



HAL
open science

Développement de la caractérisation du comportement local à haute température des alliages métalliques par micro indentation

Xiongjie Liu

► **To cite this version:**

Xiongjie Liu. Développement de la caractérisation du comportement local à haute température des alliages métalliques par micro indentation. Mécanique [physics.med-ph]. Université de Technologie de Compiègne, 2017. Français. NNT : 2017COMP2326 . tel-01560537

HAL Id: tel-01560537

<https://theses.hal.science/tel-01560537>

Submitted on 11 Jul 2017

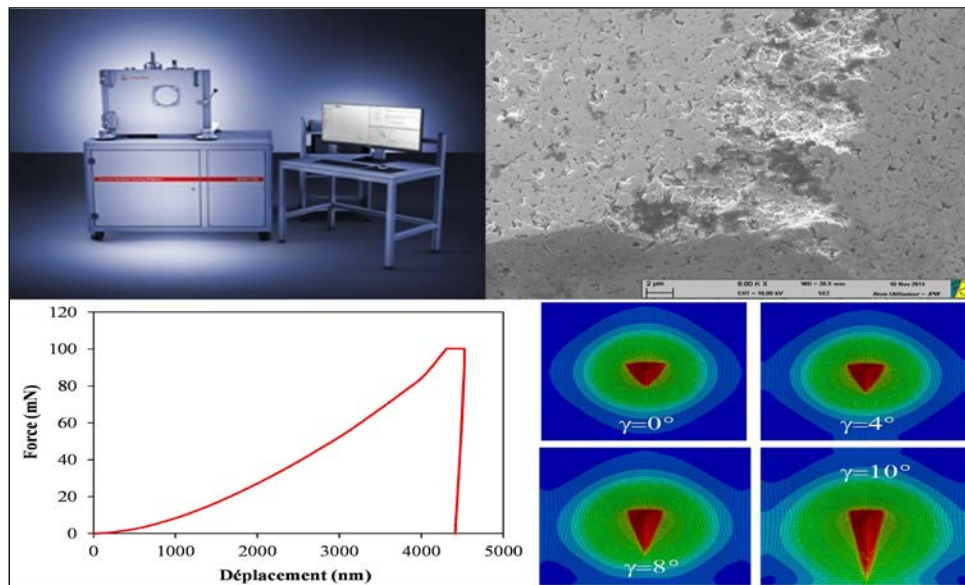
HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

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.

Par Xiongjie LIU

Développement de la caractérisation du comportement local à haute température des alliages métalliques par micro indentation

Thèse présentée
pour l'obtention du grade
de Docteur de l'UTC



Soutenu le 18 janvier 2017

Spécialité : Mécanique Avancée : Unité de recherche en Mécanique -
Laboratoire Roberval (UMR-7337)

D2326



Université de Technologie de Compiègne

Laboratoire Roberval UTC – UMR CNRS 7337

Spécialité : Mécanique Avancée

Développement de la caractérisation du comportement local à haute température des alliages métalliques par micro indentation

Thèse de Doctorat

Défendue publiquement le 18 Janvier 2017 par

Xiongjie LIU

Jury de Soutenance

Saïd HARIRI	Ecole des Mines de Douai	Rapporteur
Manuel FRANCOIS	Université de Technologie de Troyes	Rapporteur
Bertrand BELLATON	Anton Paar TriTec SA	Examineur
Maxence BIGERELLE	Université de Valenciennes	Examineur
Marion RISBET	Université de Technologie de Compiègne	Examineur
Mohamed RACHIK	Université de Technologie de Compiègne	Directeur de thèse
Jérôme FAVERGEON	Université de Technologie de Compiègne	Directeur de thèse

Remerciements

Les travaux présentés dans cette thèse ont été réalisés au Laboratoire Roberval de l'Université de Technologie de Compiègne (UTC), sous la direction de Mohamed RACHIK, en codirection avec le professeur Jérôme FAVERGEON.

Tout d'abord, mes premiers remerciements s'adressant à Messieurs Mohamed RACHIK et Jérôme FAVERGEON. Leurs compétences scientifiques et leurs conseils ont bien dirigé cette thèse et m'ont permis de maîtriser les connaissances et réaliser au mieux ces travaux de recherche. Leur soutien, leur patience et leur encouragement constants tout au long de ma thèse m'ont toujours stimulé dans mes investigations numériques et expérimentales. Les nombreuses questions et discussions dans leurs bureaux et en face des tableaux sont présentes dans les différentes études de ce mémoire.

