



**HAL**  
open science

# Indentation et rhéologie de verres inorganiques de 20 à 700 ° C

Cédric Bernard

► **To cite this version:**

Cédric Bernard. Indentation et rhéologie de verres inorganiques de 20 à 700 ° C. Mécanique [physics.med-ph]. Université Rennes 1, 2006. Français. NNT: . tel-00402562

**HAL Id: tel-00402562**

**<https://theses.hal.science/tel-00402562>**

Submitted on 7 Jul 2009

**HAL** is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

N° d'ordre : 3492

# THÈSE

*présentée devant*

**L'UNIVERSITÉ DE RENNES 1**

*pour obtenir le grade de*

**DOCTEUR DE L'UNIVERSITÉ DE RENNES 1**

Mention : **MÉCANIQUE**

*Par*

**Cédric BERNARD**

LARMAUR, FRE-CNRS 2717  
UFR Structure et Propriétés de la Matière  
Ecole Doctorale Sciences de la Matière

**Indentation et rhéologie de verres  
inorganiques de 20 à 700 °C**

Soutenue le 13 décembre 2006 devant la commission d'examen

Composition du jury :

Rapporteurs : **E. LE BOURHIS**  
**D. NEUVILLE**

*Université de Poitiers*  
*Institut de Physique du Globe de Paris*

Examineurs : **L. RAKOTOMANANA – RAVELONARIVO**  
**U. RAMAMURTY**  
**T. ROUXEL**  
**V. KERYVIN**

*Université de Rennes 1*  
*Indian Institute of Science, Bangalore*  
Directeur de thèse, *Université de Rennes 1*  
*Université de Rennes 1*



## *Remerciements*

*Ce travail a été réalisé au LARMAUR, Laboratoire de Recherche en Mécanique Appliquée de l'Université de Rennes 1, sous la direction du Professeur Tanguy Rouxel. Je tiens à le remercier de m'avoir accueilli dans son équipe et de m'avoir guidé et éclairé tout au long de ces travaux.*

*Un grand merci à Vincent Keryvin, Maître de Conférences à l'Université de Rennes 1, pour son implication, sa disponibilité et ses nombreuses relectures, mais aussi à Jean-Christophe Sangleboeuf, Professeur de l'Université de Rennes 1, pour son aide et ses idées toujours aussi précieuses, notamment pour la partie expérimentale. Merci aussi à Bernard Truffin et Emmanuelle Reynaud qui m'ont souvent apporté conseils et soutien.*

*J'exprime ma reconnaissance envers Messieurs Eric Le Bourhis, Professeur à l'Université de Poitiers et Daniel Neuville, Chargé de Recherche CNRS à l'Institut de Physique du Globe de Paris, pour avoir accepté la charge de rapporter ce travail. Merci également aux autres membres du jury de thèse.*

*Je remercie tous les membres du laboratoire – la liste est trop longue pour les citer – pour leur accueil, leurs nombreux coups de main et pour l'ambiance sympathique qu'ils ont su créer. Avec une pensée particulière pour Hai Xia, Yi Fan, Youcef et Jean-Marc, qui ont partagé avec moi le bureau 916.*

*J'ai également une pensée amicale pour tous les étudiants et stagiaires que j'ai croisés ces dernières années au LARMAUR.*

*Merci à ma famille et, bien évidemment, à Muriel.*



# Sommaire

|   |           |
|---|-----------|
| <b>INTRODUCTION</b>   | <b>1</b>  |
| <b>CHAPITRE 1 : INTRODUCTION AU VERRE ET A SA RHEOLOGIE</b>                 | <b>5</b>  |
| 1. Qu'est-ce qu'un verre ?  | 5         |
| 2. Le verre à vitre : un matériau viscoélastique                            | 5         |
| 2.1. Composition, structure et fabrication                                  | 5         |
| 2.2. Variation du comportement mécanique avec la température                | 7         |
| 2.2.1. Du liquide au solide, une évolution progressive                      | 7         |
| 2.2.2. La transition vitreuse   | 7         |
| 2.2.3. Notion de volume libre   | 8         |
| 2.2.4. Evolution des modules élastiques avec la température                 | 9         |
| 2.2.5. A température ambiante   | 9         |
| 2.3. Rhéologie du verre à vitre   | 11        |
| 2.3.1. La viscoélasticité   | 11        |
| 2.3.2. Lois de comportement viscoélastiques linéaires                       | 13        |
| 2.3.3. Généralisation   | 21        |
| 3. Un exemple : rhéologie d'un verre de chalcogénures                       | 27        |
| 3.1. Qu'est ce que le verre TAS ?   | 27        |
| 3.2. Viscoélasticité des fibres de verre de chalcogénures TAS               | 27        |
| 3.2.1. Préparation des fibres et procédures expérimentales                  | 27        |
| 3.2.2. Résultats expérimentaux et discussion                                | 28        |
| 3.2.3. Fluage en compression  | 35        |
| 3.2.4. Conclusion   | 36        |
| <b>CHAPITRE 2 : INDENTATION ET RHEOLOGIE</b>                                | <b>41</b> |
| 1. L'indentation instrumentée   | 41        |
| 1.1. Le principe  | 41        |
| 1.2. Les indenteurs   | 43        |
| 1.3. Les échantillons   | 44        |
| 2. Etat de l'art  | 45        |
| 2.1. Comportement sous un indenteur, théorie et modèles                     | 45        |
| 2.1.1. Contact élastique linéaire   | 45        |
| 2.1.2. Analogie avec la viscoélasticité linéaire                            | 45        |
| 2.1.3. Exemple : l'indenteur conique  | 46        |
| 2.2. Equipements existant et résultats associés                             | 50        |
| 2.2.1. Indentation pyramidale à charge constante et à vitesse constante     | 50        |
| 2.2.2. Indentation avec un cylindre à fond plat                             | 52        |
| 2.2.3. Indentation fluage avec différentes géométries d'indenteur           | 53        |
| 2.2.4. Indentation instrumentée Vickers sur le Planilux®                    | 55        |
| 2.2.5. Etude des propriétés viscoélastiques par essais de dureté classiques | 55        |

|  |            |
|--|------------|
| <b>3. Développement d'une machine d'indentation instrumentée en température</b>                            | <b>57</b>  |
| 3.1. Définition du besoin – Cahier des charges   | 57         |
| 3.2. Solutions proposées   | 57         |
| 3.2.1. Partie opérationnelle   | 57         |
| 3.2.2. Partie commande   | 67         |
| 3.3. Protocole d'essai   | 70         |
| 3.3.1. Réglage de l'indenteur  | 70         |
| 3.3.2. Protocole d'un essai en température   | 71         |
| 3.4. Dépouillement des courbes et calibrage  | 73         |
| 3.4.1. Essai d'indentation fluage  | 73         |
| 3.4.2. Détermination des paramètres élastiques   | 75         |
| 3.4.3. Calibrage de la souplesse de la machine   | 77         |
| <b>4. Résultats concernant les essais d'indentation fluage</b>   | <b>82</b>  |
| 4.1. Indentation fluage du Planilux®   | 82         |
| 4.1.1. Indenteur cylindrique à fond plat   | 82         |
| 4.1.2. Indenteur sphérique   | 83         |
| 4.1.3. Indenteur Vickers   | 85         |
| 4.1.4. Observation des échantillons après indentation  | 86         |
| 4.1.5. Discussion  | 86         |
| 4.2. Fluage du verre TAS   | 91         |
| 4.2.1. Indentation fluage  | 91         |
| 4.2.2. Comparaison avec la viscosité en température  | 93         |
| 4.3. Rhéologie du verre métallique $Zr_{55}Cu_{30}Al_{10}Ni_5$   | 93         |
| 4.3.1. Choix du verre métallique $Zr_{55}Cu_{30}Al_{10}Ni_5$ pour le calibrage                             | 93         |
| 4.3.2. Indentation fluage du verre métallique $Zr_{55}Cu_{30}Al_{10}Ni_5$                                  | 94         |
| 4.3.3. Essais de charge/décharge en température  | 95         |
| 4.4. Rhéologie des trois verres  | 96         |
| <b>CONCLUSION</b>  | <b>101</b> |
| <b>REFERENCES</b>  | <b>107</b> |
| <b>ANNEXES</b>   | <b>111</b> |
| <b>1. Les verres métalliques massifs</b>   | <b>113</b> |
| <b>2. Relation force – déplacement en viscoélasticité linéaire pour différentes géométries d'indenteur</b> | <b>115</b> |
| 2.1. Indenteur cylindrique à fond plat   | 115        |
| 2.2. Indenteur sphérique   | 116        |
| 2.3. Indenteur pyramidal   | 118        |
| <b>3. Calcul de la relaxation de la contrainte dans une cellule de Burger</b>                              | <b>119</b> |
| <b>4. Echographie ultrasonore</b>  | <b>120</b> |

# **INTRODUCTION**





# Introduction

Le verre ne cesse de progresser et de prendre une place plus importante dans notre quotidien. Des lames de couteaux préhistoriques aux fibres de verre actuelles, l'Homme a toujours tiré parti de ses propriétés singulières. Les nombreuses qualités des verres d'oxydes, telles que leur transparence optique, leur inertie chimique ou leur pouvoir isolant, les rendent indispensables dans des domaines de plus en plus nombreux (architecture, construction automobile, fibres de renfort ...). De nouveaux verres à base de germanium permettent également de réaliser aussi bien des dispositifs de vision nocturne, que des capteurs biologiques permettant de détecter certaines bactéries à des fins médicales. Dans toutes ces applications, les pièces en verre doivent avoir généralement une géométrie bien définie pour remplir correctement leurs fonctions (lentilles, fibres optiques, pare-brises...). Cette indispensable étape qu'est la mise en forme de ces matériaux, plus particulièrement en température, est le cadre de cette étude.

Malgré leurs nombreux atouts, la plupart des matériaux vitreux ont le désavantage d'être fragiles à température ambiante, ce qui rend leur mise en forme longue et coûteuse à cette température. C'est pourquoi ils ont toujours été travaillés à des températures suffisamment élevées pour les rendre malléables. D'ailleurs, cette diminution progressive de la viscosité avec la température est une autre propriété spécifique au verre. Et si l'on veut prévoir leur comportement pendant leur mise en forme, il est indispensable de caractériser mécaniquement les verres précisément à ces températures de travail. Autrement dit, d'étudier leur rhéologie pour ces températures. Pour y parvenir, il existe différents essais conventionnels tels que les essais de fluage ou de relaxation en traction, en compression, en flexion... qui permettent d'appréhender les propriétés mécaniques de matériaux visqueux en température. L'objectif de cette étude est de réaliser cette même caractérisation au moyen d'une machine d'indentation instrumentée. Cette technique présente des avantages en terme de rapidité et de simplicité. En effet, comme cet essai est très localisé, les échantillons nécessitent à la fois peu de matière et très peu de préparations. De plus, leur petite taille facilite l'obtention d'une bonne homogénéité thermique du matériau. En contrepartie, la sollicitation imposée par ce type d'essai (pénétration d'un indenteur dans une surface plane) est très complexe, ce qui rend l'exploitation des résultats plus délicate.

L'objectif premier de ce travail a été de concevoir et de réaliser une machine d'indentation instrumentée permettant de caractériser mécaniquement des matériaux à hautes températures. Peu de machines de ce type existent car il est difficile de mesurer de manière précise des déplacements et des efforts relativement faibles à de hautes températures. En effet, une fluctuation de température de moins de 1 °C peut engendrer une dilation de la machine supérieure au micromètre qui, si elle n'est pas compensée, peut fausser les mesures. Nous avons donc conçu cette machine de manière à minimiser les effets de ces fluctuations. La machine réalisée dans cette étude a pour particularité d'être opérationnelle jusqu'à 1100 °C, et d'être pilotée avec une grande liberté aussi bien en effort qu'en déplacement. De plus, les indenteurs sont facilement interchangeables ce qui permet de tester différentes géométries d'indenteur. Une fois la machine construite, un calibrage de la raideur de la machine, indispensable pour les essais au cours desquels la charge varie, a été effectué. Puis des mesures de viscosités en température sur différents verres inorganiques ont été réalisées afin de valider la machine, mais aussi la méthode d'extraction des paramètres viscoélastiques des courbes tracées. Cette étude, réalisée au cours de ces trois dernières années, sera présentée de la manière suivante.

Le premier chapitre a pour objet le verre et la viscoélasticité en général. Après une rapide définition du verre, nous présenterons les principales propriétés mécaniques de ce matériau, en mettant l'accent sur la forte influence de la température sur ces dernières. Nous parlerons ensuite plus particulièrement des trois familles de verres inorganiques étudiées, à savoir : le verre à vitre, les verres de chalcogénures et les verres métalliques massifs. L'étude du comportement du verre à vitre en température nous permettra d'introduire la notion de viscoélasticité. Nous définirons, à cette occasion, les paramètres et fonctions qui la caractérise, comme la raideur  $J$  et la rigidité  $G$  de fluage. Nous ferons alors le point sur les modèles et théories employés pour décrire le comportement viscoélastique, en nous intéressant tout particulièrement à celui du verre autour de sa température de transition vitreuse. Nous évoquerons également le caractère non linéaire de la viscosité du verre, que l'on peut observer dans certaines conditions. L'étude que nous présenterons ensuite, sur la rhéologie d'un verre à base de Tellure, Arsenic et Sélénium, en constituera une première application. Nous caractériserons le comportement de ce verre à partir d'un autre type d'essai non conventionnel : l'essai de courbure statique. Puis nous tenterons de comparer ces résultats à ceux d'un essai de fluage classique.

L'indentation instrumentée sera le point central du second chapitre. Après une brève présentation générale de cette technique, nous ferons un état des lieux des théories, des machines et des résultats associés à la caractérisation rhéologique des verres par indentation instrumentée. Dans cette partie, nous mettrons en place une loi de comportement viscoélastique propre à chaque géométrie d'indenteur dont nous disposons (cylindrique, sphérique et pyramidale). Pour cela, on considérera d'abord le problème de l'indentation dans le cadre élastique linéaire pour le transposer ensuite par une analogie élasticité linéaire – viscoélasticité linéaire. Les équations obtenues nous permettront d'analyser des courbes tracées pour en extraire, suivant le type d'essai (déplacement imposé, vitesse imposée, charge imposée ...), tel ou tel paramètre viscoélastique. Dans la partie suivante, les différentes étapes de conception de la machine seront exposées. Ensuite, viendra la présentation de la méthode de dépouillement des courbes d'indentation fluage puis la méthode de calibrage de la machine. Enfin, les résultats de nos mesures de viscosités en température sur les différents types de verres et pour les différentes géométries d'indenteur seront présentés et commentés. Ces mesures seront ensuite confrontées aux résultats existant dans la littérature afin de valider, ou non, la machine et la méthode d'analyse des courbes mise en place.

# **Chapitre 1**

## **Introduction au verre et à sa rhéologie**



# Chapitre 1 : Introduction au verre et à sa rhéologie

Ce chapitre va nous permettre de présenter le verre et particulièrement l'influence de la température sur ses propriétés mécaniques. Dans un premier temps, nous définirons la notion de verre et parlerons des propriétés mécaniques générales de celui-ci. En nous basant sur l'étude du comportement du verre à vitre en température, nous introduirons la notion de viscoélasticité, ainsi que les différents paramètres qui caractérisent ce comportement. Nous présenterons alors les modèles les plus couramment employés pour décrire ce phénomène. L'étude réalisée sur des fibres de verre de chalcogénures qui suivra permettra d'appliquer ces connaissances à un premier matériau vitreux. Nous identifierons les paramètres viscoélastiques de ce matériau à partir de mesures issues d'essais non conventionnels de relaxation – recouvrance par courbure statique. Afin de critiquer ces résultats, nous procéderons à un essai plus classique de fluage en compression sur un échantillon massif du même verre. Mais pour commencer, répondons à la question suivante :

## 1. Qu'est-ce qu'un verre ?

Si dans le langage commun, le verre est souvent associé au matériau transparent et fragile utilisé pour la fabrication des vitres, il a un sens beaucoup plus vaste et moins facile à définir dans le langage scientifique. Il existe d'ailleurs plusieurs définitions différentes. Selon Zarzyki, la définition la plus convenable est la suivante : « un verre est un solide non-cristallin présentant le phénomène de transition vitreuse » [1]. Dans cette définition, une distinction claire est faite entre les matériaux amorphes et les verres. En effet, seuls les verres ont la faculté de passer progressivement et de manière réversible à un état de plus en plus fluide lorsque l'on élève la température. Au cours de cette évolution, on assiste à une modification rapide des propriétés au voisinage d'une température, c'est ce que l'on appelle la transition vitreuse. Doremus ne fait, par contre, aucune distinction entre les verres et les matériaux amorphes dans sa définition [2]. « Un verre est un solide amorphe. Un matériau est amorphe quand il n'a pas d'ordre à longue distance... ». Quel que soit la définition que l'on adopte, le verre est un matériau homogène dont la structure à l'échelle atomique est désordonnée et que l'on peut synthétiser par de nombreuses méthodes. La plus classique consiste à chauffer un mélange des constituants chimiques de départ jusqu'à la fusion, puis à le refroidir suffisamment rapidement pour que la cristallisation n'ait pas le temps de se produire, le matériau se fige alors dans son état amorphe. La dénomination « verres inorganiques » regroupe tous les types de verres qui ne sont pas composés de chaînes carbonées comme certains polymères.

## 2. Le verre à vitre : un matériau viscoélastique

### 2.1. Composition, structure et fabrication

Le verre à vitre est un verre d'oxydes ternaire  $\text{SiO}_2\text{-Na}_2\text{O-CaO}$  aussi appelé verre silico-sodo-calcique. Il est composé essentiellement de silice,  $\text{SiO}_2$ , dont le réseau atomique

constitue le squelette du matériau. La structure de base de la silice vitreuse se présente sous la forme d'un empilement désordonné de tétraèdres ( $\text{SiO}_4$ ) reliés les uns aux autres par leurs sommets (Figure 1-1), toutes les liaisons inter-atomiques étant covalentes. A cette silice sont ajoutés un certain nombre d'éléments modificateurs de réseau (principalement  $\text{Na}_2\text{O}$  et  $\text{CaO}$ ) afin de modifier certaines caractéristiques du verre. L'introduction de ces éléments entraîne une diminution du nombre de ponts oxygènes  $\text{Si-O-Si}$  du réseau de silice de base, qui devient alors plus lâche et plus ouvert (Figure 1-2(a)). Nombre de propriétés du verre à vitre dépendent de la nature, du nombre et de la répartition de ces éléments modificateurs dans le réseau. C'est pour tenter de comprendre le lien composition-structure-propriétés que plusieurs auteurs ont modélisé, dès 1930, la structure du verre ternaire  $\text{SiO}_2\text{-Na}_2\text{O-CaO}$ . Les études de Zachariassen ont montré que pour une concentration assez faible, les ions modificateurs se répartissent aléatoirement et relativement uniformément dans les sites interstitiels du réseau de silice (Figure 1-2(a)) [3]. Par contre, au-delà d'une certaine concentration (16% en masse pour le binaire  $\text{Na}_2\text{O-SiO}_2$ ), les ions modificateurs se regroupent préférentiellement le long de chenaux, appelés chemins de percolation, comme illustré sur la Figure 1-2(b) [4]. Ces chemins de percolation qui ont une forte concentration en ions modificateurs, ont par conséquent une forte concentration en liaisons ioniques. Les liaisons ioniques étant en moyenne 10 fois plus faibles que les liaisons covalentes, ces chemins constituent des zones de faible résistance et jouent un rôle important dans les déformations irréversibles du verre. Toutefois, le lien entre la composition, la structure et les propriétés est loin d'être complètement établi.

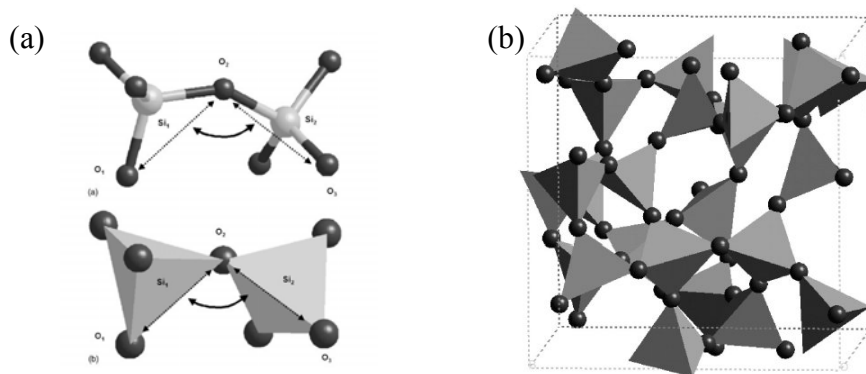


Figure 1-1 : (a) Deux tétraèdres de silice reliés par un même atome d'oxygène. (b) Structure de la silice amorphe : empilement désordonné de tétraèdres de silice [5].

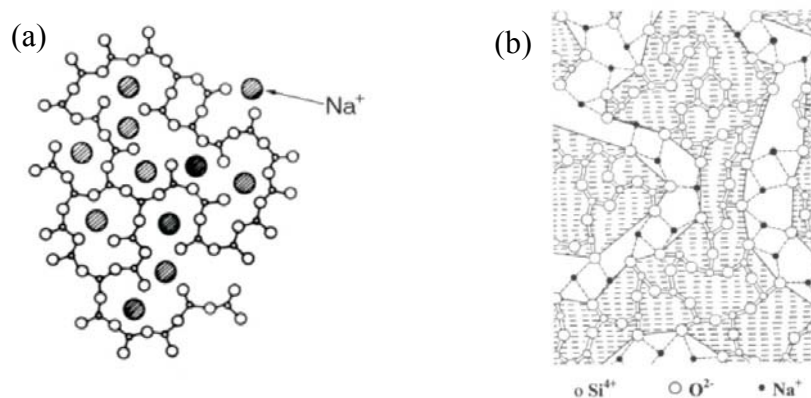


Figure 1-2 : Modèles représentant le réseau d'un verre silico-sodo-calcique : (a) les ions modificateurs sont uniformément répartis dans le réseau [1], [3]. (b) les ions modificateurs se répartissent préférentiellement suivant des canaux [4].

Le verre d'oxyde sur lequel nous avons travaillé est le verre à vitre Planilux® produit par Saint-Gobain. Il est obtenu par le procédé float et sa composition est donnée dans le Tableau 1.

| Oxyde     | SiO <sub>2</sub> | Na <sub>2</sub> O | CaO | MgO | Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> | Autres |
|-----------|------------------|-------------------|-----|-----|--------------------------------|--------|
| % molaire | 72               | 13,4              | 9   | 4   | 0,6                            | 1      |

Tableau 1 : Composition du verre à vitre Planilux®.

Le verre à vitre étudié ici est issu du procédé float. Ce procédé, inventé par Pilkington [6] en 1952 et illustré par la Figure 1-3, permet de produire du verre plat avec un excellent état de surface sans étape de polissage. Les composants sont tout d'abord portés à température de fusion (1500 °C) dans un four, le mélange à 1050 °C est ensuite déversé en continu sur un bain d'étain en fusion sous atmosphère contrôlée. Le verre, dont la densité est bien inférieure à celle de l'étain, s'étale à la surface de celui-ci, tout en refroidissant jusqu'à 600 °C environ, suffisamment vite pour ne pas cristalliser. Après un passage dans un four de recuit à 500 °C, le ruban de verre solide est découpé en panneaux de verre aux surfaces planes et parallèles. Lors du passage du ruban de verre sur le bain d'étain, des atomes d'étain diffusent à travers la surface en contact avec le métal jusqu'à 10 à 20 µm de profondeur dans le réseau vitreux. Dans le même temps, la face en contact avec l'atmosphère subit un appauvrissement en atomes alcalins [7]. Les deux surfaces d'une plaque de verre float ont donc des compositions chimiques légèrement différentes.

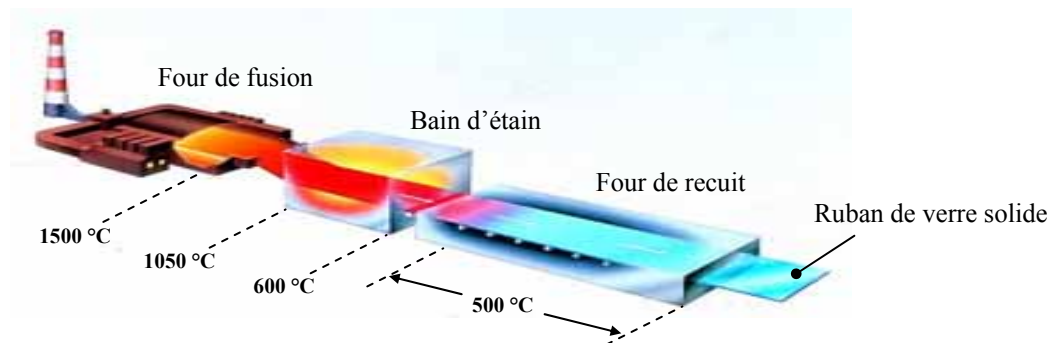


Figure 1-3 : Procédé float.

## 2.2. Variation du comportement mécanique avec la température

### 2.2.1. Du liquide au solide, une évolution progressive

Le verre passe progressivement de l'état liquide à l'état solide. Il n'y a pas de réarrangement général de la structure atomique par diffusion comme on peut l'observer lorsqu'un liquide cristallise en refroidissant. Lors de cette transformation progressive il existe tout de même une température pour laquelle on observe des changements sensibles de certaines propriétés du verre. Cette température est appelée température de transition vitreuse.

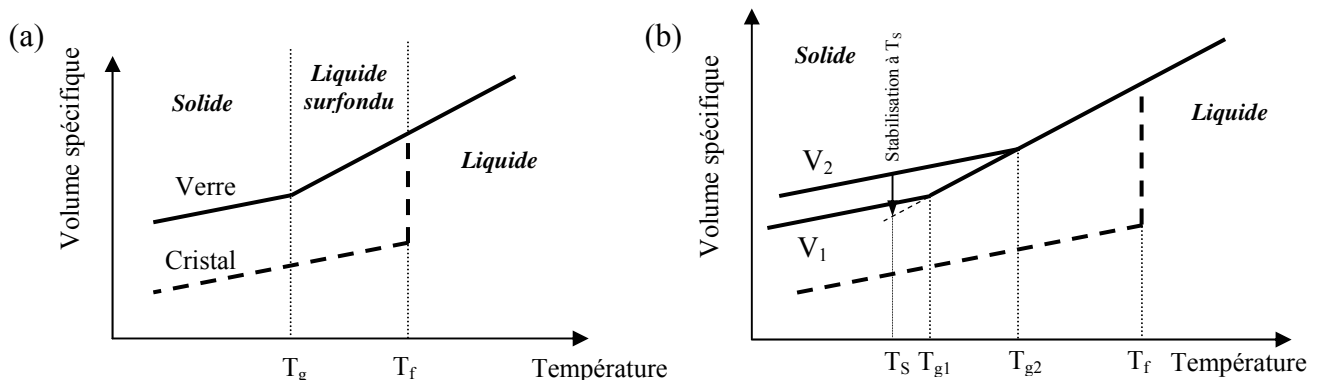
### 2.2.2. La transition vitreuse

Le phénomène de transition vitreuse ( $T_g$ ) est mis en évidence par l'évolution du volume spécifique (inverse de la masse volumique :  $v = 1/\rho$ ) d'un matériaux pendant son refroidissement plus ou moins rapide à partir de son état liquide. En effet, lorsque l'on



refroidit un matériau sous sa température de fusion ( $T_f$ ), deux phénomènes peuvent se produire (Figure 1-4) :

- La vitesse de refroidissement est assez grande pour que le matériau atteigne la  $T_g$  avant que les atomes aient le temps de se regrouper en structure cristalline par diffusion. A cette température, la viscosité est trop grande pour permettre toute diffusion ultérieure des atomes, la structure reste figée telle qu'elle et le matériau est vitreux. Sous la  $T_g$ , le volume du matériau diminue toujours linéairement par rapport à la température mais environ 30% moins vite que dans son état liquide ou liquide surfondu.



**Figure 1-4 : (a) Volume spécifique en fonction de la vitesse de refroidissement. (b) Influence de la vitesse de refroidissement sur les caractéristiques du verre obtenu.**

- La vitesse de refroidissement est assez lente pour que le matériau cristallise complètement à la température  $T_f$ . Il en résulte une forte discontinuité sur la courbe, et l'évolution de la contraction du matériau cristallisé est proche de celle de son équivalent vitreux pour les températures inférieures.

Notons que la position de la transition vitreuse n'est pas fixe, contrairement à  $T_f$ , mais se déplace légèrement suivant la vitesse de refroidissement (Figure 1-4(b)). A une vitesse de refroidissement plus élevée  $V_2 > V_1$  correspond une  $T_g$  plus élevée  $T_{g1} > T_{g2}$ . Toutefois, le phénomène de transition vitreuse a toujours lieu pour une viscosité voisine de  $10^{12,3}$  Pa.s. On définit habituellement la zone de transition vitreuse entre  $10^{12}$  et  $10^{12,6}$  Pa.s [14].

Notons qu'un traitement thermique de recuit autour de la  $T_g$  permet de diminuer le volume spécifique d'un verre jusqu'à une valeur minimum. Lorsqu'un verre atteint ce minimum, on parle alors de verre stabilisé. L'effet d'une stabilisation à la température  $T_s$  sur le volume spécifique d'un verre trempé à la vitesse  $V_2$  est représenté sur la Figure 1-4(b). Notons que le volume spécifique d'un verre stabilisé à la température  $T_s$  ne correspond pas à celui de l'état cristallin, mais à celui de l'état liquide surfondu, si on le prolongeait jusqu'à la température de recuit.

### 2.2.3. Notion de volume libre

Pour une même température, on remarque que la forme vitreuse du matériau a un volume spécifique plus important que sa forme cristalline (Figure 1-4(b)). Cela implique qu'un verre contient une certaine quantité de volume excédentaire, qui augmente avec la vitesse de trempé (Figure 1-4(b)). Cette quantité de volume excédentaire  $v_e$  joue un rôle

décisif dans le comportement des verres et plus particulièrement une fraction de celle-ci appelée « volume libre » et notée  $v_f$ . En effet, d'après Cohen et Turnbull, lorsque le volume excédentaire est faible, il se répartit uniformément dans le matériau, mais lorsqu'il devient supérieur à une certaine quantité  $v_0$ , une fraction de celui-ci, appelée volume libre et définie par  $v_f = v_e - v_0$ , peut se répartir très librement dans la structure [15]. Cette partie du volume excédentaire peut alors se répartir de manière hétérogène dans la structure et entraîner une localisation des déformations ce qui engendre des changements radicaux dans le comportement du matériau. Précisons que la quantité de volume excédentaire augmente avec la température (effet de la dilatation thermique) ou sous l'effet des contraintes de cisaillement [16], et que sa distribution dans la structure d'un verre silico-sodo-calcique est influencée par la présence d'ions modificateurs de réseau.

#### 2.2.4. Evolution des modules élastiques avec la température

Les liaisons interatomiques deviennent plus faibles pour une température plus élevée, il n'est donc pas étonnant d'observer sur le verre Planilux® une baisse du module d'Young (E) pour une augmentation de la température comme le montre la Figure 1-5 [13]. On remarque une chute plus rapide du module d'Young au-delà de 540 °C bien avant la température de fusion située, elle, vers 1400 °C, mettant en évidence le phénomène de transition vitreuse. La variation de la viscosité présentée sur cette figure sera discutée plus loin.

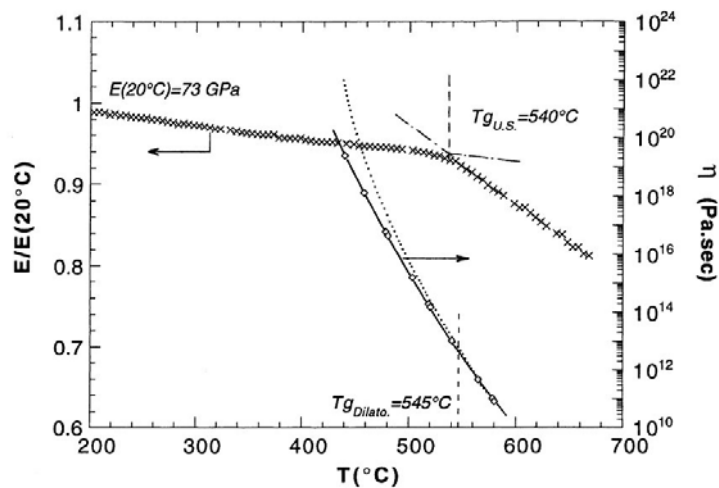


Figure 1-5 : Module d'Young (E) et viscosité ( $\eta$ ) du Planilux® en fonction de la température. E mesuré par échographie ultrasonore en mode barre longue et  $\eta$  mesurée par un essai de flexion 3 points [13].

#### 2.2.5. A température ambiante

Dans le langage courant, le verre est qualifié de fragile, ce que l'on peut traduire par : le verre ne connaît pas de déformation macroscopique irréversible avant la rupture. Il existe pourtant des conditions particulières pour lesquelles le verre à vitre peut s'écouler irréversiblement. On observe par exemple ce type de déformations au cours d'essais d'indentation ou de rayage à faible charge (champs de contraintes et de déformations très hétérogènes et valeur des déformations et des contraintes très élevées sous l'indenteur), ou au cours d'essais où l'on impose à une éprouvette une très grande pression hydrostatique.

Le verre à vitre, comme tout autre matériau, peut donc subir des déformations réversibles ou irréversibles. Dans le premier cas, on parle de comportement élastique. Les

liaisons inter-atomiques sont suffisamment fortes pour résister à la sollicitation mécanique imposée, elles s'étirent mais ne rompent pas. Ainsi, lorsque la sollicitation est supprimée, la structure revient dans sa configuration initiale. Par contre, lorsque la sollicitation est suffisamment élevée pour rompre certaines liaisons, le matériau s'écoule irréversiblement, on parle alors de déformation inélastique ou visqueuse si elle dépend du temps. Si les différents modes d'écoulement inélastiques à température ambiante sont bien connus dans le cadre des matériaux cristallins – création et mouvement de dislocations (on parle alors de plasticité) – ceux du verre le sont moins. En effet, le concept de dislocation est inhérent à la structure cristalline et n'a jamais été mis en évidence dans un matériau amorphe. De plus, la répartition aléatoire des atomes dans le réseau vitreux a rendu impossible pour l'instant la mise en place d'un modèle satisfaisant pouvant illustrer les déformations irréversibles.

On peut toutefois diviser l'écoulement irréversible dans les verres en deux types : l'écoulement par glissement et l'écoulement par densification. L'écoulement par glissement correspond à un déplacement de la matière sous forme de couches glissant les unes sur les autres suivant des surfaces de glissement. Il se produit à volume constant et peut être mis en évidence lors d'une indentation par exemple. Les lignes de glissement dans la zone de déformation irréversible autour de l'empreinte, observables sur la Figure 1-6, sont le résultat de surfaces de glissement ayant débouché à la surface du matériau. De plus, cette idée est corroborée par la création de bourrelets autour de l'empreinte, indiquant qu'une partie de la déformation se fait à volume constant, ce qui est une caractéristique de l'écoulement par glissement.

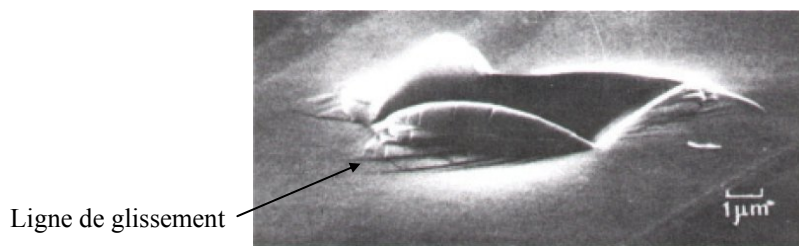


Figure 1-6 : Empreinte d'indentation Vickers [8].

| Propriétés du verre Planilux® à 20 °C                  |            |
|--|------------|
| Module d'Young, <b>E</b> (GPa)                         | 71,5 ±2    |
| Coefficient de Poisson, <b>ν</b>                       | 0,21 ±0,01 |
| Densité, <b>ρ</b> (g.cm <sup>-3</sup> )                | 2,55 ±0,01 |
| Dureté Meyer, <b>H</b> (GPa)                           | 6,12 ±0,01 |
| Ténacité, <b>K<sub>C</sub></b> (MPa.m <sup>1/2</sup> ) | 0,72 ±0,02 |

Tableau 2 : Principales propriétés mécaniques du verre Planilux® à 20 °C [11], [12].

L'écoulement par densification a été clairement mis en évidence pour les verres d'oxydes. En effet, un verre Planilux® soumis à de très hautes pressions hydrostatiques à température ambiante voit sa densité augmenter irréversiblement. Ce compactage du réseau est d'autant plus grand que la structure du verre est lâche, comme dans le cas des verres d'oxydes avec une faible concentration d'ions modificateurs de réseau. Un verre de silice pur peut densifier jusqu'à 20% alors que le verre à vitre ne densifie pas au delà de 6% [9], [10]. Un traitement thermique aux alentours de la température de transition vitreuse permet de renverser le processus.

## 2.3. Rhéologie du verre à vitre

Comme nous l'avons vu précédemment, les verres d'oxydes, macroscopiquement rigides et fragiles à température ambiante, adoptent un comportement viscoélastique au voisinage de leur température de transition vitreuse. Dans la partie qui suit, nous allons rappeler quelques notions de rhéologie afin de disposer d'outils indispensables à la caractérisation du comportement des matériaux viscoélastiques. Nous ferons, ensuite, le point sur les modèles viscoélastiques couramment utilisés dans la littérature pour décrire l'écoulement des verres inorganiques. Nous adopterons la notation suivante :

|  |  |
|--|--|
| Tenseur des contraintes : $\tilde{\sigma}$ | Tenseur des déformations : $\tilde{\varepsilon}$ |
| Contrainte normale : $\sigma$              | Déformation normale : $\varepsilon$              |
| Contrainte de cisaillement : $\tau$        | Glissement : $\gamma$                            |

### 2.3.1. La viscoélasticité

Un matériau viscoélastique suit à la fois un comportement élastique instantané (transformation réversible pendant un temps très court), élastique différé ou anélastique (transformation réversible au bout d'une longue durée), et visqueux (transformation irréversible dont la vitesse dépend des paramètres de sollicitation). Un essai de fluage-recouvrement en cisaillement permet de mettre en évidence ce caractère viscoélastique. Cet essai consiste à imposer à une éprouvette une contrainte de cisaillement variant au cours du temps, comme défini sur la Figure 1-7(a), et à mesurer le glissement correspondant. La réponse classique d'un matériaux viscoélastique est représentée sur la Figure 1-7(b). Le glissement de la partie fluage est constitué de trois composantes telles que :  $\gamma(t) = \gamma_e + \gamma_{ed}(t) + \gamma_v(t)$ . Où  $\gamma_e$  correspond à une réponse élastique instantanée,  $\gamma_{ed}(t)$  à une réponse élastique différée et  $\gamma_v(t)$  à une réponse visqueuse. Lorsqu'on annule la contrainte de cisaillement à partir de  $t_1$ , une partie des déformations imposées lors du fluage est récupérée de manière instantanée  $\gamma_e$  et une autre de manière retardée  $\gamma_{ed}(t_1)$ . Ce phénomène démontre le caractère élastique de  $\gamma_e$  et de  $\gamma_{ed}(t)$ . Le glissement résiduel à la fin de l'essai ( $t = t_\infty$ ) correspond alors à la seule composante de la déformation qui soit irréversible : la composante visqueuse, qui vaut alors  $\gamma_v(t_1)$ .

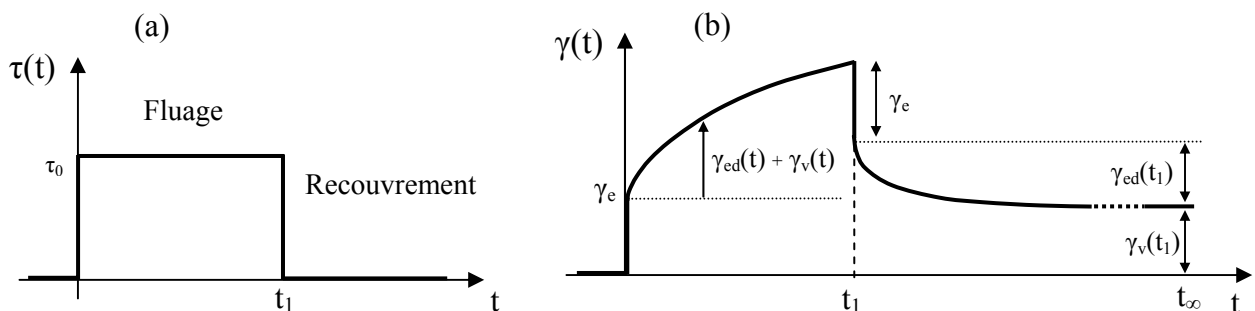


Figure 1-7 : Courbes d'un essai de fluage – recouvrement : (a) contrainte de cisaillement imposée (b) glissement mesuré.

#### 2.3.1.1. Modules de fluage

Un matériau viscoélastique soumis à une contrainte de cisaillement constante  $\tau_0$ , subit donc une déformation de glissement  $\gamma(t)$  qui varie dans le temps, c'est le phénomène de

fluage. Cette variation est caractérisée par une fonction appelée souplesse de fluage, ou fonction de fluage définie par :

$$J(t) = \gamma(t) / \tau_0 \quad \text{pour } t > 0 \quad \text{Eq. 1-1}$$

De même, lorsqu'un matériau viscoélastique est soumis à une déformation de glissement constante  $\gamma_0$ , la contrainte de cisaillement produite  $\tau(t)$  diminue au cours du temps, c'est le phénomène de relaxation (Figure 1-8). La rigidité de fluage, aussi appelée fonction de relaxation, est une fonction du temps décrivant cette variation. Elle est définie par :

$$G(t) = \tau(t) / \gamma_0 \quad \text{pour } t > 0 \quad \text{Eq. 1-2}$$

De plus, par définition on pose :  $J(t) = G(t) = 0$  pour  $t < 0$ .

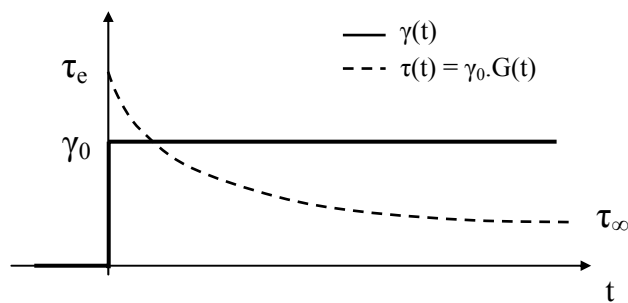


Figure 1-8 : Allure de la rigidité de fluage en cisaillement pour un solide viscoélastique.

### 2.3.1.2. La viscosité apparente

La résistance qu'oppose un fluide à une contrainte de cisaillement qui tend à le faire s'écouler est appelée viscosité. Au sein d'un tel écoulement, on caractérise la relation entre la contrainte de cisaillement  $\tau(t)$  et la vitesse de glissement  $\dot{\gamma} = \frac{d\gamma}{dt}$ , à un instant donné, par le coefficient de viscosité apparente de cisaillement  $\eta$ , aussi appelé par abus de langage simplement viscosité. Ce dernier est défini par la relation :

$$\eta = \frac{\tau}{\dot{\gamma}} \quad \text{Eq. 1-3}$$

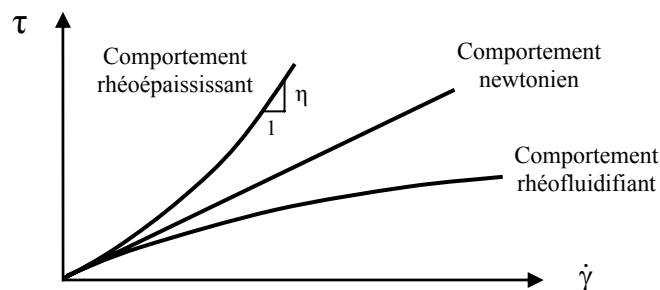


Figure 1-9 : Influence du sens de variation de  $\eta$  sur le comportement rhéologique.

$\eta$  est exprimée en Pa.s (unité SI), ou parfois en Poise (1 Pa.s = 10 Poises). Lorsque  $\eta$  varie en fonction de  $\dot{\gamma}$ , la viscosité est dite non-linéaire. Si  $\eta(\dot{\gamma})$  croît, le comportement est dit

‘rhéoépaississant’, dans le cas inverse on le qualifie de ‘rhéofluidifiant’. Dans le cas où  $\eta$  est indépendant de  $\dot{\gamma}$ , on parle alors de viscosité ‘newtonienne’ ou ‘linéaire’ (Figure 1-9).

### 2.3.2. Lois de comportement viscoélastiques linéaires

Afin d’approcher les comportements viscoélastiques des verres, nous allons présenter ici les modèles viscoélastiques les plus courants. Dans un souci de simplicité, les lois de comportement seront présentées dans cette partie pour une sollicitation de cisaillement pur.

#### 2.3.2.1. Elasticité linéaire

Une déformation élastique est dite linéaire si le glissement à l’instant  $t$  est proportionnel à la contrainte au même moment :

$$\gamma(t) = 1/\mu \cdot \tau(t) \quad \text{Eq. 1-4}$$

Avec  $\mu$ , le module élastique instantané de cisaillement. Ce comportement est habituellement symbolisé par un ressort (Figure 1-10). Les modules de fluage et de souplesse sont indépendants du temps et définis par :

$$G(t) = 1/J(t) = \mu \quad \text{Eq. 1-5}$$

A température ambiante, le verre à vitre est considéré comme élastique linéaire avec  $\mu = 29,6$  GPa.

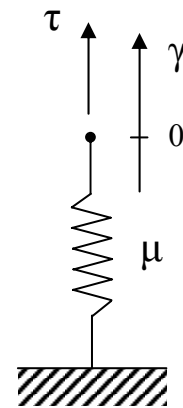


Figure 1-10 : Schéma du modèle élasticité linéaire.

#### 2.3.2.2. Viscosité newtonienne

##### A. Modèle

Un écoulement est dit newtonien si la contrainte tangentielle est proportionnelle à la dérivée du glissement par rapport au temps (Figure 1-11(a) pour  $\tau(t)$  constant) :

$$\dot{\gamma} = \frac{\tau(t)}{\eta_0} \quad \text{Eq. 1-6}$$

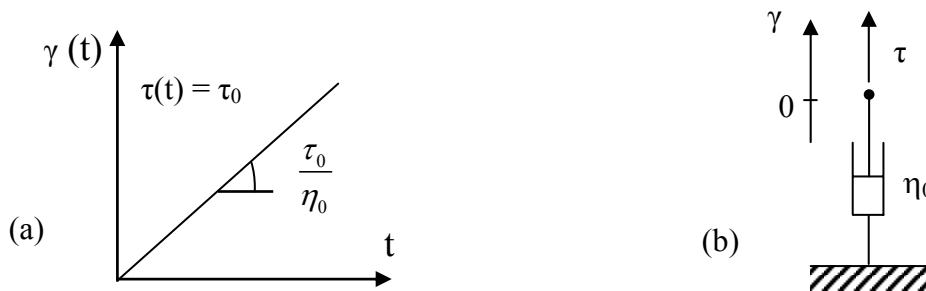


Figure 1-11 : (a) Glissement par rapport au temps pour  $\tau(t)$  constant. (b) Schéma du modèle viscosité newtonienne.

Ce comportement est habituellement symbolisé par un amortisseur (Figure 1-11(b)), le paramètre  $\eta_0$  étant appelé coefficient de viscosité newtonienne ou viscosité newtonienne. La souplesse de fluage est donc la suivante :

$$J(t) = t/\eta_0 \quad \text{Eq. 1-7}$$

Ces deux modèles simples, élasticité linéaire et viscosité newtonienne, sont très importants, car leur association en série ou en parallèle permet d'approcher un grand nombre de comportements viscoélastiques.

## B. Viscosité newtonienne et verre à vitre

De nombreuses études ont montré que les verres d'oxydes ont un comportement linéaire au-dessus de leur température de transition vitreuse [17], [18], [19]. Aux alentours de  $T_g$  leur comportement est plus complexe, mais leur écoulement peut être considéré comme newtonien, après une période transitoire et pour des contraintes et vitesses de sollicitation peu élevées (cf p.24). Rouxel et Sangleboeuf [13] ont ainsi mesuré la viscosité newtonienne du Planilux® en fonction de la température par des essais de flexion trois points (Figure 1-5). Les auteurs ont ensuite approché la relation viscosité/température par une loi d'Arrhenius, Eq. 1-8, régissant les déformations thermiquement activées. Cette théorie est bâtie sur l'hypothèse que la probabilité  $p$  que le mouvement élémentaire le plus simple impliqué dans le processus de déformation se produise en un temps donné suit une loi exponentielle définie par l'Eq. 1-9. On remarque que la viscosité diminue avec la température, et augmente lorsque la taille de la barrière énergétique à franchir (notée  $\Delta G_a$ ), diminue.  $\Delta G_a$  étant l'enthalpie libre d'activation de l'écoulement (en J/mol.K),  $\eta'$  une constante multiplicative (en Pa.s) et  $R$  la constante des gaz parfaits (en J/mol). La loi d'Arrhenius proposée par les auteurs pour approcher les valeurs expérimentales, tracée sur la Figure 1-12, correspond à :  $\{\eta'; \Delta G_a\} = \{4,85.10^{-33} \text{ Pa.s}; 705 \text{ kJ/mol}\}$ .

$$\eta = \eta' \cdot \exp\left(\frac{\Delta G_a}{RT}\right) \quad \text{Eq. 1-8}$$

$$p = p' \cdot \exp\left(\frac{-\Delta G_a}{RT}\right) \quad \text{Eq. 1-9}$$

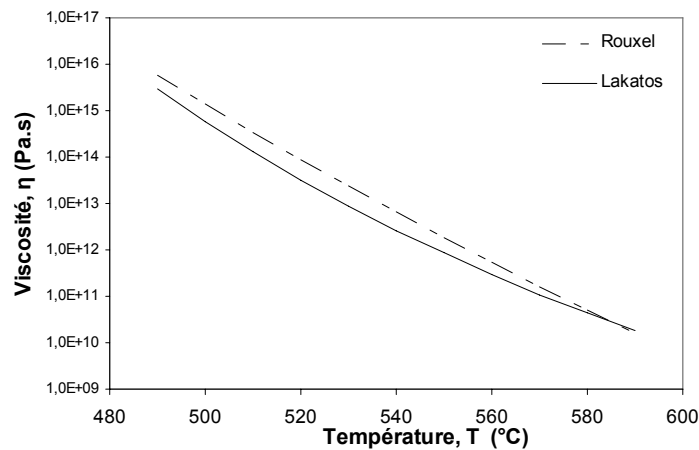


Figure 1-12 : Viscosité du Planilux® en fonction de la température approchée par la formule de VFT [21] et par une loi d'Arrhenius [13].

