Mechanics and Technology*, 2nd Edition, Wiley VCH, 2014
- [4] J.-Y. Kim et al. , *Surf. Coat. Technol.* 201, 4278 (2006)
- [5] J.-M. Collin, G. Mauvoisin, O. Bartier, R. E. Abdi, P. Pilvin. *Mater. Sci. Eng. A* 501, 140 (2009)
- [6] N. Ogasawara, N. Chiba, X. Chen. *Mech. of Mater.* 41, 1025. (2009)
- [7] J.-M. Collin, T. Parenteau, G. Mauvoisin, P. Pilvin. *Comp. Mat. Sci.* 46 (2009) 333–338
- [8] C. Moussa, X. Hernot, O. Bartier, G. Delattre, G. Mauvoisin. *J. Mat. Sci.* , 49 (2), 592-603 (2013)
- [9] C. Moussa, X. Hernot, O. Bartier, G. Delattre, G. Mauvoisin. *Mater. Sci. & Eng. A* 606 (2014) 409–416
- [10] R.F.Cook R. F., G.M. Pharr, *J. Amer. Cer. Soc.* 73, 787(1990)
- [11] G.R. Anstis, P. Chantikul, B.R. Lawn, D.B.Marshall, *J. Amer. Cer. Soc.* 64, 533 (1981)
- [12] G. Quinn, R. Bradt, *J. Am. Ceram. Soc.*, 90, 673 (2007)
- [13] T. Gross T., *J. Non-Crystalline Sol.*, 358, 3445 (2012)
- [14] J.D. Mackenzie, *J. Am. Ceram. Soc.*, 46, 461 (1963)
- [15] T. Deschamps, C. Martinet, J.L. Bruneel, B. Champagnon, *J. Phys.: Condens. Matter*, 23, 035402 (2011)
- [16] T. Rouxel, H. Ji, T. Hammouda, A. Moréac, *Phys. Rev. Lett.*, 100, 225501 (2008)
- [17] V. Keryvin, J.X. Men, S. Gicquel, J.P. Guin, L. Charleux, J.C. Sangleboeuf, P. Pilvin, T. Rouxel, G. Le Quilliec, *Acta Materialia*, 62, 250 (2014)
- [18] B. Hehlen, *J. Phys.: Condens. Matter*, 22, 025401 (2010)
- [19] T. Deschamps, A. Kassir-Bodon, C. Sonnevile, J. Margueritat, C. Martinet, D. De Ligny, A. Mermet, B. Champagnon, *J. Phys.: Condens. Matter* 25, 025402 (2013)
- [20] K. Xin, J.C. Lambropoulos, *Proc. SPIE*, 4102, 112 2000)
- [21] H. Ji, V. Keryvin, T. Rouxel, T. Hammouda, *Scripta Mater.* 55, 1159 (2006)
- [22] G. Kermouche, E. Barthel, D. Vandembroucq, P. Dubujet, *Acta Mater.* 56, 3222 (2008)
- [23] A. Perriot, D. Vandembroucq, E. Barthel, V. Martinez, L. Grosvalet, C. Martinet, B. Champagnon, *J. Am. Ceram. Soc.*, 89, 596 (2006)
- [24] H. Tran, S. Clément, R. Violla, D. Vandembroucq, B. Rufflé, *Appl. Phys.Lett.* 100, 231901 (2012)
- [25] Y.F. Niu, K. Han, J.P. Guin, *Langmuir* 28, 10733 (2012)
- [26] R. Lacroix, G. Kermouche, J. Teisseire, E. Barthel, *Acta Mater.*, 60, 5555 (2012)
- [27] H. Bückle, *The Science of Hardness Testing and Its Research Applications*, edited by J. W. Westbrook and H. Conrad (American Society for Metals, OH, 1973), 453.
- [28] Y. Sun, T. Bell, S. Zheng, *Thin Solid Films* 258, 198 (1995).
- [29] T. Chudoba, N. Schwarzer, F. Richter, *Surf. Coat. Technol.* 154, 140 (2002).
- [30] F. Cleymand, O. Ferry, R. Kouitat, A. Billard, J. von Stebut, *Surf. Coat. Technol.* 200, 890 (2005).
- [31] B. Jönsson, S. Hogmark, *Thin Solid Films* 114, 257 (1984).
- [32] D. Chicot, J. Lesage, *Thin Solid Films* 254, 123 (1995).
- [33] A.M. Korsunsky, M.R. McGurk, S.J. Bull, T.F. Page, *Surf. Coat. Technol.* 99, 171 (1998).
- [34] E.S. Puchi-Cabrera, *Surf. Coat. Technol.* 160, 177 (2002).
- [35] L. Hemmouche, D. Chicot, A. Amrouche, A. Iost, M.A. Belouchrani, X. Decoopman, G. Louis, E.S. Puchi-Cabrera. *Mater. Sci. Eng. A* 585, 155 (2013).
- [36] D. Choulier, Thèse de doctorat, Université de Technologie Compiègne (1989).
- [37] D. Chicot, P. Démarécaux, J. Lesage, *Thin Solid Films* 283, 151 (1996).
- [38] P. Araujo, D. Chicot, M.H. Staia, J. Lesage. *Surf. Eng.* 21, 35 (2005).
- [39] C.B. Ponton, R.D. Rawlings. *Mater. Sci. Technol.* 5, 961 (1989).
- [40] X.L. Gao. *Int. J. Sol. Struct.* 43, 6615 (2006).
- [41] D. Chicot, K. Tilkin, K. Jankowski, A. Wymyslowski. *Microelec. Reliab.* 53, 761 (2013).
- [42] D. Chicot, F. Roudet, A. Zaoui, G. Louis, V. Lepingle. *Mater. Chem. Phys.* 119, 75 (2010).
- [43] K. Zeng, C.-h. Chiu. *Acta Mater.* 49, 3539 (2001).
- [44] J-S. Lee, J-I. Jang, B-W. Lee, Y. Choi, S. G. Lee, D. Kwon. *Acta Mater.* 54, 1101 (2006).