Je tiens aussi à remercier Messieurs Bertrand BELLATON et Marcello CONTE, le directeur et le chercheur dans l'entreprise Anton Paar, pour leur soutien et leur collaboration sur les études des propriétés des matériaux de pointe et la réalisation des essais de nanoindentation à haute température au sein de leur laboratoire.

Je remercie également Messieurs Gérard MARICHAL et Jean Patrick WTYKLO ainsi que M^{elle} Isabelle VELLUET, techniciens de notre laboratoire pour leurs aides sur la partie des observations microscopiques et des essais mécaniques à chaud.

J'exprime ma gratitude aux membres du jury pour m'avoir fait l'honneur d'accepter d'évaluer mes travaux de thèse, aux rapporteurs de cette thèse Saïd HARIRI et Manuel FRANCOIS et aux examinateurs Bertrand BELLATON, Maxence BIGERELLE et Marion RISBET pour la lecture attentive de mon manuscrit de thèse.

Je n'oublie pas mes collègues et amis, de qui j'ai beaucoup appris et sur qui je me suis toujours appuyé. J'espère que nous pourrons garder pour toujours notre amitié.

Pour finir, je tiens à remercier ma campagne Di LIU, mes parents Shuhua ZHU et Yuanliang LIU, et toute ma famille. Merci de se préoccuper de moi à travers la distance, et pour m'avoir soutenu dans les moments difficiles.

Sommaire

Introduction générale.....	1
Chapitre 1. Etude bibliographique.....	5
1.1. Description du comportement mécanique	6
1.1.1. Comportement élastique.....	6
1.1.2. Comportement plastique.....	7
1.1.2.1. Critères de plasticité	7
1.1.2.2. Ecrouissage.....	8
1.1.3. Comportement élasto-viscoplastique.....	9
1.1.3.1. Modèle Bicouche.....	10
1.1.3.2. Modèle unifié viscoplastique.....	11
1.2. Essais de caractérisation à température élevée	12
1.2.1. Essai de traction à chaud	13
1.2.2. Essai de fluage.....	14
1.2.3. Essai de relaxation.....	16
1.2.4. Essai de dureté.....	16
1.2.5. Essai d'indentation à haute température.....	19
1.2.5.1. Etat de l'art de l'indentation instrumentée en température.....	20
1.2.5.2. Différents types d'indenteur	22
1.2.5.3. Modèle d'Oliver et Pharr.....	23
1.2.5.4. Fluage par indentation	27
1.2.5.5. Facteurs influents.....	29
1.2.5.5.1. Rugosité de surface.....	29
1.2.5.5.2. Profondeur initiale de pénétration	30
1.2.5.5.3. Effet de taille en indentation.....	30
1.2.5.5.4. Souplesse de l'appareil d'indentation.....	32
1.2.5.5.5. Phénomène de piling-up et de sinking-in	33
1.2.5.5.6. Rayon de courbure du sommet de la pointe.....	34
1.2.5.6. Difficultés pour la conception de l'appareil à haute température	37
1.2.5.6.1. Matériaux pour l'indenteur à haute température	37
1.2.5.6.2. Dérive thermique	39
1.3. Conclusion.....	41
Chapitre 2. Aide à la conception du microindenteur.....	43
2.1. Modélisation Eléments Finis de l'essai d'indentation.....	43