Ferry et al. [22], [23], [24] au cours de leurs travaux sur la viscosité des polymères ont mis en place, de manière tout à fait empirique, une équation dite de Williams-Landel-Ferry (WLF) qui permet de lier la viscosité à la température. Cette relation a été appliquée également aux verres au voisinage de leur température de transition vitreuse, et est devenue dans ce contexte la formule de Fulcher ou Vogel-Fulcher-Talmann (VFT) [25] :

$$\text{Log } \eta = A + \frac{B}{T - T_0} \quad \text{en log(Poise)} \quad \text{Eq. 1-10}$$

A, B et  $T_0$  sont des constantes. Lakatos et al. [21] ont proposé une méthode pour calculer les coefficients A, B et  $T_0$  en fonction des concentrations des ions modificateurs présents le plus couramment dans les verres silico-sodo-calciques, conduisant aux relations :

$$\left\{ \begin{array}{l} A=1,455+\sum a_i.p_i \quad \text{en log(Poise)} \\ B=5736,4+\sum b_i.p_i \quad \text{en log(Poise.}^\circ\text{C}^{-1}) \\ T_0=198,1+\sum t_i.p_i \quad \text{en }^\circ\text{C} \end{array} \right. \quad \text{Eq. 1-11}$$

$p_i$  correspond à la fraction de l'oxyde  $i$  pour une mole de  $\text{SiO}_2$ , et  $a_i$ ,  $b_i$  et  $t_i$  sont des constantes déterminées par Lakatos pour chaque oxyde (un tableau de valeurs est fourni par les auteurs). La variation de la viscosité du verre Planilux® déterminée par cette méthode est tracée sur la Figure 1-12. Les constantes de la formule VFT correspondante sont les suivantes :  $\{A; B; T_0\} = \{1,6727; 4490,39; 242,592\}$ .

### 2.3.2.3. Modèle de Maxwell

Le modèle de Maxwell, ou liquide de Maxwell, est un modèle viscoélastique linéaire simple. On peut le symboliser par un amortisseur idéal monté en série avec un ressort (Figure 1-13(a)), et son équation rhéologique est la suivante :

$$\frac{d\gamma(t)}{dt} = \frac{1}{\mu} \frac{d\tau(t)}{dt} + \frac{\tau(t)}{\eta_0} \quad \text{Eq. 1-12}$$

La rigidité de fluage correspondante est :

$$G(t) = \mu.e^{-t/\tau_M} \quad \text{Eq. 1-13}$$

Avec  $\tau_M = \eta_0/\mu$ , le temps caractéristique du modèle.

On en déduit (cf. 2.3.3) la loi de comportement de fluage (Eq. 1-14), la souplesse de fluage (Eq. 1-15), et la loi de comportement lorsque  $\tau(t)$  est imposé (Eq. 1-16), d'après l'Eq. 1-34 :

$$\tau(t) = \int_0^t \mu.e^{-(t-t')/\tau_M} \cdot \frac{\partial\gamma(t')}{\partial t'} dt' \quad \text{Eq. 1-14}$$

$$J(t) = \frac{1}{\mu} + \frac{t}{\eta_0} \quad \text{Eq. 1-15}$$

$$\gamma(t) = \tau(0) \left( \frac{1}{\mu} + \frac{t}{\eta_0} \right) + \int_0^t \left( \frac{1}{\mu} + \frac{t-t'}{\eta_0} \right) \cdot \frac{\partial\tau(t')}{\partial t'} dt' \quad \text{Eq. 1-16}$$

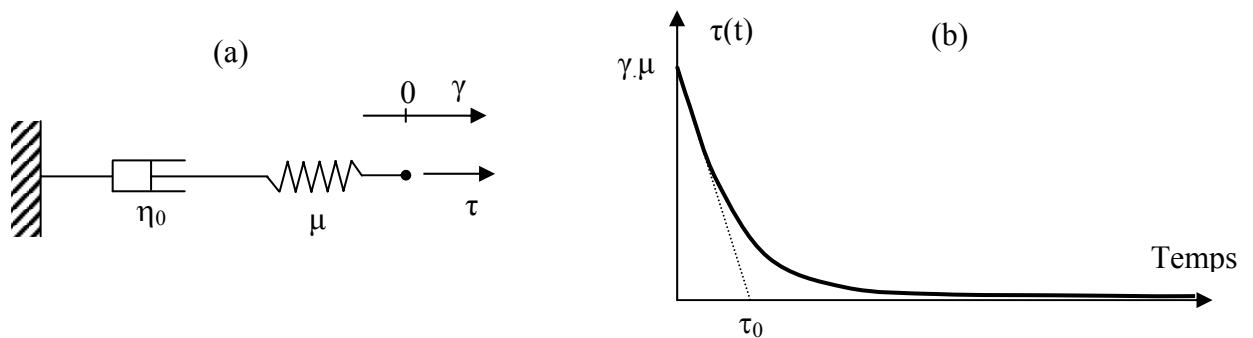


Figure 1-13 : (a) Schéma du modèle de Maxwell. (b) Evolution de la contrainte pour une déformation constante.



Si la cellule de Maxwell est soumise à une déformation constante  $\gamma$  pour  $t > 0$ , la contrainte suit alors l'évolution décrite par la Figure 1-13(b). Le temps caractéristique  $\tau_M$  correspond au temps de réaction du système soumis à une sollicitation extérieure. Pour  $t = \tau_M$  le système est à environ 1/3 (=  $\exp(-1)$ ) de son état final, et à environ 5% pour  $t = 3\tau_M$ .

### 2.3.2.4. Modèle de Kelvin-Voigt

Le modèle de Kelvin-Voigt (ou solide de Kelvin), est aussi un modèle viscoélastique linéaire simple. On peut le symboliser par un amortisseur idéal monté en parallèle avec un ressort (Figure 1-14), et son équation rhéologique est la suivante :

$$\tau(t) = \mu_K \cdot \gamma(t) + \eta_K \frac{d\gamma(t)}{dt} \quad \text{Eq. 1-17}$$

La souplesse de fluage est:

$$J(t) = \frac{1}{\mu_K} \cdot [1 - e^{-t/\tau_K}] \quad \text{Eq. 1-18}$$

Avec  $\tau_K = \eta_K/\mu_K$ , le temps caractéristique du modèle.

La loi de comportement de relaxation est (d'après l'Eq. 1-34) :

$$\gamma(t) = \tau(0) \cdot \frac{1}{\mu_K} (1 - e^{-(t-t')/\tau_K}) + \int_0^t \frac{1}{\mu_K} (1 - e^{-(t-t')/\tau_K}) \cdot \frac{\partial \tau(t')}{\partial t'} dt' \quad \text{Eq. 1-19}$$

Les modèles de Maxwell et de Kelvin-Voigt ne permettent pas de modéliser des comportements viscoélastiques trop complexes car ils ne possèdent qu'un seul temps caractéristique. Il peuvent toutefois servir d'éléments de base dans la construction de modèles plus sophistiqués.

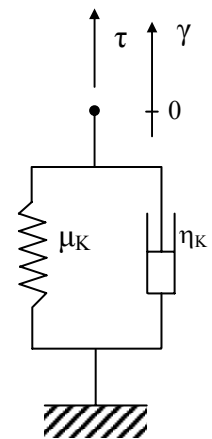


Figure 1-14 : Schéma du modèle de Kelvin-Voigt

### 2.3.2.5. Modèle de Burger

Le modèle de Burger décrit les trois types de comportements relatifs à la viscoélasticité : l'élasticité instantanée, l'élasticité retardée et la viscosité. Il reste simple car constitué d'une cellule de Kelvin placée en série avec une cellule de Maxwell (Figure 1-15). C'est le modèle viscoélastique linéaire le plus simple permettant d'approcher le comportement viscoélastique du verre.

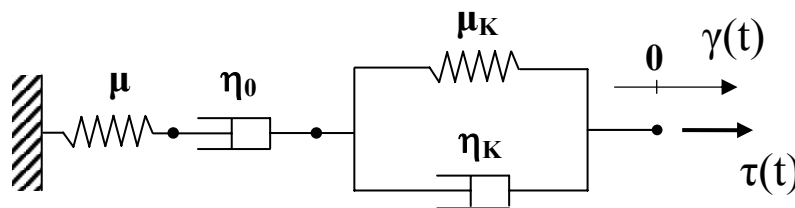


Figure 1-15 : Représentation symbolique du modèle de Burger.

Ce modèle comporte deux temps caractéristiques :

$\tau_M = \eta_0/\mu$  le temps caractéristique de la partie Maxwell (élasticité instantanée et viscosité).

$\tau_K = \eta_K/\mu_K$  le temps caractéristique de la partie Kelvin-Voigt (élasticité différée).

$$\text{Rigidité de fluage (cf. annexe 3) : } G(t) = \frac{\mu}{\alpha - \beta} \left[ \left( \alpha - \frac{\mu_K}{\eta_K} \right) \exp(-\alpha t) - \left( \beta - \frac{\mu_K}{\eta_K} \right) \exp(-\beta t) \right] \quad \text{Eq. 1-20}$$

où  $\alpha$  et  $\beta$  sont les racines de l'équation :

$$x^2 - \left( \frac{\mu}{\eta_0} + \frac{\mu}{\eta_K} + \frac{\mu_K}{\eta_K} \right) x + \frac{\mu \cdot \mu_K}{\eta_0 \eta_K} = 0 \quad \text{Eq. 1-21}$$

Souplesse de fluage :

$$J(t) = \frac{1}{\mu} + \frac{t}{\eta_0} + \frac{1}{\mu} \cdot [1 - e^{-t/\tau_K}] \quad \text{Eq. 1-22}$$

### 2.3.2.6. Modèle de Maxwell généralisé

Le modèle de Burger constitue donc une première approche du comportement du verre puisqu'il suit les trois types de déformations observées dans le verre, mais pour le décrire encore plus fidèlement, il faut recourir à des modèles plus élaborés comme le modèle de Maxwell généralisé. Ce dernier est constitué de  $n$  modèles de Maxwell ( $\eta_i, \mu_i$ ) montés en parallèle (Figure 1-16). Dans l'expression de la rigidité de fluage (Eq. 1-23) chaque couple ( $w_i, \tau_i$ ) définit une cellule de Maxwell. Cette modélisation revient à approcher la rigidité de fluage du matériau par une somme de fonctions exponentielles définies par les paramètres  $w_i$  et  $\tau_i$ . L'avantage d'une telle méthode est de pouvoir utiliser autant de couples de paramètres ( $w_i$  et  $\tau_i$ ) nécessaires pour obtenir une description fidèle. D'ailleurs, le modèle est entièrement défini par les  $n$  couples de paramètres ( $w_i$  et  $\tau_i$ ) qui constituent le spectre de la fonction  $G(t)$ . Le même travail de discrétisation peut être réalisé pour la souplesse de fluage [26].

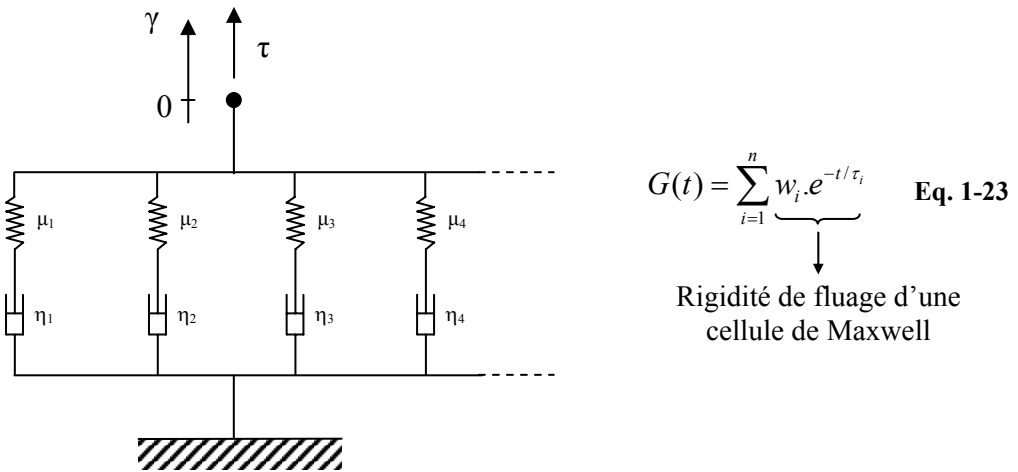


Figure 1-16 : Représentation symbolique du modèle de Maxwell généralisé.

|              |        |        |        |        |        |        |
|--------------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|
| $w_i$        | 0,4378 | 0,0611 | 0,0899 | 0,2516 | 0,2974 | 0,2561 |
| $\tau_i$ (s) | 19     | 291,9  | 1 843  | 1 1800 | 49 490 | 17 170 |

Tableau 3 : Paramètres du modèle de Maxwell généralisé proposé par Kurkjian [27].

Toute la difficulté de cette discrétisation de  $G(t)$  et  $J(t)$  réside dans le choix des valeurs des paramètres  $w_i$  et  $\tau_i$ , mais aussi dans la détermination du nombre minimum de cellules de Maxwell nécessaires pour approcher convenablement les fonctions réelles. Kurkjian et al. [27] estiment que 6 cellules est un bon compromis pour le verre à vitre soumis à une sollicitation de cisaillement pur. Les 6 couples de valeurs correspondants sont présentés dans le Tableau 3. Une fois  $G(t)$  et  $J(t)$  discrétisées, le comportement viscoélastique du matériau est entièrement défini par les  $n$  couples de valeurs ( $w_i, \tau_i$ ). Dans leurs travaux sur la viscoélasticité du verre, Rekhson [28] a mis en place un algorithme permettant de déterminer un spectre discret convenable à partir d'une courbe de mesure de  $G(t)$  et de  $J(t)$ . Gy et Duffrène [26] fournissent

eux une méthode pour calculer le spectre de  $G(t)$  connaissant celui de  $J(t)$ , et inversement. Cette méthode découle de la relation Eq. 1-36. Le spectre discret des temps caractéristiques d'un tel modèle est représenté sur la Figure 1-17.

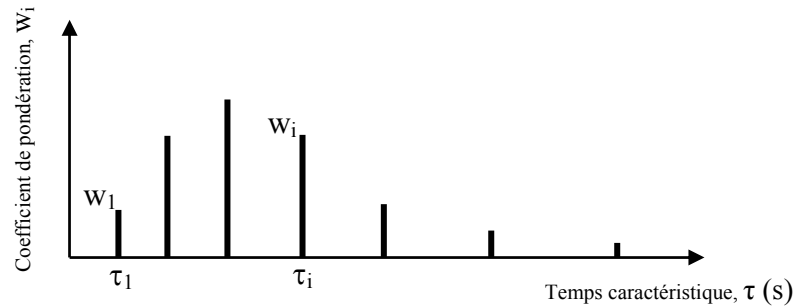


Figure 1-17 : Le spectre discret d'un modèle de Maxwell généralisé.

Cette modélisation, qui permet une bonne approximation des modules de fluage du matériau, n'a malheureusement pas de sens physique évident. Il est en effet difficile de faire correspondre les différents temps caractéristiques  $\tau_i$  à des mécanismes impliqués dans le phénomène viscoélastique. Elle constitue surtout un outil mathématique efficace pour réduire une fonction mémoire à quelques couples de valeurs.

### 2.3.2.7. Fonction exponentielle étendue ou Kohlraush-Williams-Watt

#### A. La fonction d'ajustement exponentielle étendue

Un certain nombre de recherches menées sur les verres inorganiques ont montré que la fonction KWW, ou fonction exponentielle étendue, permettait de construire des modules de fluage efficaces pour décrire les phénomènes viscoélastiques pour des sollicitations uniaxiales ou de cisaillement pur autour de la  $T_g$  [17], [27].

$$\text{Fonction KWW : } F_{KWW} = K e^{-(t/\tau_{KWW})^b} \quad \text{avec } 0 < b < 1 \quad \text{Eq. 1-24}$$

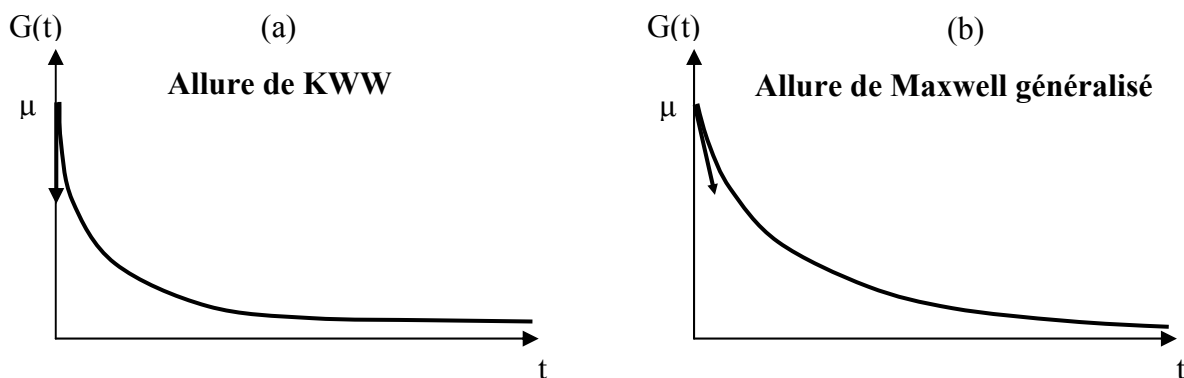
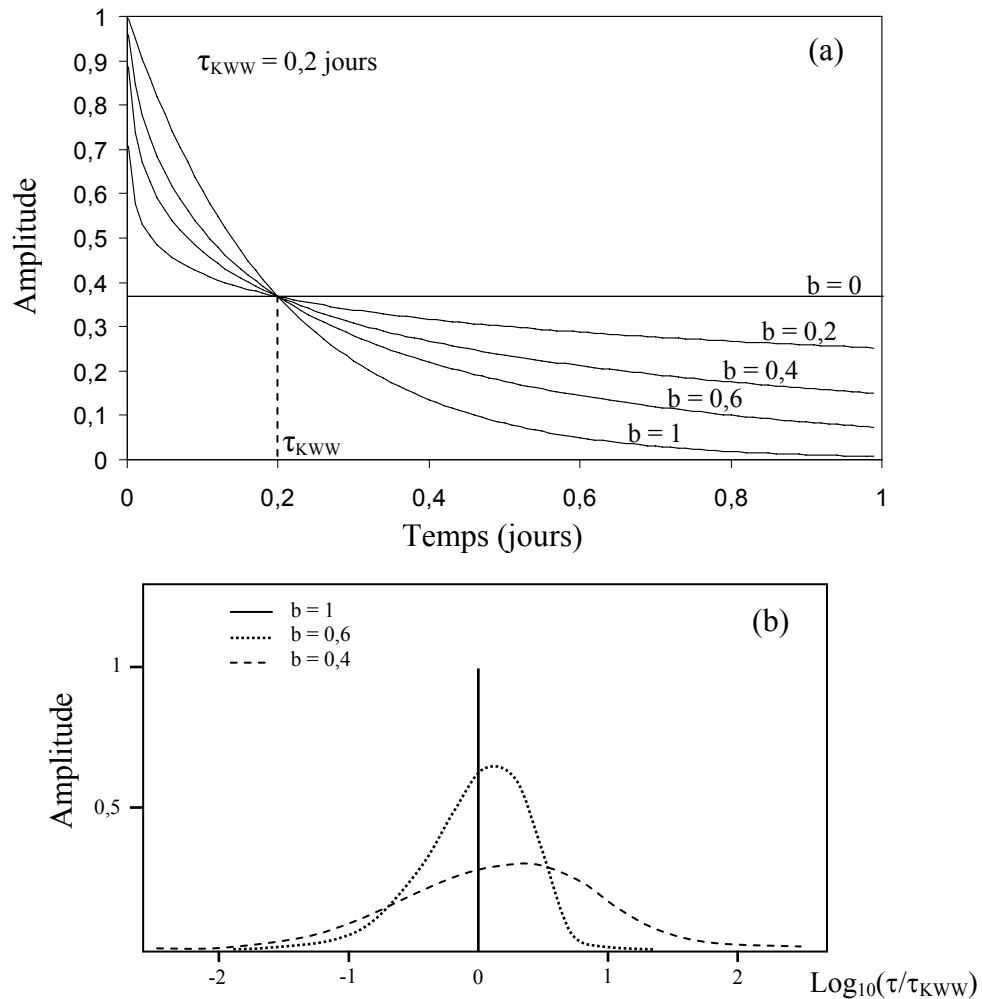


Figure 1-18 : Allures des rigidités de fluage simulées par : (a) une fonction KWW (b) un modèle de Maxwell généralisé.

Elle traduit parfaitement bien la cinétique de relaxation observée : très rapide au début ( $t < \tau_{KWW}$ ) et très lent pour  $t > \tau_{KWW}$ . Toutefois, Rekhson [28] montre, par comparaison avec un modèle de Maxwell généralisé très proche des valeurs expérimentales (celui de Kurkjian [27])

que cette théorie ne permet pas de modéliser convenablement le comportement viscoélastique réelle, à la fois en début, et en fin de relaxation. En effet, une seule fonction KWW ne peut décrire convenablement l'intégralité d'une relaxation des contraintes de cisaillement pour un verre silico-sodo-calcique. Pour obtenir une bonne description, le coefficient  $b$  doit être légèrement plus grand en fin de relaxation. De plus, la tangente verticale à  $t = 0$  (Figure 1-18) de la fonction KWW, est incompatible avec la physique du phénomène, puisque la vitesse de relaxation ne peut être infinie pour  $t = 0$ . Toutefois cette approximation reste bonne, car pour des raisons qui sont exposées plus loin (Chap.2, 3.4.1), l'évolution de la déformation au tout début de l'essai est difficile à mesurer. (Rapidité du phénomène, imperfection de la géométrie en bout d'indenteur, ...).



**Figure 1-19 : Description de la fonction KWW pour différentes valeurs de  $b$  : (a) évolution de  $F_{KWW}$  en fonction du temps. (b) spectre de  $F_{KWW}$ .**

La fonction exponentielle étendue a pour principal avantage de fournir une très bonne approximation du comportement du matériau sur une plage de temps et de températures très large, en considérant un jeu de 2 paramètres seulement. En comparaison, Kurkjian n'obtient une modélisation convenable avec le modèle de Maxwell généralisé qu'à partir de 6 couples de paramètres, pour le verre à vitre [27]. Cette fonction exponentielle étendue ne peut néanmoins pas être décomposée en une somme finie de cellules de Maxwell. Il est par contre possible de lui associer un spectre continu de constantes de temps  $H(t)$ , tel que :

$$F_{KWW}(t) = \int_0^{+\infty} H(\tau) e^{-t/\tau} d\tau \quad \text{Eq. 1-25}$$

Les Figure 1-19(a) et (b) nous montrent respectivement la variation de  $F_{KWW}$  en fonction du temps et son spectre pour différentes valeurs de  $b$ . On constate sur la première que, quelle que soit la valeur de  $b$ , la fonction décroît d'environ  $2/3$  de sa valeur initiale pour  $t = \tau_{KWW}$ . De plus, une augmentation de  $b$  entraîne une accélération de la cinétique pour  $t < \tau_{KWW}$  et une décélération pour la suite de l'évolution.

La Figure 1-19(b) met en évidence que, d'une part, pour  $b = 1$  la fonction est équivalente à une cellule de Maxwell (un seul temps caractéristique), et que d'autre part, plus la valeur de  $b$  est faible, plus le spectre est étalé autour de sa valeur moyenne. Pour finir,  $b = 0$  correspond à un comportement élastique pur (la courbe correspondante sur la Figure 1-19(a) le montre bien), puisque le spectre associé est nul, autrement dit le matériau ne subit pas d'effet mémoire.

Diverses études sur les verres silico-sodo-calciques [17], [32] ont abouti à la détermination de fonctions KWW décrivant l'écoulement du matériau pour des températures voisines de la transition vitreuse. Gilard et Debast [17] ont, par exemple, mis en évidence en analysant la relaxation des contraintes dans la plage de températures [489 – 541 °C], que  $b$  varie de 0,52 à 0,61 alors que  $\tau_{KWW}$  décroît de 850 à 1,04 minutes. Gy et Duffrène [26] ont déterminé une valeur de  $b$  égale à 0,49 en approchant les modules de fluage du même verre par une fonction KWW.

## **B. Mécanismes physiques et fonction exponentielle étendue**

Plusieurs études [17], [27] ont montré de manière empirique que la fonction exponentielle étendue fournissait une bonne description des phénomènes viscoélastiques. Par contre, très peu de théories basées sur les mécanismes physiques mis en jeu permettent d'expliquer les raisons de cette évolution singulière, car non exponentielle. Malheureusement, aucune de ces théories n'a été vérifiée expérimentalement.

Trachenko [33] a bâti l'une d'elle en considérant que la relaxation du matériau résulte de la relaxation localisée d'un certain nombre de sites de petite taille qu'il nomme 'événement de relaxation locale' (ERL). Dans les verres d'oxydes soumis à des contraintes élevées, ces ERL se traduisent par des sauts atomiques permis par la rupture puis la recréation de liaisons inter-atomiques qui engendrent une relaxation localisée de la structure. Par conséquent, plus le nombre d'ERL se produisant pendant un temps donné est grand, plus la relaxation totale correspondante est rapide. L'auteur a fait ensuite l'hypothèse que la barrière énergétique à franchir pour qu'un ERL se produise augmente lorsque la matrice se relaxe, il en découle que la probabilité qu'un ERL se produise diminue avec le nombre d'ERL survenus précédemment. Après avoir déterminé une loi de probabilité appropriée, Trachenko obtient finalement une évolution du type exponentielle étendue. Ce modèle très intéressant reste néanmoins à valider expérimentalement.

D'autres auteurs expliquent cette évolution en exponentielle étendue par la théorie des mouvements coopératifs [34], [35], [36]. En effet, dans un matériau condensé, de structure désordonnée, un mouvement élémentaire du processus d'écoulement peut s'effectuer sans interaction avec les atomes ou molécules voisins (mouvement non-coopératif), ou en interagissant avec certains de ces éléments structuraux (mouvement coopératif). Ainsi, un matériau dont la déformation est régie par des mouvements parfaitement coopératifs (i.e. le mouvement d'un élément affecte tous les autres éléments du matériau) correspond alors à un

comportement élastique ( $b = 0$ ). Si la déformation est régie par des mouvements parfaitement non-coopératifs (i.e. le mouvement d'un élément n'a aucune influence sur la position de ses voisins) alors le comportement est de type modèle de Maxwell ( $b = 1$ ).

### 2.3.3. Généralisation

Dans le cas général, la déformation d'un matériau soumis à une sollicitation extérieure quelconque peut être modélisée par une loi de comportement rhéologique définie par la fonctionnelle  $\mathcal{F}$  suivante :

$$\tilde{\varepsilon}(t) = \mathcal{F}(\tilde{\sigma}(x), T(x), t, Y(x); -\infty \leq x \leq t) \quad \text{Eq. 1-26}$$

avec les variables suivantes :  $T$  : la température,  $t$  : le temps,  $Y$  : variable de la structure. Dans la suite de cette partie, nous nous limiterons au cas particulier de la sollicitation de cisaillement pur à une température constante  $T_0$ . On fera également l'hypothèse que la variable de structure  $Y$  reste constante au cours de l'évolution. La loi de comportement rhéologique devient dans ces conditions :

$$\gamma(t) = \mathbf{f}(\tau(x), T_0, t; -\infty \leq x \leq t) \quad \text{Eq. 1-27}$$

Par conséquent, l'état d'un matériau viscoélastique à l'instant  $t$  dépend de tous les états par lesquels il est passé précédemment.

#### 2.3.3.1. Viscoélasticité linéaire

Tous les matériaux suivent un comportement linéaire, à condition que les contraintes et déformations auxquelles ils sont soumis demeurent suffisamment faibles. En généralisant, on peut affirmer que tout matériau dont le comportement est décrit par l'équation rhéologique Eq. 1-28 est un matériau viscoélastique linéaire :

$$a_n \frac{d^n \gamma}{dt^n} + \dots + a_1 \frac{d\gamma}{dt} + a_0 = b_n \frac{d^n \tau}{dt^n} + \dots + b_1 \frac{d\tau}{dt} + b_0 \quad \text{Eq. 1-28}$$

où  $a_0, \dots, a_n, b_0, \dots, b_n$  sont constants.

### A. Lois de comportement pour une sollicitation de cisaillement quelconque

Considérons maintenant qu'un matériau viscoélastique linéaire, dont on connaît les modules de fluage  $G(t)$  et  $J(t)$ , subisse un glissement  $\gamma(t)$  quelconque à partir de  $t = 0$ . Afin de déterminer  $\tau(t)$ , la contrainte de cisaillement réponse de cette sollicitation, approchons le glissement  $\gamma(t)$  par la fonction continue par morceaux  $\gamma^*(t)$  définie sur la Figure 1-20(a).  $\gamma^*(t)$  correspond à une succession de  $N$  glissements  $\gamma_i^*(t)$  constants, d'amplitude  $\gamma(t_i)$ , imposés à différents instants  $t_i$  et de durée  $\Delta t_i = (t_{i+1} - t_i)$ . Un exemple d'un tel glissement est représenté sur la Figure 1-20(b). En vertu du principe de superposition de Boltzmann, on peut exprimer la contrainte de cisaillement due à  $\gamma_i^*(t)$  comme la somme des contraintes de cisaillement dues à une relaxation d'amplitude  $\gamma(t_i)$  imposée à partir de  $t_i$  à laquelle on superpose une relaxation d'amplitude  $-\gamma(t_i)$  imposée à partir de  $t_{i+1}$ . Ce qui correspond à l'Eq. 1-29. En appliquant la même méthode à l'ensemble des  $N$  glissements constants composant  $\gamma^*(t)$ , on obtient l'expression de la contrainte de cisaillement  $\tau^*(t)$  due à la sollicitation  $\gamma^*(t)$ , Eq. 1-31. Lorsque  $N$  tend vers l'infini, alors  $\Delta t_i$  et  $t_1$  tendent vers 0 et la somme de l'Eq. 1-31 se transforme en intégrale. On a alors  $\gamma^*(t)$  qui tend vers  $\gamma(t)$  et, par conséquent,  $\tau^*(t)$  qui tend

vers  $\tau(t)$ . La solution du problème est alors exprimée par l'Eq. 1-32, qui se transforme en Eq. 1-33 par une intégration par parties. Ce type de relation est appelée intégrale d'hérédité, c'est un produit de convolution entre  $G$  et  $\gamma$ .

$$\tau(t) = \gamma_1 \cdot G(t-t_1) - \gamma_1 \cdot G(t-t_2) \quad \text{Eq. 1-29}$$

$$\tau(t) = \gamma(t_1)G(t-t_1) - \gamma(t_N)G(t-t_N) + \sum_{i=1}^N G(t-t_i) [\gamma(t_i) - \gamma(t_{i+1})] \quad t-t_N < 0 \text{ donc } G(t-t_N) = 0 \quad \text{Eq. 1-30}$$

$$\tau^*(t) = \gamma(t_1)G(t-t_1) + \sum_{i=1}^N G(t-t_i) \frac{\gamma(t-t_{i+1}) - \gamma(t-t_i)}{\Delta t_i} \cdot \Delta t_i \quad \text{Eq. 1-31}$$

$$\tau(t) = \gamma(0) \cdot G(t) + \int_0^t G(t-t') \cdot \dot{\gamma}(t') dt' \quad \text{Eq. 1-32}$$

$$\tau(t) = \gamma(t) \cdot G(0) + \int_0^t \dot{G}(t-t') \cdot \gamma(t') dt' \quad \text{Eq. 1-33}$$

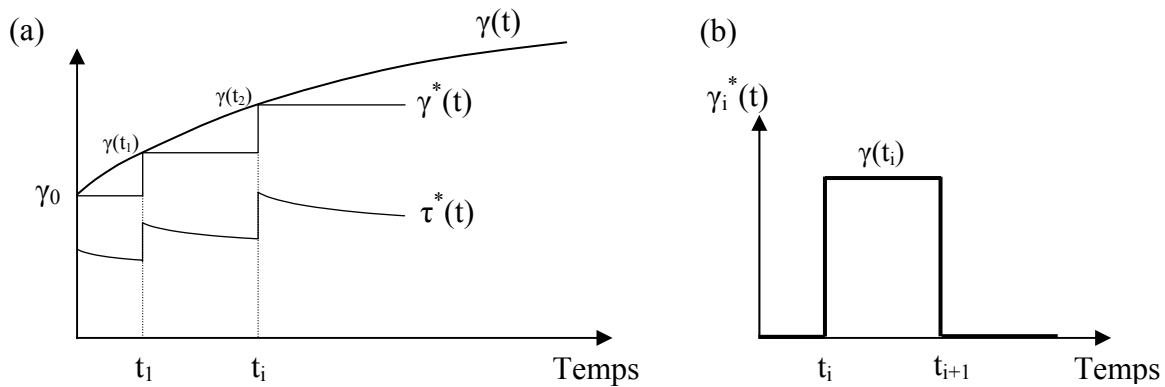


Figure 1-20 : (a) Le glissement imposé  $\gamma(t)$ , son approximation  $\gamma^*(t)$ , une fonction continue par morceaux, et  $\tau^*(t)$ , la réponse à  $\gamma^*(t)$ . (b) Exemple de glissement constant entre  $t_i$  et  $t_{i+1}$  composant la fonction  $\gamma^*(t)$ .

De la même manière, on montre qu'en imposant au matériau, à partir de  $t = 0$ , une contrainte tangentielle  $\tau(t)$  quelconque, alors le glissement  $\gamma(t)$  correspondant est donné par les relations :

$$\gamma(t) = \tau(t) \cdot J(0) + \int_0^t J(t-t') \cdot \tau(t') dt' \quad \text{Eq. 1-34}$$

$$\gamma(t) = \tau(0) \cdot J(t) + \int_0^t J(t-t') \cdot \dot{\tau}(t') dt' \quad \text{Eq. 1-35}$$

Pour prévoir le comportement viscoélastique linéaire d'un matériau, il est donc indispensable de connaître les fonctions  $G(t)$  et  $J(t)$ . D'où l'intérêt de mesurer, déterminer ou approcher au mieux ces fonctions pour le matériau étudié. Précisons que la rigidité et la souplesse de fluage sont liées par la relation de l'intégrale de convolution de Duhamel :

$$t = \int_0^t G(t') \cdot J(t-t') dt' \quad \text{Eq. 1-36}$$

Dans le cadre de la viscoélasticité linéaire,  $J$  est habituellement décomposée en trois parties correspondant aux trois types de déformations : élastiques, élastiques différées et visqueuses.  $G$  ne comporte que deux parties correspondant au comportement élastique et au comportement élastique différé :

$$J(t) = J_e + J_d.(1-\Phi(t)) + t/\eta \quad \text{Eq. 1-37}$$

$$G(t) = \mu - \mu_d.(1-\Psi(t)) \quad \text{Eq. 1-38}$$

Avec :

$\mu$  et  $J_e$  : Raideur et souplesse élastiques instantanées de cisaillement.

$\mu_d$  et  $J_d$  : Raideur et souplesse élastiques différées de cisaillement.

$\Psi$  et  $\Phi$  : Fonctions de relaxation et de retard, décroissantes et nulles pour  $t \rightarrow \infty$ .

## B. Analogie élasticité linéaire – viscoélasticité linéaire

Le Tableau 4 met en évidence l’analogie entre le comportement d’un matériau viscoélastique linéaire soumis à une contrainte de cisaillement, ou à un glissement, et le comportement d’un matériau élastique linéaire soumis aux mêmes sollicitations. Le principe de superposition de Boltzmann permet donc de faire l’analogie entre un problème en élasticité linéaire et son équivalent en viscoélasticité grâce aux modules de fluage. Plus généralement, on peut appliquer une intégrale d’hérédité à tout problème traité dans le cadre de l’élasticité linéaire, comme par exemple, pour des sollicitations de types uniaxiale, bi-axiale, hydrostatique. Mais des cas plus complexes, comme celui de la mécanique du contact, peuvent être traités de manière identique. Ce cas nous intéresse tout particulièrement car il permet de modéliser la pénétration d’un indenteur dans un matériau viscoélastique.

|                   | Viscoélasticité linéaire  |                 | Elasticité linéaire                 |
|-------------------|---|-----------------|-------------------------------------|
| <b>Relaxation</b> | $\tau(t) = \gamma(0).G(t) + \int_0^t G(t-t') \cdot \dot{\gamma}(t') dt$ | <b>Eq. 1-39</b> | $\tau(t) = \mu \cdot \gamma(t)$     |
| <b>Fluage</b>     | $\gamma(t) = \tau(0).J(t) + \int_0^t J(t-t') \cdot \dot{\tau}(t') dt$   | <b>Eq. 1-40</b> | $\gamma(t) = \frac{1}{\mu} \tau(t)$ |

**Tableau 4 : Analogie élasticité – viscoélasticité pour les essais de fluage et de relaxation en cisaillement.**

Précisons que la transformée de Laplace, définie par l’Eq. 1-41, constitue un outil mathématique permettant de transformer directement une relation viscoélastique linéaire en son équivalent élastique linéaire. En effet, le produit de convolution de deux fonctions correspond, dans l’espace de Laplace, à la simple multiplication de leurs transformées de Laplace. L’Eq. 1-42 illustre un exemple de la simplification apportée par la transformée de Laplace, mais aussi l’analogie directe viscoélasticité linéaire – élasticité linéaire.

$$f^*(p) = \mathcal{L}[f(t)] = \int_0^{\infty} e^{-pt} f(t) dt \quad \text{Eq. 1-41}$$

$$\gamma(t) = \int_0^t J(t-t') \cdot \dot{\tau}(t') dt \quad \longrightarrow \quad \gamma^* = p \cdot J^* \cdot \tau^* \quad \text{Eq. 1-42}$$

Remarque : dans le cas où la sollicitation est nulle pour  $t < 0$ , ce qui est souvent le cas, on peut écrire la sollicitation comme le produit d’une fonction du temps est d’une fonction échelon  $H(t)$  (ou fonction de Heavyside). Dans ce cas on a  $\gamma(0) = 0$ , et  $\tau(0) = 0$ , et l’Eq. 1-39 et l’Eq. 1-40 peuvent s’écrire de la manière suivante :

$$\tau(t) = \int_0^t G(t-t') \cdot \dot{\gamma}(t') dt \quad \text{Eq. 1-43}$$



$$\gamma(t) = \int_0^t J(t-t') \cdot \dot{\tau}(t') dt \quad \text{Eq. 1-44}$$

### 2.3.3.2. Viscoélasticité non linéaire

#### A. Le verre à vitre : un matériau rhéofluidifiant

Plusieurs études, basées sur des essais de fluage conventionnels ou d'indentation, ont démontré empiriquement que, pour des températures proches ou inférieures à la  $T_g$ , la viscosité apparente diminue pour des charges ou des vitesses de déformation très élevées (Han et Tomozawa [29], Simmons et al. [19]). Ce comportement, qualifié de rhéofluidifiant, est une preuve de la non linéarité de la viscosité du verre. Simmons et al. [19] ont mesuré la viscosité apparente d'un verre silico-sodo-calcique sous forme de fibres au moyen d'un test de traction pouvant imposer de très grandes vitesses de déformation à des températures voisines de la  $T_g$ . Les résultats présentés sur la Figure 1-21(a) nous montrent que, pour une température donnée, l'écoulement est newtonien en dessous d'une certaine vitesse de déformation car  $\eta$  ne dépend pas de  $\dot{\gamma}$ . Par contre au-delà, on observe une chute rapide de  $\eta$  avec la vitesse de déformation. De plus, cette chute de la viscosité apparente se produit pour des vitesses de déformation d'autant plus élevées que la température est importante, comme on peut le voir sur la Figure 1-21(a). Simmons a résumé cette évolution par la relation suivante :

$$\frac{\eta}{\eta_0} = \frac{1}{1 + \xi \dot{\epsilon}} \quad \text{Eq.1-45}$$

où  $\xi$  est une constante pour une température donnée et  $\eta_0$  la viscosité newtonienne pour des faibles vitesses de glissement. Les auteurs expliquent la chute de la viscosité apparente par l'existence d'une limite de cohésion en cisaillement,  $\tau_{lim}$ , qui correspond à une contrainte de cisaillement que le matériau ne peut pas dépasser, ce que met en évidence la Figure 1-21(b). Notons que la dérivée par rapport à  $\dot{\gamma}$  de la courbe tracée sur la Figure 1-21(b) correspond à la courbe 574 °C de la Figure 1-21(a).

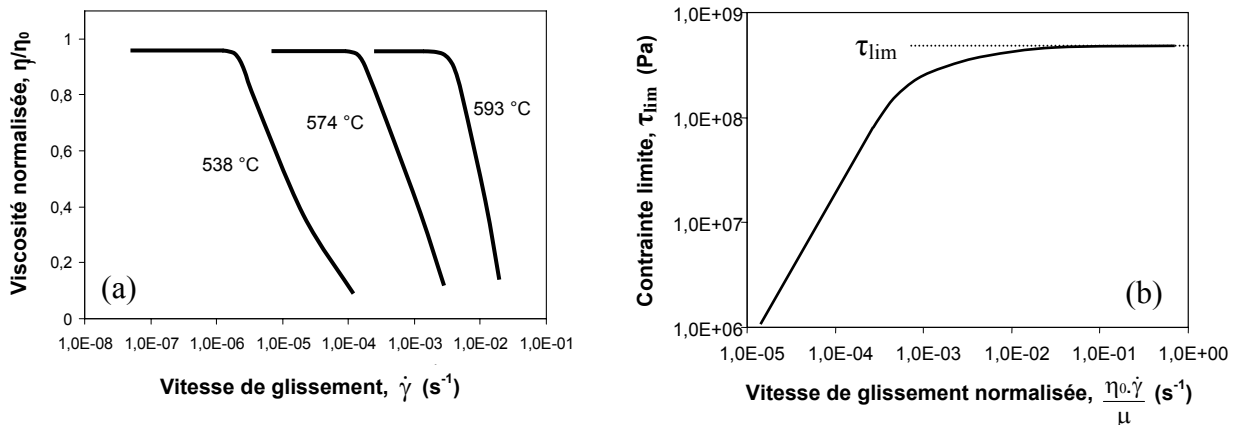


Figure 1-21 : (a) Viscosité normalisée en fonction de la vitesse de déformation. (b) Contrainte limite en fonction de la vitesse de glissement.

Ce phénomène rappelle fortement le comportement élastoplastique parfait avec son seuil de plasticité. Il est alors logique que  $\eta$  décroisse lorsque  $\dot{\epsilon}$  augmente puisque  $\eta = \tau_{lim}/\dot{\gamma}$  avec  $\tau_{lim}$  constant (ce qui est équivalent à l'Eq. 1-45 pour  $\xi\dot{\gamma} \gg 1$ ). Les mesures de Simmons démontrent que, dans la plage de température de 530 à 900 °C, la vitesse de glissement  $\dot{\gamma}_s$ , correspondant à l'amorce de la chute de la viscosité apparente, varie de  $5 \cdot 10^6$  à  $40 \text{ s}^{-1}$  et que,

dans la plage 533 – 810 °C,  $\tau_{lim}$  varie de 460 à 3,4 MPa. On peut donc, comme on l'a fait précédemment pour une température donnée (Figure 1-12), déterminer la viscosité newtonienne du verre lorsque ce dernier est sollicité sans dépasser sa limite de cohésion en cisaillement.

## B. Mécanismes physiques et rhéofluidité

Le caractère rhéofluidifiant du verre silico-sodo-calcique mis en évidence ici peut s'expliquer physiquement par un changement du mode d'écoulement du matériau. En effet au-dessus d'un certain seuil, l'écoulement jusque là homogène devient hétérogène en raison d'une localisation de la déformation [19]. L'écoulement hétérogène peut se traduire, pour des températures bien inférieures à la  $T_g$ , par l'apparition de bandes de cisaillement ou, autour et au-dessus de la  $T_g$ , par un écoulement sous forme de couches glissant les unes sur les autres. Ces deux mécanismes de déformation sont d'ailleurs très proches puisqu'une bande de cisaillement n'est, ni plus ni moins, qu'une très fine couche de glissement dans laquelle les vitesses de déformation peuvent atteindre de très grandes valeurs. Ce phénomène d'écoulement par couches a d'ailleurs été mis en évidence par Simmons et al. au moyen d'un calcul en dynamique moléculaire [30]. Le verre modélisé par l'auteur, composé de particules dont les interactions sont régies par des potentiels de Lennard-Jones, montre bien un réarrangement de sa structure sous forme de couches pour des écoulements à grandes vitesses de déformation.

Argon et Speapen [31], [16] font un lien entre ces deux types de déformations, homogène et hétérogène, et la quantité de volume libre présente dans les régions se déformant. En effet, selon eux, les régions comportant une petite quantité de volume libre vont répondre à une contrainte de cisaillement par une déformation homogène. A l'inverse, les régions comportant une grande quantité de volume libre vont répondre à une contrainte de cisaillement par une déformation hétérogène. Cela se traduit par un écoulement de glissement sous forme de couches. Le fait que la quantité de volume libre soit grande pour des températures basses et de faibles contraintes, et petite dans le cas contraire, rend cette théorie cohérente avec les observations faites par Simmons et al. [19].

## C. Modélisation du comportement non linéaire

Han et Tomozawa [29], dans le cadre d'études sur l'indentation des verres inorganiques, ont utilisé une relation non linéaire (loi puissance) empirique pour décrire l'écoulement des verres silico-sodo-calciques :

$$\sigma_m = b \dot{\epsilon}_m^m \quad \text{Eq. 1-46}$$

où  $\sigma_m$  est la contrainte normale moyenne sous l'indenteur,  $\dot{\epsilon}_m$  est définie comme la vitesse de déplacement divisée par le déplacement total de l'indenteur et  $m$ , appelé exposant de sensibilité à la vitesse de déformation, est une constante dépendant du mode de chargement lors de l'essai d'indentation (vitesse d'indentation, vitesse d'imposition de la charge...). Les auteurs précisent que l'on a :

- $m \approx 1$  pour de faibles vitesses de déformation (écoulement newtonien).
- $m \approx 0$  pour de grandes vitesses de déformation (contrainte indépendante de la vitesse de déformation).

Cela correspond aux observations de Simmons pour ces deux grandeurs extrêmes de  $\dot{\epsilon}_m$ .

Les auteurs déduisent de Eq. 1-46 l'expression de la viscosité apparente :

$$\eta = k_2 \dot{\epsilon}^{m-1} \quad \text{Eq. 1-47}$$

Où  $k_2$  est une constante. En identifiant  $\dot{\epsilon}(t)$  à partir d'une courbe d'indentation fluage, les auteurs déterminent le paramètre  $m$ . Ils démontrent alors que, pour des vitesses de déformation comprises entre  $4 \cdot 10^{-5}$  et  $4 \cdot 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ ,  $m$  est très proche de 0, autrement dit, la contrainte est indépendante de la vitesse de déformation.

### 3. Un exemple : rhéologie d'un verre de chalcogénures

#### 3.1. Qu'est ce que le verre TAS ?

Les verres de chalcogénures sont composés d'éléments chalcogènes, colonne VI du tableau périodique des éléments, tels que S, Se et Te, associés à des éléments des colonnes V et IV, tels que As, Sb ou Ge, qui facilitent la formation d'une structure vitreuse stable. Les propriétés recherchées pour ce type de verres sont, leur photoconductivité, leur transparence dans le domaine des infrarouges moyens (2 à 18  $\mu\text{m}$ ) et leur comportement semi-conducteur. Cela en fait de bons candidats pour des applications en optique infrarouge ou comme guide d'onde pour les lasers  $\text{CO}_2$  ( $\lambda = 10,6 \mu\text{m}$ ). Ces verres sont également utilisés sous forme de fibres comme capteurs à l'échelle moléculaire dans le domaine de la microbiologie et de la protection de l'environnement [37], [38], [39], [40].

Certains verres de chalcogénures, particulièrement ceux basés sur Te, As et Se (TAS), montrent une bonne aptitude à la mise en forme par fibrage. C'est plus précisément la nuance  $\text{Te}_2\text{As}_3\text{Se}_5$  qui a été choisie pour réaliser les fibres sur lesquelles nous avons travaillé. Les principales propriétés thermomécaniques du matériau sont résumées dans le Tableau 5.

| Propriétés du TAS                        |                      |
|--|----------------------|
| E (GPa)                                  | 16,9                 |
| $\nu$                                    | 0,29                 |
| $T_g$ ( $^\circ\text{C}$ ) (par DSC)     | 137                  |
| $\rho$ ( $\text{kg}\cdot\text{m}^{-3}$ ) | $4,9 \times 10^3$    |
| $\alpha$ ( $\text{K}^{-1}$ )             | $2,3 \times 10^{-5}$ |
| $K_{Ic}$ ( $\text{Pa}\sqrt{\text{m}}$ )  | 0,1                  |
| H (GPa)                                  | 1,4                  |

**Tableau 5 : Principales propriétés thermomécaniques du verre de chalcogénures TAS.**

Si ce verre a été développé et étudié essentiellement pour ses propriétés optiques, ses propriétés mécaniques posent, elles, des problèmes en vue d'applications hors laboratoire, et ont été l'objet de très peu d'études [41], [42], [43]. En effet, le TAS est un verre à la fois très fragile avec une  $T_g$  proche de la température ambiante (137  $^\circ\text{C}$ ). Par conséquent, il connaît un comportement viscoélastique à température ambiante.