2.1.1.	Températures choisies pour la simulation	43
2.1.2.	Propriétés des matériaux.....	43
2.1.2.1.	Matériaux de pointe à l'étude	44
2.1.2.2.	Les contre matériaux étudiés	45
2.1.3.	Analyse de l'essai d'indentation à l'aide d'un modèle axisymétrique	48
2.1.4.	Analyse de l'essai d'indentation à l'aide d'un modèle 3D	51
2.2.	Etudes de sensibilité	55
2.2.1.	Influence d'un revêtement	55
2.2.2.	Influence d'un défaut d'alignement.....	57
2.3.	Détermination des paramètres principaux de l'essai d'indentation à chaud.....	60
2.3.1.	Rappel des spécifications initiales.....	60
2.3.2.	Détermination de la profondeur minimale.....	61
2.3.2.1.	Critère géométrique	61
2.3.2.2.	Critère de faisabilité d'identification inverse	63
2.3.3.	Détermination de la force minimale requise.....	63
2.3.4.	Conclusion.....	64
2.4.	Synthèse.....	65
Chapitre 3. Vérification de la stabilité des pointes d'indentation sur différents contre-matériaux à haute température.....		67
3.1.	Matériaux pour l'indenteur.....	67
3.2.	Contre-matériaux.....	68
3.3.	Présentation du dispositif d'essai et préparation des échantillons.....	70
3.4.	Protocole expérimental	73
3.5.	Résultats des essais.....	74
3.5.1.	Pointe B ₄ C + Contre-matériau Waspaloy (Alliage Base Nickel).....	74
3.5.2.	Pointe B ₄ C + Contre-matériau Acier 316L	75
3.5.3.	Pointe WC + Contre-matériau Acier 316L.....	80
3.5.4.	Pointe WC + Contre-matériau Waspaloy (Alliage Base Nickel)	84
3.5.5.	Pointe Diamant + Contre-matériau Aluminium	90
3.6.	Conclusion.....	94
Chapitre 4. Réalisation des essais de nano-indentation à hautes températures		97
4.1.	Matériaux de l'étude.....	97
4.2.	Géométrie d'échantillon	100
4.3.	Appareil d'essai de nano-indentation à haute température.....	100
4.3.1.	Système de fixation d'échantillon	101

4.3.2.	Système de chauffage	102
4.4.	Protocole d'essai et grandeurs mesurées lors d'indentation	102
4.4.1.	Mesure de la force et du déplacement	103
4.4.2.	Mesure de température	104
4.5.	Essais sur l'Inconel 625	105
4.5.1.	Résultats des essais de nano-indentation en force contrôlée	106
4.5.2.	Résultats des essais de nano-indentation en pénétration contrôlée.....	109
4.5.3.	Analyse	110
4.6.	Essais sur le Cu OFHC	112
4.7.	Conclusion.....	116
	Conclusions	117
	Perspectives	118

Liste des figures

Figure 2.1 : Représentation rhéologique du modèle bicouche	10
Figure 2.2 : Représentation rhéologique du modèle unifié.....	11
Figure 1.3 : Machine de traction à chaud [19].....	13
Figure 1.4 : Comparaison de la courbe de traction conventionnelle et la courbe rationnelle [20]	14
Figure 1.5 : Courbe typique de fluage et les différentes étapes du fluage [23]	15
Figure 1.6 : Représentation schématique d'un essai de relaxation typique [24]	16
Figure 1.7 : Différents types de pénétrateur (a) Pénétrateur pyramidal (b) Pénétrateur conique (c) Pénétrateur cylindrique (d) Pénétrateur sphérique [25]	17
Figure 1.8 : Description d'un essai de dureté Rockwell [27]	19
Figure 1.9 : Les températures maximales publiées d'indentation pour différentes configurations systématiques et publications par an au cours des dernières années [49].....	22
Figure 1.10 : Schéma de différents types de pointe et d'empreintes correspondantes [53].....	22
Figure 1.11 : Comparaison des aires de contact réelle et projetée d'un indenteur pyramidal .	23
Figure 1.12 : Description de la géométrie d'indentation utilisée dans l'analyse Oliver et Pharr [76, 77]	24
Figure 1.13 : Courbe force-pénétration d'un essai d'indentation sur un cycle complet charge-décharge et Grandeurs utilisées dans l'analyse [77].....	24
Figure 1.14 : Représentation schématique d'une courbe charge-déplacement et paramètres nécessaires à l'analyse [83].....	26
Figure 1.15 : Courbe schématique d'un essai de fluage par indentation [89]	28
Figure 1.16 : Représentation du fluage au début de la décharge [92]	28
Figure 1.18 : Représentation de définition du paramètre R_a définis par rapport à la ligne moyenne	29
Figure 1.19 : L'erreur de la pénétration initiale de l'indenteur [102]	30
Figure 1.20 : Correspondance entre la relation du modèle de Nix et Gao et les données de dureté de micro-indentation pour les cuivres et l'argent [114].....	31
Figure 1.21 : Dureté de l'oxyde de magnésium mesuré par la nanoindentation et la microindentation [123]	32
Figure 1.22 : Détermination expérimentale de la souplesse de l'appareil [93]	33
Figure 1.23 : Illustration du pilling-up et du sinking-in d'un matériau autour de l'indenteur et les changements d'aire correspondants [94].....	34
Figure 1.24 : Schéma d'une pointe émoussée assimilée à une calotte sphérique tronquée par rapport à la pointe du cône équivalent supposé parfait [81].....	36

Figure 1.25 : Défaut de pointe observé sur une indentation Vickers.....	36
Figure 1.26 : Microscopie du reste d'une pointe en diamant après contact avec un échantillon d'acier à 500°C [49].....	37
Figure 1.27 : Dureté Vickers (HV) des différents matériaux de pointe en fonction de la température [63-69].....	38
Figure 1.28 : Représentation d'une courbe d'indentation non corrigée de la dérive thermique et du maintien à 90% décharge pour obtenir la courbe corrigée [53].....	40
Figure 1.29 : Exemples de dérive thermique (a) Positive ; (b) Négative	41
Figure 3.1 : Evolution de module de Young des matériaux de pointe en fonction de la température [64, 66-68].....	44
Figure 3.2 : Courbes d'écrouissage du 316L aux différentes températures.....	46
Figure 3.3 : Courbes d'écrouissage de l'Inconel 82 aux différentes températures.....	48
Figure 3.4 : Géométrie du modèle axisymétrique	48
Figure 3.5 : Maillage au voisinage de la zone de contact.....	49
Figure 3.6 : Courbes d'indentation de l'acier 316L à 20°C et à l'aide de différentes pointes coniques.....	49
Figure 3.7 : Courbes d'indentation à l'aide d'une pointe conique en saphir et à différentes températures (a) : acier 316L ; (b) : Inconel 82.....	50
Figure 3.8 : Evolution de la pression de contact le long de la pointe lors de l'indentation de l'acier 316L à 20°C et à l'aide de différentes pointes coniques	50
Figure 3.9 : Evolution de la pression de contact le long de la pointe lors de l'indentation à différentes températures à l'aide d'une pointe conique (a) : acier 316L ; (b) Inconel 82.....	51
Figure 3.10 : Contours de la déformation plastique équivalente pour différentes températures lors de l'indentation de l'acier 316L.....	51
Figure 3.11 : Géométrie standard d'une pointe de type Berkovich.....	52
Figure 3.12 : Géométrie du modèle éléments finis (a) : massif ; (b) : assemblage pointe/massif	52
Figure 3.13 : Courbes d'indentation de l'acier 316L à 20°C et à l'aide de différentes pointes Berkovich	53
Figure 3.14 : Courbes d'indentation à l'aide d'une pointe Berkovich en saphir et à différentes températures (a) : acier 316L ; (b) : Inconel 82.....	53
Figure 3.15 : Distribution de la pression de contact sur une pointe en saphir pour une pénétration de 20µm ; comparaison entre l'indentation de l'acier 316L et celle de l'Inconel 82.....	54
Figure 3.16 : Distribution de la contrainte de von Mises dans une pointe en saphir et dans le contre matériau lors de l'indentation de l'acier 316L pour une pénétration de 20µm.....	55