#### 3.2. Viscoélasticité des fibres de verre de chalcogénures TAS

##### 3.2.1. Préparation des fibres et procédures expérimentales

###### 3.2.1.1. Synthèse et fibrage

Le verre TAS a été synthétisé par le groupe Verres et Céramiques de l'UMR 6226 de l'Université de Rennes 1. Il est composé de 20% de Te, 30% de As et 50% de Se (pourcentage molaire). Après purification par volatilisation sous vide, les différents produits de départ sont mélangés dans une ampoule, distillés, puis portés à 700  $^\circ\text{C}$  pendant 12 heures pour obtenir un liquide homogène. Le mélange est ensuite trempé à l'eau, puis recuit aux alentours de la  $T_g$  pour éliminer une partie des contraintes résiduelles [44]. Les barreaux ainsi obtenus, de 100 mm de longueur et 10 mm de diamètre, sont chauffés jusqu'à leur température de ramollissement ( $\approx 130 \text{ }^\circ\text{C}$ ) puis étirés au moyen d'une tour de fibrage. Le

diamètre de la fibre, 400  $\mu\text{m}$  dans notre cas, est obtenu en jouant sur deux paramètres : la température, et la vitesse de fibrage.

### 3.2.1.2. Procédures expérimentales

Un essai de courbure statique a été mis en place afin d'étudier le comportement des fibres dans le temps, pendant et après une période d'enroulement autour d'un cylindre. La fibre brute de fibrage a été découpée en éprouvettes de 150 mm de long que l'on a enroulé autour d'un cylindre, aussi appelé 'mandrin', de 100 mm de diamètre. Après une certaine période, allant de quelques heures à 170 jours, les fibres ont été détachées du cylindre et placées sur la surface lisse et plane d'une feuille de papier millimétré (Figure 1-22). L'évolution du rayon de courbure est ensuite mesurée régulièrement à partir des coordonnées de trois points choisis sur la fibre. Cette méthode entraîne en erreur relative d'environ 5%. Tous les essais ont été réalisés à température ambiante :  $20 \pm 0,5$  °C.

Le module d'Young et le coefficient de Poisson du verre ont été déterminés par échographie ultrasonore (cf. Annexe 4), sur des disques de 10 mm de diamètre découpés dans les cylindres utilisés pour le fibrage (préformes).

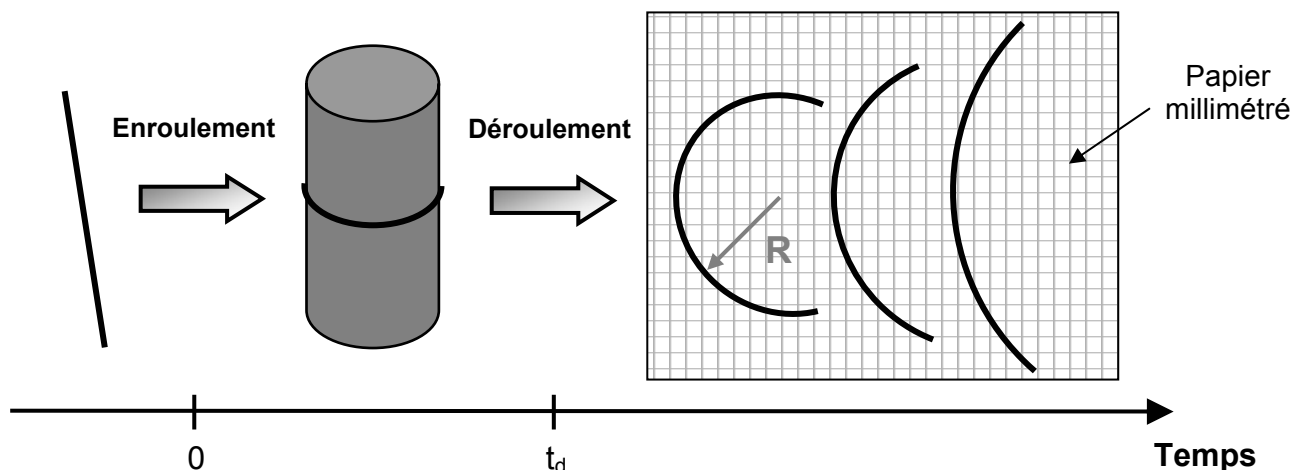


Figure 1-22 : Schéma descriptif d'un essai de courbure statique.

### 3.2.2. Résultats expérimentaux et discussion

L'essai peut être divisé en trois étapes (Figure 1-23) :

- La relaxation : la fibre est fixée sur le mandrin, on lui impose donc une déformation constante, la contrainte décroît au cours du temps. Le rayon de courbure est  $R_0$ .
- Le déroulement : après une durée de maintien  $t_d$ , la fibre est retirée du cylindre, elle suit une déformation élastique instantanée. Juste après le déroulement, le rayon de courbure est  $R(t) = R_d$ .
- La recouvrance : la fibre est déposée sur une surface plane et lisse, libre de toute contrainte. Le rayon de courbure augmente jusqu'à la valeur asymptotique  $R_\infty$ , c'est le phénomène d'élasticité retardée.

L'évolution, en fonction du temps, du rayon de courbure des fibres après déroulement est représentée sur la Figure 1-24. Chaque courbe correspond à la recouvrance d'une fibre, et l'abscisse du premier point de chacune d'elle est égale à la durée de son maintien sur le mandrin. On peut remarquer que plus le temps de maintien  $t_d$  est long, plus le rayon juste après déroulement  $R_d$  est faible, cela traduit la diminution des contraintes lors du maintien de la fibre sur le mandrin (Figure 1-25(a)). La courbe passant par l'ensemble de ces premiers

points montre bien le phénomène de relaxation des contraintes. Autre remarque, plus  $t_d$  est grand, plus le rayon permanent est petit.

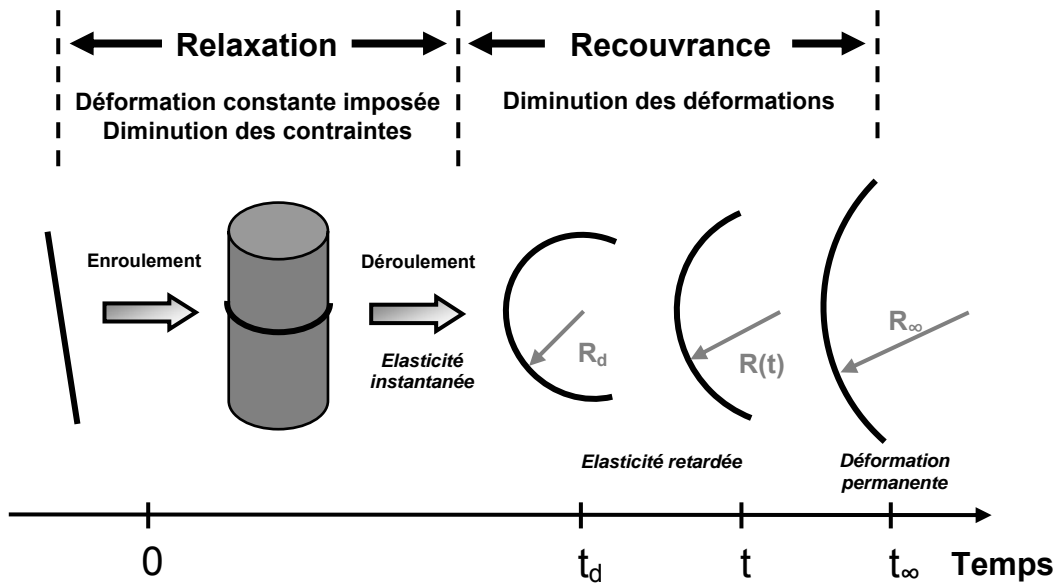


Figure 1-23 : Différentes étapes et différents types déformations de l'essai de courbure statique.

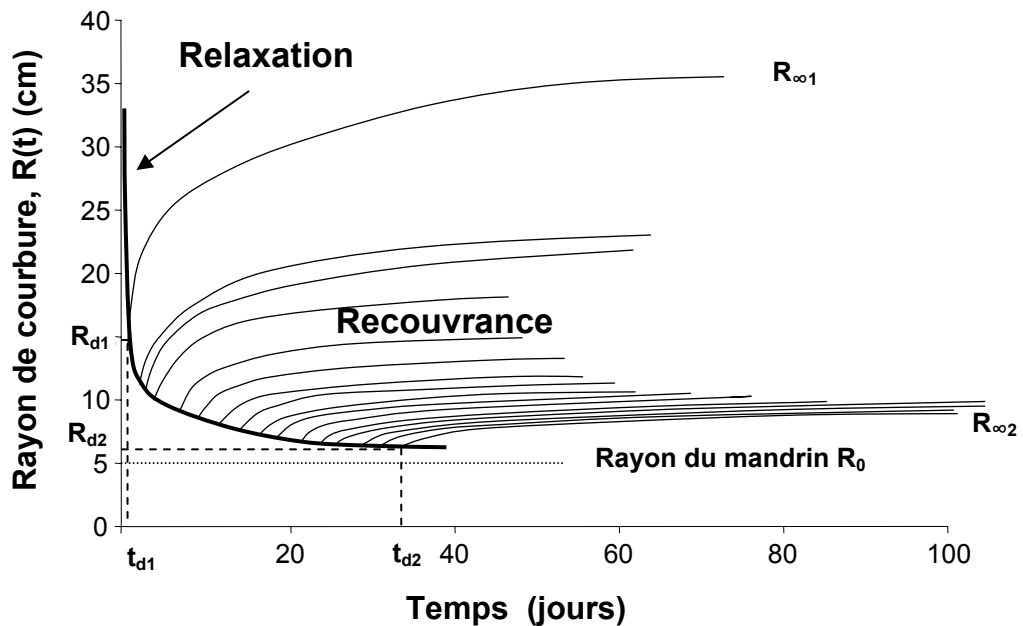


Figure 1-24 : Evolution du rayon de courbure des fibres après déroulement en fonction du temps.

Pour des raisons pratiques, toutes les valeurs de rayon de courbure ont été converties en terme de déformation apparente en un point de la fibre. La déformation  $\varepsilon(t)$  a été arbitrairement choisie comme la plus élevée de la section, c'est-à-dire sur la ligne la plus extérieure de la fibre par rapport au centre de courbure (au point M, pour lequel  $y = r$  sur la Figure 1-25(b)). Si l'on assimile notre problème un problème RdM de poutre en flexion pure, la théorie de la cinématique des poutres nous permet de poser la relation suivante :  $\varepsilon(t) = r/R(t)$  (on suppose que les hypothèses de Navier-Bernoulli sont vérifiées [45]). On peut alors définir la déformation juste après déroulement  $\varepsilon_d$ , et la déformation permanente  $\varepsilon_\infty$ ,

correspondant respectivement aux rayons  $R_d$  et  $R_\infty$ . La Figure 1-26 montre l'évolution de la déformation  $\varepsilon(t)$  lors de la recouvrance.

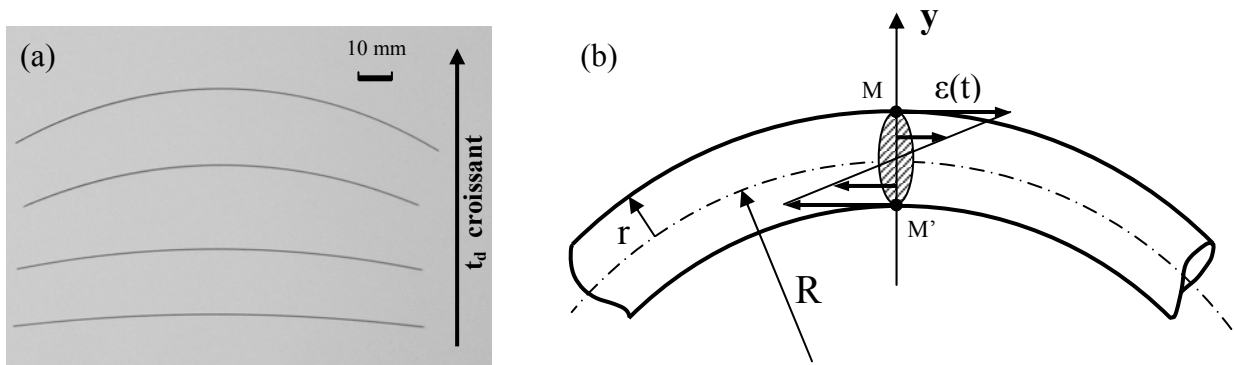


Figure 1-25 : (a) Photo de fibres courbées en fin d'essai, (b) Répartition linéaire dans la section droite de la déformation normale en fonction de l'ordonnée  $y$ .  $|\varepsilon(t)|$  est maximale en M et M'.

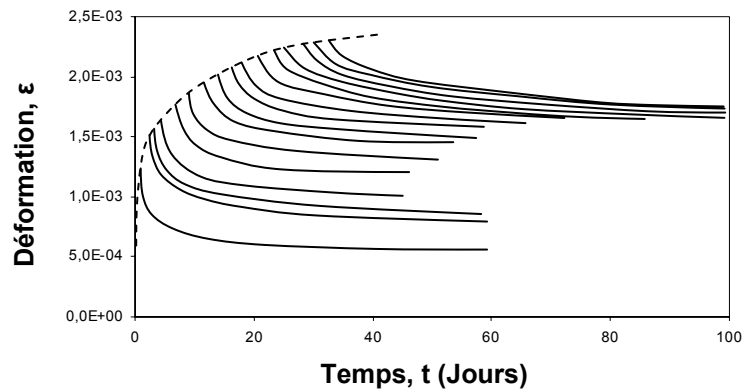


Figure 1-26 : Evolution de la déformation après déroulement en fonction du temps.

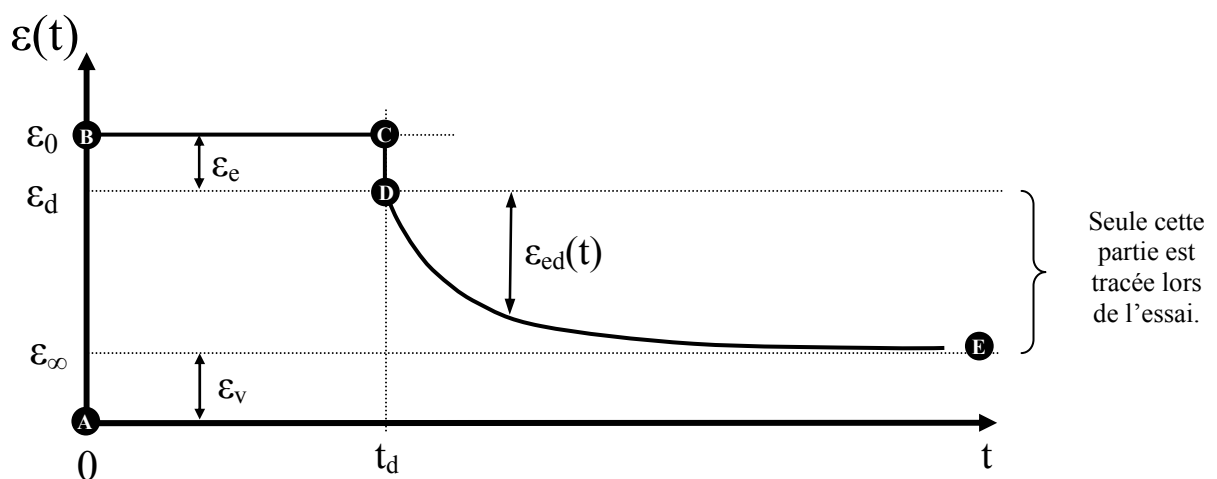


Figure 1-27 : Variation de la déformation au point M au cours de l'essai.

Observons maintenant la variation de la déformation au point M au cours de l'essai. Comme l'illustre la Figure 1-27, le maintien de la courbe enroulée sur le mandrin revient à imposer une déformation constante  $\varepsilon_0$ . Pendant le déroulement, la déformation chute

instantanément de  $\varepsilon_0$  à  $\varepsilon_d$  (l'amplitude de cette chute est notée  $\varepsilon_e$ ). Ensuite,  $\varepsilon$  décroît continûment dans le temps vers une valeur asymptotique notée  $\varepsilon_\infty$ .

### 3.2.2.1. Partie relaxation

Intéressons nous plus particulièrement aux variations de la déformation et de la contrainte au point M au cours des deux premières étapes de l'essai : la relaxation et le déroulement. Comme l'illustre la Figure 1-28, pendant que la déformation constante  $\varepsilon_0$  est imposée, la contrainte décroît de  $\sigma_0$  à  $\sigma_d$  et peut être décrite par la souplesse de fluage uniaxiale du matériau  $E(t)$  telle que :  $\sigma(t) = \sigma_0.E(t)$ . Ensuite, au cours du déroulement, la déformation chute instantanément d'une amplitude de  $\varepsilon_e$  et, dans le même temps, la contrainte chute de  $\sigma_d$  à 0. Cette transformation élastique et instantanée peut être considérée comme linéaire puisque les déformations sont inférieures à  $4.10^{-3}$ . On peut alors appliquer la loi de Hooke :  $\sigma_d = E.\varepsilon_e$ . Pour chaque fibre, on peut ainsi déterminer la valeur de la contrainte  $\sigma_d$  puisque  $\varepsilon_e$  est directement mesurable sur la courbe, ce qui permet de tracer la courbe de relaxation des contraintes (Figure 1-29) à partir des premiers points de chaque courbe de la Figure 1-26. On remarque que la relaxation des contraintes est très rapide dans les premiers jours.

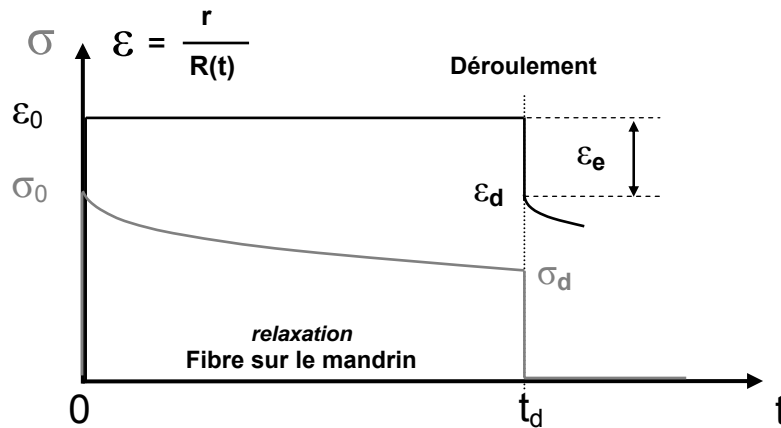


Figure 1-28 : Contraintes et déformations avant et juste après le déroulement.

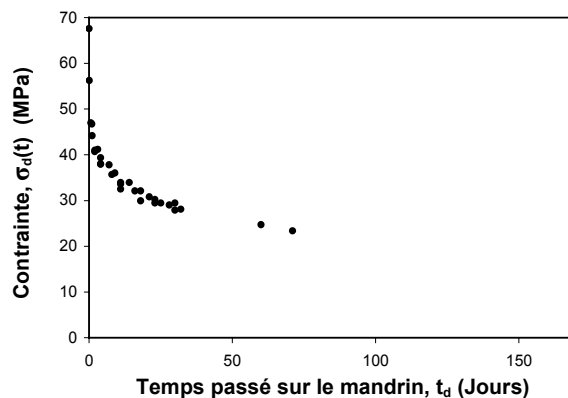


Figure 1-29 : Relaxation des contraintes, construite à partir des premiers points de chaque courbe de recouvrance.



Le modèle de Burger, symbolisé sur la Figure 1-30, a été utilisé pour modéliser la relaxation de la fibre.

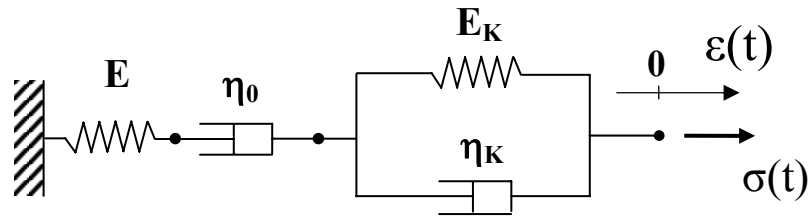


Figure 1-30 : Représentation du modèle viscoélastique de Burger.

Si l'on impose à un tel modèle une déformation  $\varepsilon_0$  constante à partir de  $t = 0$ , la contrainte induite est donnée par la relation suivante :

$$\sigma(t) = \frac{\sigma_0}{\alpha - \beta} \left[ \left( \alpha - \frac{E_K}{\eta_K} \right) \exp(-\alpha t) - \left( \beta - \frac{E_K}{\eta_K} \right) \exp(-\beta t) \right] \quad \text{Eq. 1-48}$$

E est connu puisqu'il a été mesuré par échographie ultrasonore. Les autres paramètres ont été déterminés par optimisation grâce à l'outil solveur d'Excel®, de manière à minimiser l'écart entre les contraintes de relaxation issues de l'expérience, et celles issues du modèle. Il a été possible d'obtenir une bonne approximation du comportement pendant les 30 premiers jours de la relaxation, grâce aux valeurs suivantes :

$$\{E; \eta_0; E_K; \eta_K\} = \{16,9 \text{ GPa}; 1,39 \times 10^{17} \text{ Pa.s}; 5,51 \text{ GPa}; 6,40 \times 10^{15} \text{ Pa.s}\} \quad \text{Eq. 1-49}$$

Par contre, ce modèle est incapable de décrire convenablement à la fois la cinétique rapide observée dans les premiers temps de la relaxation (courbe en traits interrompus, Figure 1-31) et la cinétique beaucoup plus lente que l'on voit apparaître après 50 jours environ (courbe en trait continu).

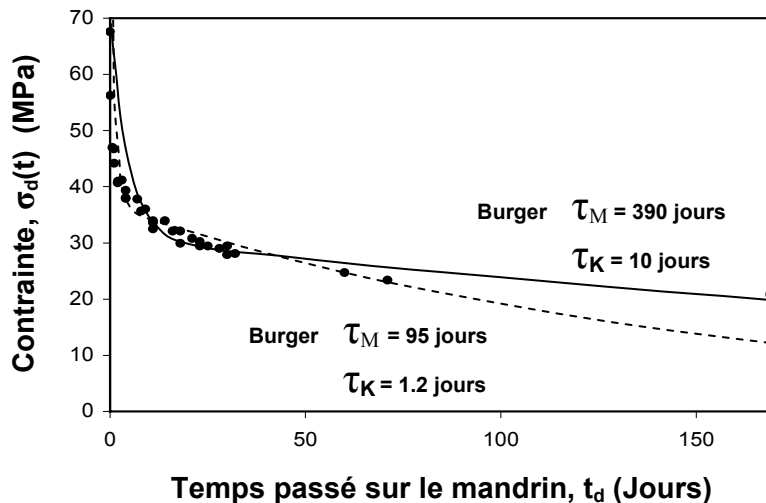


Figure 1-31 : Simulation de la relaxation par deux modèles de Burger.

Il est indispensable de mettre en place un modèle plus élaboré car le modèle de Burger, qui comporte seulement deux temps caractéristiques, est insuffisant. Une solution serait de constituer un modèle de Maxwell généralisé avec suffisamment de paramètres pour que les deux courbes soient assez proches. Mais ces paramètres ne pourraient être reliés à un phénomène physique, ce qui n'apporterait rien à la compréhension des mécanismes de

déformation du matériau. L'utilisation de la fonction KWW serait par contre plus judicieuse. En effet, la grande cinétique de début de relaxation a souvent été observée pour les verres inorganiques, et plusieurs auteurs [28], [17] et [32] ont montré que la fonction exponentielle étendue décrivait convenablement cette évolution. L'inconvénient de cette méthode est que la fonction KWW n'est pas une loi de comportement, ou un modèle, mais une fonction d'ajustement. Toutefois, certains auteurs associent les deux paramètres la caractérisant à des phénomènes physiques impliqués dans la relaxation du verre (cf. p. 18). Le solveur nous a fourni le couple de paramètres correspondant à la meilleure approximation de la relaxation de contraintes pour une fonction KWW :

$$\{\tau_{KWW}; b\} = \{69 \text{ jr}; 0,2\} \quad \text{Eq. 1-50}$$

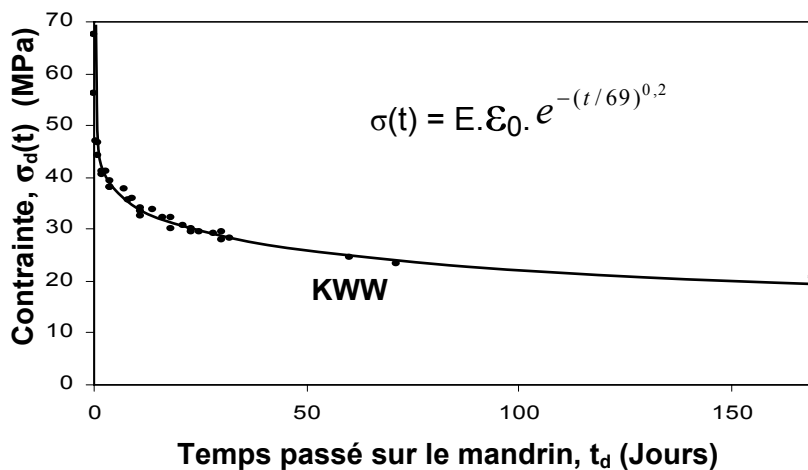


Figure 1-32 : Simulation de la relaxation par une fonction KWW.

Comme on peut le voir sur la Figure 1-32, cette fonction décrit très convenablement la relaxation à la fois pour les temps courts et les temps longs. La faible valeur de  $b$  calculée est en correspondance avec la grande vitesse observée au début du phénomène. La constante de temps  $\tau_{KWW} = 69 \text{ jr}$ , correspond au temps nécessaire pour que la contrainte diminue d'environ des  $2/3$  de sa valeur initiale. La relaxation d'une fibre TAS enroulée sur un cylindre est donc convenablement décrite par une fonction exponentielle étendue du fait de sa cinétique élevée dans les premiers temps. Etudions à présent l'évolution de la fibre lors de la recouvrance.

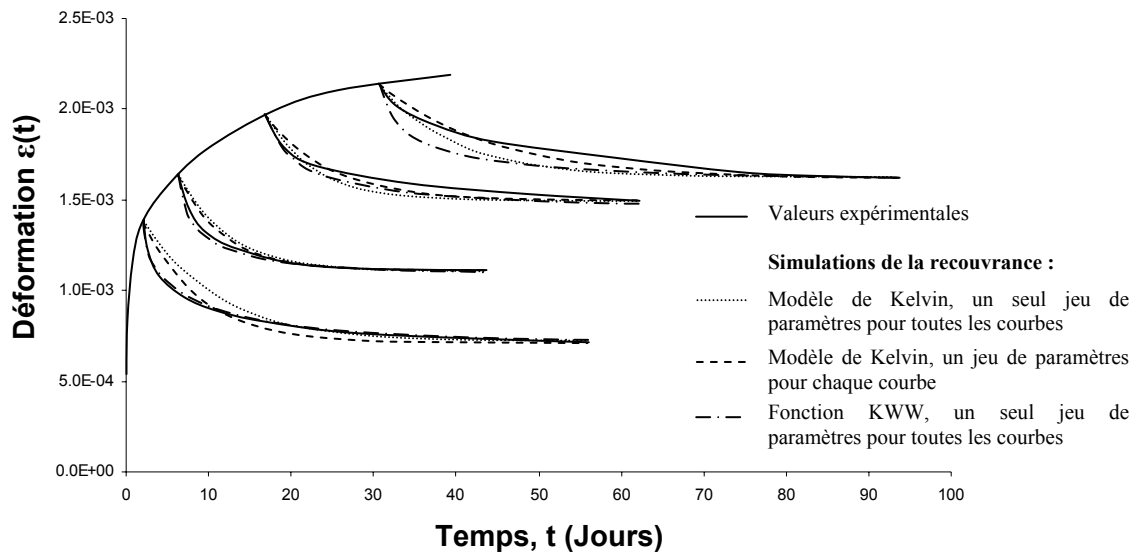
### 3.2.2.2. Partie recouvrance

La déformation au cours de la recouvrance, qui tend vers  $\epsilon_\infty$ , peut s'écrire de la manière suivante (Figure 1-27) :

$$\epsilon(t) = \epsilon_0 - \epsilon_e(t_d) - \epsilon_{ed}(t-t_d) \quad \text{Eq. 1-51}$$

où  $\epsilon_{ed}(t)$  représente la déformation élastique différée. On peut observer sur les courbes de recouvrance que, plus le temps de maintien sur le mandrin est long, plus l'amplitude de la recouvrance est petite et, d'autre part, plus la cinétique de début de recouvrance est lente. La première idée a été de décrire le comportement de la partie recouvrance par le modèle de Burger déjà utilisé pour la partie relaxation. Après le relâchement, seule la partie « élasticité différée » du modèle, c'est-à-dire le modèle de Kelvin-Voigt, est en action. Il s'est vite avéré impossible de décrire l'ensemble des recouvrances par un seul et même modèle. En effet, comme on peut le voir sur la Figure 1-33, le modèle le plus proche des courbes

expérimentales est incapable de décrire à la fois la cinétique rapide au début de la recouvrance pour des durées de relaxation courtes, et la cinétique lente du début de recouvrance pour les fibres relâchées bien plus tard (dans un souci de lisibilité, seule quatre courbes de recouvrance sont représentées). Afin de rendre compte de cette différence de comportement, fonction de la durée de maintien sur le mandrin, on peut tenter de décrire chaque recouvrance par un modèle de Kelvin-Voigt différent.



**Figure 1-33 : Simulation de la recouvrance par diverses fonctions et modèles.**

En appliquant une nouvelle fois la méthode d'optimisation des paramètres, on obtient les modèles représentés sur la Figure 1-33, chacun de ces modèles étant entièrement défini par son temps caractéristique  $\tau_{di}$ . On remarque que cette approximation est meilleure que la précédente, mais que dans tous les cas, le modèle est incapable de suivre simultanément la cinétique de début et de fin de recouvrance. C'est un problème que nous avons déjà rencontré auparavant, alors que nous tentions de modéliser la partie relaxation. Puisque dans ce dernier cas la fonction KWW avait donné de bons résultats, appliquons de nouveau cette méthode. En optimisant les deux paramètres de la fonction KWW pour l'ensemble des fibres relâchées, on obtient le couple de valeurs suivant :  $\{\tau_{KWW}; b\} = \{6,6 \text{ jours}; 0,57\}$ . Les courbes de recouvrance correspondantes sont représentées sur la Figure 1-33. Comme on peut le voir, l'évolution de la déformation des premières fibres relâchées est très bien décrite aussi bien en début qu'en fin de recouvrance. Par contre pour les dernières, la fonction KWW s'éloigne très vite des déformations mesurées. Postulant que la fonction KWW est un moyen efficace de décrire l'ensemble des recouvrances mais avec des paramètres changeant en fonction du temps passé sur le mandrin, nous avons donc déterminé un couple de paramètres optimal pour chaque courbe indépendamment. Le résultat de ce travail est présenté sur la Figure 1-34. L'approximation est de très bonne qualité pour l'ensemble des courbes et ce, sur toute la durée de la recouvrance (l'écart relatif est inférieur à 2%). La Figure 1-35 nous montre l'évolution des paramètres  $\tau_{KWW}$  et  $b$  en fonction du temps passé sur le mandrin. Elle laisse apparaître que la constante de temps croît avec  $t_d$  alors que le coefficient  $b$  croît pour les fibres relâchées les 20 premiers jours puis atteint un palier, voire décroît légèrement ensuite. La croissance de  $\tau_{KWW}$  implique que, plus les fibres sont relâchées tard, plus elles mettront de temps à atteindre les 2/3 de leur état final. La croissance de  $b$  dans les 20 premiers jours signifie que la cinétique de début de recouvrance (c'est à dire pendant la durée  $\tau_{KWW}$ ) est plus rapide pour les fibres relâchées plus tôt, ce qui est corroboré par l'observation des courbes

issues des essais. La variation de ces paramètres indique une modification du comportement du matériau en fonction de la durée de relaxation. La variation de  $b$  montre que le matériau passe d'un comportement intermédiaire entre le comportement élastique instantané et le liquide de Maxwell ( $b \approx 0,5$ ), pour des temps de relaxation courts, à un comportement proche d'un liquide de maxwell ( $b \approx 1$ ), pour de longues durées de relaxation.

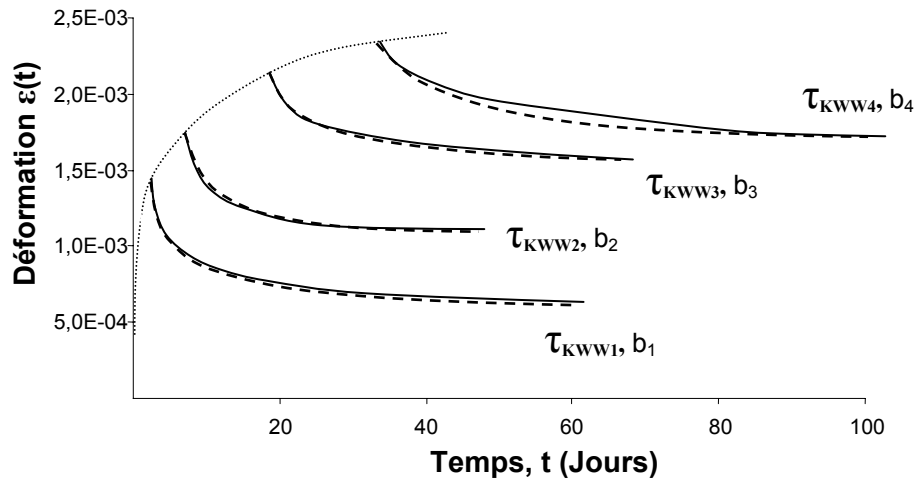


Figure 1-34 : Simulation de la recouvrance par une fonction KWW, un jeu de paramètres par courbe.

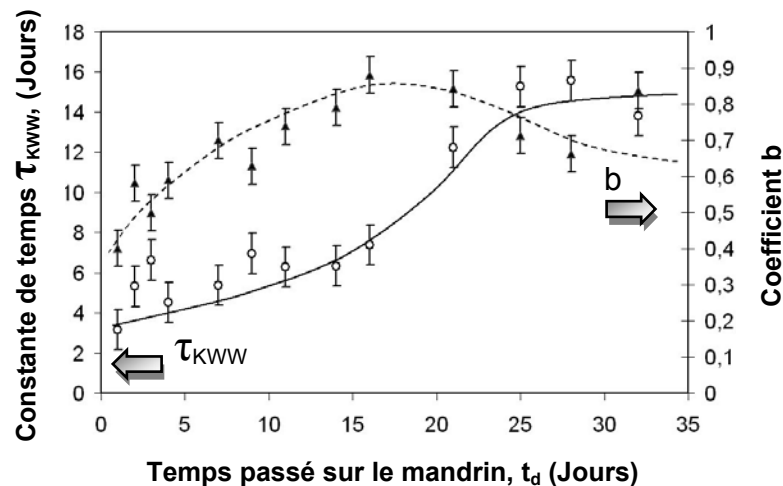
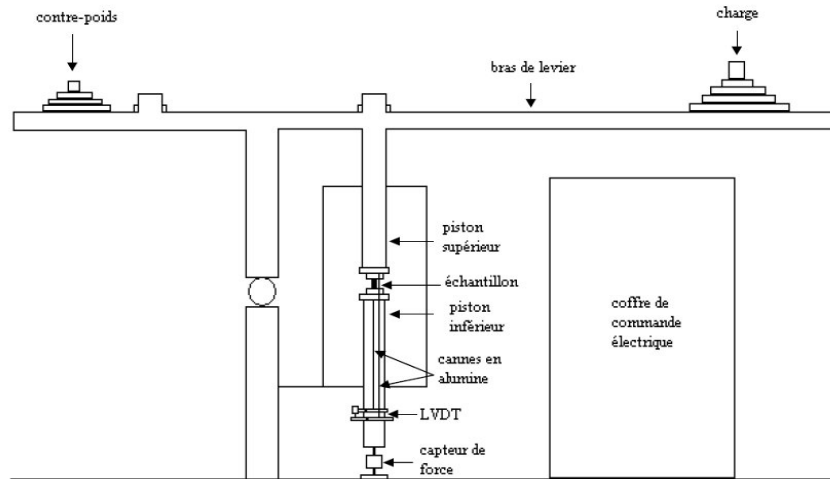


Figure 1-35 : Variation des paramètres de la fonction KWW en fonction du temps passé sur le mandrin.

### 3.2.3. Fluage en compression

Afin de critiquer les résultats obtenus par essais de courbure statique, nous avons effectué des essais de fluage en compression à température ambiante sur la machine représentée sur la Figure 1-36. Des échantillons parallélépipédiques de dimensions  $4 \times 4 \times 6 \text{ mm}^3$ , placés entre les deux pistons de la machine d'essai, ont été découpés dans les préformes à partir desquelles le verre a été fibré. Toutes les faces ont été polies avec une suspension diamantée jusqu'à  $1 \mu\text{m}$ . La charge, imposée par un poids mort suspendu au bout du bras de levier, a été choisie telle que la contrainte de compression corresponde à la contrainte imposée au point le plus comprimé (point M' sur la Figure 1-25(b)) de la fibre en début de relaxation (Figure 1-29), c'est-à-dire 70 MPa. Les expériences n'ont montré aucune déformation détectable par le capteur de déplacement (précision inférieure au  $\mu\text{m}$ ) au bout de 3 jours. Les

autres tentatives, après augmentation de la charge, ont toutes mené à la rupture de l'éprouvette. En comparaison, la fibre courbée connaît une déformation d'environ  $1,5 \cdot 10^{-3}$  après relâchement au bout de 3 jours de relaxation, cela correspondrait pour l'éprouvette de compression à un déplacement de 16  $\mu\text{m}$ .



**Figure 1-36 : Machine de fluage en compression**

Cette différence de comportement peut s'expliquer de trois manières. D'une part, les fibres et les verres massifs n'ont pas forcément la même structure atomique, car l'étirement du matériau au cours du fibrage peut engendrer une orientation de la structure suivant l'axe de la fibre. Malheureusement cette réorganisation structurale n'a pas encore été mise en évidence puisque la structure du verre TAS est encore mal connue. D'autre part, l'histoire thermique des deux types d'éprouvettes n'est pas la même. En effet, la fibre subit une trempe lors de sa mise en forme pouvant engendrer des contraintes résiduelles. La préforme, qui a été recuite, est peu affectée par l'élévation de température très locale nécessaire au fibrage. Et enfin, la sollicitation de flexion imposée à la fibre engendre à la fois des contraintes normales de traction et de compression dans la section considérée (Figure 1-25(b)). Il se peut que la contribution à la déformation totale de la fibre des unes soit plus grande que celle des autres. Il a été montré [46], voir modélisé par des simulations en dynamique moléculaire ou par la théorie du volume libre [47], qu'un verre soumis à une forte pression hydrostatique voit sa viscosité diminuer. Les contraintes normales de compression pourraient donc entraîner des vitesses de déformation bien plus faibles que celles de traction.

### 3.2.4. Conclusion

L'essai de courbure statique a permis d'étudier le comportement viscoélastique des fibres de verre TAS. Nous avons observé que, pendant la recouvrance, à la fois l'amplitude et la cinétique de l'élasticité retardée diminuaient avec la durée de relaxation. De plus, un modèle de Burger optimisé permet de représenter fidèlement le comportement de la fibre au cours de sa relaxation pour des périodes inférieures à 30 jours. Par contre, une fonction KWW, dont nous avons déterminé les paramètres, nous fournit une très bonne approximation de l'évolution des contraintes dans la fibre lors de la relaxation, quelle que soit sa durée. Quant à la partie recouvrance, la seule représentation fidèle mise en évidence est une fonction KWW dont les paramètres changent en fonction de la durée de relaxation. Au final, la

fonction exponentielle étendue constitue la meilleure représentation de l'évolution des contraintes et des déformations dans la fibre, aussi bien lors de la relaxation que lors de la recouvrance. Des essais sur une éprouvette massive du même matériau en compression n'ont pas permis de montrer le caractère visqueux du matériau à température ambiante.

Il serait intéressant d'étudier le problème de la courbure statique de fibres sous d'autres angles. En effet, les contraintes résiduelles créées dans la fibre lors de sa fabrication (au cours de la trempe), ont probablement une influence sur la relaxation de la fibre. Une étude similaire sur des fibres recuites, i.e. dont les contraintes résiduelles ont été retirées par traitement thermique, permettrait de mettre en évidence cette influence. De plus, la théorie des poutres utilisée pour calculer les contraintes à partir des déformations est basée sur l'élasticité linéaire, mais, compte tenu du caractère rhéofluidifiant du matériau, une théorie bâtie sur une loi de comportement non linéaire pourrait s'avérer plus appropriée. Enfin, une comparaison avec des mesures de viscosités du verre TAS issues d'autres essais conventionnels, comme des essais de traction ou de flexion 3 points, serait certainement très instructive.



# **Chapitre 2**

## **Indentation et rhéologie**





# Chapitre 2 : Indentation et rhéologie

Après avoir caractérisé le comportement viscoélastique dans un cadre général, nous allons nous intéresser plus spécialement au cas de l'indentation. Nous ferons d'abord une présentation de cette technique. Ensuite, nous mettrons en place les lois de comportement spécifiques à chaque type d'indenteur à partir des travaux de Sneddon en élasticité linéaire, que nous transposerons au cas viscoélastique par l'analogie élasticité linéaire – viscoélasticité linéaire présentée au premier chapitre. Pour des conditions d'essai simples, les équations obtenues permettront d'extraire les paramètres viscoélastiques des courbes d'indentation. Nous ferons ensuite un tour d'horizon des différentes tentatives de caractérisation de la viscoélasticité par la technique d'indentation instrumentée. Nous reviendrons ensuite sur la conception de notre machine d'indentation instrumentée en température. Puis, nous présenterons la méthode de dépouillement des courbes d'indentation fluage ainsi que le calibrage de la machine en raideur. Les résultats de nos mesures de viscosités en températures sur les trois types de verres étudiés et pour les différentes géométries d'indenteur seront présentés et commentés. Pour finir, ces résultats seront confrontés aux résultats existant dans la littérature afin de valider, ou non, la machine et la méthode d'analyse des courbes mise en place.

## 1. L'indentation instrumentée

### 1.1. Le principe

Un essai d'indentation consiste à enfoncer un pénétrateur (ou indenteur), dont les propriétés mécaniques et la géométrie sont connues, dans un matériau afin de le caractériser mécaniquement (module d'élasticité, dureté, ...). Un essai à charge imposée, illustré sur la Figure 2-1, se décompose en trois phases :

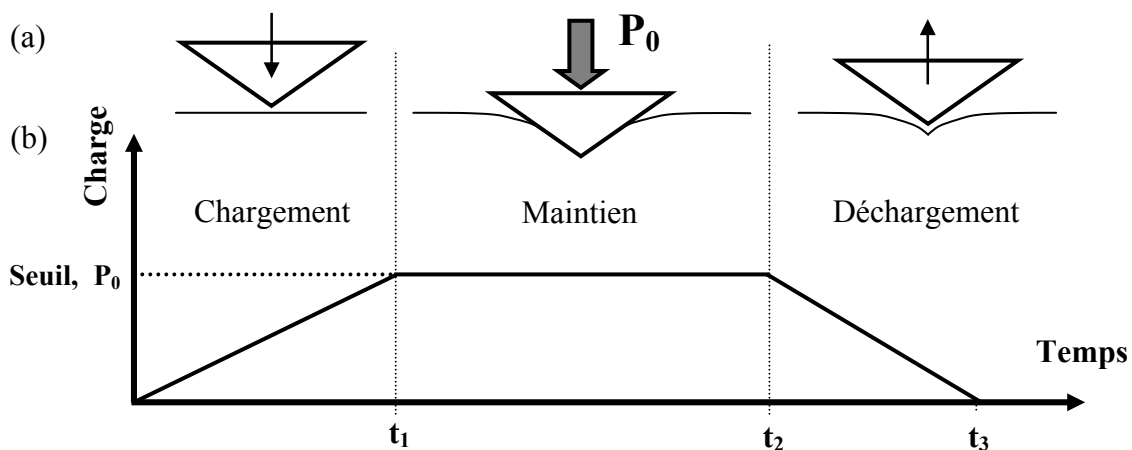


Figure 2-1 : Description d'un essai d'indentation piloté en effort (vitesse de chargement et déchargement constantes). (a) mouvement de l'indenteur et interaction avec la matière, (b) Charge en fonction du temps.

- Le chargement : une fois le contact établi, la charge imposée est progressivement augmentée, l'indenteur s'enfonce jusqu'à atteindre un seuil correspondant à un effort maximum ou un déplacement maximum.
- Maintien : la charge maximale est maintenue pendant la durée voulue.
- Le déchargement : la charge est progressivement diminuée jusqu'à l'annulation de celle-ci, c'est-à-dire la fin du contact entre l'indenteur et l'échantillon.

Suivant le type d'essai, le chargement et le déchargement peuvent être contrôlés en effort ou en déplacement, de même que le seuil imposé en fin de chargement et lors du maintien peut être un effort ou un déplacement. Par abus de langage, le chargement et le déchargement sont également appelés charge et décharge respectivement.

La caractérisation mécanique du matériau au moyen d'un essai d'indentation peut se faire de plusieurs manières. On peut simplement étudier la géométrie de l'empreinte laissée par l'indenteur sur la surface, on parle alors d'essai de dureté, ou bien étudier la variation des paramètres charge et déplacement au cours d'un essai, on parle alors d'essai d'indentation instrumentée. L'essai de dureté permet de déterminer une propriété du matériau, la dureté, définie comme le rapport de la charge maximale  $P_0$  sur une surface caractéristique de l'empreinte (surface projetée, surface réelle...). La dureté peut être exprimée dans différentes échelles (Meyer HM, Vickers HV, Brinell HB, Rockwell HR...) suivant la géométrie et la nature de l'indenteur, ou le protocole de chargement/déchargement utilisé. L'essai d'indentation instrumentée se distingue donc de l'essai de dureté classique par l'étude des courbes tracées au cours de l'essai (Figure 2-2). Cet essai fournit donc plus d'informations sur le comportement du matériau que l'essai de dureté. En effet, l'analyse des courbes de chargement et de déchargement apporte des informations sur le comportement élastique, plastique, et visqueux du matériau. Par ailleurs, le caractère visqueux de l'écoulement est mis en évidence, par exemple, par l'étude de la variation du déplacement en fonction du temps pendant une durée de maintien de la charge suffisamment longue, on parle alors d'essai d'indentation fluage (ou indentation relaxation dans le cas où le maintien se fait pour un déplacement constant). Une courbe d'indentation fluage type est présentée sur la Figure 2-2(b).

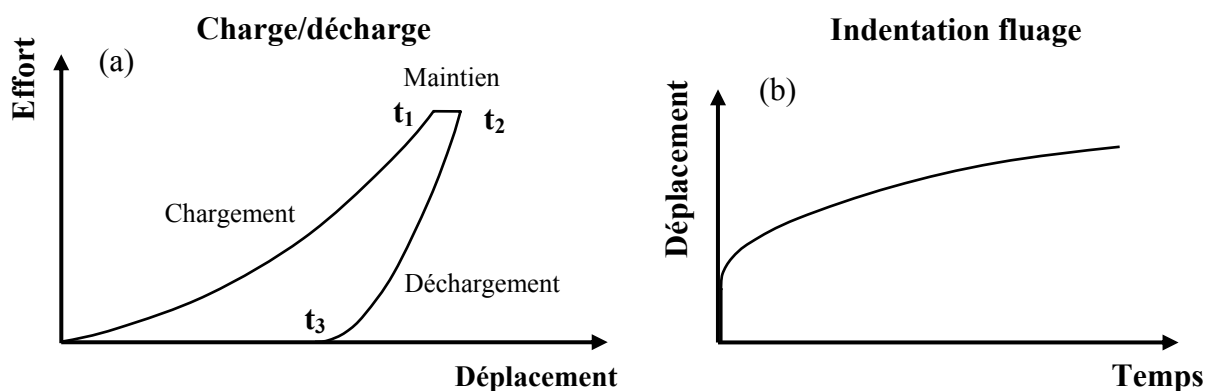


Figure 2-2 : (a) Courbe effort – déplacement d'un essai d'indentation instrumentée de charge/décharge.  
 (b) Déplacement en fonction du temps pour un essai d'indentation fluage.

## 1.2. Les indenteurs

Afin de caractériser le matériau indenté, le comportement mécanique et la géométrie de l'indenteur doivent être parfaitement connus. Au cours de l'indentation, l'indenteur doit se déformer le moins possible, et uniquement de manière élastique. Le matériau employé doit, par conséquent, avoir une grande dureté et une grande rigidité ; de plus dans le cadre d'essais à hautes températures, il doit être réfractaire et ne pas subir de changement de phase. Pour les essais à température ambiante, le diamant ( $E \approx 1000 \text{ GPa}$ ,  $H_V \approx 100 \text{ GPa}$ ) est le plus utilisé. Malheureusement, le diamant a tendance à s'oxyder pour des températures trop élevées, ce qui altère à la fois sa géométrie et ses propriétés mécaniques. C'est pourquoi le saphir monocristalin (forme de l'alumine  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$  de structure rhomboédrique,  $E \approx 390 \text{ GPa}$ ,  $H_V \approx 18 \text{ GPa}$ ), associé généralement à un porte-indenteur en alumine, lui est préféré au-dessus de  $700 \text{ }^\circ\text{C}$ . Le carbure de tungstène ( $E \approx 700 \text{ GPa}$ ,  $H_V \approx 15 \text{ GPa}$ ), bien qu'il soit moins dur et moins rigide que le diamant et qu'il s'oxyde lui aussi aux alentours de  $700 \text{ }^\circ\text{C}$ , est également employé, et ceci pour des raisons économiques, pour réaliser des indenteurs monoblocs (i.e. l'indenteur et le porte-indenteur forment une seule et même pièce). Il est en effet extrêmement coûteux de réaliser des indenteurs monoblocs en diamant ou saphir. Les indenteurs monoblocs ont l'avantage de ne pas connaître les déformations parasites existant dans les indenteurs classiques au niveau des surfaces de sertissage indenteur/porte-indenteur.