Figure 3.17 : Courbes d'écrouissage du 316L et des films à 700°C.....	56
Figure 3.18 : Influence de l'épaisseur du revêtement sur les courbes d'indentation de l'acier 316L à 700°C (a) : $\alpha=1,2$; (b) : $\alpha=2$	56
Figure 3.19 : Evolution de l'effort maximum avec l'épaisseur du revêtement pour différentes valeurs du facteur multiplicateur	57
Figure 3.20 : Choix du plan pour introduire le défaut de perpendicularité entre l'axe d'indentation et la surface de l'échantillon (a) : forme de la pointe Berkovich ; (b) : plan retenu pour l'inclinaison.....	57
Figure 3.21 : Définition de l'inclinaison de l'axe d'indentation par rapport à la surface de l'échantillon (a) : position de référence ; (b) : inclinaison positive ; (c) : inclinaison négative	58
Figure 3.22 : Influence d'un défaut de perpendicularité (a) : $\gamma>0$; (b) : $\gamma<0$	58
Figure 3.23 : Influence d'un défaut de perpendicularité sur la forme de l'empreinte (a) : $\gamma>0$; (b) : $\gamma<0$	59
Figure 3.24 : Influence d'un défaut de perpendicularité sur l'effort d'indentation pour une pénétration de 20 μm ; angles limites pour une augmentation d'effort admissible de 5% ou 10%.....	59
Figure 3.25 : Spécifications pour la température de chauffage	60
Figure 3.26 : Spécifications pour la gamme de force et la gamme de déplacement.....	60
Figure 3.27 : Structure du matériau à l'étude	61
Figure 3.28 : Etendue de la zone plastifiée pour différentes profondeurs d'indentation.....	62
Figure 3.29 : Convergence de l'identification inverse pour différentes profondeurs d'indentation.....	63
Figure 3.30 : Courbes d'indentation de l'acier 316L à différentes températures	64
Figure 3.31 : Evolution de la force en fonction de la température à isoprofondeur de pénétration sur un acier 316L.....	64
Figure 4.1 : Dureté Vickers (HV) et Module de Young des différents matériaux de pointe en fonction de la température [49, 65, 66]	68
Figure 4.2 : Représentation schématique du dispositif d'essai.....	71
Figure 4.3 : Four haute température sous vide secondaire utilisé pour tester les pointes d'indentation	71
Figure 4.4 : Taille des pointes WC et B ₄ C	71
Figure 4.5 : Taille de la pointe diamant	71
Figure 4.6 : La pointe en WC collée sur le cylindre servant de poids mort	72
Figure 4.7 : La bague collée sur le contre-matériau	72
Figure 4.8 : Etapes de mise en place des pièces expérimentales	74

Figure 4.9 : Observations MEB de la pointe en B ₄ C avant et après l’essai à 600°C sur le contre-matériau en Waspaloy	75
Figure 4.10 : Empreintes et Scratches observés sur le contre-matériau en Waspaloy après l’essai.....	75
Figure 4.11 : Observations MEB de la pointe en B ₄ C avant et après l’essai à 600°C sur le contre-matériau en acier 316L.....	76
Figure 4.12 : Analyse EDX de la pointe en B ₄ C après l’essai à 600°C sur l’acier 316L	77
Figure 4.13 : Empreinte sur le contre-matériau en acier 316L après l’essai à 600°C.....	78
Figure 4.14 : Analyse EDX du contre-matériau en acier 316L après l’essai à 600°C.....	78
Figure 4.15 : Observations MEB de la pointe en B ₄ C après le nettoyage par ultrason.....	78
Figure 4.16 : Observations MEB de la pointe en B ₄ C après le 2ème essai à 600°C sur l’acier 316L.....	79
Figure 4.17 : Analyse EDX de la pointe en B ₄ C après le second essai à 600°C	79
Figure 4.18 : Empreinte sur le contre-matériau en acier 316L après le second essai à 600°C	80
Figure 4.19 : Analyse EDX du contre-matériau en acier 316L après le second essai	80
Figure 4.20 : Observations MEB de la pointe en WC avant et après l’essai à 600°C sur le contre-matériau en acier 316L.....	81
Figure 4.21 : Empreinte observée sur le contre-matériau en acier 316L après l’essai à 600°C	82
Figure 4.22 : Analyse EDX de la pointe en WC après l’essai à 600°C	82
Figure 4.23 : Analyse EDX du contre- matériau en acier 316L après l’essai à 600°C.....	83
Figure 4.24 : Observations MEB de la pointe en WC avant et après le nettoyage par ultrason	84
Figure 4.25 : Observations MEB de la pointe en WC après le nettoyage par doigt.....	84
Figure 4.26 : Observations MEB de la pointe en WC avant et après l’essai à 600°C Sur le contre-matériau en Waspaloy	85
Figure 4.27 : Analyse EDX de la pointe en WC après l’essai à 600°C	86
Figure 4.28 : Empreintes observées sur le contre-matériau en Waspaloy après l’essai à 600°C	86
Figure 4.29 : Analyse EDX du contre-matériau en Waspaloy après l’essai à 600°C	87
Figure 4.30 : Observations MEB de la pointe en WC après le nettoyage par ultrason	87
Figure 4.31 : Microscopies de la pointe en WC avant et après l’essai supplémentaire à 600°C	88
Figure 4.32 : Empreintes sur le contre-matériau en Waspaloy après l’essai supplémentaire à 600°C.....	89