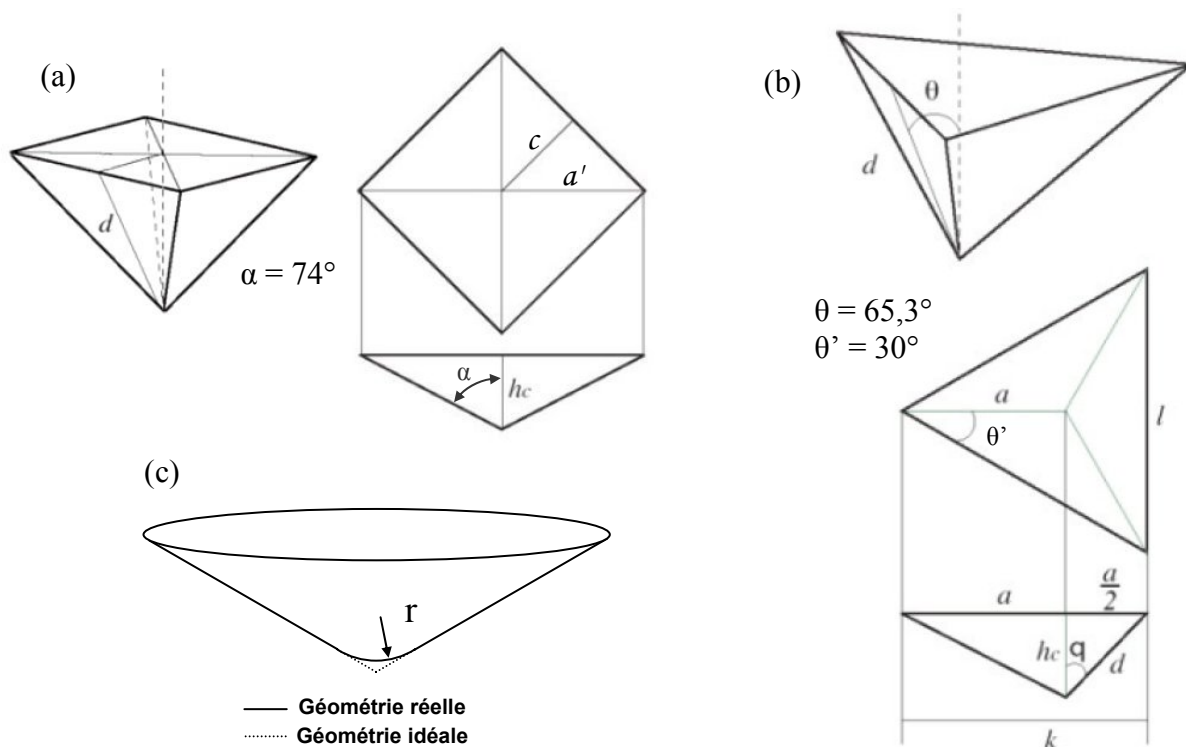


Figure 2-3 : (a) Géométrie normalisée d'un indenteur Vickers. (b) Géométrie normalisée d'un indenteur Berkovich. (c) Géométrie idéale et réelle d'un indenteur conique.

Bien qu'il y ait une multitude de géométries possibles, seules quelques unes, bien particulières, sont couramment utilisées. Ces géométries simples sont les suivantes : le cône (défini par son demi angle au sommet), la sphère (défini par son rayon), le cylindre à fond plat (défini par son rayon), et la pyramide. Les géométries normalisées des indenteurs pyramidaux de type Vickers (base carrée), et de type Berkovich (base triangulaire

équilatérale), très couramment utilisés, sont définies sur la Figure 2-3(a) et (b). La géométrie réelle des indenteurs n'est évidemment pas idéale puisque des imperfections géométriques, inhérentes au procédé de mise en forme employé, sont inévitables. Dans le cas des indenteurs coniques et pyramidaux ces imperfections se traduisent notamment par un émoussement du sommet, caractérisé par un rayon de pointe (voir Figure 2-3(c)). Ce défaut de forme est très important dans les premiers moments de la pénétration (i.e. pour des faibles charges).

### **1.3. Les échantillons**

La géométrie des éprouvettes testées par essais d'indentation est simple et rapide à obtenir, ce qui constitue un des grands avantages de cette technique. Les échantillons utilisés doivent répondre à certaines contraintes. Leur géométrie doit être telle que l'axe de l'indenteur soit perpendiculaire à la surface indentée et que sa rugosité soit faible par rapport aux dimensions de l'empreinte réalisée (la surface indentée sera polie avec une suspension diamantée jusqu'à 1  $\mu\text{m}$ ). Les échantillons comportent donc deux faces parallèles, la face à indenter étant d'autant plus polie que la charge maximale est faible. Autre condition qui découle du fait que l'essai est localisé, le matériau doit être homogène à l'échelle de l'empreinte. En effet, un matériau comportant des grains d'une taille supérieure à celle de l'empreinte ne pourra être caractérisé par un essai d'indentation à faible charge puisque les mesures seront dépendantes du grain indenté. Dans le cas des verres inorganiques, ce problème ne se pose pas puisque leur structure amorphe à l'échelle atomique permet de les considérer comme des matériaux homogènes jusqu'à des échelles très faibles (de l'ordre de quelques nanomètres). L'histoire thermique d'un matériau a une influence importante sur son comportement, surtout pour des essais à des températures inférieures à  $T_g$ . Afin d'effacer en partie cette histoire thermique, les échantillons doivent subir un traitement thermique de recuit.

## 2. Etat de l'art

### 2.1. Comportement sous un indenteur, théorie et modèles

Dans le chapitre précédent, nous nous sommes intéressés au problème de viscoélasticité uniquement dans le cadre de sollicitations simples et classiques. Nous allons maintenant intégrer ce phénomène au cas plus complexe de l'indentation.

#### 2.1.1. Contact élastique linéaire

Les travaux de Sneddon en mécanique du contact permettent de déterminer les champs de contraintes et de déplacements engendrés par l'enfoncement d'un indenteur infiniment rigide dans un demi espace élastique linéaire et isotrope [50]. L'auteur a mis en place une relation liant l'enfoncement  $u$  et la charge  $P_e$ , définis sur la Figure 2-4, pour différentes géométries d'indenteurs.

$$P_e(t) = \Omega(u(t)) \quad \text{Eq. 2-1}$$

Pour les indenteurs les plus communs, on peut ramener la fonction  $\Omega$  à la forme simple suivante :

$$\Omega(u) = \frac{\mu}{1-\nu} K \cdot u^n \quad \text{avec } n \text{ réel} \quad \text{Eq. 2-2}$$

Où  $\mu$  est le module élastique de cisaillement et  $K$  et  $n$  des coefficients dépendant de la géométrie de l'indenteur.

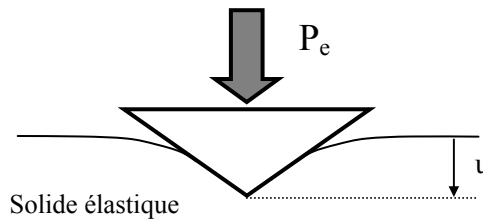


Figure 2-4 : Indentation d'un matériau élastique.

#### 2.1.2. Analogie avec la viscoélasticité linéaire

Si l'on traduit cette loi de comportement élastique en loi de comportement viscoélastique linéaire en lui appliquant une intégrale d'hérédité [51], on obtient la relation suivante :

$$P(t) = \frac{K}{1-\nu} u^n(0) \cdot G(t) + \int_0^t \frac{K}{1-\nu} G(t-t') \frac{du^n(t')}{dt'} dt' \quad \text{Eq. 2-3}$$

où, rappelons le,  $G$  est la rigidité de fluage en cisaillement. Dans le cas viscoélastique,  $\nu$  n'est plus forcément constant dans le temps. Tout comme les modules viscoélastiques,  $\nu$  peut évoluer au cours du temps. Toutefois dans la littérature [52], [53] et [54] il est souvent fait l'hypothèse que  $\nu$  est une constante du temps, voire égale à  $1/2$  dans le cas où l'écoulement est considéré incompressible. De plus, les travaux de Gy et Duffrène [26] renforcent cette idée en démontrant que la partie hydrostatique de la déformation a une très faible influence sur le comportement viscoélastique du verre silico-sodo-calcique. La déformation par glissement, c'est à dire la partie incompressible de la déformation, serait donc à l'origine des phénomènes

viscoélastiques. Suivant cette hypothèse, on assimile  $\nu$  à une constante (nous reviendrons sur ce sujet plus loin, dans la partie Résultats (p. 87)). Il peut alors être extrait de l'intégrale :

$$P(t) = \frac{K}{1-\nu} \left( u^n(0).G(t) + \int_0^t G(t-t') \frac{du^n(t')}{dt'} dt' \right) \quad \text{Eq. 2-4}$$

De la même manière, on écrit la loi de comportement mettant en jeu la souplesse de fluage :

$$u^n(t) = \frac{1-\nu}{K} \left( P(0).J(t) + \int_0^t J(t-t') \frac{dP(t')}{dt'} dt' \right) \quad \text{Eq. 2-5}$$

où, rappelons le,  $J$  est la souplesse de fluage en cisaillement. Toujours dans l'hypothèse où le coefficient de Poisson reste constant au cours de l'indentation, on peut déduire de la rigidité de fluage en cisaillement l'expression de la rigidité de fluage uniaxiale :

$$E(t) = 2(1+\nu)G(t) \quad \text{Eq. 2-6}$$

### 2.1.3. Exemple : l'indenteur conique

Appliquons la méthode de l'analogie élasticité linéaire / viscoélasticité linéaire au cas de l'indenteur conique de demi-angle au sommet  $\alpha$  représenté par la Figure 2-5 :

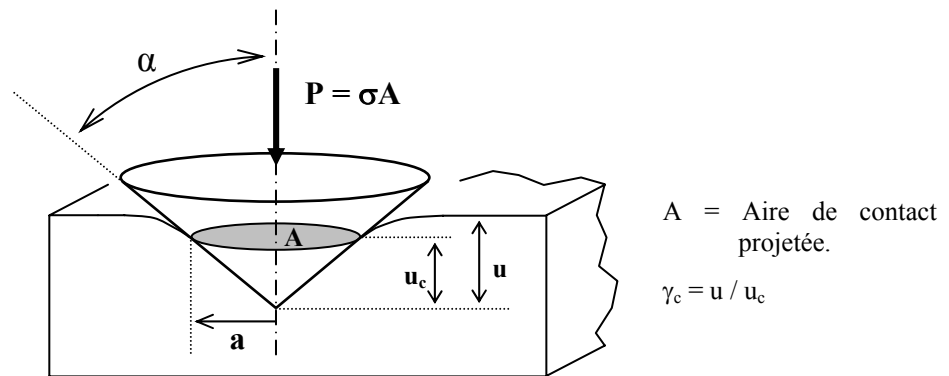


Figure 2-5 : Représentation 3D d'un indenteur conique sous charge.

Loi de comportement en élasticité linéaire pour un cône est la suivante [50] :

$$P_e(t) = \underbrace{\frac{\pi}{\gamma_c^2} \cdot \frac{\mu \cdot \tan \alpha}{1-\nu}}_{\frac{\mu}{1-\nu} \cdot K} u^2(t) \quad \text{Eq. 2-7} \quad n = 2$$

$P(t)$  : charge  
 $u(t)$  : profondeur d'indentation  
 $\mu$  : module d'élasticité en cisaillement  
 $\nu$  : coefficient de Poisson  
 $\alpha$  : demi angle au sommet du cône  
 $\gamma_c$  : coefficient correcteur

Le paramètre  $\gamma_c$  est le rapport entre le déplacement de l'indenteur  $u$ , et la profondeur de pénétration  $u_c$ . Une valeur de  $\gamma_c$  supérieure à 1 correspond donc à un enfoncement de la matière. Love [55] et [56] a déterminé la valeur de  $\gamma_c$  correspondant à l'indenteur Vickers pour un matériau élastique linéaire :  $\gamma_c = \pi/2$ . Notons que pour un cylindre à fond plat,  $\gamma_c = 1$  pour une sphère  $\gamma_c = 2$  [50]. On supposera que ces valeurs, connues seulement en élasticité linéaire isotrope, restent valables pour un comportement viscoélastique. L'observation des empreintes produites par un indenteur pyramidal met malheureusement en relief l'existence

d'un bourrelet sur les faces correspondant à un  $\gamma_c$  inférieur à 1. Le long des arêtes, par contre,  $\gamma_c$  supérieur à 1 en raison de l'enfoncement de la matière.

L'analogie élasticité linéaire / viscoélasticité linéaire (Tableau 4) permet d'obtenir, à partir de l'Eq. 2-7 et de l'Eq. 2-4 :

$$P(t) = \frac{\pi \tan \alpha}{\gamma_c^2 (1-\nu)} \left( u(0).G(t) + \int_0^t G(t-t') \frac{du(t')^2}{dt'} dt' \right) \quad \text{Eq. 2-8}$$

$$u^2(t) = \frac{\gamma_c^2 (1-\nu)}{\pi \tan \alpha} \left( P(0).J(t) + \int_0^t J(t-t') \frac{dP(t')}{dt'} dt' \right) \quad \text{Eq. 2-9}$$

Intéressons nous à l'Eq. 2-8, si la fonction  $u$  est suffisamment simple (échelon, rampe...) on peut alors extraire  $G(t)$  de l'intégrale et l'exprimer en fonction de  $P(t)$  et  $u(t)$ . Cela nous dicte la marche à suivre pour calculer la rigidité de fluage du matériau à partir d'un essai d'indentation : on impose un déplacement  $u(t)$  régulier et simple (échelon, rampe...), on mesure  $P(t)$  et on en déduit  $G(t)$ . La même méthode peut être appliquée pour déterminer  $J(t)$  à partir de l'Eq. 2-9. Une fois les courbes de  $G(t)$  et  $J(t)$  tracées, il reste à les approcher par des fonctions appropriées. On peut alors utiliser la décomposition associée à la viscosité linéaire utilisée dans les Eq. 1-37 et Eq. 1-38, correspondant aux allures illustrées par la Figure 2-6 :

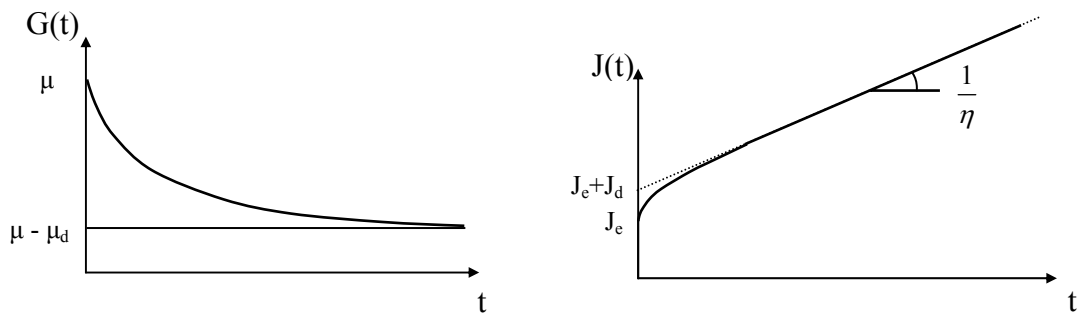


Figure 2-6 : Allures de la rigidité de fluage  $G(t)$  et de la souplesse de fluage  $J(t)$ .

Si l'on détermine entièrement ces paramètres, on peut modéliser fidèlement le comportement de notre verre. L'expérience montre que les fonctions de relaxation et de retard,  $\Psi$  et  $\Phi$  (Eq. 1-37 et Eq. 1-38), qui régissent le comportement dans la partie transitoire de l'essai, sont des fonctions décroissantes tendant vers 0 en  $+\infty$ . Un moyen de les déterminer est d'approcher  $G(t)$  et  $J(t)$  par un modèle de Maxwell généralisé ou par une fonction KWW comme on l'a vu précédemment. Pour  $t$  assez grand,  $J(t)$  devient linéaire et on a facilement accès à la valeur de la viscosité  $\eta$  :

$$\dot{J}(t) = \frac{1}{\eta} \quad \text{Pour } t \text{ grand} \quad \text{Eq. 2-10}$$

Déterminons maintenant l'expression de la souplesse et de la rigidité de fluage dans le cadre d'essais simples pour un indenteur conique et pour  $t$  grand.

#### Essai à vitesse constante :

En posant  $u(t) = v_0.t$ , l'Eq. devient :

$$P(t) = \frac{2\pi v_0^2 \cdot \tan \alpha}{\gamma_c^2 (1-\nu)} \int_0^t G(t-t') \cdot t \cdot dt' \quad \text{Eq. 2-11}$$

En intégrant par parties puis en dérivant deux fois par rapport au temps, on obtient :



$$G(t) = \frac{\gamma_c^2 (1-\nu)}{2\pi v_0^2 \cdot \tan \alpha} \frac{d^2 P(t)}{dt^2} \quad \text{Eq. 2-12}$$

**Essai à charge constante :**

En posant  $P(t) = P_0$ , l'Eq. devient alors :

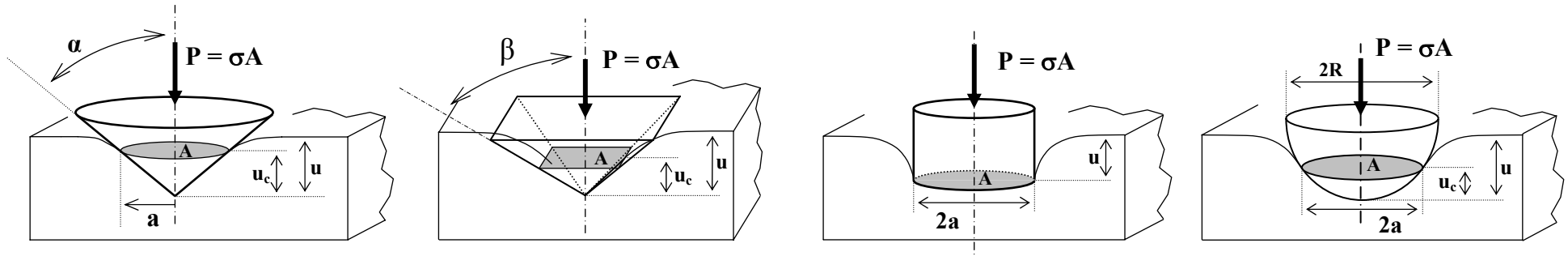
$$J(t) = \frac{\pi \tan \alpha}{\gamma_c^2 P_0 (1-\nu)} u^2(t) \quad \text{Eq. 2-13}$$

On en déduit la viscosité :

$$\eta = \frac{\gamma_c^2 (1-\nu) P_0}{\pi \tan \alpha} \left[ \frac{du^2(t)}{dt} \right]^{-1} = \frac{\gamma_c^2 (1-\nu) P_0 t}{u^2(t) \pi \tan \alpha} \quad \text{pour } t \text{ grand.} \quad \text{Eq. 2-14}$$

Le même travail a été réalisé pour les autres types d'indenteur puis résumé dans le Tableau 6 de la page suivante. Les démonstrations de ces formules figurent en annexe 2.

Notons que si l'on réalise un essai d'indentation fluage sur un matériau dont on connaît le module d'Young et la viscosité, on peut calculer son coefficient de Poisson en utilisant les formules donnant la viscosité (dernière ligne du Tableau 6).



| Type d'indenteur \ Contexte                           | A<br>Cône / Pyramide <sup>(1)</sup>  | B<br>Cylindre  | C<br>Sphère  |
|---|--|--|--|
| I<br>Elasticité linéaire                              | $P_e(t) = \frac{\pi}{\gamma_c^2} \frac{\mu \tan \alpha}{1-\nu} u^2(t)$   | $P_e(t) = \frac{4a\mu}{1-\nu} u(t)$  | $P_e(t) = \frac{4}{3\gamma_c^{3/2}} \frac{\sqrt{2R}}{1-\nu} \mu u^{3/2}(t)$  |
| II<br>Analogie élasticité /<br>III<br>viscoélasticité | $P(t) = \frac{\pi \tan \alpha}{\gamma_c^2 (1-\nu)} \left( u^2(0)G(t) + \int_0^t G(t-t') \frac{du(t')^2}{dt'} dt' \right)$<br>$u(t)^2 = \frac{\gamma_c^2 (1-\nu)}{\pi \tan \alpha} \left( P(0)J(t) + \int_0^t J(t-t') \frac{dP(t')}{dt'} dt' \right)$ | $P(t) = \frac{4a}{1-\nu} \left( u(0)G(t) + \int_0^t G(t-t') \frac{du(t')}{dt'} dt' \right)$<br>$u(t) = \frac{1-\nu}{4a} \left( P(0)J(t) + \int_0^t J(t-t') \frac{dP(t')}{dt'} dt' \right)$ | $P(t) = \frac{4}{3\gamma_c^{3/2}} \frac{\sqrt{2R}}{1-\nu} \left( u^{3/2}(0)G(t) + \int_0^t G(t-t') \frac{du^{3/2}(t')}{dt'} dt' \right)$<br>$u^{3/2}(t) = \frac{3\gamma_c^{3/2}}{4} \frac{1-\nu}{\sqrt{2R}} \left( P(0)G(t) + \int_0^t J(t-t') \frac{dP(t')}{dt'} dt' \right)$ |
| IV<br>Vitesse constante $V_0$                         | $G(t) = \frac{\gamma_c^2 (1-\nu)}{2\pi V_0^2 \tan \alpha} \frac{d^2 P(t)}{dt^2}$   | $G(t) = \frac{1-\nu}{4a V_0} \frac{dP(t)}{dt}$   | Voir annexe 2  |
| V<br>Charge constante $P_0$                           | $J(t) = \frac{\pi \tan \alpha}{\gamma_c^2 P_0 (1-\nu)} u^2(t)$   | $J(t) = \frac{4a}{(1-\nu) P_0} u(t)$   | $J(t) = \frac{4\sqrt{2R}}{3\gamma_c^{3/2} (1-\nu) P_0} u^{3/2}(t)$   |
| VI<br>Viscosité                                       | $\eta = \frac{\gamma_c^2 (1-\nu) P_0}{\pi \tan \alpha} \left[ \frac{du^2(t)}{dt} \right]^{-1}$   | $\eta = \frac{(1-\nu) P_0}{4a\dot{u}}$ (3)   | $\eta = \frac{3\gamma_c^{3/2} (1-\nu) P_0}{4 \sqrt{2R}} \left[ \frac{du^{3/2}(t)}{dt} \right]^{-1}$ (2)  |

Tableau 6 : Récapitulatif des relations à utiliser en fonction de la géométrie de l'indenteur et du mode de chargement

- (1) La plupart du temps, on assimile les indenteurs de type Vickers ou Berkovich à un indenteur conique équivalent dont l'angle  $\alpha_{eq}$  est calculé en terme d'aire de contact projetée équivalente :

$$\tan(\alpha_{eq}) = \frac{\sqrt{A/\pi}}{u_c}$$

Vickers et Berkovich :  $\alpha_{eq} = 70,33^\circ$  et  $70,3^\circ$  (voir le calcul en annexe 2)

- (2) Douglas propose lui une expression de la viscosité légèrement différente, dans laquelle  $\nu$  n'apparaît pas puisqu'il est fixé à  $1/2$  [58], [59].

$$\eta = \frac{9P_0 t}{32u^{3/2} \sqrt{2R}} \quad \text{Eq. 2-15}$$

- (3) Yang et Li obtiennent la même relation en supposant l'écoulement incompressible [57] :

$$\eta = \frac{P_0 t}{4u^2 \tan \alpha}$$

## 2.2. Equipements existant et résultats associés

### 2.2.1. Indentation pyramidale à charge constante et à vitesse constante

#### 2.2.1.1. Machines

Sakai et Shimizu [54] ont réalisé des essais d'indentation fluage en température à l'aide de deux machines, l'une permettant d'indenter à vitesse de pénétration constante, l'autre à charge constante.

#### A. Machine d'indentation à vitesse de pénétration constante (Figure 2-7(a)):

Cette machine est construite à partir d'une machine de traction classique. Le porte-échantillon est relié au bâti, alors que l'indenteur est solidaire de la traverse. Le déplacement est mesuré très près de l'empreinte, on s'affranchit ainsi des erreurs de mesures dues à la raideur de la machine ou à la dilatation des pièces dans le four. Pour y parvenir, on vient mesurer au moyen d'un extensomètre électro-optique l'écart entre deux drapeaux en nitrure de silicium fixés sur la partie mobile et la partie fixe.

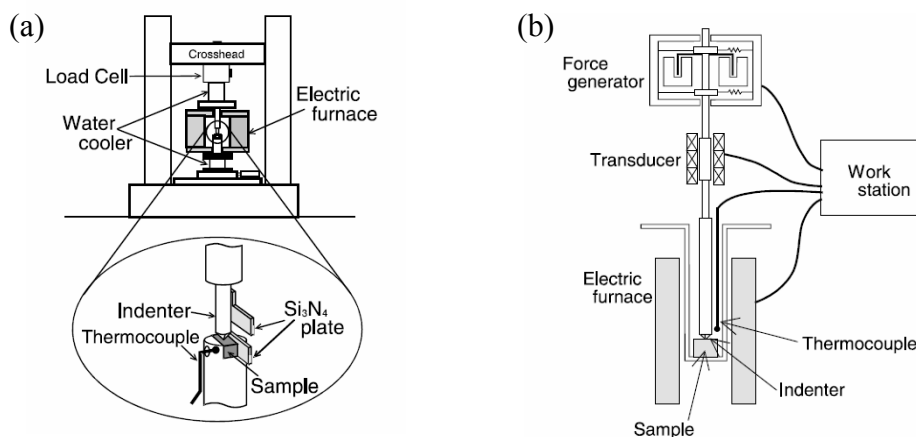


Figure 2-7 : (a) Machine d'indentation à vitesse constante. (b) Machine d'indentation fluage [54].

#### B. Machine d'indentation à charge constante (Figure 2-7(b)):

Cette machine est contrôlée par un actionneur électromagnétique qui impose un effort à l'indenteur en saphir par l'intermédiaire d'une tige en alumine. Cette tige étant en liaison glissière élastique par rapport au bâti. Le déplacement est mesuré par un transducteur hors du four sur la partie haute de la tige. S'ils ne font pas mention de la méthode utilisée pour mesurer l'effort, les auteurs précisent par contre que, du fait de sa structure élancée, la raideur de la machine est très faible et qu'il est donc nécessaire de la calibrer en mesurant sa raideur (environ  $10^6$  N/m).

#### 2.2.1.2. Résultats

**Echantillon :** verre silico-sodo-calcique.

**Préparation :** recuit à  $T_g - 10$  °C et descente à 1 °C/min jusqu'à température ambiante.

**Indenteur :** Berkovich en saphir  $\alpha_{eq} = 70,3^\circ$ .

Les auteurs travaillent sur les rigidités et souplesses de fluage uniaxiales  $E(t)$  et  $D(t)$ , que l'on peut relier très simplement à  $G(t)$  et  $J(t)$  via l'Eq. 2-6, en faisant l'hypothèse que  $v$  reste constant lors de l'indentation.

### A. Essais à vitesse constante :

On remarque deux évolutions différentes de  $P(t)$  en fonction de la température  $T$ . Pour  $T < 570$  °C,  $P(t)$  est proportionnel à  $u^2(t)$ . Alors que pour  $T > 570$  °C,  $P(t)$  est proportionnel à  $u(t)$ . Dans le premier cas, on est proche du comportement élastique (Tableau 6, Eq. A-I), et dans le deuxième, proche du comportement viscoélastique arrivant très vite au régime permanent newtonien (Tableau 6, Eq. A-II). D'autre part, la dérivée seconde de  $P(t)$  nous donne la rigidité de fluage à un facteur près (Tableau 6, Eq. A-VI).

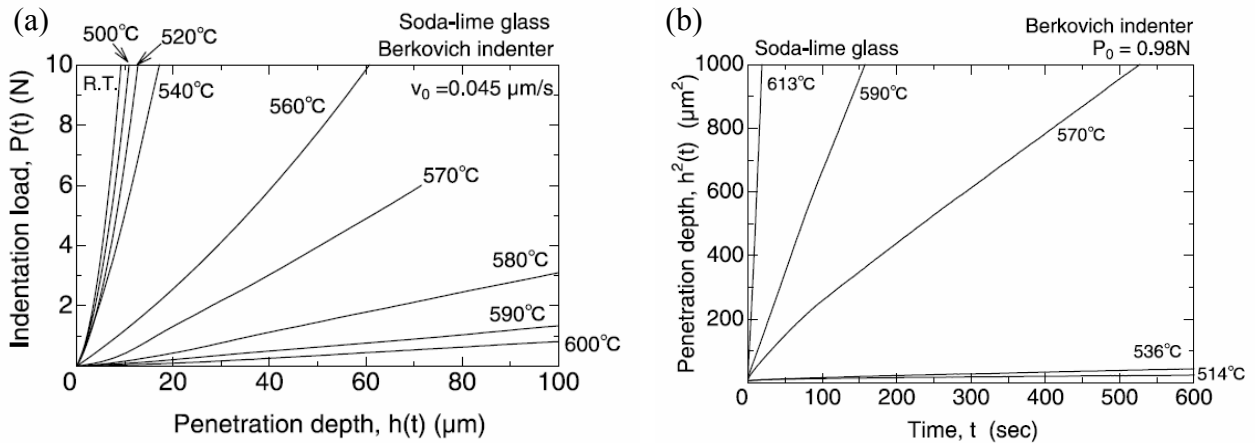


Figure 2-8 : Courbes d'essais à : (a) vitesse constante (b) charge constante.

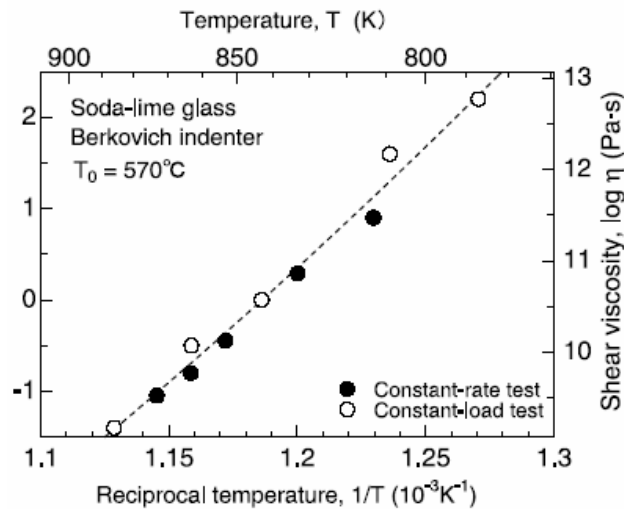


Figure 2-9 : Viscosité en fonction de l'inverse de la température.

## B. Essais à charge constante :

La courbe  $u^2(t)$  (Figure 2-8(b)) nous donne la souplesse de fluage à un facteur près (Tableau 6, Eq. A-V). On retrouve bien l'allure postulée précédemment (Figure 2-6). Notons que pour des températures faibles, le déplacement est très peu dépendant du temps. Ces résultats ont permis, à partir de la zone « régime permanent » et de l'Eq. A-VI (Tableau 6), de déterminer la valeur de la viscosité pour chaque température comme on peut le voir sur la Figure 2-9.

### 2.2.2. Indentation avec un cylindre à fond plat

#### 2.2.2.1. Machine

Li et Yang se sont surtout intéressés aux essais avec un indenteur cylindrique à fond plat [53], [57]. Sur leur machine d'indentation fluage (Figure 2-10), le déplacement de l'indenteur est réalisé par un système poulie courroie. La charge imposée correspond au poids de la masse suspendue à la courroie juste au-dessus de l'indenteur. Le déplacement de la courroie est mesuré au moyen d'un capteur LVDT.

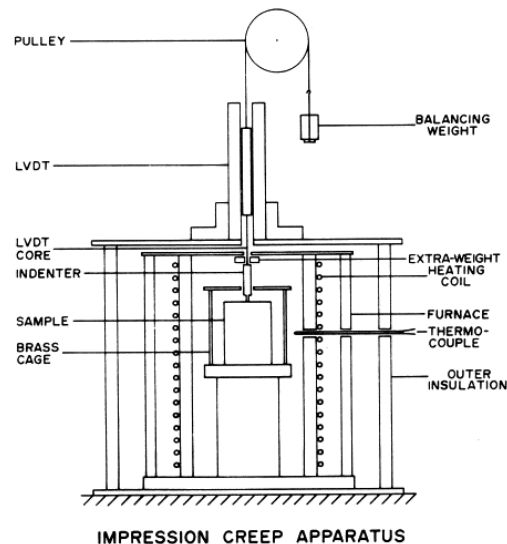


Figure 2-10 : Machine d'indentation fluage par indenteur cylindrique.

#### 2.2.2.2. Résultats

**Echantillon :** sélénium pur, amorphe (verre de chalcogénures).

**Conditions d'essai :** température [29 – 50 °C], pression moyenne  $\sigma_{\text{moy}}$  [0,5 – 15 MPa].

**Indenteur :** cylindrique à fond plat en INOX.

Les auteurs ont assimilé le matériau à un fluide newtonien de viscosité élevée, avec une faible tension de surface, subissant un écoulement incompressible. La Figure 2-11 présente le profil des empreintes obtenu par un calcul éléments finis (a), puis par l'expérience (b). Notons que  $u_c$  est ici très proche de zéro.

L'essai à charge constante a le grand avantage de nous fournir une courbe du déplacement en fonction du temps directement proportionnelle à la souplesse de fluage (Tableau 6, Eq. B-V). On peut voir sur la figure Figure 2-12 les résultats d'essais à charge

constante pour différentes charges et à différentes températures. Les parties linéaires (régime permanent) des courbes nous fournissent la viscosité du sélénium aux températures utilisées (Tableau 6, Eq. B-VI).

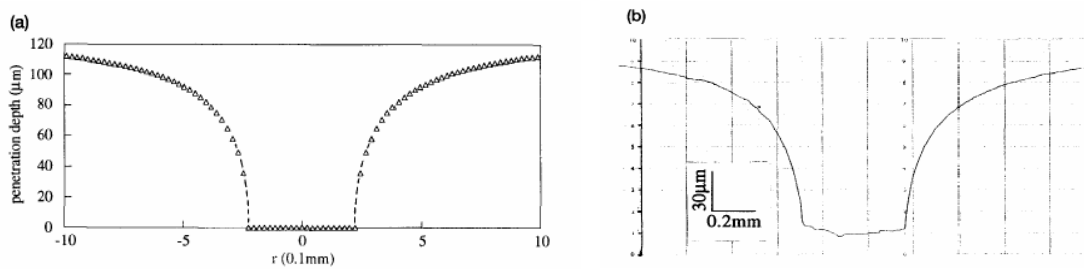


Figure 2-11 : Profils des empreintes obtenus : (a) par le calcul, (b) par mesure du profil après essai.

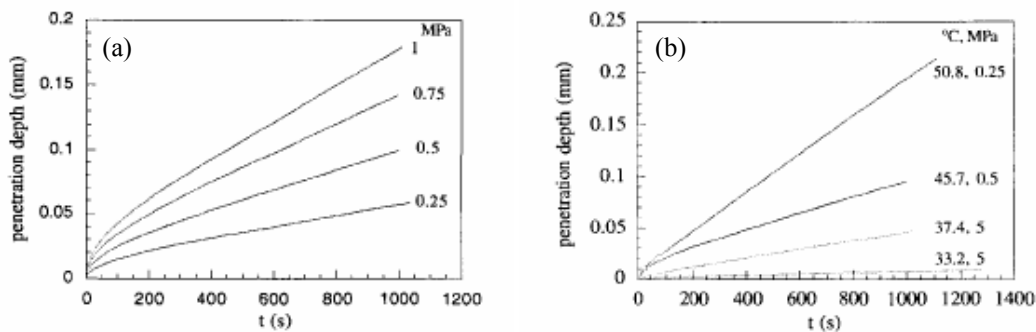


Figure 2-12 : Courbes d'essais à charge constante. (a) pour différentes charges, (b) à différentes températures.

### 2.2.3. Indentation fluage avec différentes géométries d'indenteur

#### 2.2.3.1. Machine

Cseh [58] a réalisé une étude sur l'indentation fluage en température à l'aide d'une machine schématisée sur la Figure 2-13. L'échantillon 12 est placé sur la colonne porte-échantillon 13 à l'intérieur du tube de travail 11 entouré par le four 16. La charge est imposée par un poids mort placé sur un plateau au sommet de la colonne d'indentation 9. La masse 4 fait office de contre poids grâce au système de bras de levier 3, afin d'annuler l'effet du poids des pièces {2,8,9,10} sur l'indenteur 10. Le déplacement est mesuré au niveau du plateau par un capteur LVDT. Des indenteurs de géométries différentes peuvent être fixés.

#### 2.2.3.2. Résultats

L'essentiel du travail de l'auteur a consisté à comparer les mesures de viscosités issues de différents types d'essais : élongation de fibres et indentation fluage avec indenteur cylindrique à fond plat et sphérique. Il a mis en évidence la possibilité de mesurer la viscosité d'un verre en température par indentation instrumentée dans l'intervalle :  $10^8$ - $10^{11}$  Pa.s. Il a également démontré une bonne correspondance entre les valeurs de viscosités issues de l'indentation au moyen d'un indenteur sphérique ( $\eta_s$ ), et les valeurs obtenues par élongation de fibres ( $\eta_e$ ), alors que celles issues de l'essai d'indentation avec l'indenteur cylindrique à fond plat ( $\eta_c$ ) sont plus faibles (Figure 2-14). Ces mesures ont été effectuées sur trois types de verres à base de silice (A : silice + magnésium, B : silice + alcalin, C : silice + plomb).

L'analyse des courbes d'indentation est basée sur l'Eq. 2-15 [59] pour l'indenteur sphérique et sur l'Eq. 2-16 pour le cylindrique.

$$\eta = \frac{d \cdot P_0}{9 \dot{u}(t)} \quad \text{pour } t \text{ grand} \quad \text{Eq. 2-16}$$

où  $d$  est le diamètre du cylindre. On remarque que dans ces deux cas, l'auteur fait l'hypothèse que l'écoulement est incompressible et fixe la valeur du coefficient de Poisson à  $\nu = 0,5$ . L'auteur arrive à la conclusion que la différence entre les mesures est due uniquement à la géométrie de l'indenteur et il détermine le rapport entre les viscosités,  $C$ , tel que :  $C = \eta_e / \eta_c = \eta_s / \eta_c \approx 2,2$ . Cette différence met en évidence une mauvaise prise en compte de la géométrie de l'indenteur dans les équations utilisées pour analyser les courbes d'indentation fluage.

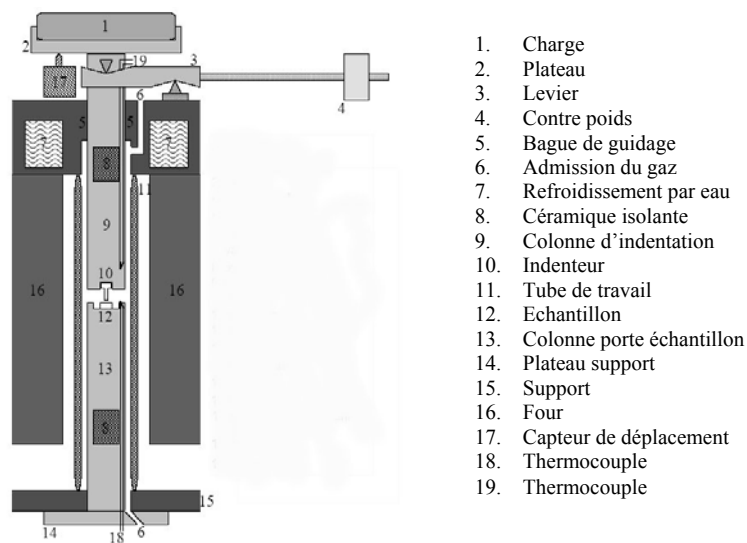


Figure 2-13 : Machine d'indentation à charge constante de Cseh [58].

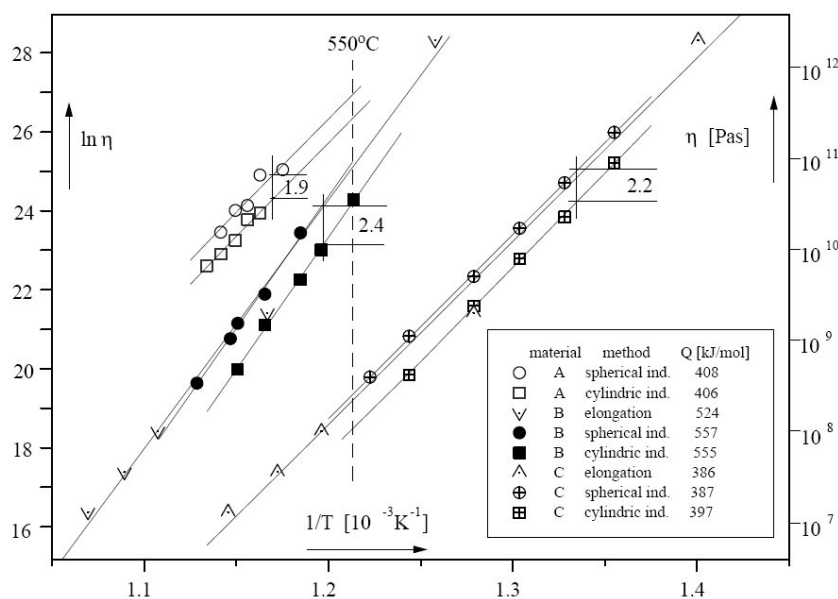


Figure 2-14 : Viscosités en fonction de la température pour 3 types de verres et pour 3 types d'essais.

## 2.2.4. Indentation instrumentée Vickers sur le Planilux®

Shang et al. [60] ont étudié le caractère viscoélastique du verre Planilux® en température (500 à 560 °C) par des essais d'indentation instrumentée avec un indenteur Vickers. Ils ont utilisé une machine d'indentation instrumentée construite à partir d'une machine de traction standard. Des essais à charge constante ( $P_0 = 0,2 \text{ N}$ ) ont permis de déterminer la viscosité du verre en utilisant l'Eq. A-VI du Tableau 6. Les valeurs correspondantes sont placées sur la Figure 2-15. Elles sont supérieures aux valeurs attendues autour de la  $T_g$  ( $\approx 10^{12,3} \text{ Pa.s}$ ). Cet écart peut être dû au grand déport de la mesure (mesure du déplacement au niveau de la traverse de la machine de traction). L'énergie d'activation de l'écoulement dans cette plage de températures,  $\Delta G_a = 288 \text{ kJ/mol}$ , a été identifiée à partir de l'Eq. 1-8.

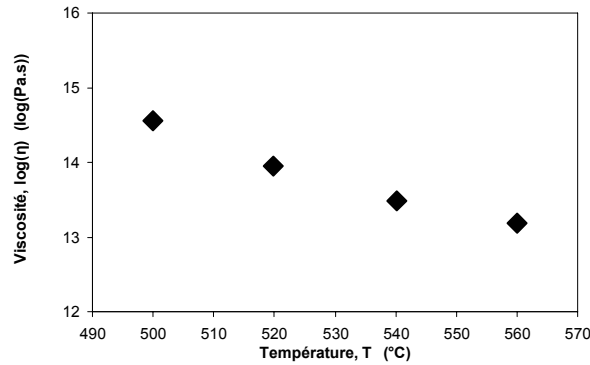


Figure 2-15 : Viscosité du verre Planilux® autour de la  $T_g$

## 2.2.5. Etude des propriétés viscoélastiques par essais de dureté classiques

Shang et Rouxel [61] ont étudié l'influence de la température et du temps de maintien de la charge sur la viscosité du Planilux® pour des températures allant de -173 à 227 °C. Ils ont utilisé une machine d'indentation non instrumentée construite à partir d'une machine de traction standard. Les auteurs supposent que la loi de comportement du matériau est régie par un modèle de Maxwell, et font une identification des paramètres de ce modèle à partir de la courbe de dureté en fonction du temps. En utilisant l'Eq. 1-15 et l'Eq. A-V du Tableau 6 on obtient (le coefficient  $\gamma_c$  est approché à 1) :

$$\frac{1}{\mu} + \frac{t}{\eta_0} = \frac{\pi \cdot \tan \alpha}{P_0(1-\nu)} u^2(t) \quad \text{Eq. 2-17}$$

La géométrie d'un indenteur Vickers permet d'écrire l'Eq. 2-18 (Figure 2-3 et Figure 2-41) et la dureté Meyer est définie par Eq. 2-19 :

$$u = a \cdot \cot(\alpha) \quad \text{Eq. 2-18}$$

$$H = \frac{P_0}{2a^2} \quad \text{Eq. 2-19}$$

Ces deux équations couplées à Eq. 2-17 fournissent l'Eq. 2-20 permettant de calculer la viscosité à partir de la variation de la dureté Meyer en fonction du temps d'application de la charge.

$$\frac{1}{\mu} + \frac{t}{\eta_0} = \frac{\pi}{2(1-\nu)\tan \alpha} H(t) \quad \text{Eq. 2-20}$$



Ils montrent ainsi que la viscosité diminue de  $10^{14}$  à  $10^{11,5}$  Pa.s en fonction du temps de charge. (La formule démontrée ici diffère de celle énoncée dans [61] car le  $J(t)$  utilisé dans cette publication est égal à la souplesse de fluage définie ici à un facteur près).

Après avoir fait le bilan des solutions existantes, nous allons pouvoir concevoir un dispositif d'indentation instrumentée permettant de réaliser un large éventail d'essais (indentation fluage ou relaxation, charge – décharge, à l'ambiante, en température ...). Pour atteindre cet objectif, la machine devra être pilotée à la fois en effort et en déplacement avec une grande liberté, et devra permettre l'utilisation d'indenteurs de géométries différentes. De plus, la température maximale de travail devra être suffisamment élevée pour permettre l'étude de la plupart des verres inorganiques autour de leur température de transition vitreuse. Tous ces points vont être abordés dans la partie suivante, qui présente en détail notre démarche de conception.

### 3. Développement d'une machine d'indentation instrumentée en température

La première étape de ce travail a été de concevoir et réaliser une machine d'indentation instrumentée haute température.

#### 3.1. Définition du besoin – Cahier des charges

La machine d'indentation doit être assez sensible pour effectuer des mesures à faibles charges sur des matériaux fragiles pour éviter qu'ils ne fissurent à température ambiante. Mais elle doit également pouvoir mesurer des déplacements sur une plage assez grande dans le cadre d'essais d'indentation fluage sur de longues durées. La température que l'on veut atteindre doit être supérieure à la température de transition vitreuse ( $T_g$ ) des verres étudiés. Les échantillons étudiés pourront avoir entre 1 et 15 mm d'épaisseur. Afin de définir précisément et de quantifier les principales fonctions de la machine à concevoir, le cahier des charges suivant a été établi (Tableau 7).

| Fonction  | Critères   | Niveau                                 |
|---|--|--|
| Guider l'indenteur en translation                             | Longueur totale du guidage                           | 20 mm                                  |
|   | Jeu radial / jeu en rotation                         | minimal / minimal                      |
| Piloter la translation  | Asservissement complet en déplacement et effort      | -                                      |
| Mesurer l'effort d'indentation                                | Etendue / Précision                                  | 0-20N / 10 mN                          |
| Mesurer le déplacement de l'indenteur                         | Etendue / Précision                                  | 200 $\mu\text{m}$ / 0,02 $\mu\text{m}$ |
| Acquérir, traiter, tracer et sauvegarder les données          | -  | -                                      |
| Imposer à l'échantillon une température constante et homogène | Température maximale                                 | 1100 °C                                |
|   | Variation admissible de la température dans le temps | 0,5 °C                                 |

Tableau 7 : Cahier des charges relatif à la machine d'indentation instrumentée en température

#### 3.2. Solutions proposées

##### 3.2.1. Partie opérationnelle

##### 3.2.1.1. Guider l'indenteur en translation

Cinématique de la machine :

Le premier critère du cahier des charges impose un guidage en translation sur une longueur suffisante pour pouvoir indenter des échantillons d'une épaisseur comprise entre 0 et 15 mm. Il est donc nécessaire que l'indenteur se déplace sur une longueur totale de 20 mm afin d'atteindre la surface supérieure des différents échantillons. La deuxième contrainte relative au déplacement est la précision de sa mesure, imposée à 0,02  $\mu\text{m}$ .

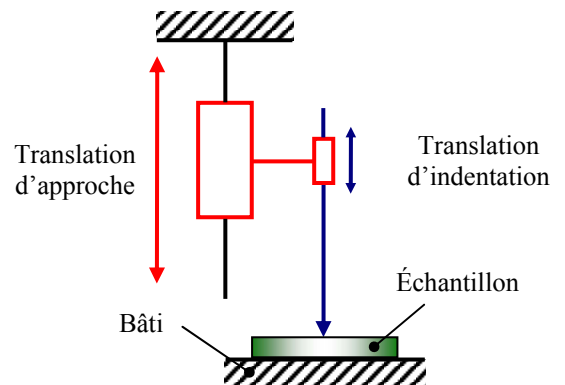


Figure 2-16 : Schéma cinématique de la machine

Il est à la fois difficile et coûteux de réaliser un guidage en translation avec un rapport (déplacement maxi / précision) élevé. Il est donc préférable de concevoir un système composé d'un premier guidage permettant un déplacement grossier (précision d'environ 10  $\mu\text{m}$ ) sur une distance importante afin de s'approcher de la surface à indenter, puis d'un deuxième guidage, avec un faible débattement mais d'une grande précision pour réaliser le mouvement nécessaire à l'indentation proprement dite.

### **Translation d'approche :**

Une platine de translation actionnée par un vérin électrique constitue une solution idéale pour la translation d'approche. En effet, elle fournit un bon guidage en translation avec une précision de 2  $\mu\text{m}$  sur le déplacement. De plus, une fois le vérin arrêté, la platine est complètement bloquée et la translation d'indentation peut alors se faire sans risque de déplacement de cette dernière. Comme la translation recherchée est verticale, une équerre de fixation est à prévoir.

### **Translation d'indentation :**

Afin de réaliser un guidage de qualité, il nous faut choisir un actionneur précis et une liaison glissière translatant sans frottement ni à-coup et, si possible, sans jeu.

### **Actionneur : Piézo-électrique**

Sur de nombreuses machines de micro-indentation instrumentées, l'actionneur utilisé pour imposer le déplacement de l'indenteur est de type électromagnétique [54]. Notre choix s'est porté sur un actionneur piézo-électrique. Cette technologie permet d'imposer des déplacements avec une précision inférieure à 0,02  $\mu\text{m}$ , avec des temps de réaction très courts et une grande rigidité de liaison. Le déplacement est généré par la déformation d'une céramique piezo-électrique (de type PZT). Cette dernière se dilate en fonction de la différence de potentiel imposée à ses bornes.