Figure 4.33 : Observations MEB de la pointe en WC avant et après le nettoyage par ultrason	90
Figure 4.34 : Observations MEB de la pointe en diamant avant et après l'essai à 500°C sur le contre-matériau en aluminium.....	91
Figure 4.35 : Empreinte sur le contre-matériau en aluminium après l'essai à 500°C	91
Figure 4.36 : Analyse EDX de la pointe en diamant après l'essai à 500°C.....	92
Figure 4.37 : Analyse EDX du contre-matériau en aluminium après l'essai à 500°C.....	92
Figure 4.38 : Microscopies de la pointe après le nettoyage par ultrason.....	92
Figure 4.39 : Observations MEB de la pointe en diamant avant et après le deuxième essai à 500°C.....	93
Figure 4.40 : Empreinte sur le contre-matériau en aluminium après le deuxième essai à 500°C	94
Figure 4.41 : Observations MEB de la pointe après le nettoyage par ultrason.....	94
Figure 5.1 : Courbes de module d'élasticité d'Inconel 625 [147]	98
Figure 5.2 : Géométrie d'échantillon.....	100
Figure 5.3 : Schéma de principe de nano-indenteur Anton Paar	100
Figure 5.4 : Fixation de l'échantillon	101
Figure 5.5 : Système de chauffage.....	102
Figure 5.6 : Description d'un essai d'indentation à force imposée [149].....	103
Figure 5.7 : Mesures lors d'un essai à force contrôlée (a) : force ; (b) : pénétration.....	104
Figure 5.8 : Mesures lors d'un essai à pénétration contrôlée (a) : pénétration ; (b) : force...	104
Figure 5.9 : Positions des thermocouples pour la mesure et la régulation de la température	105
Figure 5.10 : Evolutions temporelles de la température de la pointe et celle de l'échantillon (a) : dérive thermique ; (b) : surchauffe de la pointe	105
Figure 5.12 : Cycles de chargement (a) : force contrôlée; (b) : pénétration contrôlée	106
Figure 5.13 : Résultats à la température ambiante : (a) : Courbes d'indentation ; (b) : évolutions du déplacement	107
Figure 5.14 : Résultats à 400°C avec un temps de maintien de 1 minute: (a) : Courbes d'indentation ; (b) : évolutions du déplacement	107
Figure 5.15 : Résultats à 500°C avec un temps de maintien de 1 minute: (a) : Courbes d'indentation ; (b) : évolutions du déplacement	108
Figure 5.16 : Résultats à 500°C avec un temps de maintien de 3 minutes: (a) : Courbes d'indentation ; (b) : évolutions du déplacement	108
Figure 5.17 : Résultats à 585°C avec un temps de maintien de 3 minutes: (a) : Courbes d'indentation ; (b) : évolutions du déplacement	109

Figure 5.18 : Résultats à la température ambiante : (a) : Courbes d'indentation ; (b) : évolutions de la force.....	109
Figure 5.19 : Résultats à 500°C avec un temps de maintien de 5 minutes: (a) : Courbes d'indentation ; (b) : évolutions de la force	110
Figure 5.20 : Résultats à 585°C avec un temps de maintien de 3 minutes: (a) : Courbes d'indentation ; (b) : évolutions de la force	110
Figure 5.21 : Cycle de chargement avec un maintien de dérive	111
Figure 5.22 : Essai normal d'indentation en force contrôlée.....	112
Figure 5.23 : Courbe d'indentation et l'évolution de pénétration à la température ambiante	113
Figure 5.24 : Courbes d'indentation et les évolutions de pénétration des essais à hautes températures	114
Figure 5.25 : Comparaison de l'évolution de la pénétration et de la force.....	115
Figure 5.26 : Calculs du Module de Young et de la Dureté.....	115
Figure 5.27 : Comparaison des modules de Young calculées avec les valeurs de la littérature [148, 150]	115