### **Guidage : Liaison élastique bilame**

Une liaison élastique, représentée sur la Figure 2-18, est un guidage par déformation élastique d'une pièce encastrée aux deux ensembles à guider. La cinématique du guidage correspond au type de déformation imposée. Les liaisons élastiques ont le double avantage de ne pas engendrer de frottement lors du mouvement (sans jeu), et de générer une force de rappel qui tend à la faire revenir dans sa position au repos. Une raideur de 30  $\text{N}\cdot\text{mm}^{-1}$  pour la liaison bilame a été choisie car elle est suffisante pour supporter le tête de mesure qui pèse environ 600 g. De plus, l'actionneur piézoélectrique devra fournir un effort de 3N au bilame pour atteindre sa dilatation maximale (100  $\mu\text{m}$ ), ce qui est raisonnable comparé au seuil maximal de 50 N admissible par cet actionneur.

### **Schéma de la liaison élastique + actionneur (Figure 2-17) :**

La dilatation de l'actionneur piézoélectrique entraîne la déformation du bilame et donc la translation de la tête de mesure. L'actionneur piézoélectrique doit être fixé à la partie mobile de la platine de translation par un bras bien plus rigide que la liaison élastique. La transmission de l'effort se fait par l'intermédiaire d'une bille d'acier permettant de réaliser

une liaison ponctuelle et ainsi de concentrer l'effort sur une zone centrée sur l'axe de l'indenteur.

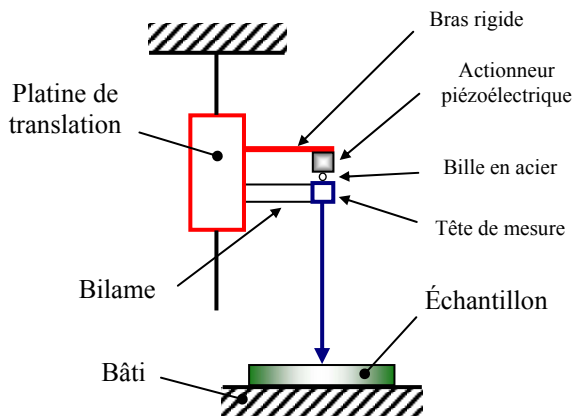


Figure 2-17 : Schéma décrivant la cinématique de la tête de mesure.

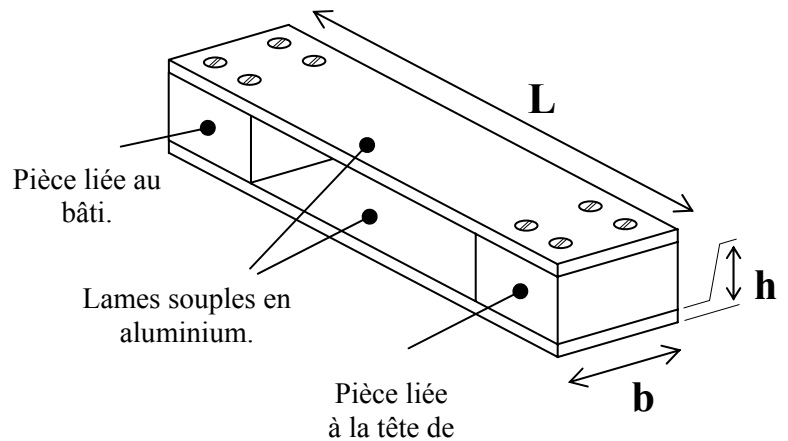


Figure 2-18 : Bilame en perspective.

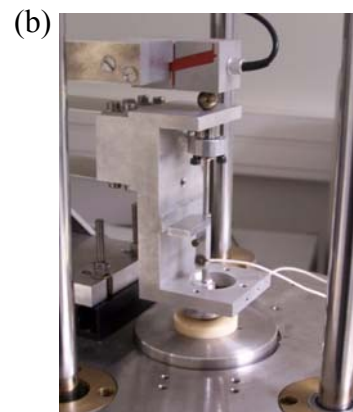
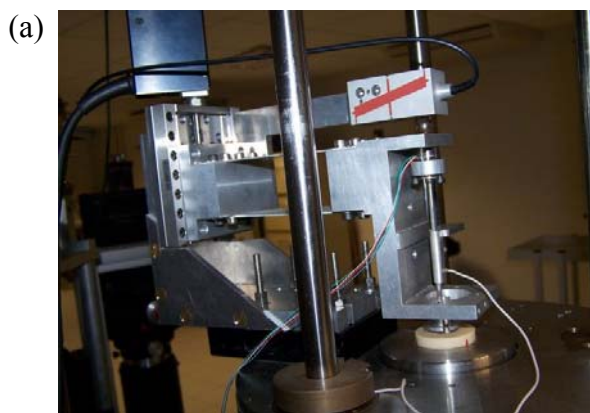


Figure 2-19 : Photos décrivant la cinématique de la tête de mesure.

### 3.2.1.2. *Imposer à l'échantillon une température constante et homogène*

**Le four :**

Le four dont nous disposons est un four à résistances chauffantes PYROX de forme cylindrique (température maximale de 1100 °C, Figure 2-20). La zone de travail est tubulaire (18 mm de diamètre et de 90 mm de hauteur) ce qui engendre un effet dit « cheminée » : la différence de densité entre l'air chaud et l'air froid entraîne un flux d'air ascendant. Il en résulte un gradient de température dans le four et des fluctuations thermiques au-dessus de celui-ci. Il convient donc d'obturer au mieux ces orifices afin de diminuer les pertes

calorifiques pour, d'une part, augmenter l'homogénéité de la température du four et, d'autre part, préserver les instruments de mesure situés au-dessus du four.

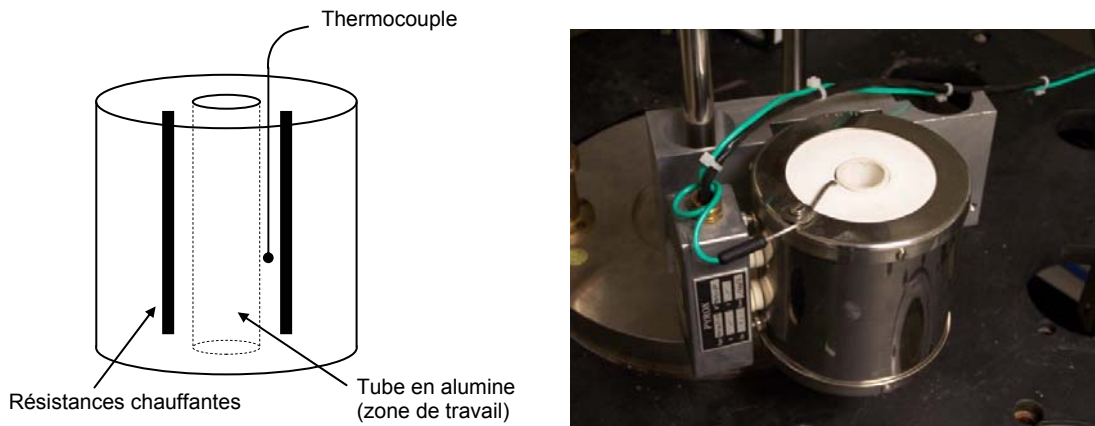


Figure 2-20 : Four Pyrox.

Afin de déterminer le champ de température pour une température de consigne constante, on a réalisé des relevés de température à différents endroits dans le four, au moyen d'un thermocouple déplacé pas à pas dans la zone de travail. Le résultat, présenté Figure 2-21, nous montre que la température reste homogène sur une zone comprise entre 30 et 65 mm de profondeur. Si l'on veut donc bénéficier de la température la plus élevée, il faut donc que la surface supérieure de l'échantillon se situe dans cette zone. Ces mesures montrent également qu'il est nécessaire de mesurer directement la température de la surface indentée, car la mesure du thermocouple de régulation du four (285 °C à l'équilibre dans le cas du calibrage) ne correspond pas à la température de la zone de travail.

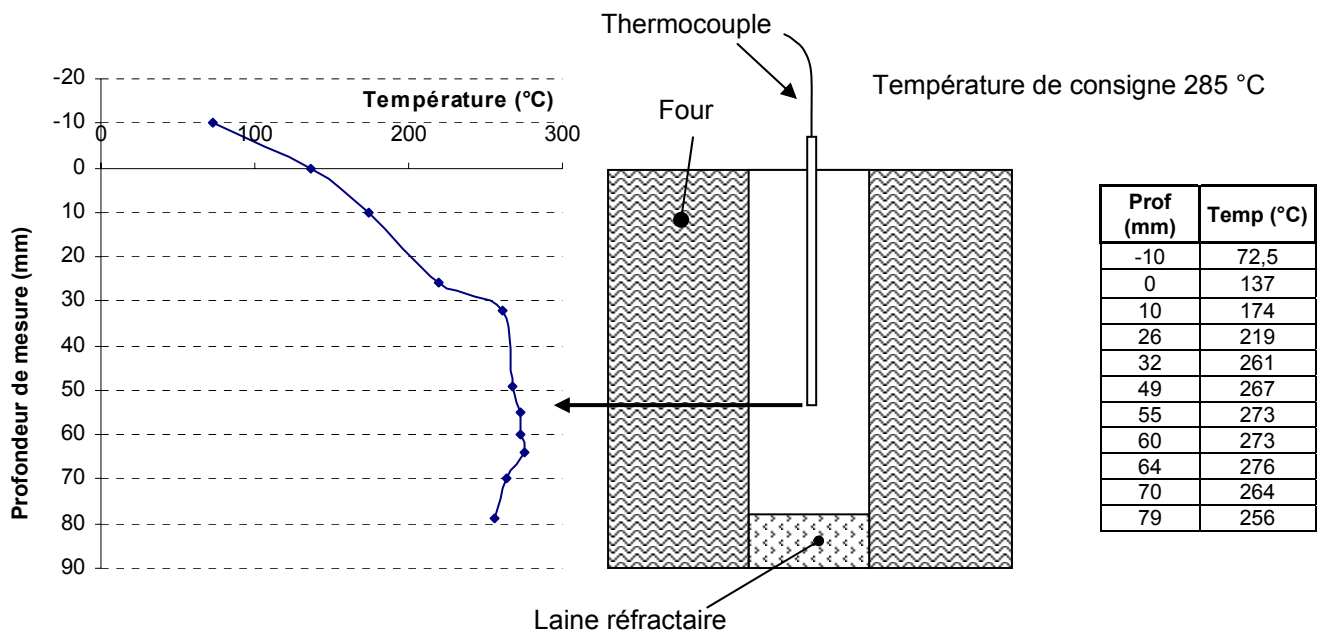


Figure 2-21 : Calibrage du four en température, dispositif et résultats.

## Déport de la mesure :

Les capteurs et actionneurs nécessaires aux mesures et au pilotage de la machine ne peuvent pas travailler aux températures atteintes au sein du four. Un déport des instruments de mesure et actionneurs est donc obligatoire. La solution habituelle consiste à placer des tiges réfractaires entre les instruments, hors du four, et l'indenteur et l'échantillon situés dans celui-ci. Dans cette optique, nous avons laissé l'ouverture supérieure du four libre afin de permettre le passage des tiges de déport, et avons bouché l'ouverture inférieure avec une matière isolante. Nous avons ainsi réalisé quatre indenteurs déportés :

- Indenteur Vickers diamant (serti dans une pièce en acier soudée sur une tige inox).  
Température maximale d'utilisation  $\approx 550$  °C.
- Indenteur Vickers en carbure de tungstène monobloc (usiné directement dans la tige).  
Température maximale d'utilisation  $\approx 600$  °C.
- Indenteur sphérique en saphir (collé sur une tige en alumine avec du ciment réfractaire).  
Température maximale d'utilisation  $\approx 1200$  °C.
- Indenteur cylindrique à fond plat en carbure de tungstène monobloc.  
Température maximale d'utilisation  $\approx 600$  °C

L'ouverture inférieure du four étant fermée, il a fallu réaliser un porte-échantillon qui pénètre lui aussi par le haut du four. La solution, un cylindre d'alumine fermé à son extrémité inférieure par une vis et comportant une collerette dans sa partie haute, est présentée sur la Figure 2-22.

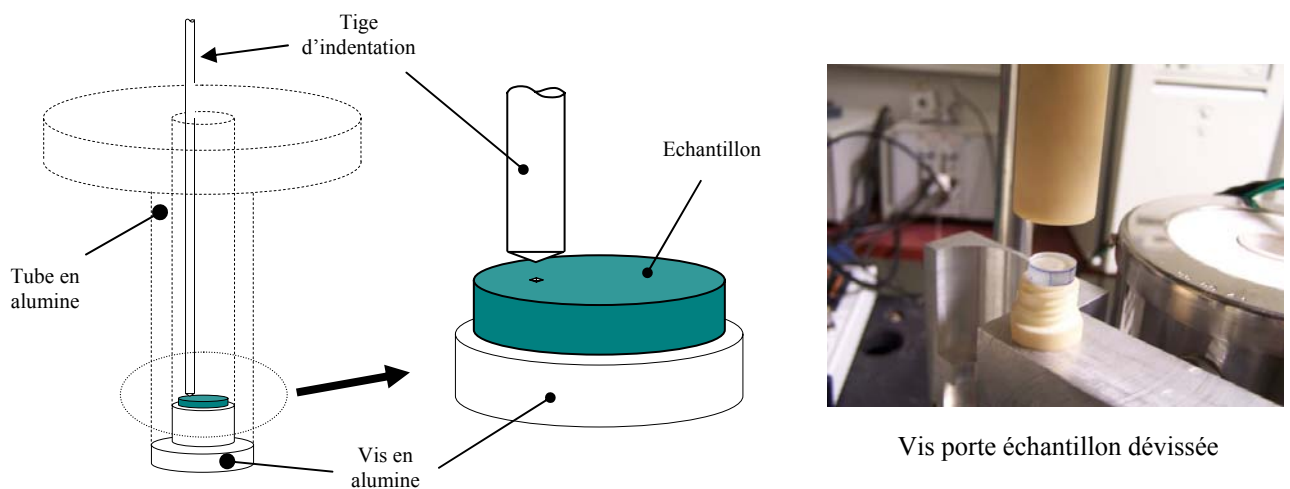


Figure 2-22: Schémas et photo décrivant le système porte-échantillon.

## Bâti :

Le bâti est composé de deux disques en acier inox parallèles montés sur trois tiges en inox comme le montre la Figure 2-23. Le four est fixé à une pièce pouvant se translater et tourner autour d'une des tiges. La translation permet d'extraire ou d'introduire le tube porte-échantillon dans le four. La rotation permet de décaler ou de ramener le four afin de manipuler le porte-échantillon aisément.

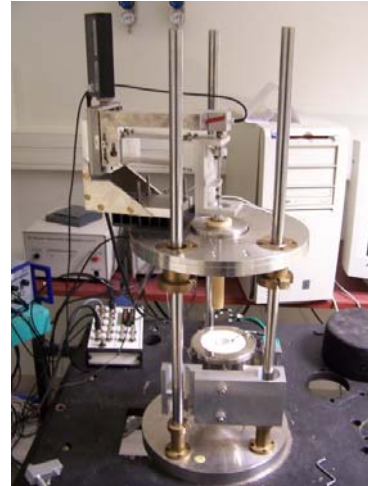
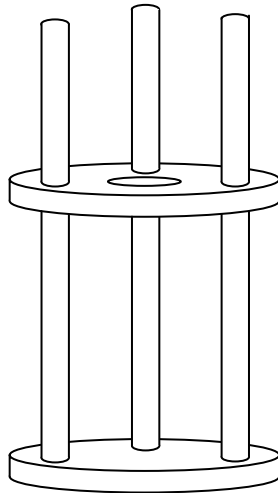


Figure 2-23 : Présentation du bâti avec son système de montée/descente du four.

### 3.2.1.3. *Mesure de l'effort et du déplacement*

#### A. **Solution à une tige :**

Une solution facile à mettre en œuvre est celle schématisée par la Figure 2-24. Il est important que les capteurs soient le plus proche possible de l'indenteur, sans être soumis à une température trop élevée. Le capteur d'effort est placé en série dans la chaîne d'effort en dessous de la liaison élastique. Ainsi, l'effort mesuré est bien égal à la charge imposée à l'indenteur. Le capteur de déplacement, fixé au bâti, mesure le déplacement d'un point situé sur la partie haute de la tige d'alumine par rapport au bâti.

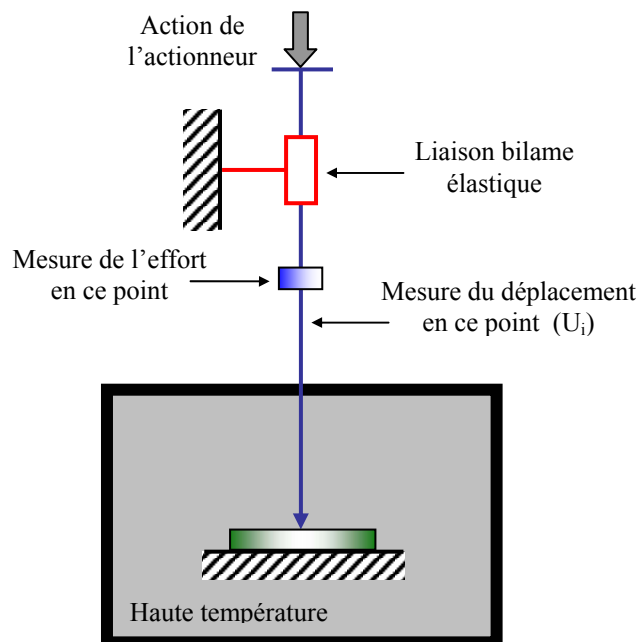


Figure 2-24 : Schéma de la solution à une seule tige.

Il est important que le point de mesure se situe entre l'indenteur et le capteur d'effort afin que l'écrasement de ce dernier ne soit pas pris en compte dans la mesure. Le déplacement ainsi mesuré  $U_i$  est égal à l'enfoncement de l'indenteur auquel est additionné l'allongement de certaines pièces de la machine (Eq. 2-21). Ces allongements résultant de sollicitations mécaniques et/ou thermiques (i.e. déformation élastique et/ou dilatation thermique)

$$U_i = u + \Delta L_b + \Delta L_{éch} + \Delta L_{ti} \quad (\text{on néglige la contraction de l'indenteur}) \quad \text{Eq. 2-21}$$

$u$  : enfoncement de l'indenteur

$\Delta L_b$  : allongement de la partie du bâti comprise dans la boucle de mesure.

$\Delta L_{éch}$  : allongement de l'échantillon.

$\Delta L_{ti}$  : allongement de la partie de la tige d'indentation comprise dans la boucle de mesure.

De plus, on associe à chaque allongement  $\Delta L_X$ , la composante déformation élastique  $\Delta_e L_X$  et la composante dilatation thermique  $\Delta_t L_X$ . De telle sorte que pour chaque pièce :

$$\Delta L_X = \Delta_e L_X + \Delta_t L_X \quad \text{Eq. 2-22}$$

La Figure 2-25 schématise la raideur des différentes parties de la machine d'indentation. Elle permet de mettre en évidence que :

- L'effort développé par l'actionneur piézoélectrique n'est pas entièrement transmis à l'indenteur.
- Le capteur d'effort est soumis à la même charge que l'indenteur.
- Le capteur de déplacement, fixé au bâti, mesure au point M la somme des allongements des pièces comprise dans la " boucle de mesure " (matérialisée par la flèche double) en plus de l'enfoncement de l'indenteur.

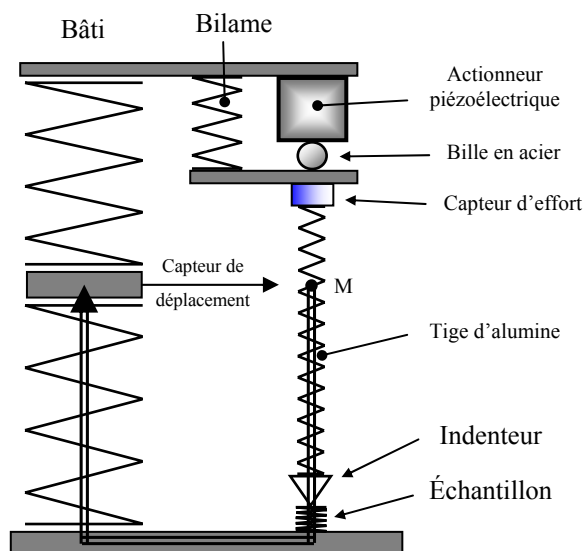


Figure 2-25 : Raideur des différentes parties de la machine.

Il est donc indispensable, dans cette configuration, de déterminer la raideur d'une partie des pièces traversées par l'effort d'indentation ainsi que leur dilatation thermique pour extraire la profondeur d'enfoncement de l'indenteur de la mesure du capteur de déplacement. Toutefois, dans le cas particulier d'un essai d'indentation fluage à température constante (i.e. charge et température constantes au cours du temps), l'allongement des pièces de la boucle de mesure



reste constant au cours de l'essai et, par conséquent, la mesure du déplacement au point M correspond à l'enfoncement de l'indenteur.

### B. Solution avec tige de référence :

Une deuxième solution, qui est une évolution de la première, est envisageable. Elle consiste à utiliser en plus de la tige d'indentation une tige de référence sur laquelle on mesure les effets de la température et les déformations élastiques de la structure. L'idée est de placer parallèlement à la tige d'indentation une deuxième tige en alumine de mêmes dimensions en liaison pivot-glissant par rapport au bâti. Celle-ci est en contact avec la surface supérieure de l'échantillon. Un capteur de déplacement fixé au bâti mesure le déplacement d'un point de la tige situé à la même hauteur que le point M défini précédemment. Ainsi, le déplacement mesuré par ce capteur correspond à la somme du déplacement de l'échantillon, c'est-à-dire à l'allongement de toutes les pièces situées après la surface de l'échantillon en suivant la flèche rouge de la Figure 2-25, et de l'allongement dû à la dilatation thermique de la tige de référence ( $\Delta_t L_{tr}$ ).

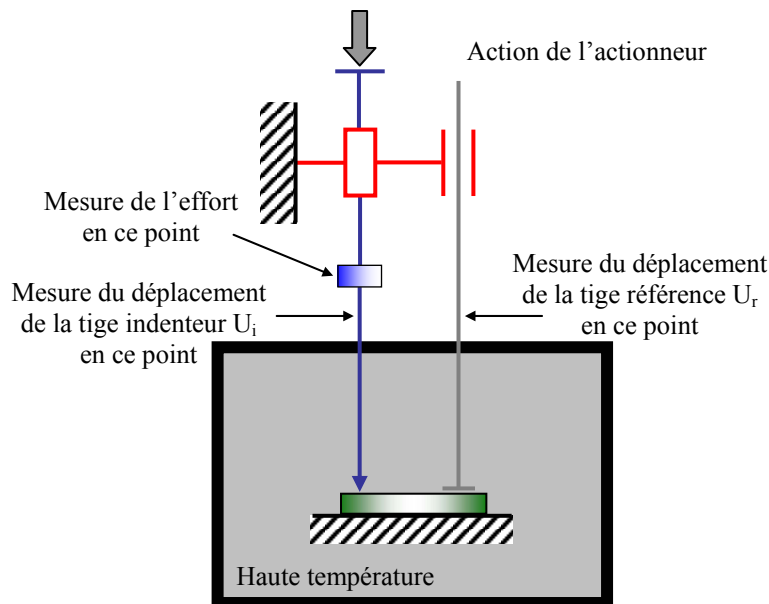


Figure 2-26 : Schéma de la solution avec tige de référence.

Si l'on soustrait  $U_r$  à  $U_i$ , on obtient :

$$\begin{aligned} U_i - U_r &= u + \Delta L_b + \Delta L_{éch} + \Delta L_{ti} - (\Delta L_{bâti} + \Delta L_{éch} + \Delta_t L_{tr}) \\ &= u + \Delta L_{ti} - \Delta_t L_{tr} = u + \Delta_e L_{ti} + \Delta_t L_{ti} - \Delta_t L_{tr} \end{aligned} \quad \text{Eq. 2-23}$$

$\Delta L_{tr}$  : Allongement de la partie de la tige de référence comprise dans la boucle de mesure.

Etant donné que les deux tiges sont de même nature, sont soumises au même champ de température, ont les mêmes dimensions et que les points de mesure sont situés à la même hauteur, on peut dire que l'effet de la dilatation thermique sur leurs allongements est le même, autrement dit :

$$\Delta_t L_{tr} = \Delta_t L_{ti} \quad \text{Eq. 2-24}$$

On en déduit donc :

$$U_i - U_r = u + \Delta_e L_{ti} \quad \text{Eq. 2-25}$$

La solution avec tige de référence nous fournit alors une mesure très proche de l'enfoncement de l'indenteur :

$$u = U_i - U_r - \Delta_e L_{ti} \quad \text{Eq. 2-26}$$

La seule inconnue à lever est  $\Delta_e L_{ti}$ , la composante élastique de l'allongement de la partie de la tige d'indentation située entre le point de mesure et l'échantillon. Si l'on appelle  $L$  la longueur de la partie en question, et  $K(T)$  la raideur de la tige à la température de l'essai, on peut alors aisément approcher  $\Delta_e L_{ti}$  par :

$$\Delta_e L_{ti} = K(T).L \quad \text{Eq. 2-27}$$

On peut alors tracer directement la courbe  $u(t)$  pour un essai d'indentation quelconque à partir des mesures des deux capteurs de déplacement en appliquant la formule :

$$u(t) = U_i - U_r - K(T).L \quad \text{Eq. 2-28}$$

### Liaison pivot glissant entre la tige et la tête de mesure (Figure 2-27) :

La principale difficulté de la solution à deux tiges est la réalisation de la liaison pivot glissant. Celle-ci doit avoir un minimum de jeu et induire un minimum de frottement, tout cela dans un espace restreint. En outre, la force de contact de la tige sur l'échantillon ne doit pas être trop élevée afin d'éviter l'enfoncement de celle-ci dans les matériaux les moins visqueux. La solution consiste à découpler la liaison pivot glissant en deux liaisons linéaires annulaires (dont une réglable radialement). Le réglage radial permettant d'obtenir le parallélisme des deux tiges. La liaison linéaire annulaire supérieure est obtenue par le mouvement de la tige dans un trou percé dans une fine pièce de Téflon fixée à la tête de mesure. Un léger jeu permet d'assimiler cette liaison à une linéaire annulaire. La liaison linéaire annulaire inférieure est composée de trois vis orientées à  $120^\circ$  dans le plan horizontal formant chacune une liaison ponctuelle dans leur contact avec la tige (Figure 2-28). Le déplacement des vis suivant leur axe permet de déplacer radialement l'axe de cette liaison.

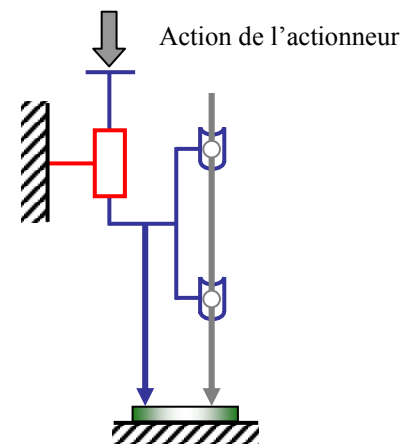
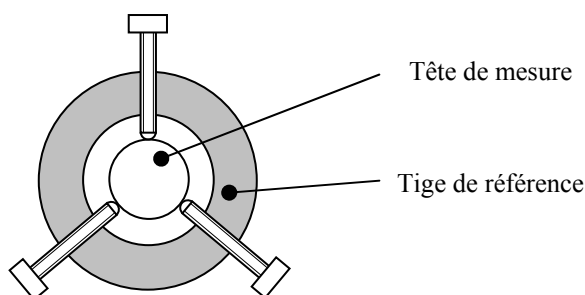


Figure 2-27 : Schéma de la version 2 tiges

La liaison linéaire annulaire inférieure centrée



La liaison linéaire annulaire inférieure excentrée

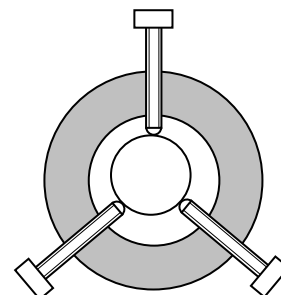


Figure 2-28 : Système d'orientation de l'axe de la liaison linéaire annulaire.

La liaison encastrement entre la tête de mesure et le bâti est une liaison rotule que l'on vient bloquer au moyen d'une rondelle métallique. Cette solution, présentée sur la Figure 2-29 permet d'orienter convenablement la tige avant de serrer la liaison.

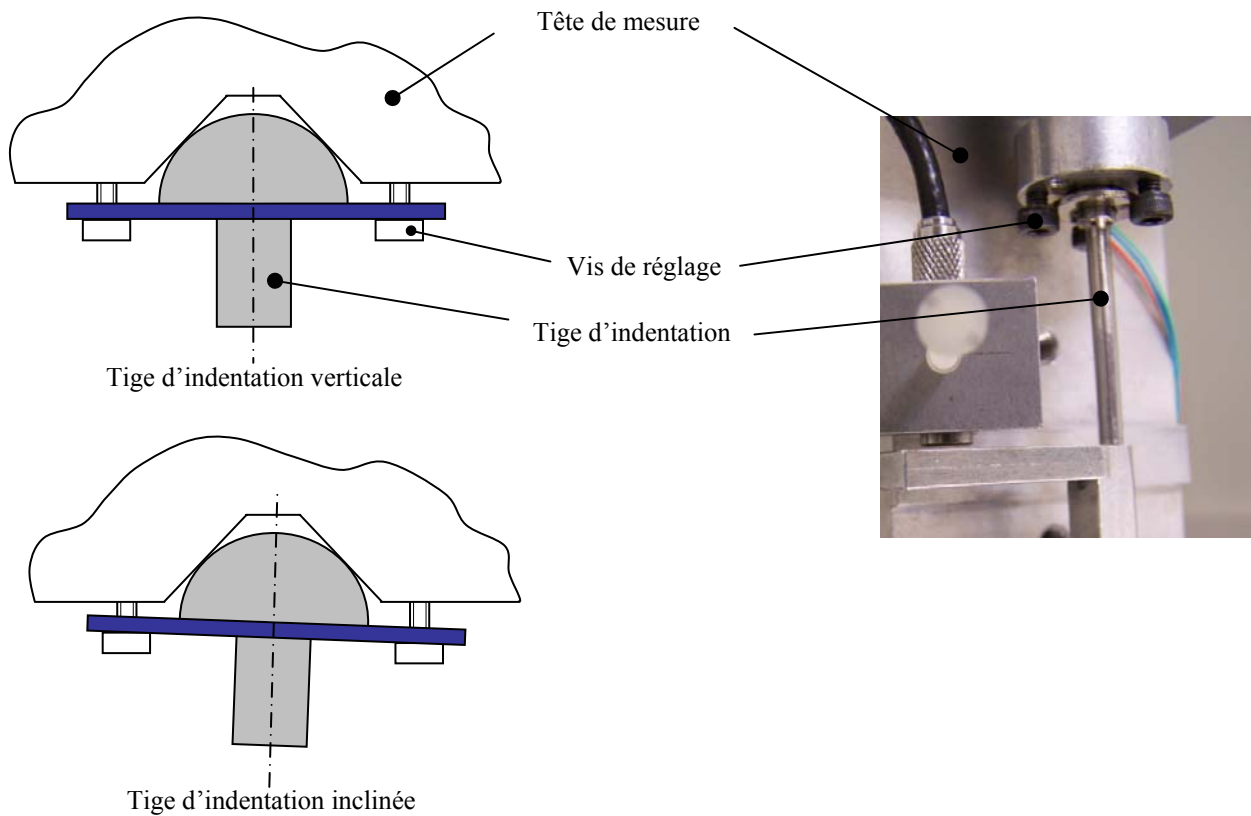


Figure 2-29 : Système de réglage de l'orientation de la tige d'indentation.

### 3.2.1.4. *Choix des capteurs*

#### **Capteurs d'effort :**

Compte tenu des contraintes imposées par le Cahier des Charges Fonctionnelles, le choix s'est porté sur un capteur ENTRAN à jauges extensométriques. Son implantation est aisée grâce à ses deux vis coaxiales et sa précision est inférieure à celle attendue ( $< 10 \text{ mN}$ ).

#### **Capteur de déplacement :**

La précision recherchée est inférieure à  $0,02 \mu\text{m}$  et il est préférable d'éviter tout contact entre le capteur de déplacement et la tige afin de ne pas ajouter un effort parasite. Notre choix s'est donc porté sur un capteur de déplacement de type capacitif. Il mesure la distance séparant la surface active du capteur et la cible située en face d'elle. La cible doit être lisse, plane, parallèle à la surface active du capteur et reliée à la masse du conditionneur. Dans notre cas, la cible sera fixée aux tiges ; et le corps du capteur au bâti à l'aide d'un dispositif permettant de régler son inclinaison, afin d'obtenir le parallélisme recherché (Figure 2-30).

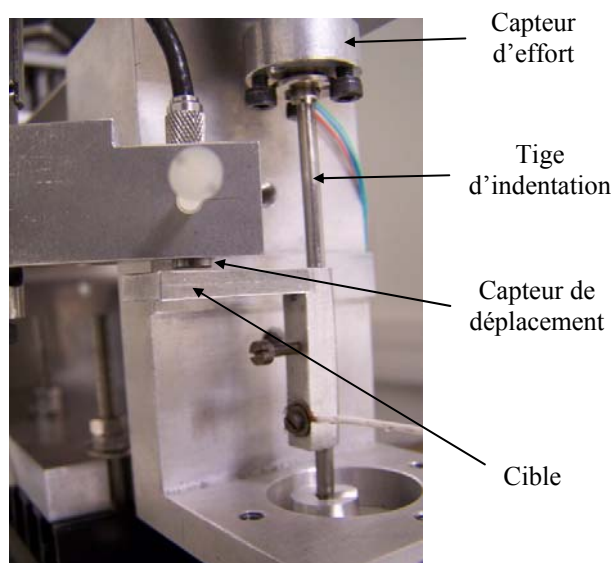


Figure 2-30 : Système de mesure de déplacement.

### 3.2.2. Partie commande

Le pilotage par ordinateur s'est vite avéré la meilleure solution car c'est un dispositif à la fois rapide à mettre en place et qui permet une grande liberté de pilotage. En effet, tous les types de pilotages sont envisageables : en déplacement aussi bien qu'en effort, selon une loi linéaire, parabolique, exponentielle... La seule limite étant la capacité de l'utilisateur à traduire les consignes de pilotage dans le langage de programmation employé.

#### 3.2.2.1. Communication entre les différents organes

Pour mettre en place un tel dispositif, l'ordinateur doit pouvoir communiquer avec certains des composants de la machine : les actionneurs et les capteurs. Il a donc fallu mettre en place des interfaces de communication entre ces différents organes et l'ordinateur ou plus exactement entre leurs électroniques de commande (ou conditionneurs) et l'ordinateur.

Il existe deux possibilités pour un ordinateur de communiquer avec son environnement :

- Ses ports parallèles ou séries, émettant et de recevant des signaux logiques.
- Une carte d'acquisition analogique, émettant et recevant des signaux analogiques.

| Famille     | Nom                        | Type de flux | Grandeur transmise   |
|-------------|----------------------------|--------------|----------------------|
| Capteurs    | Cellule d'effort           | Analogique   | 0 – 10 V             |
|             | Capteurs de déplacement    | Analogique   | 0 – 10 V             |
| Actionneurs | Platine de translation     | Logique      | Chaîne de caractères |
|             | Actionneur piézoélectrique | Analogique   | 0 – 6,6 V            |

Tableau 8 : Type de signal utilisé pour chaque composant

Le type de signal à employer pour chaque composant est imposé par la technologie choisie précédemment (Tableau 8). Par exemple, le capteur d'effort choisi délivre un signal analogique en tension entre 0 et 10 V. L'acquisition du signal se fera donc par l'intermédiaire d'une carte d'acquisition compatible avec de telles tensions.

NB : Le four est complètement autonome grâce à sa propre électronique de régulation. Il n'y a donc aucun flux d'informations entre celui-ci et le PC.

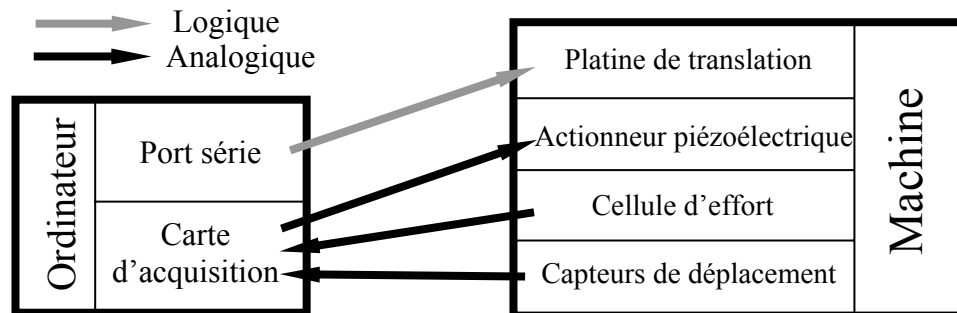


Figure 2-31 : Différents types et sens des flux d'informations circulant entre la machine et sa partie commande.

La carte d'acquisition choisie est une carte National Instrument PCI 6024-E comportant 8 entrées analogiques 0-10 V et deux sorties analogiques 0-10 V avec un échantillonnage à 200 kHz sur 12 bits. Les plages de mesure du capteur de déplacement et de la cellule d'effort sont respectivement de 200  $\mu\text{m}$  et 50 N. Suite à l'échantillonnage, les résolutions correspondantes seront alors de  $200/2^{12} = 0,05 \mu\text{m}$  et  $50/2^{12} = 0,02 \text{ N}$  ce qui correspond aux résolutions imposées par le cahier des charges.

### 3.2.2.2. Programmation

Le logiciel utilisé pour le contrôle de la partie commande est Labview® de National Instrument. Labview propose une programmation basée sur une construction graphique, ce qui permet de gérer l'émission, la réception et le traitement des signaux circulant par les différentes interfaces (carte d'acquisition ou port série RS 232) d'une manière très conviviale. Le programme de commande pour une indentation comprend 5 grandes étapes :

- 1- Initialisation des périphériques
- 2- Approche de la surface
- 3- Charge
- 4- Maintien
- 5- Décharge
- 6- Enregistrement des données

Détail des étapes : (voir Figure 2-33)

- 1- Initialisation des périphériques : l'étape 1 est purement technique mais essentielle au bon fonctionnement des actionneurs par la suite. Elle consiste à configurer les paramètres de déplacement de la platine (accélération, décélération, vitesse d'avance) préalablement entrés par l'utilisateur et à remettre à zéro le signal de l'actionneur piézoélectrique.

- 2- Approche de la surface : l'étape 2 consiste à amener l'indenteur très légèrement au-dessus de la surface à indenter.

Pour ce faire, on fait descendre la platine de translation jusqu'à ce que le capteur d'effort détecte une force de contact, puis on la remonte très légèrement pour ressortir l'indenteur de la matière. L'indenteur est alors idéalement placé pour l'essai d'indentation. A la fin de cette étape, il est nécessaire de déplacer le capteur de déplacement afin que sa fenêtre de mesure contienne l'ensemble des positions de l'indenteur au cours de l'essai à venir (Figure 2-33). La limite supérieure de cette fenêtre doit être placée juste au-dessus de la position en fin d'étape 2. Une pause est donc prévue à cet effet, l'opérateur devra également tourner légèrement l'échantillon afin de ne pas indenter sur la marque laissée par le contact

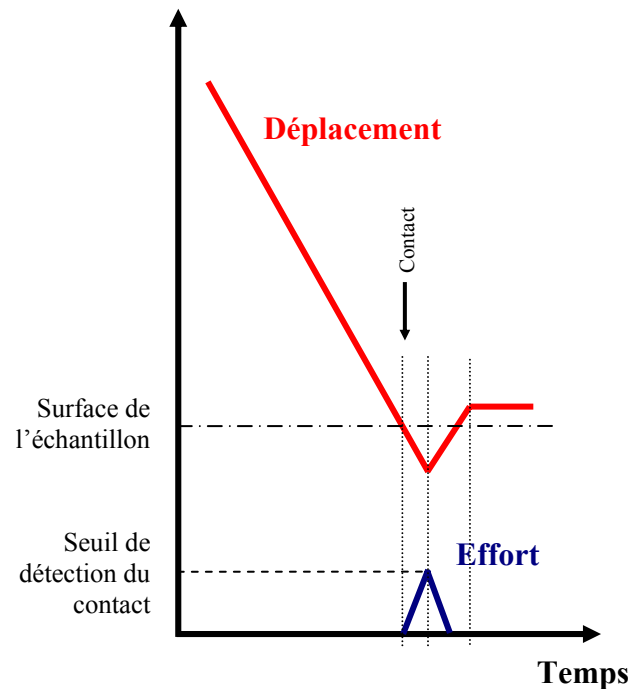


Figure 2-32 : Déplacement et effort en approche

- 3- Chargement : la dilatation contrôlée de l'actionneur piézoélectrique permet d'imposer une charge (ou un déplacement selon le mode de pilotage choisi), suivant une fonction du temps définie préalablement. L'asservissement est réalisé au moyen d'un bouclage sur les mesures d'effort ou de déplacement suivant le type de pilotage (Figure 2-34). On passe à l'étape suivante lorsque la valeur maximale est atteinte. Pendant toute la durée de cette étape, les mesure issues des capteurs d'effort et de déplacement ainsi que le signal émis vers l'actionneur piézoélectrique sont tracés sous forme de courbes en fonction du temps.

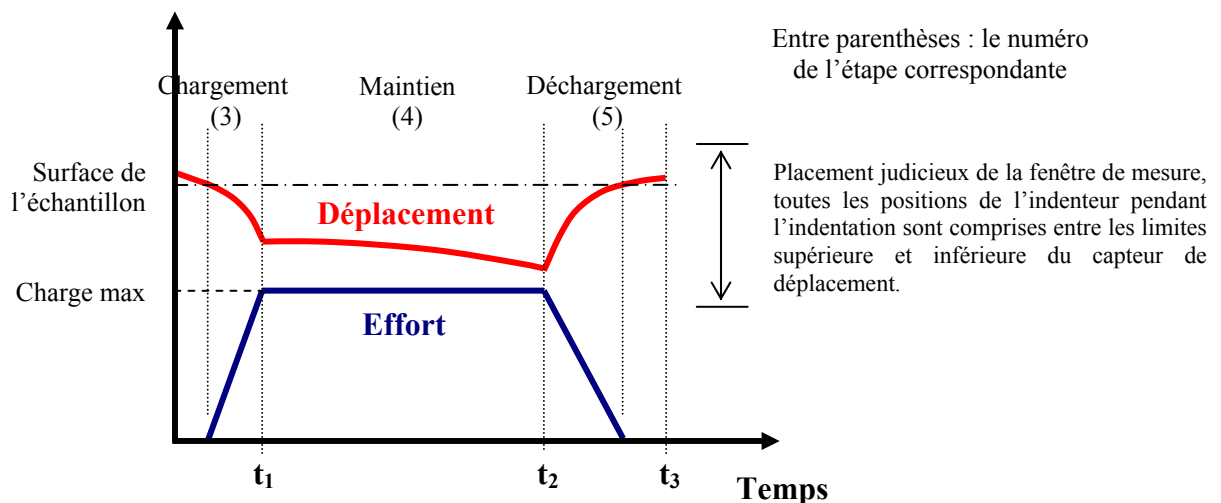


Figure 2-33 : Variation du déplacement et de l'effort au cours d'un essais d'indentation et placement de la fenêtre de mesure du capteur de déplacement.

- 4- Maintien : identique à l'étape 3, mais ici la consigne est une constante. On passe à l'étape suivante lorsque la durée de maintien est écoulée.
- 5- Déchargement : identique à l'étape 3, mais ici la consigne est une fonction du temps préalablement définie. On passe à l'étape suivante lorsque la mesure de l'effort s'annule.
- 6- L'ensemble des courbes est sauvegardé dans un fichier exploitable par un tableur.

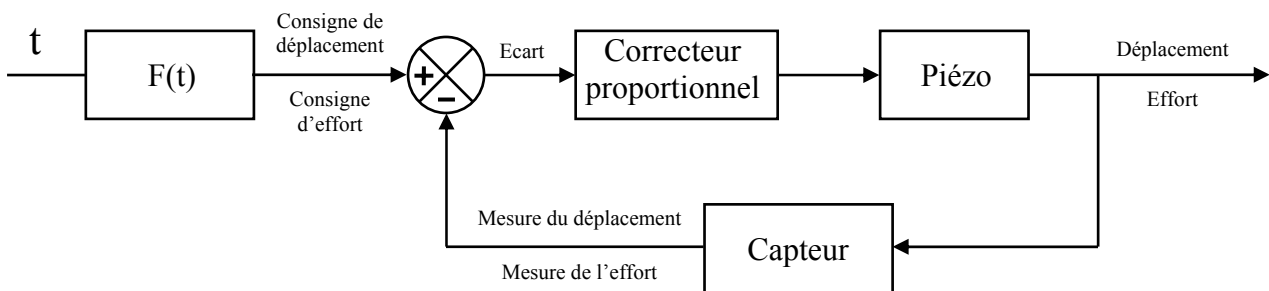


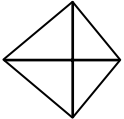

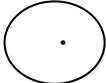

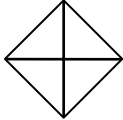



Figure 2-34 : Diagramme d'asservissement en déplacement (en haut) ou en effort (en bas).

### 3.3. Protocole d'essai

Afin d'utiliser la machine correctement et de réaliser des essais dans des conditions optimales pour qu'ils soient les plus reproductibles possibles, il convient de mettre en place un protocole à suivre pour chaque campagne d'essais.

#### 3.3.1. Réglage de l'indenteur

La machine permet d'utiliser différents types d'indenteurs, et chaque changement d'indenteur doit être suivi d'un réglage de l'orientation de celui-ci, de manière à ce que son axe soit perpendiculaire à la surface indentée. Pour y parvenir, il faut, comme on l'a vu précédemment (Figure 2-29), bloquer la liaison rotule tige/tête de mesure dans la bonne position, au moyen des trois vis plaquant la rondelle sur la liaison. Le contrôle de la bonne orientation se fait au moyen d'essais d'indentation charge/décharge simples sur un échantillon test ne fissurant pas. Une fois l'échantillon indenté, on observe au microscope optique la géométrie de l'empreinte. Si l'empreinte a une géométrie correcte (un carré pour l'indenteur Vickers par exemple) alors l'orientation de la tige est la bonne (Tableau 9). Sinon, il faut changer l'orientation au moyen des vis de manière à se rapprocher peu à peu de la position idéale. Une fois la tige correctement orientée, il faut ajuster à son tour la position du capteur de déplacement capacitif de manière à ce que sa surface active soit parallèle à la surface cible qui est solidaire de la tige (Figure 2-30). Une fois ces deux réglages effectués, le dispositif est prêt pour une campagne d'essais avec le nouvel indenteur.

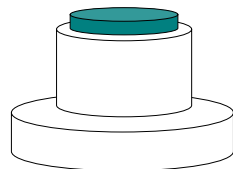
|                                       | Vickers   | Cylindrique   | Conique  | Sphérique   |
|---------------------------------------|---|---|--|---|
| Orientation de l'indenteur incorrecte |  |  |  |  |
| Orientation de l'indenteur correcte   |  |  |  |  |

**Tableau 9 : Types d'empreintes obtenues suivant la qualité d'orientation de l'indenteur et sa géométrie.**

La qualité de l'orientation de l'indenteur sphérique est moins importante que pour les autres. En effet, une orientation légèrement incorrecte de l'indenteur sphérique n'a pas d'influence sur la géométrie de l'empreinte, et par voie de conséquence, pas d'influence sur l'essai en lui-même. En effet, le matériau se voit pénétrer par la même géométrie suivant le même déplacement (la tige étant assez rigide pour cela) et avec une charge que l'on peut considérer comme identique (puisque l'erreur angulaire reste très faible).

### 3.3.2. Protocole d'un essai en température

- 1- Placer l'échantillon convenablement préparé et nettoyé sur la vis en alumine porte-échantillon. Visser ensuite la vis sur le tube en alumine.



- 2- Monter le four autour du tube en alumine. Programmer la température de consigne, et mettre le four en marche. Une fois la température du four stabilisée, introduire un thermocouple par le haut du tube d'alumine jusqu'à l'échantillon, contrôler la température réelle de l'échantillon. La température de l'échantillon est toujours inférieure à celle donnée par le thermocouple du four car celui-ci est placé entre les éléments chauffants et l'échantillon. Corriger la température de consigne en lui ajoutant la différence entre la température mesurée par le thermocouple introduit et la température voulue. Une fois que la température échantillon est la bonne, attendre 30 minutes afin que la température soit à la fois homogène et stable.
- 3- Ouvrir le programme Labview 'charge/décharge' ou 'fluage', entrer les paramètres d'essai (vitesse de charge, de décharge, seuil, temps de maintien ...). Faire une remise à zéro de l'électronique du capteur d'effort. Lancer le programme. L'indenteur descend jusqu'à la détection de la surface, puis remonte de quelques microns. Ensuite une pause est laissée pour permettre à l'opérateur de :



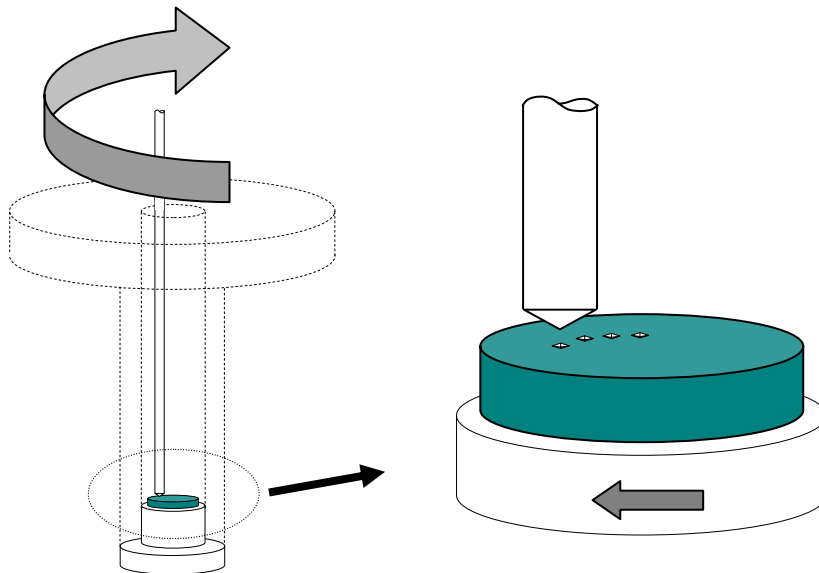
- pivoter le tube d'alumine, et donc l'échantillon, autour de son axe de quelques degrés pour présenter à l'indenteur une surface vierge de toute empreinte (Figure 2-35).
- déplacer verticalement le capteur de déplacement à l'aide de la vis micrométrique jusqu'à ce que le signal soit inférieur à 50  $\mu\text{m}$ . Pour les essais où le débattement est très important, on pourra descendre plus bas, mais ne jamais aller jusqu'au contact capteur/cible, ce contact est difficilement visible à l'œil nu. Par contre, ce contact est détecté par le capteur d'effort, son le signal est alors différent de zéro. Voir Figure 2-30.

Appuyer sur le bouton REPRISÉ pour poursuivre l'essai.

- 4- L'essai se déroule. Une fois terminé, rentrer le nom du fichier dans lequel seront enregistrées les courbes de l'essai. Le programme est de nouveau en pause, pivoter le tube en alumine, puis relancer un essai en pressant de nouveau REPRISÉ. Recommencer l'étape 4 autant de fois que nécessaire.

La rotation du tube en alumine entre deux essais permet de décaler suffisamment l'empreinte précédente afin qu'elle ne perturbe pas le nouvel essai.

- 5- Lorsque la campagne d'essais en température est terminée, mettre la consigne à 20 °C. Une fois la température assez basse, descendre le four, dévisser la vis en alumine et récupérer l'échantillon.



**Figure 2-35 : Rotation du tube en alumine entre deux essais.**

### 3.4. Dépouillement des courbes et calibrage

#### 3.4.1. Essai d'indentation fluage

Comme nous l'avons vu dans la première partie, un essai d'indentation fluage idéal consiste à imposer une charge constante à l'indenteur à partir de  $t = 0$ . Techniquement, ce type d'essai est impossible à réaliser pour plusieurs raisons. D'abord, l'actionneur a une vitesse de dilatation finie, ensuite l'asservissement ne permet pas de contrôler un mouvement trop rapide et, pour finir, une vitesse trop importante entraînerait des effets dynamiques indésirables (chocs, vibrations parasites). Le passage de  $P = 0 \text{ N}$  à  $P_0$  doit donc se faire de manière progressive (entre les instants  $t = 0$  et  $t_1$ ) et on doit en tenir compte dans l'exploitation de la partie de la courbe correspondante. On se contentera donc d'exploiter la partie de la courbe postérieure à l'étape de chargement, en faisant l'hypothèse qu'à partir de  $t_1$ , elle suit le comportement correspondant à l'essai idéal.

Prenons comme exemple un essai d'indentation fluage avec un indenteur de type Vickers. La théorie nous dit que  $J(t)$  est proportionnel à  $u^2(t)$ . Pour un essai idéal, l'ensemble du tracé de  $u^2(t)$  nous donnerait à un facteur près l'évolution de  $J(t)$ , alors que pour un essai réel, seule la partie venant après le chargement pourra être exploitée (Figure 2-36). Le début de  $J(t)$  ne peut donc pas, en pratique, être déduit d'un essai d'indentation fluage. On a donc tout intérêt à minimiser le temps de chargement afin de diminuer la zone non exploitable.

Lors d'un essai de fluage, seule la partie de la courbe correspondant au maintien de la charge est enregistrée. La mesure du déplacement,  $u_{\text{mes}}(t)$ , commence donc pour  $t = t_1$ , on a d'ailleurs  $u_{\text{mes}}(t_1) = 0$ . Il y a donc un décalage suivant les ordonnées entre la courbe de la mesure effective et la courbe issue d'un essai d'indentation fluage idéal (Figure 2-37). Ce décalage, que l'on appellera  $u_0$ , correspond au déplacement induit par les déformations élastiques différées et visqueuses au cours du chargement. Si l'on ne tient pas compte de ce décalage et que l'on met directement  $u_{\text{mes}}(t)$  au carré, la courbe obtenue ne correspond plus à celle de  $J(t)$ , elle ne tend pas vers une évolution linéaire comme le montre la Figure 2-37. Par contre, si l'on translate la courbe  $u_{\text{mes}}(t)$  de la valeur  $u_0$ , on recale la courbe réelle sur la courbe idéale, et son carré correspond bien à  $J(t)$  à un facteur près (Figure 2-38). Il faut donc, pour exploiter chaque courbe, déterminer le décalage  $u_0$  permettant de recaler la courbe réelle sur celle d'un essai idéal afin d'obtenir  $J(t)$ .

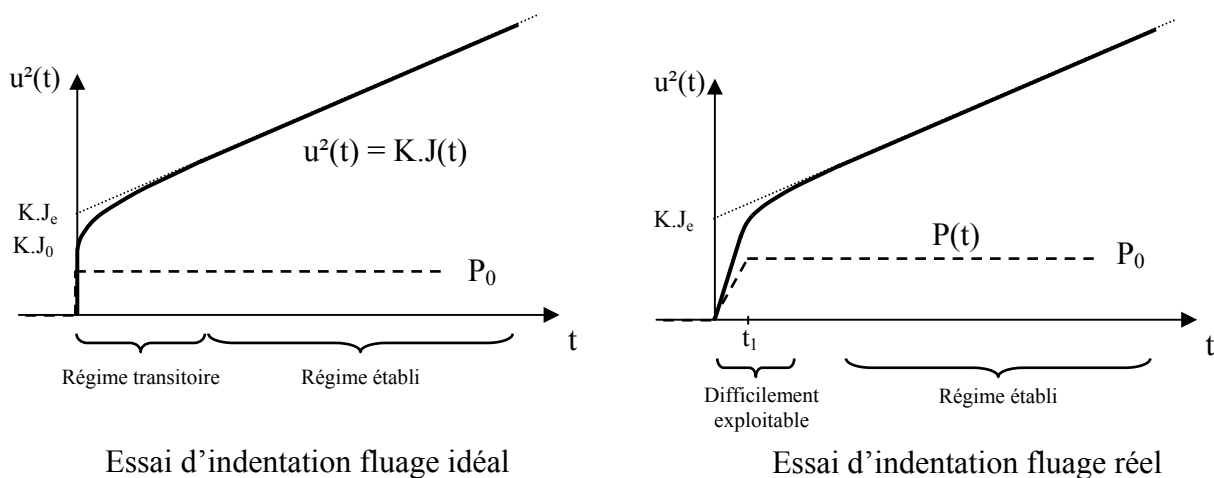


Figure 2-36 : Comparaison entre un essai d'indentation idéal et un essai réel.

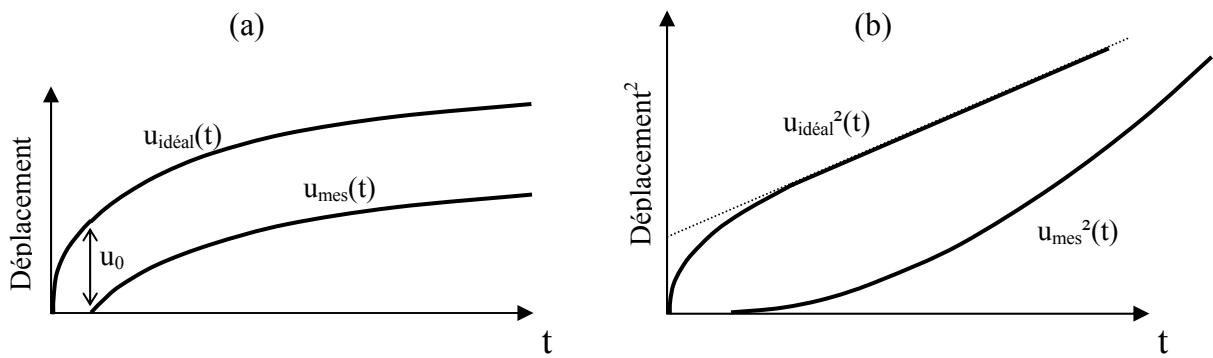


Figure 2-37 : Comparaison entre une courbe de déplacement idéale et de déplacement mesuré.

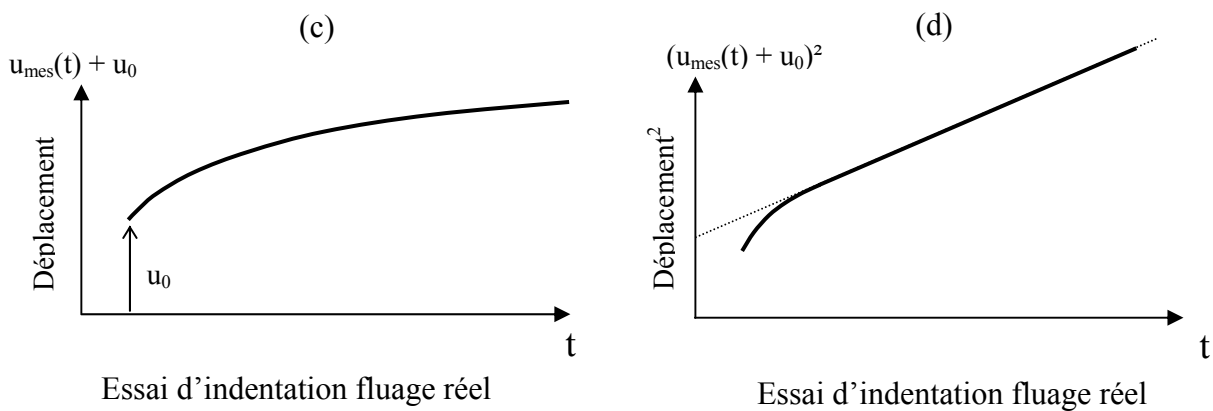


Figure 2-38 : Effet d'un décalage  $u_0$  sur une courbe de déplacement mesurée.

La méthode permettant de déterminer  $u_0$  est la suivante :

On trace  $(u_{mes}(t) + u_0)^2$  en faisant varier  $u_0$  pas à pas. En observant la courbure de la partie la plus à droite de la courbe, on peut déterminer si  $u_0$  est trop faible ou trop élevé (Figure 2-39).

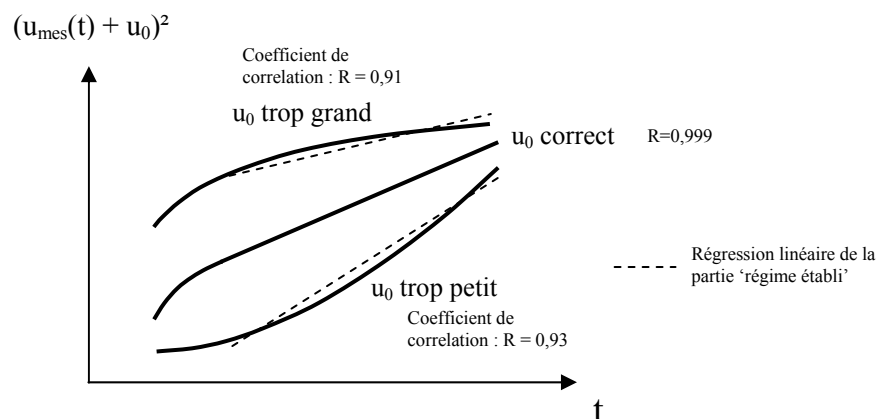


Figure 2-39 : Influence de la valeur de  $u_0$  sur la linéarité de la partie régime permanent.

En procédant par dichotomie, on arrive rapidement à des valeurs de  $u_0$  mettant en évidence les deux régimes : permanent (linéaire) et transitoire (non linéaire). Une fois ces deux régimes différenciés, on peut affiner la valeur de  $u_0$ . En effet, la valeur de  $u_0$  la plus juste

est celle qui optimise la linéarité de la partie ‘régime permanent’ de la courbe. Un moyen de quantifier la linéarité d’une courbe est de calculer le coefficient de corrélation de la régression linéaire des points correspondants. Par conséquent, la meilleure valeur de  $u_0$  correspond à celle qui maximise le coefficient de corrélation relatif à la régression linéaire associée. Pour un indenteur sphérique, la même méthode doit être appliquée, à la seule différence que c’est  $u_{mes}^{3/2}(t)$  qui est proportionnel à la souplesse de fluage. Dans le cas de l’indenteur cylindrique à fond plat, par contre,  $u_{mes}(t)$  est directement proportionnel à  $J(t)$ . Il n’est donc pas nécessaire de déterminer  $u_0$  pour cette géométrie. Si l’on reprend l’exemple de l’indenteur Vickers, une fois la courbe  $u^2(t)$  tracée, il est facile d’en déduire la viscosité du matériau (Tableau 6, Eq. A-VI) :

$$\eta = \underbrace{\frac{\gamma_c^2 (1-\nu) P_0}{\pi \tan \alpha}}_{\text{Paramètres dépendant du matériau, de la géométrie et du mode de chargement}} \left[ \underbrace{\frac{du^2(t)}{dt}}_{\text{Pente de la partie linéaire de la courbe}} \right]^{-1} \text{ pour } t \text{ assez grand}$$

L’expérience nous montre que cette méthode permet d’obtenir une précision d’environ 15% sur la pente mesurée. En effet, lorsque l’on fait varier  $u_0$  dans la plage de valeurs pour laquelle le coefficient de corrélation est maximum, la pente de la droite approchant la partie « régime permanent » varie de 15% en moyenne.

### 3.4.2. Détermination des paramètres élastiques

Depuis les années 1970, de nombreuses études ont été menées dans le but de caractériser le comportement d’un matériau élastoplastique à partir de la courbe charge/décharge issue d’un essai d’indentation. Si au cours de la charge les déformations imposées sont à la fois élastiques et plastiques, au cours de la décharge la quasi-totalité des déformations est élastique. En se basant sur cette observation, Loubet [62] a essayé d’extraire le module d’Young de la courbe de décharge. En assimilant l’indenteur en tout début de décharge à un indenteur cylindrique à fond plat dont la section, variant avec la charge, correspondrait à la surface de contact projetée, il met en place une relation liant le module d’Young réduit avec la pente en début de décharge (Figure 2-40) :

$$S = \frac{2}{\sqrt{\pi}} E_r \sqrt{A} \quad \text{Eq. 2-29}$$

Avec :

S : rigidité de contact en début de décharge.

A : aire de la surface projetée de l’empreinte (mesurée post-mortem).

$E_r$  : le module d’élasticité réduit, défini par la relation :

$$E_r = \left( \frac{1-\nu^2}{E} + \frac{1-\nu_i^2}{E_i} \right)^{-1} \quad \text{Eq. 2-30}$$

Avec :

E,  $\nu$  : module d’Young et coefficient de Poisson du matériau indenté.

$E_i$ ,  $\nu_i$  : module d’Young et coefficient de Poisson de l’indenteur.

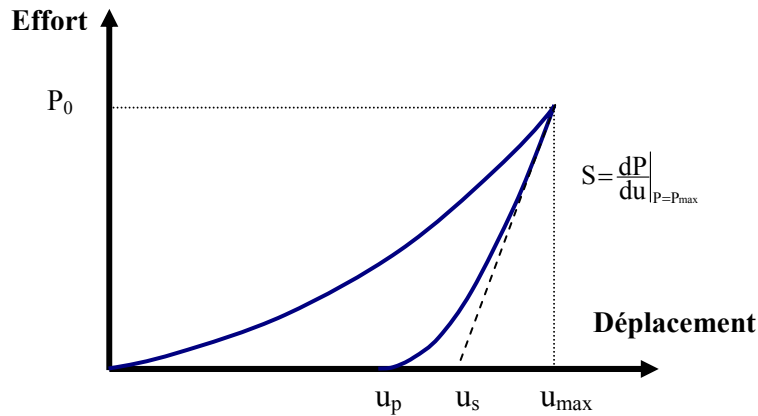


Figure 2-40 : Courbe charge/décharge typique et paramètres la caractérisant.

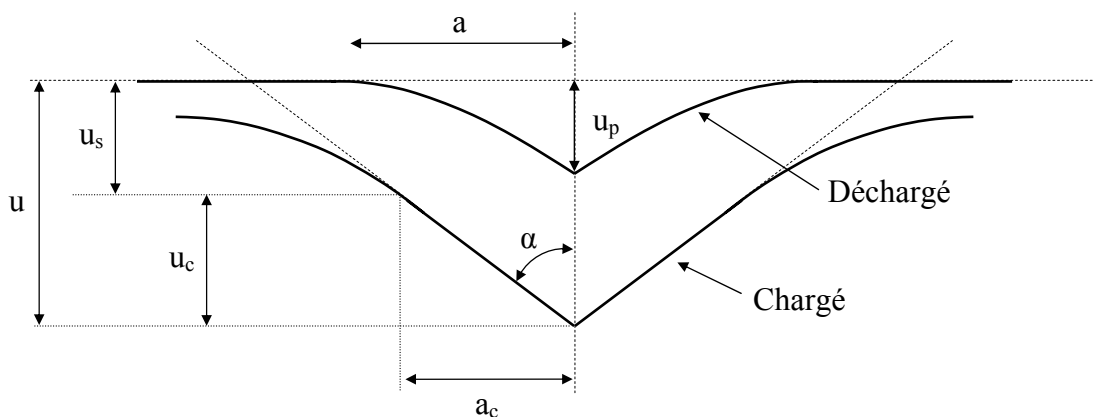


Figure 2-41 : Profil d'une indentation pendant et après le chargement.

Cette méthode repose notamment sur l'hypothèse que la longueur des diagonales (pour un indenteur Vickers) de la surface de contact change très peu lors de la décharge (déformations élastiques radiales faibles). Depuis, Oliver et Pharr [63] ont proposé une méthode ne nécessitant aucune connaissance des dimensions de l'empreinte, évitant ainsi une mesure de ces dernières. Cette méthode a l'avantage de permettre le calcul du module d'élasticité réduit à partir de la seule courbe de charge/décharge. Elle nécessite par contre la définition d'une fonction d'aire de l'indenteur, caractérisant précisément la géométrie de celui-ci. Les auteurs ont, de plus, incorporé un coefficient correcteur  $\beta$  [64].

$$S = \beta \frac{2}{\sqrt{\pi}} E_r \sqrt{A_c} \quad \text{Eq. 2-31}$$

Avec :

$\beta$  : coefficient correcteur, proche de 1.

S : raideur de contact, correspondant à la pente de la courbe en début de décharge.

$A_c$  : fonction d'aire de l'indenteur.

$\beta$  permet de prendre en compte certains phénomènes physiques ayant une influence sur la pente en début de décharge. Ces phénomènes sont dus à, par exemple, la non axisymétrie des indenteurs pyramidaux, l'effet de la plasticité, de l'écroutissage...

L'utilisation de  $A_c$  entraîne deux difficultés. D'une part, l'établissement de la fonction d'aire nécessite la connaissance précise de la géométrie réelle de l'indenteur. D'autre part,  $A_c$

correspond à l'aire de la surface de contact projetée, c'est-à-dire qu'elle est fonction de la profondeur de contact,  $u_c$ , qui n'est pas directement mesurable. Les auteurs proposent donc de l'approcher à partir de grandeurs mesurables au cours de l'essai :  $S$ ,  $P_{\max}$  et  $u_{\max}$ .

$$u_c = u_{\max} - u_s = u_{\max} - \varepsilon \frac{P_{\max}}{S} \quad \text{Eq. 2-32}$$

Cette relation est vraie uniquement dans le cas où il n'y a pas de bourrelet et où  $\varepsilon$  est une constante dépendant de l'allure de la courbe de décharge. Si la méthode d'Oliver et Pharr a fait ses preuves, puisqu'elle est utilisée sur certaines machines de microindentation commercialisées, l'analyse des courbes de décharge reste un problème largement ouvert.

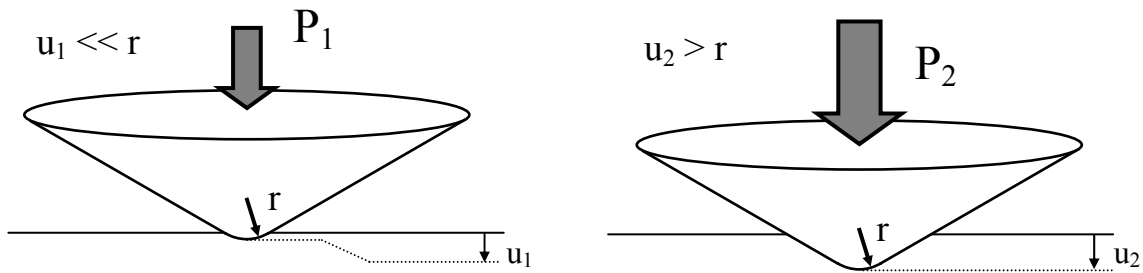


Figure 2-42 : Influence du rayon de pointe suivant la profondeur d'enfoncement de l'indenteur.

Nous avons décidé d'utiliser la méthode de Loubet qui est basée sur l'observation de l'empreinte résiduelle. Précisons que les défauts géométriques de l'indenteur, qui se situent essentiellement en pointe, ont très peu d'influence sur les résultats pour les charges que l'on applique lors des essais (toujours supérieures à 2 N). La Figure 2-42 illustre bien que, pour une charge suffisante, les défauts sont trop loin de la zone de contact pour influencer la mesure, c'est-à-dire que  $u$  est suffisamment grand par rapport à  $r$ .

D'après les observations au microscope optique, on peut estimer le rayon de pointe inférieur à  $1 \mu\text{m}$ . Ce qui est bien faible par rapport aux profondeurs maximales atteintes même pour les plus petites charges utilisées. Par exemple,  $u_{\max}$  est égal à plus de  $6 \mu\text{m}$  pour un essai à 3 N avec un indenteur Vickers sur un échantillon de verre métallique ( $H_v = 5,3 \text{ GPa}$ ).

### 3.4.3. Calibrage de la souplesse de la machine

La question de la souplesse de la machine a déjà été abordée plus haut. On a vu qu'elle affectait les mesures de déplacement lorsqu'il y a une variation de l'effort au cours de la mesure. Il est donc indispensable, dans un essai de type charge/décharge, de prendre en compte son influence. Dans l'étude de Loubet [62] la raideur de la machine est supposée infinie (i.e. souplesse nulle), par conséquent la pente en début de décharge est égale à la raideur de contact  $S$  qui permet de calculer le module d'Young réduit. Si l'on prend en compte la souplesse de la machine, la pente en début de décharge correspond alors à la réponse de deux ressorts placés en série. Le premier correspondant à la réponse du contact indenteur/échantillon et ayant pour souplesse  $1/S$ . Le deuxième décrivant la réponse de la machine dont la souplesse sera notée  $C_m$ . Par conséquent, la souplesse totale du système est égale à :

$$C_{\text{tot}} = 1/S_{\text{tot}} = 1/S + C_m \quad \text{Eq. 2-33}$$

Où  $S_{\text{tot}}$  correspond à la fois à la raideur totale du système et à la pente en début de décharge sur la courbe tracée. Le paramètre mesurable étant  $S_{\text{tot}}$  et le paramètre matériau recherché

étant  $S$ , il est donc indispensable de déterminer le paramètre machine  $C_m$  pour pouvoir calculer  $S$  à partir de  $S_{tot}$ . Autrement dit, il faut procéder à un calibrage de la machine.

Une méthode de calibrage, inspirée de celle d'Oliver et Pharr [63], consiste à effectuer des essais d'indentation sur un échantillon étalon dont le module d'Young et le coefficient de Poisson sont connus et à calculer  $C_m$  en utilisant l'Eq. 2-29 et l'Eq. 2-33 ( $C_m$  est alors la seule inconnue). On a en effet :

$$C_m = C_{tot} - \frac{\sqrt{\pi}}{2E_r\sqrt{A}} \quad \text{Eq. 2-34}$$

$C_{tot}$  : Mesuré sur la courbe : inverse de la pente de début de décharge.

$A$  : Calculé à partir des longueurs caractéristiques de l'empreinte mesurées par microscopie optique.

$E_r$  : Calculé à partir de l'Eq. 2-30 car les constantes élastiques de l'échantillon et de l'indenteur sont connues.

En introduisant le paramètre de la dureté Meyer dans l'Eq. 2-34, on peut faire disparaître le paramètre  $A$  et ainsi s'affranchir des difficultés liées à sa détermination [65]. Par définition, la dureté Meyer est égale au rapport de la charge sur l'aire de la surface projetée de l'empreinte ( $H = P_{max}/A$ ). En considérant que la dureté Meyer est indépendante de la charge appliquée, on peut remplacer le terme  $A$  de l'Eq. 2-34 par le terme  $H/P_{max}$ . L'Eq. 2-35 obtenue nous permet un autre type de calibrage. En effet, dans cette formule, seuls  $C_{tot}$  et  $P_{max}$  varient pour des essais d'indentation à différentes charges, la représentation de  $C_{tot}$  en fonction de  $1/\sqrt{P_{max}}$  est, par conséquent, une droite dont l'abscisse aux ordonnées est  $C_{tot}$ .

$$C_{tot} = C_m + \frac{\sqrt{\pi} \cdot H}{2E_r\sqrt{P_{max}}} \quad \text{Eq. 2-35}$$

### 3.4.3.1. Détermination de $S_{tot}$

La mesure de  $S_{tot}$ , pente en début de décharge, est obtenue par l'analyse de la courbe effort/déplacement. La courbe typique mesurée au cours d'un essai de charge/décharge est représentée sur la Figure 2-43(a).

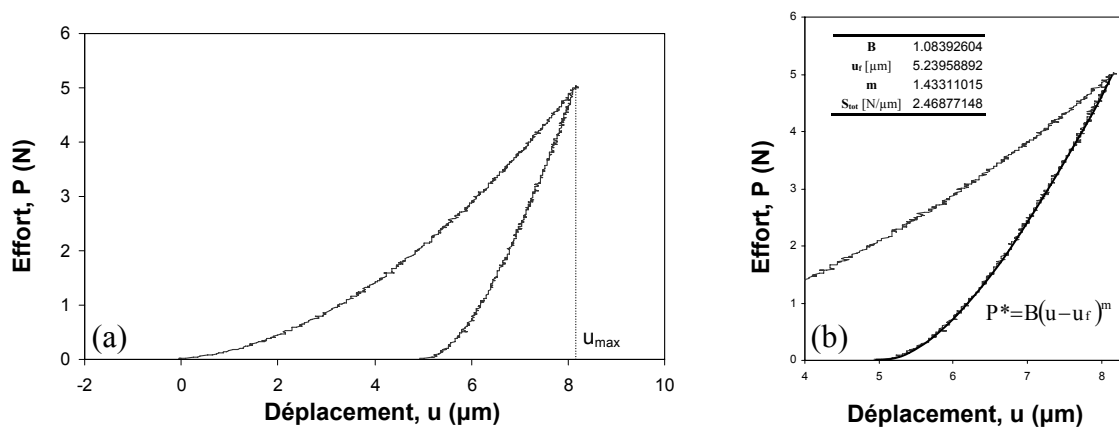


Figure 2-43 : (a) Courbe de charge/décharge typique, (b) Approximation de la décharge par une fonction puissance et calcul de  $S_{tot}$ .

La première étape consiste à approcher la courbe de décharge par une fonction puissance du type :

$$P^*(u) = B(u - u_f)^m \quad \text{Eq. 2-36}$$

Les coefficients B,  $u_f$  et m optimums étant déterminés par la méthode des moindres carrés. Une fois cette fonction définie, on calcule aisément la pente en  $u_{\max}$  qui correspond à la dérivée de la fonction en ce point (Eq. 2-37 et Figure 2-43(b)) :

$$S_{\text{tot}} = \left. \frac{dP^*(u)}{du} \right|_{u_{\max}} \quad \text{Eq. 2-37}$$

### 3.4.3.2. Essais de calibrage

Nous avons donc effectué une série de tests sur un échantillon de verre métallique à base de Zirconium donc le module d'Young et le coefficient de Poisson sont connus. Ils ont été préalablement mesurés par la méthode de l'échographie ultrasonore sur l'échantillon (Tableau 10). Les charges s'étalent de 2 à 14 N et l'indenteur en diamant est de type Vickers. Au moins 5 essais ont été réalisés pour chaque charge et toutes les empreintes ont été mesurées au moyen d'un microscope optique après l'essai. La Figure 2-45(a) montre un exemple d'empreinte imagée.

La courbe de la Figure 2-44(a) montre la valeur de la souplesse machine  $C_m$  calculée, en fonction de la charge appliquée. On observe une croissance de la souplesse pour les charges les plus faibles. Cette non linéarité de la raideur peut s'expliquer par la présence de contacts linéiques dans la chaîne d'effort. La fonction polynomiale de degré 2 représentée sur la Figure 2-44 est une bonne approximation de cette variation. Elle sera utilisée dans l'Eq. 2-33 pour compenser l'effet de la souplesse de la machine dans le calcul de S. La souplesse machine semble tendre vers  $6 \cdot 10^{-8}$  m/N pour les charges élevées (i.e. la raideur tend vers  $K = 16,5$  N/ $\mu\text{m}$ ). La Figure 2-44(b) présente les valeurs de  $C_{\text{tot}}$  calculées en fonction de  $1/\sqrt{P_{\max}}$ . La régression linéaire de cet ensemble de points est une droite coupant l'axe des ordonnées à  $8,66 \cdot 10^{-10}$  m/N. Cette souplesse est bien inférieure (d'un rapport d'environ 15) aux souplesses déterminées par la première méthode de calibrage. On observe une déviation de la courbe pour les valeurs les plus grandes de  $P_{\max}$  qui s'explique par la variation de la souplesse machine en fonction de la charge mise en évidence précédemment. La méthode de Troyon et Huang n'est valide que dans le cas où la raideur machine est constante. Dans le cas inverse, la courbe tracée n'est plus une droite et son intersection avec l'axe des ordonnées n'a plus de lien évident avec la souplesse machine. Les valeurs du module d'Young du verre métallique calculées en tenant compte de la souplesse de la machine (grâce à l'Eq. 2-33) déterminée par la première méthode sont présentées sur la Figure 2-46.

| Matériau | VM Zr | VM Pd | Planilux® | BK7® |
|----------|-------|-------|-----------|------|
| E (GPa)  | 87,9  | 109   | 71,5      | 79,4 |
| $\nu$    | 0,38  | 0,45  | 0,21      | 0,19 |

Tableau 10 : Modules d'Young et coefficients de Poisson, obtenues par échographie ultrasonore, des matériaux utilisés pour calibrer et valider le calibrage de la machine



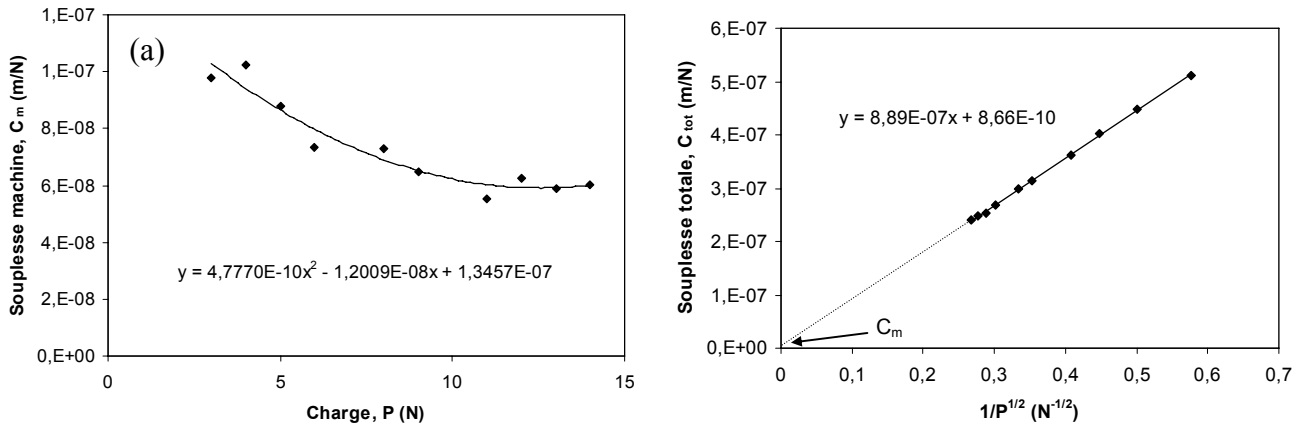


Figure 2-44 : (a) Souplesse de la machine pour différentes charges max, (b)  $C_{tot}$  en fonction de  $1/\sqrt{P_{max}}$ .

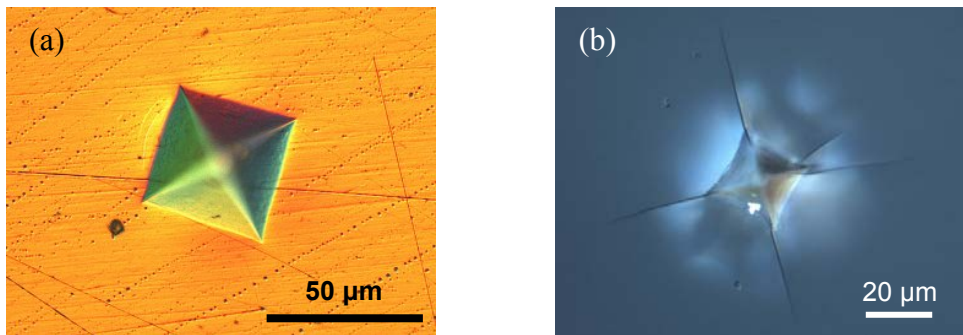


Figure 2-45 : Empreintes observées au microscope optique : (a) VM Zr, 8 N (b) Planilux®, 6,5 N  
Empreinte

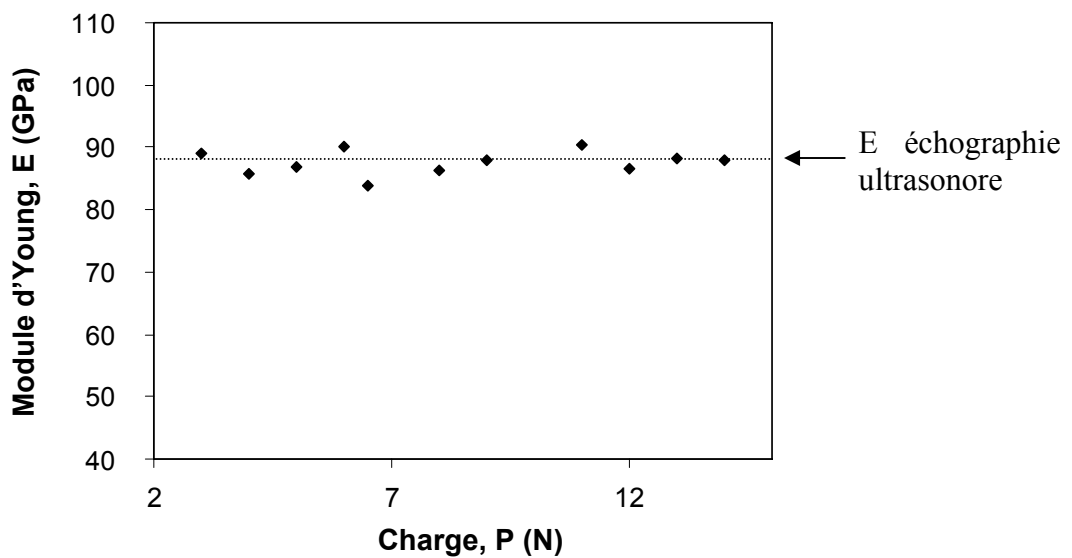


Figure 2-46 : Module d'Young du verre métallique mesuré par indentation pour différentes charges maximales après calibrage.

Pour valider complètement le calibrage en souplesse de la machine, il est nécessaire de montrer que, pour des matériaux de natures différentes, la mesure du module d'Young est toujours correcte et indépendante de la charge maximale d'indentation lorsque l'on tient compte de la raideur machine. Pour cela, nous avons réalisé le même type de tests sur le verre silico-sodo-calcique Planilux®, sur le verre borosilicate BK7® (composition en % molaire  $\text{SiO}_2/\text{B}_2\text{O}_3/\text{BaO}/\text{Na}_2\text{O}/\text{K}_2\text{O} = 70/11,5/1,5/9,5/7,5$ ) et sur un verre métallique à base de Paladium. Les modules d'Young et les coefficients de Poisson mesurés par échographie ultrasonore des échantillons correspondants sont présentés dans le Tableau 10.

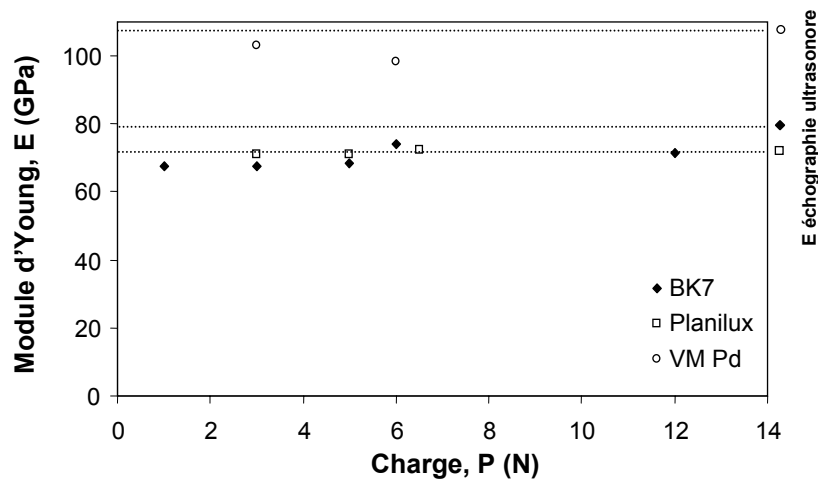


Figure 2-47 : Module d'Young du Planilux® mesuré par indentation pour différentes charges maximales après calibrage.

L'observation au microscope des empreintes réalisées nous montre que des fissures se sont créées lors des essais sur le Planilux® et le BK7® (Figure 2-45(b)). Cook et Pharr [66] ont montré que la fissuration lors d'un essai d'indentation avec un indenteur Vickers sur un verre silico-sodo-calcique n'avait pas d'influence sur l'allure de la courbe effort/déplacement tracée. De plus, ils ont mis en évidence que la fissuration avait lieu au cours de la décharge, par conséquent la pente en début de décharge ne peut pas être affectée par ce phénomène. Les résultats des mesures par charge/décharge sont présentés sur la Figure 2-47. On remarque que, pour le Planilux®, les valeurs de E mesurées pour trois charges différentes (3N, 5N et 6,5N) sont très proches de la valeur de E mesurée par ultrasons (écart < 0,8 GPa). Cette bonne reproductibilité prouve que le calibrage de la raideur de la machine est aussi valable pour ce matériau. Par contre, les mesures effectuées sur le verre métallique à base de Palladium et sur le BK7® sont plus dispersées et leur moyenne est inférieure au E mesuré par ultrasons. Un affinement du calibrage pour ces matériaux sera indispensable avant l'étude de ces deux matériaux en mode charge/décharge.

## 4. Résultats concernant les essais d'indentation fluage

### 4.1. Indentation fluage du Planilux®

Les premiers essais en température ont été réalisés sur un matériau déjà bien étudié par notre laboratoire : le verre à vitre Planilux®. Les essais que nous avons effectués ont permis de faire des mesures de viscosités aux alentours de la température de transition vitreuse. Nous avons réalisé des tests à différentes charges et avec différentes géométries d'indenteur afin de déceler une éventuelle influence de ces paramètres sur les mesures.

#### 4.1.1. Indenteur cylindrique à fond plat

Afin de mesurer la viscosité du verre autour de sa  $T_g$ , une campagne d'essais d'indentation fluage avec un indenteur cylindrique à fond plat en carbure de tungstène a été réalisée dans une plage de températures s'étendant de 553 à 573 °C, pour des charges variant de 7 à 13 N. La Figure 2-48(a) illustre l'influence de la température sur l'enfoncement de l'indenteur en fonction du temps. En effet, plus la température est élevée, plus la partie transitoire de la déformation, i.e. celle qui correspond à la partie non linéaire de la courbe, est courte. D'autre part, la vitesse de déplacement au cours du régime permanent (partie linéaire) augmente avec la température. La Figure 2-48(b) nous apprend qu'une augmentation de la charge entraîne une augmentation de la cinétique du déplacement de l'indenteur, c'est-à-dire une diminution de la viscosité apparente.

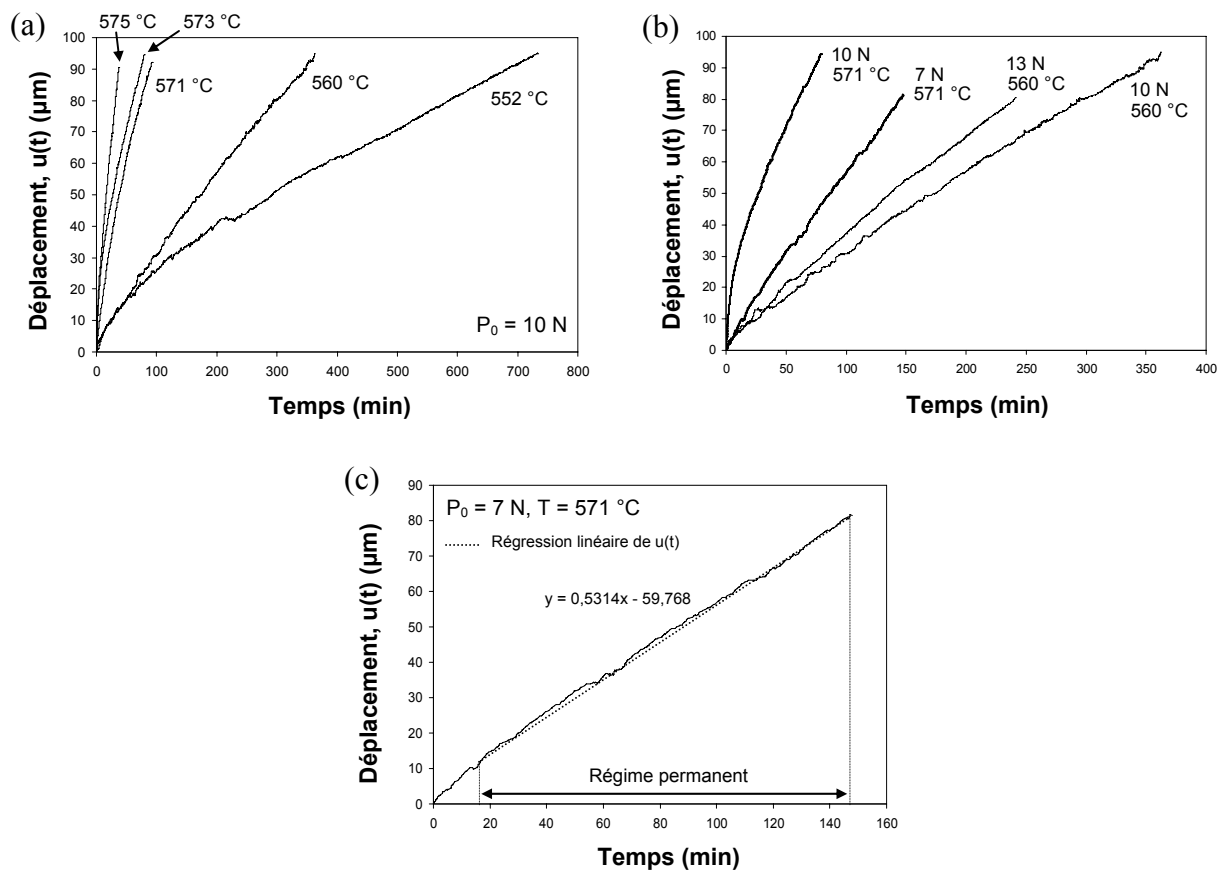


Figure 2-48 : (a) Effet de la température sur le déplacement d'un indenteur cylindrique en fonction du temps pour une charge de 10 N. (b) Effet de la charge sur le déplacement en fonction du temps. (c) Déplacement en fonction du temps pour un essai d'indentation fluage de charge 7 N à la température de 571 °C. Approximation de la partie linéaire par une droite.

Or, on a vu précédemment que, pour ce type d'essai, la vitesse au cours du régime permanent est liée au coefficient de viscosité apparente du matériau indenté par l'Eq. B-VI du Tableau 6. Les constantes étant les suivantes pour cet essai : géométrie :  $a = 187,5 \mu\text{m}$ , matériau :  $\nu = 0,21$ , condition de l'essai :  $P_0 =$  charge appliquée. La valeur de  $\nu$  est choisie comme celle du matériau à température ambiante, ce choix est arbitraire (sachant que  $\nu$  est fonction du temps) et sera discuté plus tard. La valeur de  $\dot{u}$  est mesurable sur une courbe d'indentation fluage. L'exemple illustré par la Figure 2-48(c) nous montre que la courbe  $u(t)$  est rapidement rectiligne (la partie transitoire de l'écoulement semble durer moins de 30 min). Sa pente nous fournit le dernier paramètre permettant de calculer le coefficient de viscosité :

$$\dot{u} = 0,531 \mu\text{m} \cdot \text{min}^{-1} \quad \text{d'où} \quad \eta = 8,44 \cdot 10^{11} \text{ Pa} \cdot \text{s}$$

Le bilan des mesures, présenté sur la Figure 2-49, laisse apparaître une décroissance régulière de la viscosité dans la plage de température choisie sur la valeur de la viscosité. Par contre, aucune influence de la charge n'est mise en évidence.

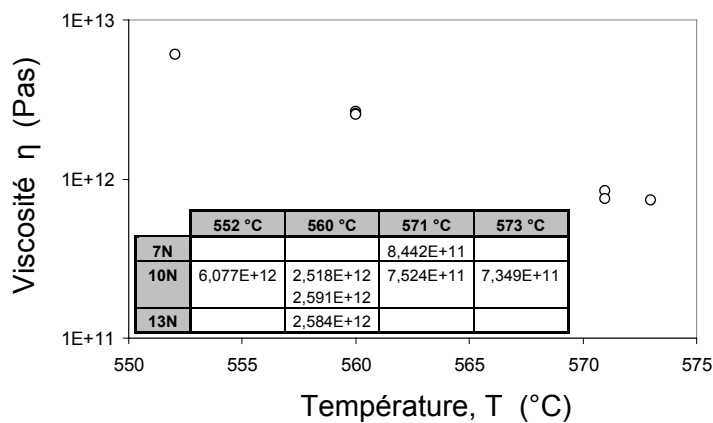


Figure 2-49 : Viscosité du Planilux® mesurée par indentation fluage avec un indenteur cylindrique pour différentes températures et différentes charges.

#### 4.1.2. Indenteur sphérique

Nous allons présenter maintenant des essais d'indentation fluage avec un indenteur en saphir de forme sphérique. La plage de températures balayée s'étend de 540 à 604 °C, les efforts varient de 1 à 10 N. La méthode permettant de calculer le coefficient de viscosité est la même que précédemment mais cette fois, en utilisant la loi de comportement relative à la géométrie sphérique de l'indenteur (Eq. C-VI, Tableau 6).

Compte tenu de l'essai, les constantes sont les suivantes : géométrie :  $\gamma_c = 2$ ,  $R = 0,5 \text{ mm}$ , matériau :  $\nu = 0,21$ , condition de l'essai :  $P_0 =$  charge appliquée. Le coefficient correcteur  $\gamma_c$  n'étant pas connu pour un matériau viscoélastique, il a été fixé à la valeur correspondant au cas élastique linéaire. La valeur de  $\dot{u}$  est mesurable sur une courbe d'indentation fluage élevée à la puissance  $3/2$ . L'exemple illustré par la Figure 2-50 nous montre que la courbe  $u^{3/2}(t)$  est rapidement rectiligne. Sa pente nous fournit le dernier paramètre permettant de calculer la viscosité :

$$\frac{du^{3/2}(t)}{dt} = 1,986 \mu\text{m}^{3/2} \cdot \text{min}^{-1} \quad \text{d'où} \quad \eta = 5,96 \cdot 10^{12} \text{ Pa} \cdot \text{s}$$

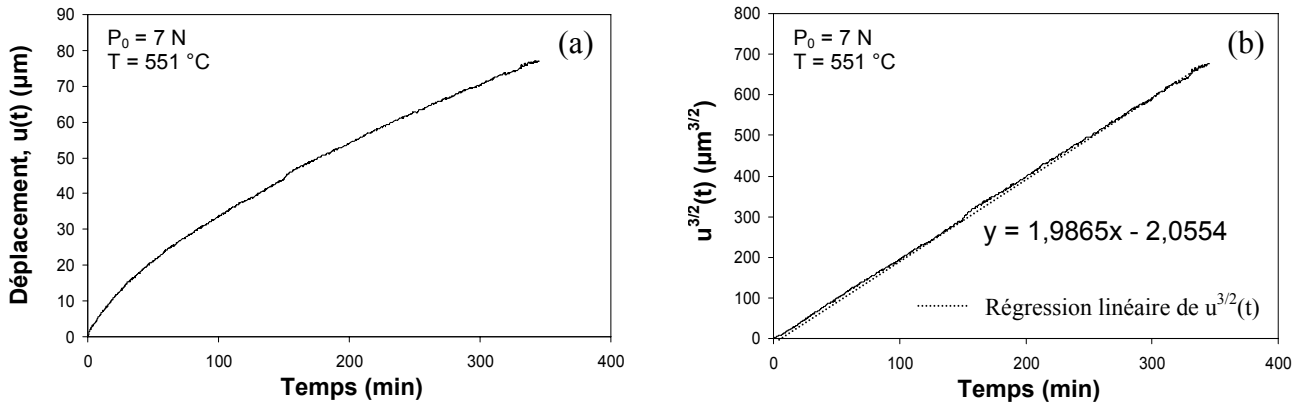


Figure 2-50 : (a) Déplacement de l'indenteur en fonction du temps pour un essai d'indentation fluage de charge 7 N à 551 °C. (b) Déplacement élevé à la puissance 3/2 et approximation de la partie linéaire par une droite.

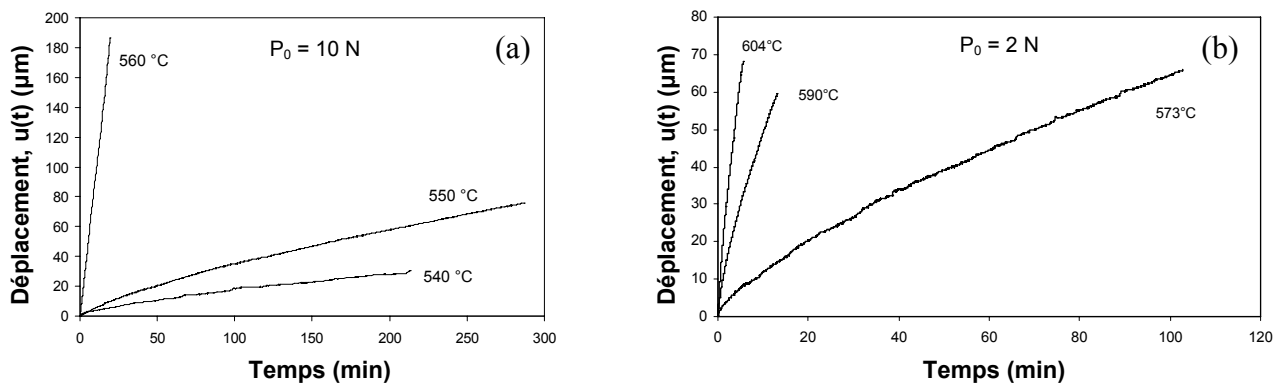


Figure 2-51 : Effet de la température sur l'évolution du déplacement en fonction du temps (a) pour une charge de 10 N autour de  $T_g$ , (b) pour une charge de 2 N entre  $T_g$  et  $T_g + 50$  °C.

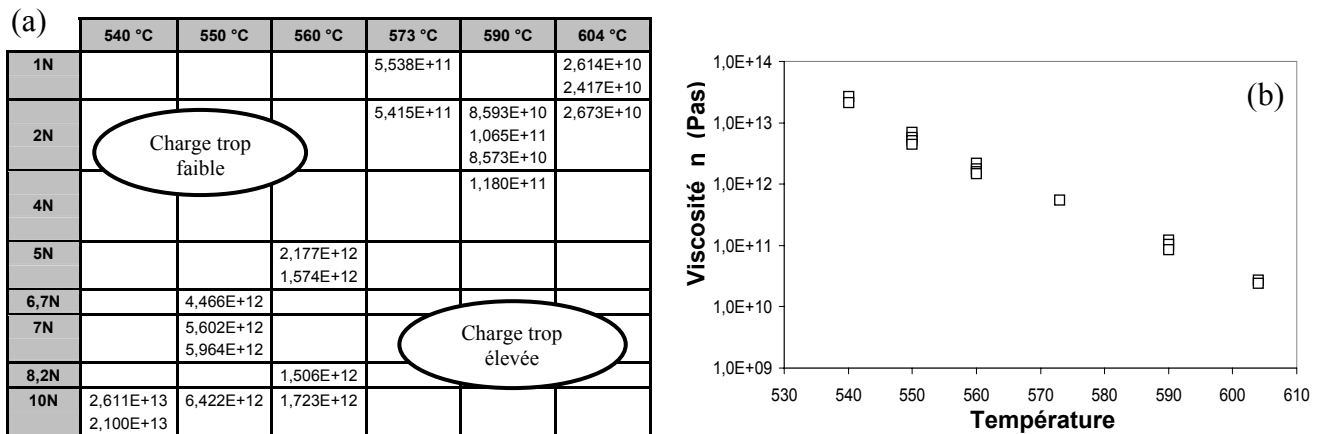


Figure 2-52 : (a) Tableau bilan des mesures de viscosité avec un indenteur sphérique en fonction de la température et de la charge appliquée. (b) Viscosité mesurée en fonction de la température.

Pour les températures les plus basses, i.e. les viscosités les plus élevées, une charge trop faible ne permet pas une mesure correcte de la variation du déplacement de l'indenteur. En effet, le déplacement engendré au bout de plusieurs heures est petit par rapport à la résolution du capteur de déplacement ce qui explique pourquoi la température minimum utilisée pour les essais à 2 N est relativement élevée (573 °C, Figure 2-51(b)). A contrario, pour les températures les plus élevées, une charge trop grande induit un déplacement si rapide que le

seuil de mesure maximum est atteint trop rapidement pour que la courbe soit exploitable (Figure 2-51(a)). Il convient donc, pour une température donnée, de trouver une charge entraînant un déplacement ni trop lent, ni trop rapide de manière à ce que la courbe obtenue soit exploitable. Le bilan des mesures est présenté sur la Figure 2-52(a) et (b). Ces résultats mettent en évidence une décroissance régulière de la viscosité dans la plage de températures choisie ainsi qu'une faible influence de la charge  $P_0$  sur la valeur de la viscosité.

### 4.1.3. Indenteur Vickers

L'indenteur Vickers en carbure de tungstène a été utilisé pour réaliser des essais d'indentation fluage dans une plage de température allant de 563 à 637 °C, pour des charges variant de 1 à 10 N. La formule permettant de calculer le coefficient de viscosité pour une telle géométrie est donnée par l'Eq. A-VI du Tableau 6. La Figure 2-53 nous montre que  $u^2(t)$  suit bien une évolution linéaire en fonction du temps après seulement quelques secondes pour un essai à 606 °C avec une charge de 5 N. Comme la température est élevée, il est cohérent d'observer une période transitoire très courte puisque les temps caractéristiques diminuent avec la température. La pente de la courbe nous fournit  $d(u^2(t))/dt = 1904 \mu\text{m}^2/\text{min}$ . En fixant les autres constantes comme suit : géométrie :  $\gamma_c = \pi/2$ ,  $\alpha = 70,29^\circ$  (équivalent cône), matériau :  $\nu = 0,21$ , condition de l'essai :  $P_0 = 5 \text{ N}$ . On obtient une viscosité de :  $\eta = 3,50 \cdot 10^{10} \text{ Pa.s}$ . Les mesures de viscosité par indentation fluage avec un indenteur Vickers sont résumées dans la Figure 2-54.

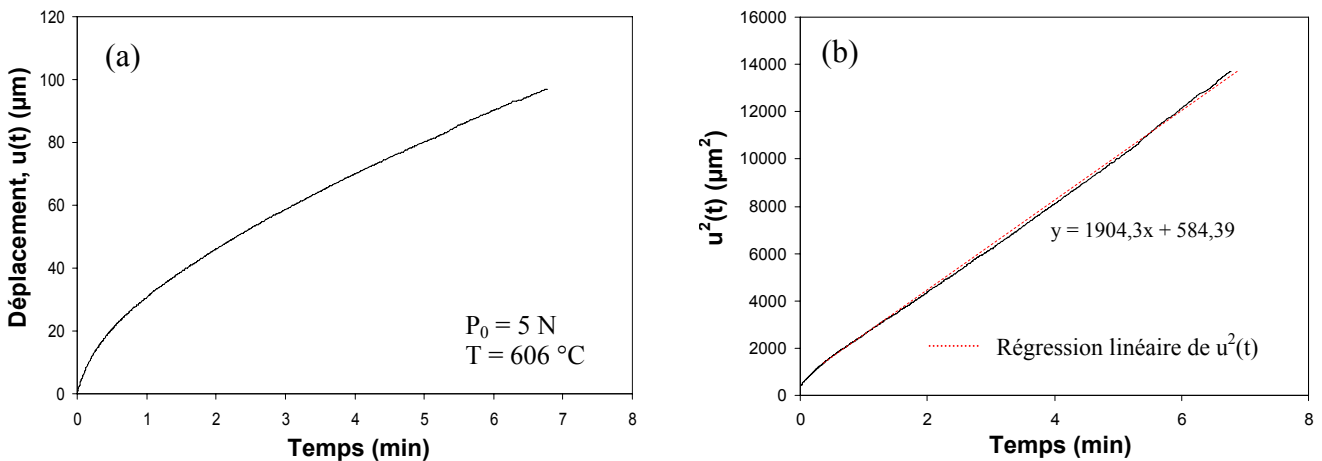


Figure 2-53 : (a) Enfoncement d'un indenteur sphérique en fonction du temps pour un essai d'indentation fluage de charge 5 N à la température de 606 °C. (b) Enfoncement élevé au carré et approximation de la partie linéaire par une droite.

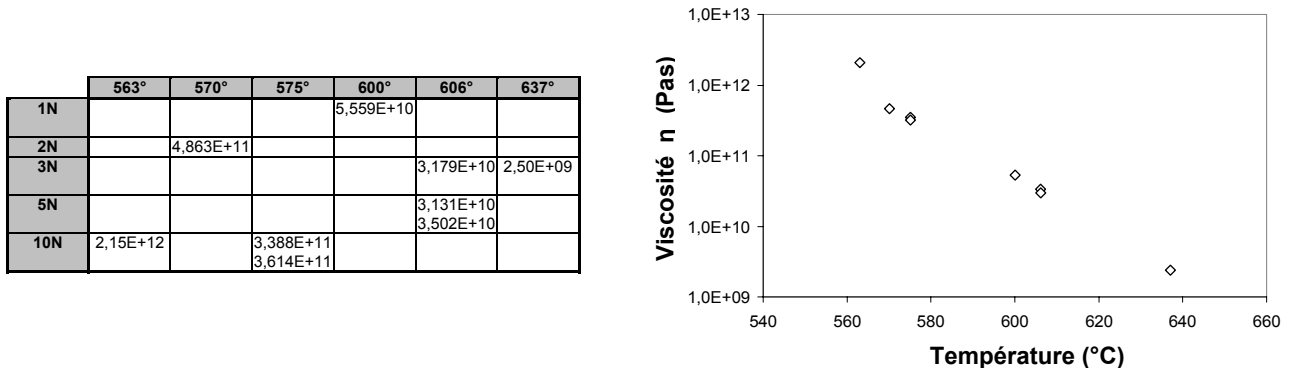


Figure 2-54 : Viscosité du Planilux® mesurée par indentation fluage avec un indenteur Vickers pour différentes températures et différentes charges.

#### 4.1.4. Observation des échantillons après indentation

En observant l'échantillon après un essai d'indentation fluage, on constate un affaissement de la surface indentée sur une zone très large autour de l'empreinte (Figure 2-55). Cela prouve qu'un volume important se déforme irréversiblement lors de l'indentation. Par exemple, pour un essai d'indentation fluage avec un indenteur Vickers ( $P_0 = 10 \text{ N}$ ,  $T = 560 \text{ °C}$ ), la zone affectée par la déformation visqueuse a un diamètre de 7 mm. Le volume contribuant à la déformation visqueuse a donc une taille importante comparée aux dimensions de l'empreinte, et même à celles de l'éprouvette. Il serait d'ailleurs judicieux que les dimensions de l'éprouvette, et en particulier sa hauteur, soient plus grandes que le diamètre de cette zone, car le volume impliqué dans la déformation visqueuse ne doit rencontrer aucune surface de l'échantillon autre que la surface supérieure. La géométrie de la surface nous indique également que des zones soumises à des contraintes bien moins élevées que celles régnant sous l'indenteur joue un rôle dans la déformation.

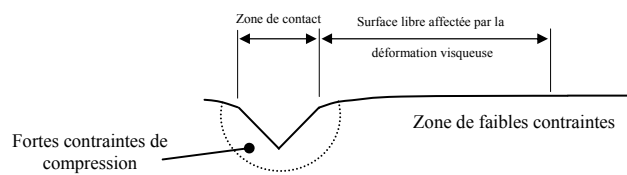


Figure 2-55 : Géométrie de l'échantillon après un essai d'indentation fluage.

#### 4.1.5. Discussion

##### 4.1.5.1. Comparaison des différents essais d'indentation fluage

Comme on peut le voir sur la Figure 2-56, quel que soit le type d'indenteur utilisé, ou la charge appliquée, les valeurs de viscosités mesurées dans cette étude suivent toutes la même évolution, et l'erreur relative est inférieure à 15 %. La méthode de dépouillement des courbes de déplacement en fonction du temps est donc reproductible pour les différentes géométries d'indenteur. La plage des charges pouvant être imposées pour une température donnée est restreinte, car la résolution du capteur de déplacement et les fluctuations thermiques ne nous permettent pas de mesurer une variation de  $u(t)$  trop lente. D'autre part, l'étendue de la fenêtre de mesure du capteur de déplacement est trop petite pour des cinétiques trop rapides. Toutefois, dans cette plage, pour une géométrie d'indenteur donnée, la mesure de la viscosité est reproductible.

Intéressons-nous maintenant au champ de contraintes engendré par la pénétration de l'indenteur en fonction de sa géométrie. Dans la zone proche du contact, les contraintes engendrées sont très grandes et majoritairement de compression. La contrainte normale moyenne développée sous un indenteur Vickers pour une charge de 5 N à température ambiante est  $\sigma_{v \text{ moy}} = -6,85 \text{ GPa}$ , alors que pour la même charge, la contrainte moyenne sous l'indenteur cylindrique est seulement  $\sigma_{c \text{ moy}} = -45 \text{ MPa}$ . La Figure 2-56 nous enseigne qu'aux quatre températures étudiées avec l'indenteur cylindrique, les mesures de viscosité sont toujours légèrement supérieures aux mesures relatives aux deux autres types d'indenteurs. Mais, cette tendance étant comprise dans l'erreur de mesure, on ne peut pas parler ici de comportement rhéofluidifiant. En effet, l'augmentation de la viscosité reste faible (en moyenne 20 %).

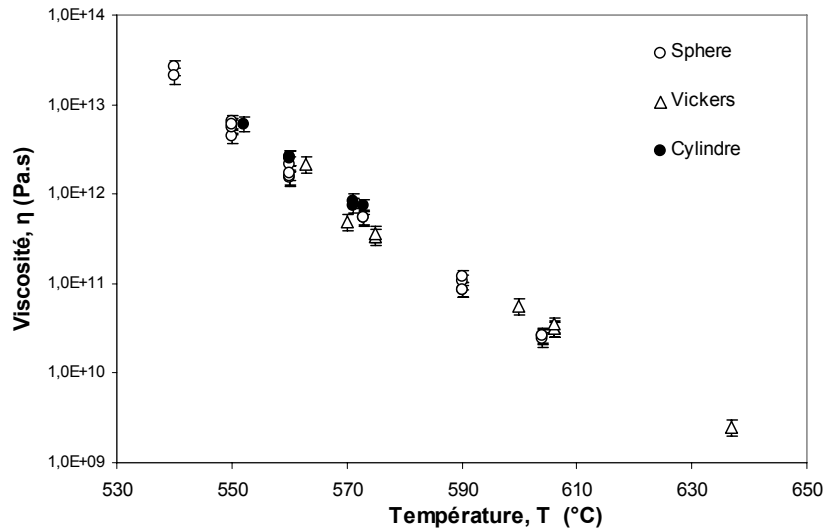


Figure 2-56 : Viscosités mesurées pour différentes températures avec différentes géométries d'indenteur.

#### 4.1.5.2. Choix du coefficient de Poisson

La Figure 2-57 présente les résultats de plusieurs études sur la viscosité du verre à vitre standard pour des températures situées de part et d'autre de la  $T_g$ . Les points correspondant au Planilux® sont représentés par des symboles pleins, les autres verres sont des verres à vitre de compositions proches de celle du Planilux®. Comme on peut le voir sur la Figure 2-57, nos valeurs sont décalées par rapport à celles de Duffrène [67] de Rouxel et Sangleboeuf [13] et de Sipp et al. [68] aux mêmes températures. Duffrène a mesuré la viscosité du Planilux® au moyen d'essais de traction uniaxiale, de compression uniaxiale et de traction sur ressort entre  $T_g$  et  $T_g + 50$  °C. Les valeurs mesurées par Duffrène sont inférieures de 0,3 unité de l'axe des ordonnées en moyenne, ce qui nous donne un facteur  $10^{0,3} \approx 2$  compte tenu de l'échelle log. Ce rapport s'explique en partie par le choix de l'auteur de fixer le coefficient de Poisson pour l'écoulement visqueux à une valeur de 0,5. Dans notre étude, le coefficient de Poisson a été choisi arbitrairement comme celui mesuré à température ambiante ( $\nu = 0,21$ ) en faisant l'hypothèse qu'il varie peu lors de l'élévation de la température. Or, comme le montre le Tableau 6 (dernière ligne), la viscosité mesurée en régime permanent est proportionnelle à  $(1 - \nu)$  quelle que soit la géométrie de l'indenteur. Par conséquent, en utilisant la même valeur de  $\nu$  que Duffrène, les viscosités obtenues diminueraient d'un facteur  $(1 - 0,5) / (1 - 0,21) = 1,58$ . Le rapport entre nos mesures et les siennes serait alors de seulement 1,26, ce qui, compte tenu des erreurs de mesures, est très proche. Les valeurs de Sipp et al., qui ont également fixé  $\nu$  à 0,5, restent cependant inférieures à nos mesures. Ces mesures ayant été réalisées en compression

La véritable question est la suivante : quelle valeur doit-on adopter pour le coefficient de Poisson ? On a vu dans le Chapitre 2, 2.1 (p. 45) que, s'il est pratique pour un traitement analytique du problème de prendre un  $\nu$  constant, ce paramètre n'a pas de raison de l'être, que ce soit au cours du temps ou dans l'espace (surtout pour un essai d'indentation, où les champs de contraintes et de déformations sont fortement hétérogènes). Si l'on considère que le coefficient de Poisson est bien dépendant du temps, il est facile de mesurer sa valeur pour des temps très courts, i.e. en tout début d'essai ( $\nu(t \approx 0)$ ), par une méthode comme l'échographie ultrasonore qui impose au matériau des vitesses de sollicitation très grandes. Par contre, pour mesurer  $\nu$  pour des temps plus longs, i.e. lorsque les phénomènes visqueux ont le temps de s'établir, d'autres types d'essais sont nécessaires. Ting [52] propose de déterminer la variation



de  $\nu$  au cours du temps par rapport aux rigidités de fluage  $G(t)$  et  $E(t)$  (respectivement rigidités de fluage de cisaillement et rigidités de fluage uniaxiale). Il applique, pour cela, l'analogie élasticité linéaire / viscoélasticité linéaire (Eq. 2-39) à la relation entre  $E$ ,  $G$  et  $\nu$  (Eq. 2-38), vraie en élasticité linéaire.  $G(t)$  et  $E(t)$  pouvant être déterminées au moyen d'essais de relaxation en cisaillement et en traction uniaxiale.

$$\nu = \frac{E}{2G} - 1 \quad \text{Eq. 2-38}$$

$$\nu(t) = \frac{1}{2G(t)} E(0) + \int_0^t \frac{1}{2G(t-t')} \frac{dE(t')}{dt'} dt' - 1 \quad \text{Eq. 2-39}$$

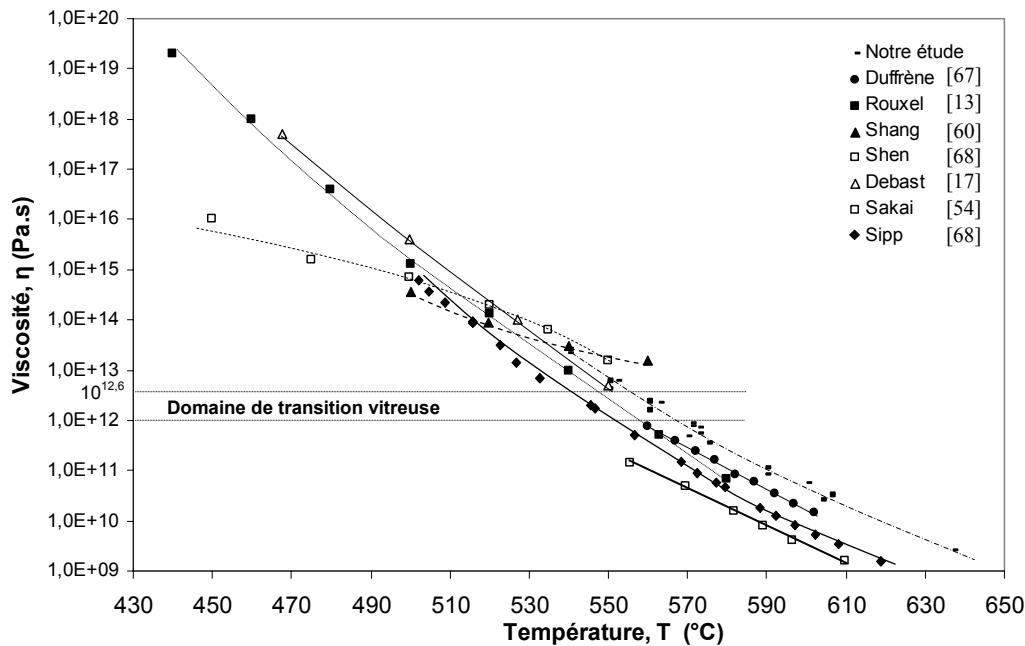


Figure 2-57 : Viscosité en fonction de la température, mesurée par différents types d'essais. Symboles pleins : Planilux®. Symboles vides : autres verres à vitre standards.

Cheng et Cheng [69] ont déterminé, par un calcul en éléments finis, la variation du coefficient de Poisson d'un matériau viscoélastique linéaire isotrope ayant une loi de comportement équivalente à une cellule de Kelvin associée en série à un ressort, pour la partie déviatorique des déformations, et un module de compressibilité constant. Les résultats montrent une variation importante de  $\nu$  :  $\nu(0) = 0,34$  ;  $\nu(\infty) = 0,48$  , mettant en évidence une tendance du matériau à se déformer de manière incompressible pour des temps longs. Il est donc pertinent de prendre une valeur proche de  $\nu = 0,5$  pour l'étude des phénomènes se déroulant une fois le régime permanent atteint, comme c'est le cas pour la mesure de la viscosité que nous avons réalisée. D'ailleurs, Duffrène [67], qui a mesuré le coefficient de Poisson à environ  $\nu = 0,22$  autour de  $T_g$  en spectroscopie par diffusion de Brillouin, utilise pour le calcul de la viscosité dans cette même plage de températures, la valeur  $\nu = 0,5$ . En effet, cette méthode de mesure de  $\nu$  fournit une valeur correspondant à des temps très courts compte tenu des grandes vitesses de sollicitations imposées (ondes mécaniques se propageant à la vitesse du son).

Pour calculer la valeur de la viscosité lorsque le régime permanent est établi, on peut donc donner au coefficient de Poisson la valeur  $\nu = 0,5$ . Par contre, pour calculer une expression fidèle de  $G(t)$  ou  $J(t)$  dans la partie transitoire de l'écoulement à partir d'un essai

d'indentation fluage ou relaxation, on ne peut pas se contenter d'une valeur constante. Une mesure préalable de la variation de  $v$  dans le temps est nécessaire.

#### **4.1.5.3. Verres stabilisés et verres non stabilisés**

La Figure 2-57(b) nous montre que les mesures de viscosités sous la  $T_g$  de Gilard et Debast [17] sont tout à fait dans le prolongement de nos mesures. Elles ont été réalisées par essais de fluage et de relaxation en compression sur un verre à vitre standard ayant une composition proche de celle du Planilux®. Les mesures de Shang et al. [60], par contre, comme celles de Shen et al. [70] divergent par rapport à ces dernières aux alentours de 530 °C. Cette différence est probablement due à l'histoire thermique de ces verres. Gilard et Debast ont travaillé sur un verre suffisamment recuit pour être stabilisé (c.f. Chap.1, 2.2.3) alors que Shen et Shang étudient un verre non stabilisé. Shang, par exemple, a réalisé avant ses essais un recuit de ses échantillons à  $T_g - 10$  °C pendant 1 heure, alors que Gilard et Debast précisent que le temps de stabilisation d'un verre peut atteindre 10 h à seulement 15 °C sous la  $T_g$  (pour un verre dont la  $T_g = 554$  °C).

Isard et Douglas [71], puis Gilard et Debast [17], ont mis en évidence que la viscosité d'un verre non stabilisé était plus faible que son équivalent stabilisé à la même température, et que, pour certaines températures, la viscosité du non stabilisé variait au cours de l'essai. Ce phénomène peut trouver une explication dans le concept de volume libre. En effet, nous avons vu précédemment que les verres non stabilisés avaient un volume excédentaire plus important (Chap.1, 2.2.3), et par conséquent, une quantité de volume libre plus grande. La mobilité de leurs unités structurales est donc plus grande, ce qui entraîne une diminution de la viscosité, et explique cet écart pour une même température. Le problème de stabilisation du verre ne se pose pas pour les essais réalisés à des températures au-delà de la température de transition vitreuse puisque le temps nécessaire à la stabilisation est alors très faible par rapport à la durée de l'essai. Notons que le temps de relaxation du verre à vitre à la  $T_g$  est d'environ 100 min.

#### **4.1.5.4. Enthalpie libre d'activation de l'écoulement**

Afin de faciliter leur comparaison, les valeurs de  $\Delta G_a$ , pour chaque étude présentée précédemment, ainsi que les plages de températures correspondantes ont été résumées sur la Figure 2-58. Les paramètres de la loi d'Arrhenius associée à nos mesures ont été identifiés comme les suivants :  $\{\eta'; \Delta G_a\} = \{1,83 \cdot 10^{-24} \text{ Pa.s}; 575 \text{ kJ/mol}\}$ , à partir de la courbe de la Figure 2-59(b). L'enthalpie libre d'activation de l'écoulement est la même que celle déterminée par Duffrène ( $\Delta G_a = 577 \text{ kJ/mol}$ ) [67] et très proche de celle de Sakai ( $\Delta G_a = 560 \text{ kJ/mol}$ ) [54] dans la même plage de températures (Figure 2-58). Ces valeurs sont également très proches des mesures de Cseh ( $\Delta G_a = 555 \text{ kJ/mol}$ ) [58] par indentation fluage (indenteurs cylindrique et sphérique) sur un verre silico-alcalin pour les mêmes températures. Debast et Gilard ( $\Delta G_a = 706 \text{ kJ/mol}$ ) [17] ainsi que Rouxel et Sangleboeuf ( $\Delta G_a = 705 \text{ kJ/mol}$ ) [13] obtiennent des valeurs plus élevées. Toutefois, la plage des températures testées est beaucoup plus vaste. De plus, les températures étudiées par ces auteurs sont en moyenne inférieures à 550 °C, il est logique qu'ils obtiennent alors un  $\Delta G_a$  différent. Ce qui revient à dire que la loi d'Arrhenius est valable seulement dans une plage de températures assez restreinte (typiquement  $\Delta T \approx 50$  °C). Shang et al. [60] obtiennent une valeur bien plus faible (288 kJ/mol) sur la plage de températures correspondant à ses essais (500 - 560 °C), et Shen [70] a lui déterminé une forte augmentation de  $\Delta G_a$  (142 kJ/mol - 609 kJ/mol) entre 450 et 550 °C. Ces diminutions peuvent être expliquées par le caractère non stabilisé des verres étudiés (cf.

paragraphe précédent) ou par un changement des mécanismes mis en jeu dans l'écoulement suivant la température [70]. Notons que la loi VFT (Eq. 1-10) décrivant au mieux la viscosité du Planilux® mesurée dans la présente étude est définie par les paramètres suivants (Figure 2-59(a)) :  $\{A; B; T_0\} = \{0,478; 3316; 302,8\}$  (cf. Eq. 1-11 pour les unités).

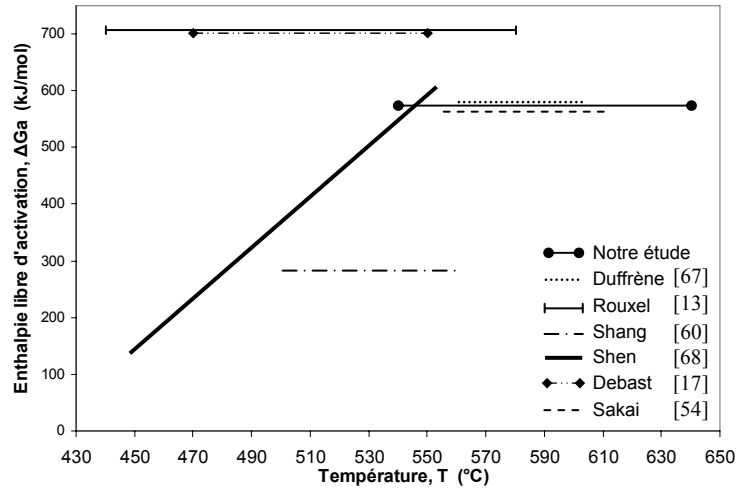


Figure 2-58 : Enthalpie libre d'activation sur la plage de température correspondante.

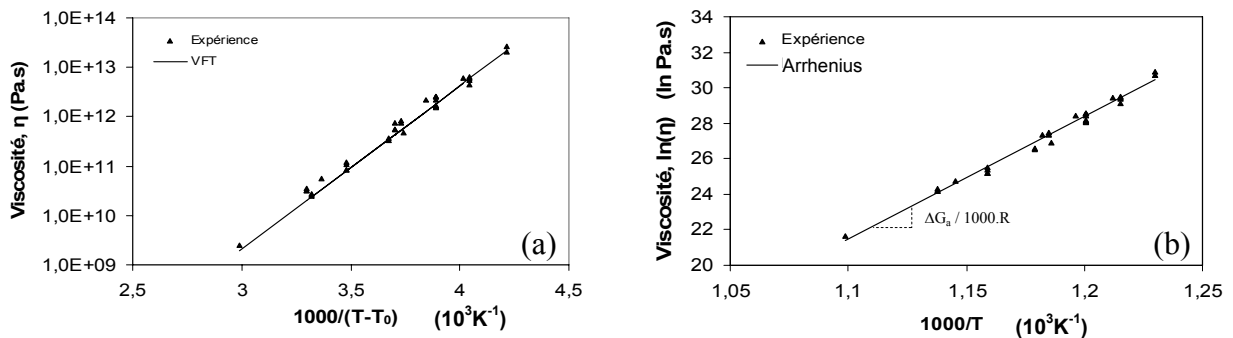


Figure 2-59 : Viscosité en fonction de la température comparée aux lois (a) VFT, (b) Arrhenius, représentées par des droites dans ces échelles.

#### 4.1.5.5. Influence du type de sollicitation imposée

Rouxel et Sangleboeuf [13] ont mesuré la viscosité du Planilux® en flexion trois points de 440 à 580 °C. Pour ces températures inférieures à la  $T_g$ , ils apportent des valeurs dans le prolongement de nos propres mesures et de celles de Duffrène. Par contre, les viscosités correspondant aux températures plus élevées sont plus basses. Cette divergence des mesures au-dessus de  $T_g$  amène à se demander si le modèle mécanique de la poutre en flexion classique, utilisé pour calculer la contrainte de traction maximale dans une section de la poutre, est encore valable à de telles températures. Cette remarque rejoint celle émise plus tôt, au sujet de l'essai de flexion sur les fibres de verre TAS (Chap.1, 3.2.4).

Duffrène, qui a mesuré la viscosité du Planilux® par trois méthodes différentes : traction, compression et traction de ressort (i.e. sollicitation principalement en cisaillement), affirme que les résultats issus de ces trois types d'essais sont très proches (erreur relative inférieure à 1 %), même si les mesures de viscosités en cisaillement pur sont très dispersées. Il

a de plus détecté un début de comportement rhéofluidifiant à 589 °C, pour un essai de traction à vitesse de déformation imposée  $\dot{\epsilon} = 5,5 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ , associée à une contrainte de  $\sigma = 70 \text{ MPa}$  en régime permanent. En conséquence, cette étude montre que, tant que l'on ne dépasse pas le seuil au-delà duquel la viscosité devient dépendante de la vitesse de déformation (caractère rhéofluidifiant), le type de sollicitation imposée n'a pas d'influence sur la viscosité.

#### **4.1.5.6. Conclusion sur l'indentation fluage du Planilux®**

L'étude sur le Planilux® a permis de tracer la courbe de la viscosité en fonction de la température entre 540 et 640 °C. Les viscosités mesurées s'étendent de  $2,5 \cdot 10^9$  à  $2,1 \cdot 10^{13} \text{ Pa.s}$ . Une loi d'Arrhenius, comportant une enthalpie libre d'activation de  $\Delta G_a = 575 \text{ kJ/mol}$ , a été déterminée comme étant une bonne approximation de cette évolution dans cette plage de températures. De plus, cette valeur de  $\Delta G_a$  est très proche des valeurs déterminées par d'autres auteurs pour les mêmes températures. Les mesures de viscosité que nous apportons sont en correspondance avec certaines des études réalisées aux mêmes températures. Elles s'inscrivent également dans le prolongement de mesures réalisées pour des températures inférieures aux nôtres. Cependant, certains auteurs comme Shen et al. ou Shang et al. ont déterminé une courbe de viscosité qui s'écarte de l'évolution précédemment décrite, pour des températures inférieures à la  $T_g$ . Nous avons vu que cette divergence pouvait s'expliquer par le caractère non stabilisé des verres testés. Au cours de cette campagne d'essais, aucun résultat n'a permis de mettre en évidence un quelconque comportement rhéofluidifiant.

De plus, ces essais ont conforté l'idée, souvent admise, que le coefficient de Poisson peut être assimilé à  $\nu = 0,5$  lorsque, au cours d'un essai de fluage, le régime devient permanent (i.e. les déformations sont uniquement visqueuses). Par contre, avant que ce régime ne soit établi,  $\nu$  connaît une variation qu'il est important de déterminer si l'on veut calculer précisément la souplesse et la rigidité de fluage  $J(t)$  et  $G(t)$ .

Au final, les résultats apportés par la campagne d'essais d'indentation fluage sur le verre Planilux® permettent d'affirmer que l'analogie élasticité linéaire / viscoélasticité linéaire appliquée aux résultats de Sneddon fournit une bonne description des phénomènes visqueux se produisant sous l'indenteur une fois le régime permanent établi.

## **4.2. Fluage du verre TAS**

### **4.2.1. Indentation fluage**

Le comportement viscoélastique du verre TAS, sous forme de fibre, a été caractérisé dans l'étude exposée dans le premier chapitre (cf. p. 27). Les modèles mis en place pour décrire son comportement à température ambiante comportent des temps caractéristiques très longs (plusieurs jours pour la recouvrance et 69 jours pour la relaxation). Des essais d'indentation fluage sur de telles durées n'étant pas envisageables, nous avons réalisé des essais sur une durée d'environ une journée pour étudier le comportement du verre en début de fluage. Les échantillons testés ont été découpés sur une des préformes à partir desquelles le verre est fibré. Nous avons d'abord utilisé de faibles charges afin d'éviter tout risque de fissuration, puis sommes monté en intensité au fur et à mesure des essais. Compte tenu de la précision de notre capteur de déplacement, le phénomène de fluage, qui est très faible à cette température, est indécélable pour des charges inférieures à 10 N. Nous avons donc utilisé la méthode de mesure du déplacement par essais de dureté classiques pour gagner en résolution.

Cette méthode, plus coûteuse en temps, consiste à réaliser des essais de dureté (i.e. on ne mesure ni le déplacement, ni la charge au cours de l'essai) à la charge voulue,  $P_0$ , pour différentes durées. Puis de mesurer les diagonales des empreintes réalisées par microscopie optique. Si l'on fait l'hypothèse que la longueur des diagonales de la surface de contact sous la charge maximale,  $2a$ , est très proche de la longueur des diagonales de l'empreinte résiduelle, on peut tracer la courbe du déplacement de l'indenteur en fonction du temps. En effet, la géométrie d'un indenteur Vickers permet d'écrire la relation suivante (Figure 2-3 et Figure 2-41) :

$$u_c = a \cdot \cot(74^\circ) \quad \text{Eq. 2-40}$$

Ainsi, chaque essai de dureté permet de tracer un point sur la courbe  $u_c(t)$ , son abscisse correspondant à la durée de l'essai, et son ordonnée à la valeur issue de Eq. 2-40.  $u_c(t)$  peut être ensuite analysée comme une courbe d'indentation fluage classique. Notons que le déplacement mesuré par cette méthode ne contient pas la partie élastique du déplacement, puisque la mesure s'effectue une fois la charge retirée.  $u_c$  correspond donc à la partie élastique différée (à condition que la mesure soit réalisée assez vite après la décharge pour éviter qu'elle ne se recouvre) et la partie visqueuse du déplacement.

La charge imposée a été fixée à 5 N et les mesures se sont étalées sur une durée de 1500 min. A cette charge, des fissures sont apparues au sommet des empreintes, mais leur effet sera négligé. La courbe de déplacement, qui est tracée sur la Figure 2-60(a), montre une très grande cinétique en début d'essai, puis une rapide décélération pour atteindre ce qui semble être un plateau, pour la durée d'observation, au bout d'environ 500 minutes. Ce comportement a déjà été observé lors des essais de courbure statique sur les fibres, il correspond à la composante élastique différée de la déformation. Il peut être décrit par une exponentielle étendue. Toutefois, la grandeur des temps caractéristiques des phénomènes viscoélastiques dans ce matériau à cette température est telle qu'il est difficile de caractériser fidèlement son comportement sur une durée aussi courte. Il serait intéressant de réaliser le même essai sur plusieurs jours, voir plusieurs mois (certaines fibres sont restées plus de 6 mois sur le dispositif de courbure statique).

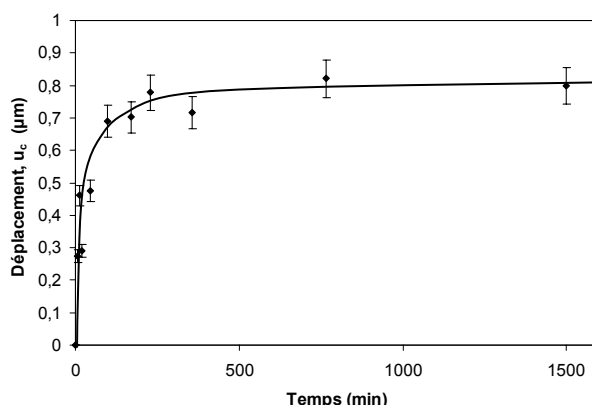


Figure 2-60 : Déplacement de l'indenteur en fonction du temps (Vickers,  $P_0 = 5$  N).

## 4.2.2. Comparaison avec la viscosité en température

La viscosité du verre TAS a été mesurée par un essai de fluage en compression, entre 140 et 310 °C, puis reportée sur la Figure 2-61(a) et (b). La valeur de la viscosité à température ambiante, déterminée par l'essai de courbure statique, apparaît également sur ces figures. Cette valeur correspond à la viscosité newtonienne du modèle de Burger représentant convenablement le comportement du matériau au cours des 30 premiers jours de la relaxation en courbure statique. La Figure 2-61 (b) montre que  $\eta$  a une évolution proche d'une loi d'Arrhenius au-dessus de la  $T_g$ , par contre la valeur à température ambiante (i.e. 100 °C sous  $T_g$ ) indique une forte divergence par rapport à cette loi pour les températures intermédiaires. Cette évolution rappelle celle observée par Shen et al. [70] ou Shang et al. [60] sur le verre à vitre et peut être attribuée au caractère non stabilisé du verre. Cette explication est aussi valable pour la fibre puisqu'elle subit une trempe lors de sa mise en forme. Elle est plus discutable dans le cas de l'échantillon indenté car il a été recuit.

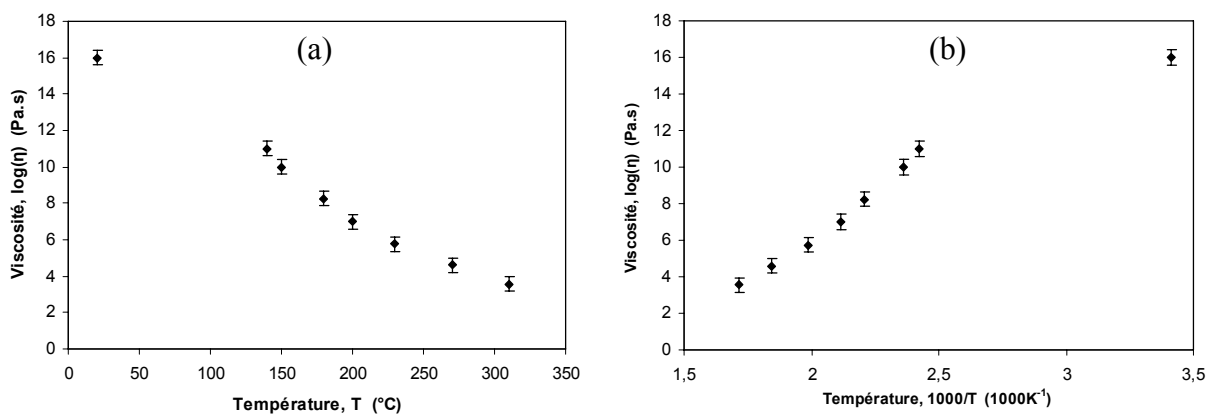


Figure 2-61 : Viscosité de verre TAS en fonction de la température ( $T_g = 137$  °C)  
(a) en fonction de T, (b) en fonction de  $1000/T$ .

## 4.3. Rhéologie du verre métallique $Zr_{55}Cu_{30}Al_{10}Ni_5$

### 4.3.1. Choix du verre métallique $Zr_{55}Cu_{30}Al_{10}Ni_5$ pour le calibrage

Le verre métallique massif à base de Zr a été employé comme matériau de calibrage de la souplesse de la chaîne d'effort de la machine. Ce choix s'est imposé pour les raisons suivantes :

1. Le volume élémentaire représentatif d'un matériau amorphe est, a priori, de l'ordre de quelques dizaines de nanomètres cube. Ainsi, il n'y a pas d'effet d'échelle pour notre machine de micro indentation et le matériau peut être considéré homogène.
2. Pour un matériau amorphe, l'élasticité est linéaire et isotrope. Par le biais de la rigidité de contact, on a donc accès au module élastique réduit :  $E_r = E / (1-\nu^2)$

Pour ces deux premiers points, un métal cristallisé présenterait une réponse dépendante du grain, ou du nombre de grains suivant la charge, dans la zone indentée. De plus, un grain étant une structure non isotrope, on ne pourrait obtenir directement le module réduit par la rigidité de contact.

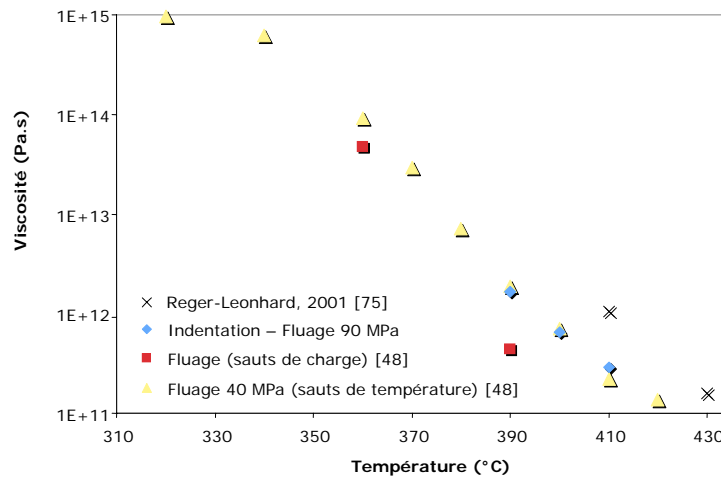
3. Contrairement aux autres verres inorganiques étudiés (verres d'oxydes et verres de chalcogénures), le verre métallique massif ne fissure pas pour des charges supérieures à 3 N (charge minimale de confiance de notre dispositif d'essai). Par conséquent, toute l'énergie dissipée lors d'un essai de charge/décharge, l'est dans la création de l'empreinte. Même s'il n'est pas prouvé, à notre connaissance, que la fissuration ait une influence sur l'élasticité de contact, l'utilisation de ce verre permet de s'affranchir de cette incertitude.
4. D'autre part, l'utilisation d'un verre d'oxydes, telle que la silice, pour un tel calibrage présente une autre incertitude. En effet, la densification sous l'indenteur (au sens modification de la densité du verre) pourrait générer une modification des propriétés élastiques. La rigidité élastique de contact ne serait alors plus celle déterminée, par exemple, par échographie ultrasonore. Une étude récente [74] montre que les verres métalliques sont très peu sujets à la densification sous l'indenteur et donc, à cette modification des propriétés élastiques associée.
5. Ce choix a tout de même un point négatif. En effet, calibrer la souplesse du montage nécessite le calcul du module d'élasticité réduit. Et celui-ci nécessite la connaissance de l'aire de contact projetée au maximum de la charge. La méthode utilisée par Loubet et al. [62] est basée sur la mesure des diagonales de l'empreinte dans le cas d'une indentation Vickers. Cependant, les verres inorganiques, comme les verres métalliques massifs, ont tendance à développer un bourrelet le long des faces de la pyramide, augmentant ainsi la surface réelle de contact. Si l'on ne tient pas compte de cet augmentation de surface, on aura tendance à sous estimer la souplesse machine lors du calibrage.

#### 4.3.2. Indentation fluage du verre métallique $Zr_{55}Cu_{30}Al_{10}Ni_5$

L'une des promesses du dispositif d'indentation à chaud est de caractériser le comportement viscoélastique de façon rapide et reproductible. Nous allons comparer les valeurs obtenus par le dispositif d'indentation à des essais de fluage et relaxation plus conventionnels.

Une précédente étude au laboratoire [48] sur le fluage en compression du verre métallique à base de Zr a permis de déterminer la viscosité entre 320 et 430 °C (la température de transition vitreuse est de 388 °C, par calorimétrie différentielle à 5 °C/min). De plus, entre 360 et 390 °C, le comportement a été vérifié comme étant newtonien pour des vitesses de déformation inférieures à  $10^{-4}s^{-1}$  et pour des contraintes inférieures à 50 MPa. La littérature confirme ce comportement pour ces faibles vitesses autour de la transition vitreuse [75]. Nous avons tenté de comparer ces résultats à des mesures réalisées par essais d'indentation fluage à trois températures autour de  $T_g$  ( $T = 390$  °C, 400 °C, 410 °C). Pour étudier une éventuelle influence de la contrainte, nous avons utilisé un indenteur cylindrique à fond plat de 375  $\mu m$  de diamètre. Les trois valeurs de viscosité obtenues sont placées sur la Figure 2-62, et comparées avec les résultats de Vaillant [48] (fluage à charge constante avec sauts de température, permettant également de déterminer les énergies d'activation du processus de déformation), ceux de fluage à température constante avec sauts de contraintes (de 5 à 45 MPa), issus de la même thèse (essais permettant de vérifier la linéarité du comportement visqueux), et ceux de Reger-Leonhard et al. [75] (rhéomètre à plateaux parallèles).

Une remarque préliminaire s'impose : les valeurs de viscosité semblent différer autour de  $T_g$  entre les deux séries de mesures de Vaillant [48]. Le temps passé à ces hautes températures et aux températures inférieures (une éprouvette a servi à plusieurs mesures) modifie l'histoire thermomécanique du matériau : des paramètres essentiels comme le volume libre ou le taux de cristallisation peuvent varier. Ceci étant, les mesures issues d'indentation fluage et de fluage avec sauts de température donnent les mêmes valeurs entre 390 °C et 410 °C et sont plus faibles que celles de Reger-Leonhard et al. [75] (Figure 2-62).



**Figure 2-62 : Viscosité en fonction de la température, mesurée par indentation fluage avec un indenteur cylindrique pour une charge de 10 N (90MPa) et en fluage en compression à 40 MPa.**

Ceci nous amène, d'une part, à valider notre dispositif de mesure de viscosité par indentation autour de la  $T_g$  sur un autre verre et, d'autre part, à vouloir à l'avenir comparer des essais de fluage et d'indentation fluage sur des échantillons ayant subi la même histoire thermomécanique. Cette préoccupation semble essentielle puisque la stabilité thermique des verres métalliques est très inférieure à celle des deux autres matériaux étudiés dans ce domaine (verre à vitre, verres de chalcogénures)

### 4.3.3. Essais de charge/décharge en température

Des essais d'indentation instrumentée Vickers en charge/décharge ont été réalisés à 300 °C pour une charge maximale de 5 N. Un exemple de courbe effort/déplacement est donné par la Figure 2-63. En supposant que la souplesse de la chaîne d'effort de la machine est la même à cette température qu'à température ambiante, et que le coefficient de Poisson ne varie pas avec la température (ce qui est une hypothèse forte mais semble justifiée pour certains matériaux amorphes), alors la rigidité de contact élastique nous donne accès au module d'Young :  $E = 77 \pm 6,7$  GPa.

Ces valeurs sont à comparer avec celles obtenues par Keryvin et al. [36], soit  $E = 75$  GPa, et par Gadaud et Pautrot [76], soit  $E = 83$  GPa. Cette dernière étude portait sur le même verre mais présentant des microcristallisations primaires (issues d'une contamination par l'oxygène) ayant une relative importance sur la valeur du module d'Young (82 GPa et 95 GPa pour ces deux échantillons à température ambiante, à comparer avec nos 88 GPa). La diminution de  $E$  avec la température (qui concerne essentiellement la matrice vitreuse) est



semblable dans les trois cas. Cependant, la grande variabilité (écart type de 6,7 GPa) semble indiquer qu'un protocole robuste doit être employé.

Enfin, la dureté, de 4,94 GPa à cette température, est à comparer avec les 5,1 GPa de Le Bourhis et Rouxel [49] (Figure 0-3). Ce qui représente un résultat satisfaisant.

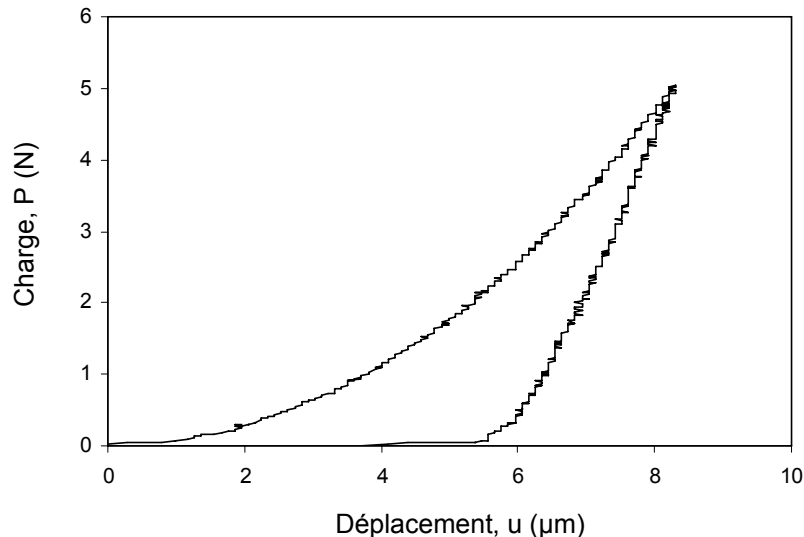


Figure 2-63 : Courbe effort/déplacement pour un essai de charge – décharge ( $T = 300\text{ °C}$ ,  $P_0 = 5\text{ N}$ )

En conclusion, nous pouvons dire, même si nous n'avons pas étudié à proprement parlé le comportement du verre métallique, que cette étude nous a permis :

- de calibrer la raideur de la machine à température ambiante.
- de confirmer la possibilité d'obtenir la viscosité autour de  $T_g$  pour un autre verre.
- d'obtenir des premiers résultats encourageants (à une seule température il est vrai) sur les mesures d'élasticité et de dureté en température.

Enfin, cela nous a permis, d'une part, de mettre en évidence les améliorations à apporter à la machine (calibrage de la chaîne d'effort en température) et, d'autre part, de nous rendre compte de l'influence de l'histoire thermique, et de la nécessité de la prendre en compte lors de l'étude d'un matériau peu stable autour de sa  $T_g$ .

#### 4.4. Rhéologie des trois verres

La Figure 2-64 résume l'ensemble des mesures de viscosités réalisées sur les trois types de verres étudiés, en fonction de l'inverse de la température normalisée par leur  $T_g$  respective. Seule la plage de température balayée pour le TAS est suffisamment étendue pour mettre en évidence le caractère non-arrhenien de ce verre qui caractérise la fragilité au sens d'Angell [77]. Pour le verre Planilux®, la plage de température est assez courte pour pouvoir approcher la variation de la viscosité par une loi d'Arrhenius. Toutefois, il a été montré [68] que sur une plage plus large ce verre n'avait plus le comportement d'un verre 'strong'.

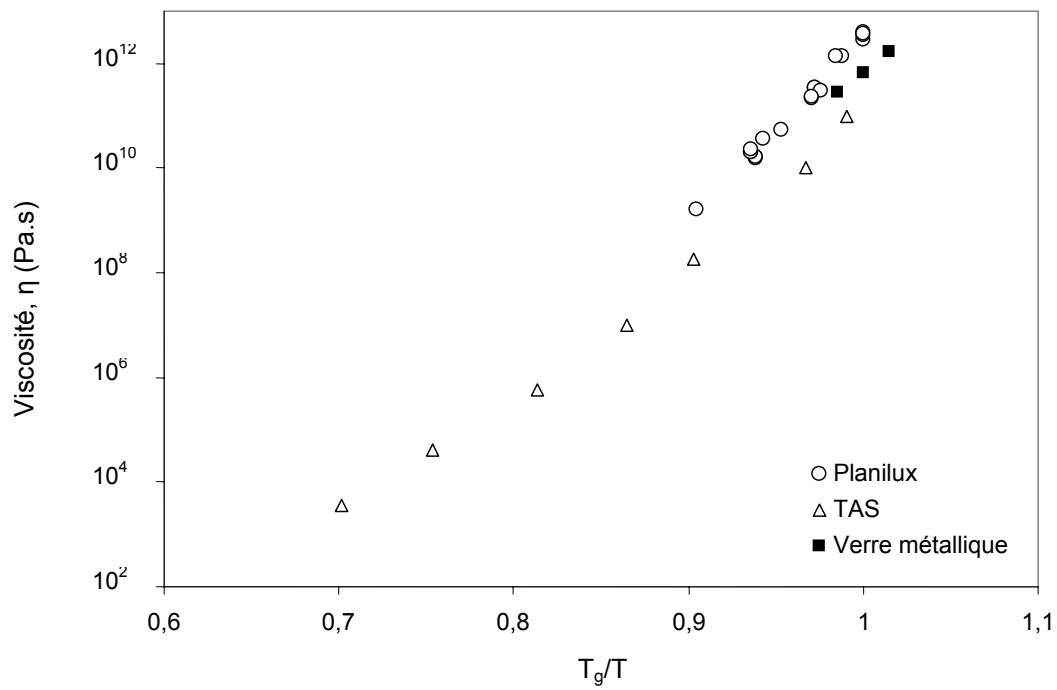


Figure 2-64 : Viscosité des trois verres étudiés en fonction de l'inverse de la température normalisée.



# CONCLUSION



# Conclusion

Le travail effectué au cours de ces trois années de thèse se divise en deux parties. Tout d'abord, nous avons conçu et réalisé une machine d'indentation instrumentée en température, et mis en place des outils permettant d'extraire des courbes tracées les paramètres viscoélastiques du matériau. Puis, nous avons étudié la rhéologie de trois types de verres à des températures où ils montrent un comportement viscoélastique. L'étude de ce comportement a été réalisée au moyen de deux types d'essais. Des essais conventionnels, comme l'essai de fluage en compression, et des essais moins courants comme l'essai de courbure statique ou la machine d'indentation instrumentée réalisée. Résumons maintenant les principaux résultats et avancées apportés par cette étude.

## La machine d'indentation :

Nous avons conçu et réalisé une machine d'indentation instrumentée capable d'effectuer des essais d'indentation fluage avec des indenteurs de différentes géométries pour des températures allant jusqu'à 640°C, ce qui constituait le principal objectif de cette étude. Des campagnes d'essais d'indentation fluage sur trois types de verres, autour de leur température de transition vitreuse, ont permis de mesurer des viscosités entre  $2,5 \cdot 10^9$  et  $2,1 \cdot 10^{13}$  Pa.s. Les résultats obtenus sur le verre à vitre Planilux® et le verre métallique  $Zr_{55}Cu_{30}Al_{10}Ni_5$  ont été confrontés à d'autres valeurs de viscosités mesurées sur les mêmes verres par diverses méthodes. La bonne correspondance avec ces mesures permet de valider la machine pour ce genre d'essais, mais aussi, de valider la méthode d'analyse des courbes d'indentation fluage. L'analogie élasticité linéaire / viscoélasticité linéaire appliquée aux résultats de Sneddon fournit donc une bonne description des phénomènes visqueux se produisant sous l'indenteur, une fois le régime permanent établi.

De plus, ces essais ont conforté l'idée, souvent admise, que le coefficient de Poisson peut être assimilé à  $\nu = 0,5$  lorsque, au cours d'un essai de fluage au-dessus de  $T_g$ , le régime devient permanent (i.e. les déformations sont uniquement visqueuses). Par contre, avant que ce régime ne soit établi,  $\nu$  connaît une variation qu'il est important de déterminer si l'on veut calculer précisément la souplesse de fluage  $J(t)$ .

Nous espérons atteindre des valeurs de viscosités supérieures mais, les effets des fluctuations thermiques ne permettent pas de réaliser des essais sur des durées trop longues. Par conséquent, les viscosités mesurées par cette machine peuvent difficilement aller au-delà de  $2 \cdot 10^{13}$  Pa.s.

Le calibrage de la machine, à température ambiante, a donné de bons résultats pour les mesures du module d'Young du Planilux®. Mais, un affinement ultérieur du calibrage sera nécessaire car les mesures effectuées sur deux autres matériaux ont montré une trop grande différence par rapport aux mesures par ultrasons.

## Le verre à vitre Planilux® :

L'étude sur le Planilux® a permis de tracer la courbe de la viscosité en fonction de la température entre 540 et 640 °C. Les viscosités mesurées s'étendent de  $2,5 \cdot 10^9$  à  $2,1 \cdot 10^{13}$  Pa.s. Une loi d'Arrhenius, comportant une enthalpie libre d'activation de  $\Delta G_a = 575$  kJ/mol, a été

déterminée comme étant une bonne approximation de cette évolution dans cette plage de températures. De plus, cette valeur de  $\Delta G_a$  est très proche des valeurs déterminées par d'autres auteurs pour les mêmes températures. Les mesures de viscosités que nous apportons sont en correspondance avec certaines des études réalisées aux mêmes températures. Elles s'inscrivent également dans le prolongement de mesures réalisées pour des températures inférieures aux nôtres. Cependant, certains auteurs ont déterminé une courbe de viscosité qui s'écarte de l'évolution précédemment décrite, pour des températures inférieures à la  $T_g$ . Nous avons vu que cette divergence pouvait s'expliquer par le caractère non stabilisé des verres testés. Au cours de cette campagne d'essais, aucun résultat n'a permis de mettre en évidence un quelconque comportement rhéofluidifiant sur ce matériau.

### **Le verre TAS :**

Le comportement viscoélastique du verre TAS, sous forme de fibres, a tout d'abord été étudié au moyen d'essais de courbure statique. Nous avons démontré qu'un modèle de Burger permettait de représenter fidèlement le comportement de la fibre au cours de sa relaxation pour des périodes inférieures à 30 jours. La fonction KWW nous fournit, par contre, sur toute la période de la relaxation, une très bonne approximation de l'évolution des contraintes. Pour la partie recouvrance, la seule représentation fidèle mise en évidence est une fonction KWW dont les paramètres changent en fonction de la durée de relaxation. Au final, la fonction exponentielle étendue constitue la meilleure représentation de l'évolution des contraintes et des déformations dans la fibre, aussi bien lors de la relaxation que lors de la recouvrance. Des essais sur une éprouvette massive du même matériau en compression n'ont pas permis de montrer le caractère visqueux du matériau à température ambiante. Par contre des essais d'indentation fluage réalisés par la méthode de dureté classique ont mis en évidence un comportement viscoélastique lors des 500 premières minutes de l'essai. L'évolution observée rappelle celle de la fonction KWW, c'est-à-dire une cinétique rapide en début de relaxation suivie d'une brusque décélération du phénomène. Toutefois, compte tenu de la courte durée de l'essai, comparée aux temps caractéristiques du matériau, il est impossible de déterminer des paramètres viscoélastiques pertinents à partir des courbes obtenues.

### **Le verre à vitre $Zr_{55}Cu_{30}Al_{10}Ni_5$ :**

Le verre métallique  $Zr_{55}Cu_{30}Al_{10}Ni_5$  a été choisi comme matériau étalon pour le calibrage de la raideur de la machine d'indentation, du fait de sa faible tendance à fissurer lorsqu'il est indenté. Des mesures de la raideur totale par essais de charge/décharge entre 3 et 14 N ont permis de déterminer une raideur machine, dépendante de la charge. Elle a été approchée par un polynôme du second degré.

Ce verre a été caractérisé par essais d'indentation fluage avec un indenteur cylindrique à trois températures différentes dans une plage de 20 °C au-dessus de la température de transition vitreuse. Les résultats obtenus, compris entre  $1,6 \cdot 10^{12}$  et  $2,8 \cdot 10^{11}$  Pa.s, concordent avec les mesures réalisées par essais de fluage en compression pour une contraintes normale deux fois inférieure. La charge imposée à l'indenteur cylindrique a été choisie de manière à se rapprocher le plus possible des conditions de l'essai de fluage par compression.

Des essais d'indentation en charge/décharge ont permis de déterminer une valeur du module d'Young à 300 °C,  $E = 77 \pm 6,7$  GPa, proche des résultats d'autres études sur le même

verre. La forte dispersion des valeurs nous indique qu'une amélioration de la robustesse de la machine ou du protocole de mesure en température est nécessaire.

### **Perspectives :**

La machine d'indentation instrumentée en température n'a été entièrement validée que pour le verre Planilux®. En effet, les mesures de viscosité du verre métallique n'ont été réalisées que pour une seule géométrie d'indenteur. Il serait très intéressant de confirmer ces résultats encourageants par une nouvelle campagne d'essais sur un autre verre, dont la viscosité a déjà été déterminée par d'autres moyens expérimentaux.

Une des limites de la machine est imposée par l'effet des fluctuations thermiques sur la mesure du déplacement. Une reconception partielle de celle-ci, visant à diminuer ces dilatations thermiques parasites, permettrait de mesurer des valeurs de viscosités au-delà de la limite actuelle de  $2.10^{13}$  Pa.s.

Une fois le calibrage de la raideur à température ambiante affiné, il faudra réaliser le même calibrage en température. Il pourra se faire à partir d'un matériau étalon dont les valeurs de E et  $\nu$  sont connues en température (par exemple : verre Sialon, verre métallique).

Au final, cette machine pourra permettre de caractériser :

- l'élasticité en température (essai de charge/décharge).
- le comportement viscoélastique (indentation fluage et relaxation).
- la dureté à chaud

De plus, compte tenu de la grande liberté de pilotage qu'elle permet, des essais cycliques (fatigue, fatigue fluage) pourraient être mis en place sans grande modification.





# REFERENCES



## Références

- [1] J. Zarzycki, *Les verres et l'état vitreux*, Ed. Masson, (1982).
- [2] R.H. Doremus, *Glass Science*, Ed. Wiley, New York, p.1-2, (1994).
- [3] W.H. Zachariasen, *The atomic arrangement in glass*, J. Am. Chem. Soc., **54**, (1932), 3841-3851.
- [4] G. N. Greaves, J. Non-Cryst. Solids, **71**, (1985), S123.
- [5] R. M. Van Ginhoven, H. Jónsson and L. R. Corrales, Physical Review B, **71**, (2005), 204-208.
- [6] A. Pilkington, Proc. R. Soc. London A, **314**, (1969), 1-25.
- [7] G. H. Frischat, C. R. Chimie, **5**, (2002), 759-763.
- [8] K.W. Peter, J. Non-Cryst. Solids, **5**, (1970), 103-115.
- [9] H. Ji, V. Keryvin, T. Rouxel and T. Hammouda, **55**, 12, (2006), 1159-1162
- [10] J.D. Mackenzie and R.P. Laforce, Nature, **197**, (1963), 480-481.
- [11] V. Le Houérou, *Scratchability of soda-lime silica glass*, Thèse de Doctorat, Université de Rennes 1, (2005).
- [12] S. Dériano, *Conception chimique de verres silicates à hautes performances mécaniques*, Thèse de Doctorat, Université de Rennes 1, (2002).
- [13] T. Rouxel and J-C. Sanglebœuf, J. Non-Cryst. Solids, **271**, (2000), 224-235.
- [14] H. Scholze, *Glass : Nature, Structure and properties*, Ed. Springer, Berlin, (1991)
- [15] M.H. Cohen and D. Turnbull, J. Chem. Phys., **31**, (1959), 1164.
- [16] F. Spaepen, Acta Metall., **25**, (1977), 407.
- [17] J. Debast and P. Gilard, *Compte-rendus de Recherche IRSIA, Travaux de Centre Technique et Scientifique de l'Industrie Belge du Verre*, Vol 1 N° 32, Chap. 2, pp.61, (1965).
- [18] G.Couarraze and J-L. Grossiord, *Initiation à la rhéologie*, 3<sup>e</sup> éd, Tech & Doc, (2000).
- [19] J.H. Simmons, R. Ochoa and D. Simmons, J. Non-Cryst. Solids, **105**, (1988), 313-322.
- [20] G. Adam and J.H. Gibbs, J. Chem. Phys., **43**, (1965), 139.
- [21] T. Lakatos, L-G. Johansson and B. Simmingsköld, Glass Technol., **13**, (1972), 88-95.
- [22] J.D. Ferry, J. Am. Chem. Soc., **72**, (1950), 3746.
- [23] M.L. Williams, R.F. Landel and J.D. Ferry, J. Am. Chem. Soc., **77**, (1955), 3701.
- [24] A.K. Doolittle and D.B. Doolittle, J. Applied Phys., **28**, (1957), 901.
- [25] G. Fulcher, J. Am. Ceram. Soc., **6**, (1925), 339.
- [26] R. Gy, L. Duffrène and M. Labrot, J. Non-Cryst. Solids, **175**, (1994), 103-117.
- [27] C.R. Kurkjian, Phys. Chem. Glasses, **4**, (1963), 128.
- [28] S.M. Rekhson, *Glass Science and Technology, vol. 3, Viscosity and Relaxation*, Ed. Uhlmann and Kreidl, Academic Press, New York, (1986).
- [29] W-T. Han and M. Tomozawa, J. Am. Ceram. Soc., **73** [12] (1990), 3626-32.
- [30] J.H. Simmons, R.K. Mohr and C.J. Montrose, J. Applied Phys., **53**, (1982), 4075-4080.
- [31] A.S. Argon, *Glass Science and Technology, Vol. 5, Elasticity and Strength of Glasses*, Ed. Uhlmann and Kreidl, Academic Press, New York, Chap. 3, pp.79-98, (1980).
- [32] G.W. Scherer, *Relaxation in glass and Composites*, Ed. J. Wiley & Sons Inc., New York, Chap. 3-4, p.29-51 (1986).
- [33] K.Trachenko and M.T. Dove, Phys. Rev. B **70**, 132202 (2005).

- [34] K.L. Ngai, *J. Non-Cryst. Solids*, **131-133**, (1991) 80-83
- [35] R.G. Palmer, D.L. Stein, E. Abrahams and P.W. Anderson, *Phys. Rev. Lett.*, **53**, (1984), 958.
- [36] V. Keryvin, M-L. Vaillant, T. Rouxel, M. Huger, T. Gloriant and Y. Kawamura, *Intermetallics*, **10**, (2002), 1289–1296.
- [37] J. Keirsse, C. Boussard-Plédel, O. Loréal, O. Sire, B. Bureau, P. Leroyer, B. Turlin and J. Lucas, *Vibrational Spectroscopy*, **32**, (2003), 23-32.
- [38] S. Hocdé, O. Loréal, O. Sire, C. Boussard-Plédel, B. Bureau, B. Turlin, J. Keirsse, P. Leroyer and J. Lucas, *J. Biomed. Optic*, **9**, (2004), 404-407.
- [39] P. Lucas, D. LeCoq, C. Junker, J. Collier, D. Boesewetter, C. Boussard, B. Bureau and M. Riley, *Applied Spect.*, **59**, (2005), 1-9.
- [40] K. Michel, B. Bureau, C. Boussard-Plédel, T. Jouan, J.L. Adam, K. Staubmann and T. Baumann, *Sensor and Actuators B*, **101**, (2004), 252-259.
- [41] C. Pouvreau, M. Drissi-Habti, K. Michel, B. Bureau, J.C. Sangleboeuf, C. Boussard-Plédel, T. Rouxel and J.L. Adam, *J. Non-Cryst. Solids*, **316**, (2003), 131-137.
- [42] J.P. Guin, T. Rouxel, V. Keryvin, J.C. Sangleboeuf, I. Serre and J. Lucas, *J. Non-Cryst. Solids*, **298**, (2002), 260-269.
- [43] U. Senapati and A.K. Varshneya, *J. Non-Cryst. Solids*, **197**, (1996), 210-218.
- [44] X.H. Zhang, H.L. Ma, C. Blanchetière and J. Lucas, *J. Non-Cryst. Solids*, **161**, (1993), 327-330.
- [45] S. Timoshenko, *Strength of Materials*, Part 1, Ed. Van Nostrand Reinhold, New York, Chap. 4, (1955).
- [46] B.O. Mysen, D. Virgo and C.M. Scarfe, *Am. Miner.*, **65**, (1980), 690-710.
- [47] C.A. Angell, P.A. Cheeseman and S. Tamaddon, *Science*, **218**, (1982), 885-887
- [48] M-L. Vaillant, *Stabilité physico-chimique et propriétés mécaniques d'un verre métallique massif ZrCuAlNi de l'ambiante à 600 °C*, Thèse de Doctorat, Université de Rennes 1, (2003).
- [49] E. Le Bourhis and T. Rouxel, *J. of Non-Cryst. Solids*, **316**, 1, (2003), 153-159,
- [50] I.N. Sneddon, *Int. J. Engng. Sci.*, **3**, (1965), 47-57
- [51] E.H. Lee and J.R.M Radok, *Journal of Applied Mechanics*, **27**, (1960), 438-444.
- [52] T. C. T. Ting, *Journal of Applied Mechanics*, **33**, (1966), 845-854.
- [53] J.C.M. Li, *Mat. Sci. and Engng.*, **A322**, (2002), 23-42.
- [54] M. Sakai and S. Shimizu, *J. Non-Cryst. Solids*, **282**, (2001), 236-247.
- [55] A.E.H. Love, *Philos. Trans. R. Soc. A*, **228**, (1929), 377.
- [56] A.E.H. Love, *Quart. J. Math.*, **10**, (1929), 161.
- [57] F. Yang and J.C.M. Li, *J. Non-Cryst. Solids*, **212**, (1997), 136-142.
- [58] G. Cseh, *Indentation creep for the investigation of high temperature plastic behaviour*, Ph. D. dissertation, Department of General Physics, Eötvös Loránd University, (2000).
- [59] R.W. Douglas, W.L. Armstrong, J.P. Edward and D. Hall, *Glass Tech.*, **62**, (1965), 52.
- [60] H. Shang, T. Rouxel, M. Buckley, and C. Bernard, *J. Mater. Res.*, **21**, n°3,(2006), 632-638
- [61] H. Shang and T. Rouxel, *J. Am. Ceram. Soc.*, **9**, (2005), 2625-2628.
- [62] J.L. Loubet, J.M. Georges and G. Meille, *Materials Science and Engineering*, ASTM STP 889, P.J. Blau and B.R. Lawn, Philadelphia, (1986), 73-89.
- [63] W.C. Oliver and G.M. Pharr, *J. Mater Res.*, **7**, (1992), 1564-83.
- [64] W.C. Oliver and G.M. Pharr, *J. Mater Res.*, **19**, (2004), 3-20.
- [65] M. Troyon, L. Huang, *J. Mater. Res.*, **20**, **5**, (2005), 610-617.
- [66] R.F. Cook and G.M. Pharr, *J. Am. Ceram. Soc.*, **73** [4], (1990), 787-817.

- [67] L. Duffrene, *Comportement viscoélastique d'un verre silico-sodocalcique dans le domaine des températures intermédiaires : approche phénoménologique et modélisation en triaxialité*, Thèse de Doctorat, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, (1994).
- [68] A. Sipp, D. R. Neuville, P. Richer, *J. Non-Cryst. Solids*, **211**, (1997), 281-293.
- [69] Y.T. Cheng and C.M. Cheng, *Materials Science and Engineering*, R **44**, (2004), 91-149.
- [70] J. Shen, D.J. Green, R.E. Tressler and D.L. Shelleman, *J. Non-Cryst. Solids*, **324**, 3, (2003), 277-288.
- [71] J.O. Isard and R.W. Douglas, *J. Soc. Glass Technol.*, **39**, (1955), 83-98
- [72] M. Huger, *Oxydation et endommagement d'origine thermique, évalués par techniques ultrasonores à haute température, de composites SiC/C/SiC non protégés*, Thèse de doctorat, Université de Limoges, (1992).
- [73] L. Landau and E. Lifshitz, *Theory of Elasticity*, Theoretical Physics, Vol 7, 3<sup>rd</sup> Ed., Ed. Butterworth-Heinemann, (1986).
- [74] S. Yoshida, J-C. Sangleboeuf, T. Rouxel, *J. Mater. Res.*, **20**, 12, (2005), 3404-3412.
- [75] A. Reger-Leonhard, M. Heilmaier, J. Eckert, *Scripta Mater.*, **43**, (2000), 459-464.
- [76] P. Gadaud and S. Pautrot, *J. Non-Cryst. Solids*, **316**, 1, (2003), 146-152
- [77] C.A. Angell, *J. Non-Cryst. Solids*, **131-133**, (1991), 13-31



# **ANNEXES**





# 1. Les verres métalliques massifs

Un verre métallique est, comme son nom l'indique, un alliage métallique vitreux. Historiquement, le premier verre métallique, un Au-Si trempé à des vitesses très élevées ( $10^6$  K/s), a été obtenu en 1960 par Duwez aux USA. Pendant les trente ans qui ont suivi, les verres métalliques étaient produits uniquement sous la forme de fils ou de rubans très fins. A partir de 1990, la mise au point de nouvelles compositions permettant une vitrification à des vitesses de refroidissement plus lentes ( $<10$ K/s), a ouvert la porte à la fabrication de verres métalliques massifs mis en forme par coulée et moulage. La composition du verre métallique massif sur lequel nous avons travaillé est la suivante :  $Zr_{55}Cu_{30}Al_{10}Ni_5$  (moles), ses propriétés sont indiquées dans le Tableau 5.

| $\rho$ (g/cm <sup>3</sup> ) | E (GPa) | $\nu$ | $T_g$ (°C) | DSC 5°/min |
|-----------------------------|---------|-------|------------|------------|
| 6,83                        | 87,9    | 0,368 | 388        |            |

Tableau 11 : Principales propriétés thermomécaniques du verre métallique  $Zr_{55}Cu_{30}Al_{10}Ni_5$ .

Pour mettre en forme des verres métalliques massifs, plusieurs procédés sont employés. Le coulage dans un moule de cuivre permet par exemple de former des bruts d'une épaisseur de l'ordre du centimètre. La projection d'alliage par basculement du creuset après chauffage par arcs électriques permet d'obtenir des bruts de mêmes dimensions.

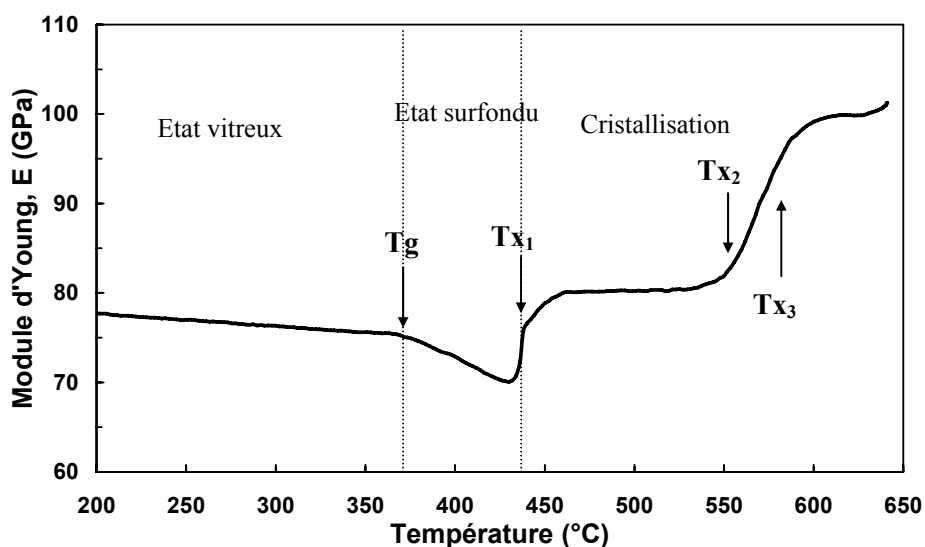


Figure 0-1 : Variation du module d'Young en fonction de la température pour un verre métallique massif  $Zr_{55}Cu_{30}Al_{10}Ni_5$  [48].

La Figure 0-1 illustre l'influence de la température sur le module d'Young du verre métallique [48]. Ces mesures à hautes températures ont été réalisées sur un dispositif de mesure in situ de module d'Young à haute température. Le principe est de calculer le module d'Young E à partir de la vitesse de propagation d'une onde ultrasonore en mode barre longue. On remarque qu'à partir de  $T_g$ , la vitesse de décroissance du module d'Young augmente rapidement. La variation de la viscosité du verre métallique en fonction de la température obtenue par essai de fluage en compression est représentée sur la Figure 0-2 [48]. L'auteur précise que la valeur de  $\eta$ , à une température donnée, ne dépend pas de la charge appliquée.

Ce verre montre donc un caractère newtonien en compression, pour les vitesses (ou les contraintes) de fluage étudiées. La Figure 0-3 présente la variation de la dureté Vickers en fonction de la température pour ce verre métallique massif mesurées par Le Bourhis et Rouxel [49] (vitesse de charge – décharge : 10 mm/min, temps de maintien de la charge maximale : 30 s, charges maximales : < 500 g). La courbe commence à s'infléchir franchement avant la  $T_g$  (pour environ  $T = T_g / 0,8$ ), mettant en évidence une augmentation sensible de la vitesse d'écoulement du matériau dès ces températures. Ces résultats, traduisant les comportement mécanique du verre  $Zr_{55}Cu_{30}Al_{10}Ni_5$  autour de sa  $T_g$ , nous permettrons de critiquer nos propres mesures par indentation instrumentée à la fin du chapitre 2.

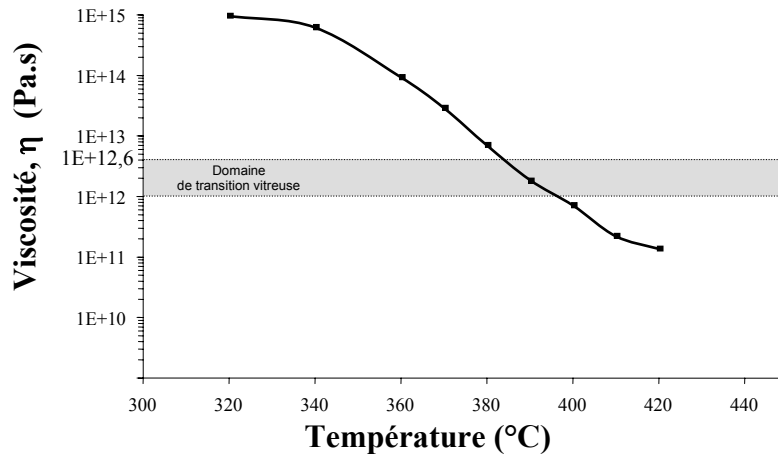


Figure 0-2 : Viscosité en cisaillement en fonction de la température pour un verre métallique  $Zr_{55}Cu_{30}Al_{10}Ni_5$  pour une contraintes de compression de 40 MPa [48].

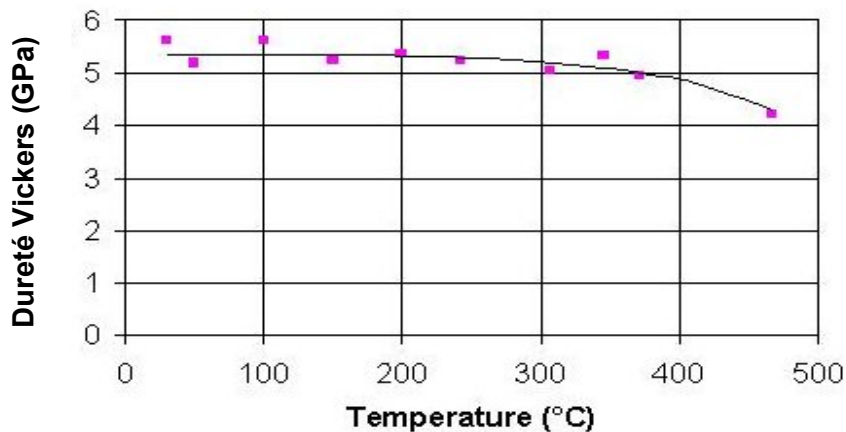


Figure 0-3 : Dureté Vickers du verre métallique massif  $Zr_{55}Cu_{30}Al_{10}Ni_5$  en fonction de la température [49].

## 2. Relation force – déplacement en viscoélasticité linéaire pour différentes géométries d'indenteur

### 2.1. Indenteur cylindrique à fond plat

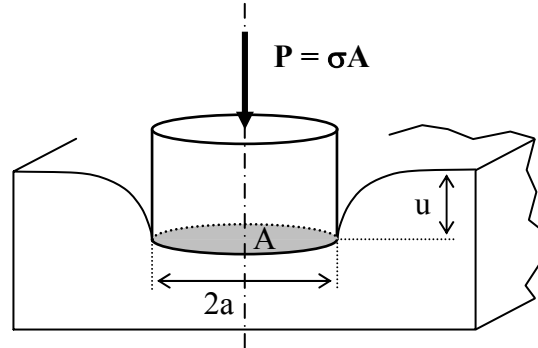


Figure 0-4 : Représentation 3D d'un indenteur cylindrique sous charge.

Nous allons dans cette partie faire l'inventaire des différents essais d'indentation (géométries de l'indenteur, modes de chargement...) et des relations associées qui permettent d'obtenir les paramètres caractérisant le comportement viscoélastique. L'indenteur cylindrique à fond plat a l'avantage de conserver une aire de contact constante au cours de l'essai. Il nécessite en contrepartie un bon parallélisme entre la surface inférieure de l'indenteur et la surface indentée pour obtenir en début de pénétration un contact plan/plan. D'après Sneddon, la loi de comportement élastique pour ce problème est :

$$P_e(t) = \frac{4aG}{1-\nu} u(t) \quad \text{Eq. 0-1}$$

En appliquant le principe de superposition de Boltzmann :

$$P(t) = \frac{4a}{1-\nu} \left( u(0).G(t) + \int_0^t G(t-t') \frac{du(t')}{dt'} dt' \right) \quad \text{Eq. 0-2}$$

$$u(t) = \frac{1-\nu}{4a} \left( P(0).J(t) + \int_0^t J(t-t') \frac{dP(t')}{dt'} dt' \right) \quad \text{Eq. 0-3}$$

**Essai à vitesse constante :**

En posant  $u(t) = v_0.t$ , Eq. 0-2 devient :

$$P(t) = \frac{4a.v_0}{1-\nu} \int_0^t G(t-t') dt' \quad \text{Eq. 0-4}$$

D'où :

$$G(t) = \frac{1-\nu}{4a.v_0} \frac{dP(t)}{dt} \quad \text{Eq. 0-5}$$

**Essai à charge constante :**

En posant  $P(t) = P_0$  Eq. devient :

$$u(t) = \frac{(1-\nu).P_0}{4a} J(t) \quad \text{Eq. 0-6}$$

D'où :

$$J(t) = \frac{4a}{(1-\nu)P_0} u(t) \quad \text{Eq. 0-7}$$

Les deux essais définis plus haut permettent de tracer  $G(t)$  et  $J(t)$  à partir des mesures d'effort et de déplacement. A partir de ces courbes, on peut déterminer les paramètres de ces fonctions. La Figure 0-5 donne un exemple de tracé de la souplesse de fluage à partir de la mesure du déplacement au cours d'un essai d'indentation à charge constante, en utilisant l'Eq. 0-7

**Exemple :** traçons la courbe issue de Eq. 0-7:

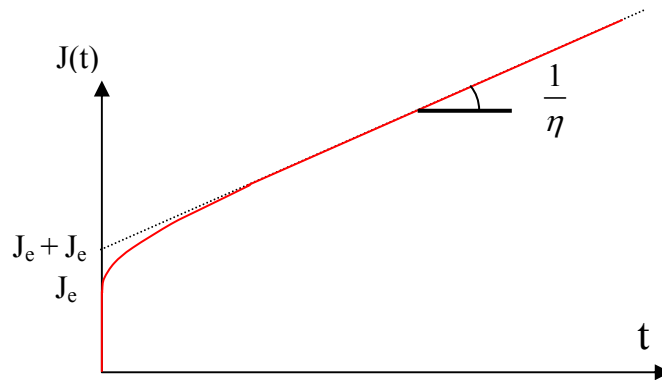


Figure 0-5 : Souplesse de fluage issue d'un essai de à charge constante.

Une fois le régime permanent établi, i.e.  $t$  est assez grand pour que  $\Phi(t)$  soit proche de 0, on obtient la viscosité à partir de la pente de la courbe.

$$\eta = \frac{(1-\nu)P_0}{4ai} \quad \text{pour } t \text{ assez grand.} \quad \text{Eq. 0-8}$$

La souplesse élastique d'équilibre est représentée par l'intersection de l'asymptote avec l'axe des ordonnées. Quant à la souplesse élastique instantanée, elle correspond à  $J(t=0)$  et se lit directement sur la courbe. Le dernier paramètre à identifier est la fonction de retard,  $\Phi(t)$ . En soustrayant l'asymptote à la courbe de  $J(t)$ , on obtient le tracé de la fonction  $(J_e - J_0).\Phi(t)$ , qu'il reste à identifier par une fonction appropriée.

## 2.2. Indenteur sphérique

Contrairement à l'indenteur cylindrique à fond plat, l'orientation de l'axe d'un indenteur sphérique ne doit pas être nécessairement de grande qualité. De plus, pour que les équations établies auparavant restent vraies, la profondeur de pénétration  $u$  doit être très inférieure au rayon  $R$ .

### Loi viscoélastique :

D'après Sneddon, la loi de comportement élastique pour ce problème est :

$$P_e(t) = \frac{4}{3\gamma^{3/2}} \frac{\sqrt{2R}}{1-\nu} . G.u^{3/2}(t) \quad \text{Eq. 0-9}$$

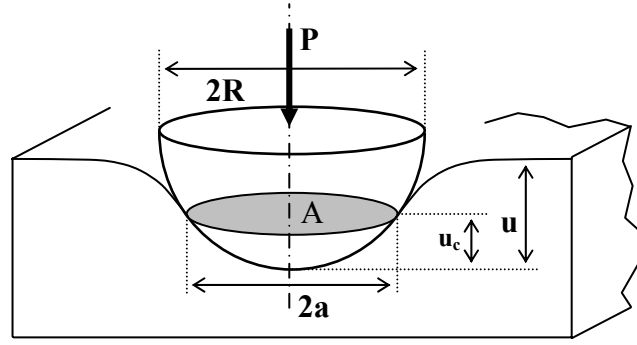


Figure 0-6 : Représentation 3D d'un indenteur sphérique sous charge.

En appliquant le principe de superposition de Boltzmann :

$$P(t) = \frac{4}{3\gamma_c^{3/2}} \frac{\sqrt{2R}}{1-\nu} \cdot \left( u^{3/2}(0) \cdot G(t) + \int_0^t G(t-t') \frac{du^{3/2}(t')}{dt'} dt' \right) \quad \text{Eq. 0-10}$$

$$u^{3/2}(t) = \frac{3\gamma_c^{3/2}}{4} \frac{1-\nu}{\sqrt{2R}} \cdot \left( P(0) \cdot G(t) + \int_0^t J(t-t') \frac{dP(t')}{dt'} dt' \right) \quad \text{Eq. 0-11}$$

**Essai à vitesse constante :**

En posant  $u(t) = v_0 \cdot t$ , Eq. 0-10 devient :

$$P(t) = \frac{2\sqrt{2R}}{1-\nu} \left( \frac{v_0}{\gamma_c} \right)^{3/2} \cdot \int_0^t G(t-t') t'^{1/2} dt' \quad \text{Eq. 0-12}$$

Difficile d'en déduire  $G(t)$ , mais cela est possible en passant par les transformées de Laplace.

**Essai à charge constante :**

$$\text{En posant } P(t) = P_0, \text{ Eq. 0-11 devient : } u^{3/2}(t) = \frac{3\gamma_c^{3/2}}{4} \frac{1-\nu}{\sqrt{2R}} P_0 \cdot J(t) \quad \text{Eq. 0-13}$$

$$\text{D'où : } J(t) = \frac{4\sqrt{2R}}{3\gamma_c^{3/2} (1-\nu) P_0} u^{3/2}(t) \quad \text{Eq. 0-14}$$

Cette dernière relation permet de tracer  $J(t)$  puis de déterminer ses paramètres de la même manière que précédemment.

$$\eta = \frac{3\gamma_c^{3/2} (1-\nu) P_0}{4 \sqrt{2R}} \left[ \frac{du^{3/2}(t)}{dt} \right]^{-1} = \frac{3\gamma_c^{3/2} (1-\nu) P_0 \cdot t}{4 u^{3/2} \sqrt{2R}} \quad \text{pour } t \text{ assez grand.} \quad \text{Eq. 0-15}$$

Douglas propose lui une expression de la viscosité légèrement différente, dans laquelle  $\nu$  n'apparaît pas puisqu'il est fixé à  $1/2$  [58] et [59] :

$$\eta = \frac{9P_0 \cdot t}{32u^{3/2} \sqrt{2R}} \quad \text{Eq. 0-16}$$

## 2.3. Indenteur pyramidal

C'est la géométrie la plus utilisée pour les essais d'indentation.

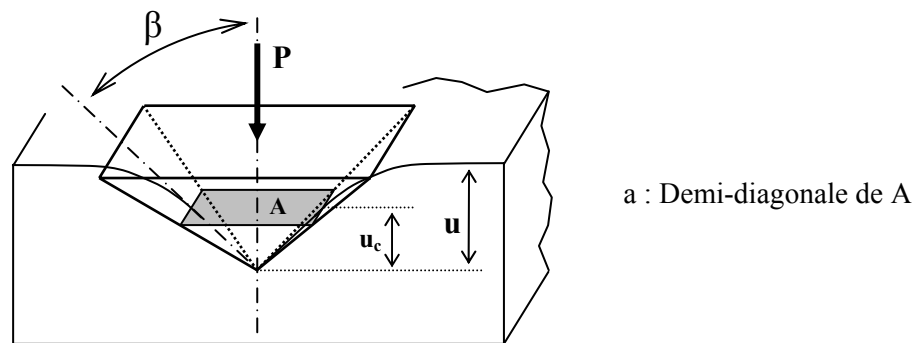


Figure 0-7 : Représentation 3D d'un indenteur pyramidal sous charge.

### Loi viscoélastique :

La plupart du temps, on assimile les indenteurs de type Vickers ou Berkovitch à un indenteur conique équivalent dont l'angle  $\alpha_{eq}$ . La détermination de  $G(t)$ ,  $J(t)$  et  $\eta(t)$  se fait alors comme pour un indenteur conique.

### Calcul de $\alpha_{eq}$ :

Par définition, un indenteur pyramidal quelconque a une aire de contact projetée  $A$ , égale à celle de son cône équivalent  $A_{cône}$ , pour une même profondeur de contact  $u_c$  :

$$A(u_c) = A_{cône}(u_c) \quad \text{Eq. 0-17}$$

Or, la relation entre  $A_{cône}$  et  $u_c$ , dépendante du demi-angle au sommet  $\alpha_{eq}$ , est la suivante :

$$A_{cône} = \pi \cdot a^2 = \pi \cdot u_c^2 \cdot \tan^2(\alpha_{eq}) \quad \text{Eq. 0-18}$$

L' Eq. 0-17 devient alors :

$$A = \pi \cdot u_c^2 \cdot \tan^2(\alpha_{eq}) \quad \text{Eq. 0-19}$$

Ce qui permet d'exprimer  $\tan(\alpha_{eq})$  :

$$\tan(\alpha_{eq}) = \frac{\sqrt{A/\pi}}{u_c} \quad \text{Eq. 0-20}$$

Compte tenu de la géométrie de l'indenteur Vickers (Figure 2-3), on peut écrire :

$$A_{Vickers} = 2a^2 = 2 u_c^2 \tan^2 \beta \quad \text{Eq. 0-21}$$

L'indenteur Vickers a donc pour angle équivalent :  $\alpha_{eq V} = 70,23^\circ$

Pour l'indenteur Berkovich :  $\alpha_{eq B} = 70,3^\circ$

### 3. Calcul de la relaxation de la contrainte dans une cellule de Burger

Les lois de comportement des éléments composant le modèle de Burger sont les suivantes :

$$\sigma_{el} = E \cdot \varepsilon_{el} \quad \text{Eq. 0-22}$$

$$\sigma_{\eta} = \eta \cdot \dot{\varepsilon}_{\eta} \quad \text{Eq. 0-23}$$

$$\sigma_d = E_d \cdot \varepsilon_d + \eta_d \cdot \dot{\varepsilon}_d \quad \text{Eq. 0-24}$$

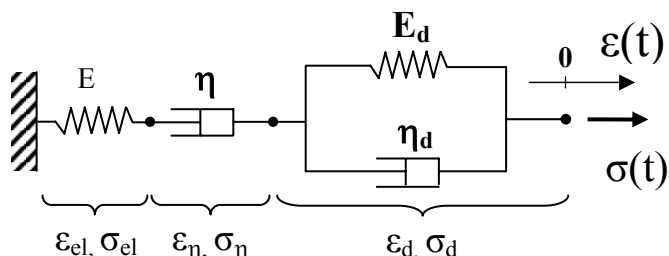


Figure 0-8 : Représentation du modèle de Burger, contraintes et déformations des éléments.

Ces éléments sont liés en série, il en découle les relations suivantes :

$$\varepsilon = \varepsilon_{el} + \varepsilon_{\eta} + \varepsilon_d \quad \text{Eq. 0-25}$$

$$\sigma = \sigma_{el} = \sigma_{\eta} = \sigma_d \quad \text{Eq. 0-26}$$

En dérivant l'Eq. 0-25 et en y injectant l'Eq. 0-22, l'Eq. 0-23 et l'Eq. 0-24, on obtient :

$$\dot{\varepsilon} = \frac{1}{\eta} \sigma + \left( \frac{1}{E} + \frac{1}{E_d} \right) \dot{\sigma} - \frac{\eta_d}{E_d} \ddot{\varepsilon}_d \quad \text{Eq. 0-27}$$

$\ddot{\varepsilon}_d$  peut être exprimé en dérivant deux fois l'Eq. 0-22 et l'Eq. 0-23 et en remplaçant dans l'Eq. 0-25 :

$$\ddot{\varepsilon}_d = \ddot{\varepsilon} - \frac{1}{\eta} \dot{\sigma} - \frac{1}{E} \ddot{\sigma} \quad \text{Eq. 0-28}$$

$$\ddot{\varepsilon} = \frac{1}{\eta} \dot{\sigma} + \frac{1}{E} \ddot{\sigma} + \ddot{\varepsilon}_d \quad \text{Eq. 0-29}$$

La loi de comportement du modèle est obtenue de remplaçant  $\ddot{\varepsilon}_d$ , donné par l'Eq. 0-29 dans l'Eq. 0-27 :

$$\frac{d}{dt} \left[ \frac{\eta_d}{E_d} \dot{\varepsilon} + \varepsilon \right] = \frac{1}{\eta} \sigma + \left[ \frac{1}{E} + \frac{1}{E_d} + \frac{\eta_d}{\eta E_d} \right] \dot{\sigma} + \frac{\eta_d}{E \cdot E_d} \ddot{\sigma} \quad \text{Eq. 0-30}$$

Au cours de la relaxation  $\dot{\varepsilon}$  reste constant, donc l'Eq. 0-30 devient :

$$\frac{\eta_d}{E \cdot E_d} \ddot{\sigma} + \left[ \frac{1}{E} + \frac{1}{E_d} + \frac{\eta_d}{\eta E_d} \right] \dot{\sigma} + \frac{1}{\eta} \sigma = 0 \quad \text{Eq. 0-31}$$

La solution de cette équation différentielle du second ordre est la suivante :

$$\sigma(t) = \frac{\sigma_0}{\alpha - \beta} \left[ \left( \alpha - \frac{E_d}{\eta_d} \right) \exp(-\alpha t) - \left( \beta - \frac{E_d}{\eta_d} \right) \exp(-\beta t) \right] \quad \text{Eq. 0-32}$$



Où  $\sigma_0 = \varepsilon_0.E$ , et  $\alpha$  et  $\beta$  sont les racines de l'équation suivante:

$$x^2 - \left( \frac{E}{\eta} + \frac{E}{\eta_d} + \frac{E_d}{\eta_d} \right) x + \frac{E.E_d}{h.\eta_d} = 0 \quad \text{Eq. 0-33}$$

## 4. Echographie ultrasonore

Les mesures des modules d'élasticité sont effectuées par échographie ultrasonore en utilisant la méthode « pulse-echo ». Le principe est basé sur la mesure de la vitesse de propagation d'ondes dans le matériau étudié. Ces ondes sont de deux types : longitudinales (ondes de compression) et transversales (ondes de cisaillement). Elles sont transmises au matériau par l'intermédiaire de transducteurs piézo-électriques de 10 MHz (un pour chaque type d'onde) qui sont excités par un générateur d'impulsions. L'onde se propage au sein de l'échantillon et va se réfléchir en suivant les lois de Snell-Descartes sur la face opposée de l'échantillon. Le signal réfléchi est récupéré et transmis après amplification à un oscilloscope numérique dont la base de temps est synchronisée avec le « pulse » de départ (Figure III- 9). Le signal observé est donc constitué du « pulse » de départ (« pulse » envoyé par le transducteur) suivi de plusieurs échos dont le nombre dépend de la qualité de la jonction transducteur/matériau (assurée par un gel couplant), de la sensibilité de la chaîne de mesure et bien entendu des caractéristiques mécaniques du matériau qui va amortir l'amplitude des échos suivant une loi sensiblement exponentielle. Connaissant l'épaisseur  $e$  de l'échantillon testé, il suffit de mesurer l'intervalle de temps  $\tau$  séparant deux échos successifs pour calculer la vitesse de propagation  $v$  de l'onde dans le matériau. Elle s'écrit :

$$v = \frac{2e}{\tau} \quad \text{Eq. 0-34}$$

*Remarque : pour améliorer la précision de la mesure, il est conseillé de mesurer  $\tau$  sur plusieurs échos.*

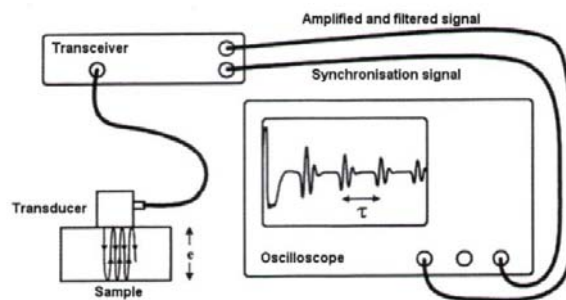


Figure 0-9 : Chaîne de mesure des modules élastiques par échographie ultrasonore [72].

Pour un matériau élastique linéaire, isotrope et homogène de masse volumique  $\rho$ , dont l'épaisseur est grande devant la longueur d'onde du signal (pour notre dispositif,  $\lambda \approx 0,62$  mm en longitudinal et  $\lambda \approx 0,23$  mm en transversal), le module d'Young  $E$  et le coefficient de Poisson  $\nu$  s'expriment respectivement par les relations suivantes [73]:

$$E = \rho \left( \frac{3v_L^2 - 4v_T^2}{\frac{v_L^2}{v_T^2} - 1} \right) \quad \nu = \frac{E}{2\rho v_T^2} - 1 \quad \text{Eq. 0-35}$$

Unités: Masse volumique  $\rho$  en  $\text{kg.m}^{-3}$   
 Vitesses longitudinales  $v_L$  et transversales  $v_T$  en  $\text{m.s}^{-1}$   
 Module d'Young  $E$  en Pa

Compte tenu du principe de mesure et de la taille des transducteurs piézo-électriques ( $\varnothing = 8$  mm), trois paramètres sont importants concernant l'échantillon :

- l'épaisseur de l'échantillon (il faut éviter que deux échos successifs ne se superposent).
- les dimensions transverses de l'échantillon qui doivent être supérieures à celle du transducteur pour limiter les effets de bords.
- le parallélisme et l'état de surface (poli miroir) des deux faces de l'échantillon servant à la mesure.

$\rho$  est la densité, elle est obtenue par la méthode de la double pesée qui entraîne une erreur relative de mesure de  $\pm 5\%$ .  $E$  et  $\nu$  sont, pour leur part, mesurés avec une précision inférieure à  $\pm 0,5$  GPa et 0,01 respectivement.