List des tableaux

Tableau 1.1 : Résumé des études des essais de micro et nanoindentation effectués à haute température [39]	21
Tableau 1.2 : Propriétés géométriques des différents indenteurs [54]	23
Tableau 1.3 : Facteurs influençant l'amplitude de dérive thermique à haute température	41
Tableau 3.1 : Modules de Young des matériaux de la pointe aux différentes températures en GPa	45
Tableau 3.2 : Composition chimique de l'acier 316L [135]	45
Tableau 3.3 : Propriétés physiques de l'acier 316L [135]	45
Tableau 3.4 : Module de Young et Coefficient de Poisson de l'acier 316L aux différentes températures [136].....	45
Tableau 3.5 : Composition chimique de l'Inconel 82 [136]	47
Tableau 3.6 : Module de Young et Coefficient de Poisson de l'alliage à base Nickel aux différentes températures [136].....	47
Tableau 4.1 : Propriétés thermiques de différents matériaux de pointe à température ambiante [138-140]	68
Tableau 4.2 : Composition chimique de Waspaloy [142]	69
Tableau 4.3 : Propriétés physiques de Waspaloy [142]	69
Tableau 4.4 : Composition chimique de l'acier 316L [135]	69
Tableau 4.5 : Propriétés physiques de l'acier 316L [135]	69
Tableau 4.6 : Composition chimique de l'alliage d'aluminium AU4G [144].....	70
Tableau 4.7 : Propriétés physiques de l'alliage d'aluminium AU4G [144].....	70
Tableau 4.8 : Protocole d'essais	73
Tableau 5.1 : Composition chimique de l'Inconel 625 [147]	98
Tableau 5.2 : Module d'élasticité et Coefficient de Poisson de l'Inconel 625 aux différentes températures [147].....	98
Tableau 5.3 : Propriétés physiques du C10200 [148]	99
Tableau 5.5 : Temps de maintien du chargement pour les essais en force contrôlée sur l'Inconel 625.....	106
Tableau 5.6 : Temps de maintien du chargement pour les essais en pénétration contrôlée sur l'Inconel 625.....	106

Introduction générale

L'essai d'indentation instrumentée est une technique expérimentale quasi non destructive développée pour caractériser des propriétés mécaniques des matériaux. Cet essai connaît actuellement un large succès et une demande industrielle importante en raison de sa simplicité, sa rapidité de mise en œuvre, son faible coût et sa facilité de préparation d'échantillon. Plusieurs modèles ont été proposés pour estimer la dureté et le module d'élasticité des matériaux par l'analyse de la courbe d'indentation (courbe force-pénétration). Les essais d'indentation sont généralement réalisés à température ambiante mais ils peuvent être d'un grand intérêt pour la caractérisation mécanique en température. En effet, pour des matériaux utilisés en haute température dans les domaines tels que le nucléaire, l'automobile, l'aéronautique et l'aérospatiale, l'histoire des traitements thermiques et la mise en service à température élevée conduisent aux changements de leurs compositions chimiques (oxydation, migration d'éléments chimiques) ainsi que de leurs microstructures (changement de phase, taille de grain). De telles modifications influencent grandement leurs propriétés mécaniques. Il est donc important de pouvoir caractériser les propriétés mécaniques dans un environnement représentatif et de manière appropriée. L'essai d'indentation à haute température est un candidat intéressant pour répondre à ce besoin, car il permet de réaliser les mesures précisément à la température cible, tester de nombreux types de géométrie d'échantillons, faciliter la reproductibilité des essais, etc.

Après de nombreuses années de développement, les dispositifs de nanoindentation à température ambiante proposés par différents fabricants deviennent très stables et matures. Les machines ont été améliorées afin de diminuer l'influence de plusieurs facteurs à une échelle négligeable, par exemple, la détermination de la profondeur de pénétration, la souplesse de l'appareil, la perpendicularité entre l'axe d'indentation et la surface d'échantillon, etc. Au cours des deux dernières décennies, l'essai d'indentation en haute température a été développé progressivement afin de satisfaire aux exigences industrielles de plus en plus importantes. Quelques appareils expérimentaux ont émergé mais leur stabilité est relativement variable. Au fil du temps, la température expérimentale maximale a augmenté et de nombreux matériaux ont été testés tels que les métaux, les alliages, les composites. Le niveau de précision obtenu lors de l'essai d'indentation est un facteur très important pour l'analyse des propriétés mécaniques. Pour garantir un bon niveau de précision des mesures, il faut résoudre les problèmes notamment associés à la température élevée tels que le choix du matériau de la pointe, la stabilité thermique du système, la conception du chauffage pour l'échantillon et la pointe, le contrôle de la température, l'implémentation du système de vide, etc. Tous ces facteurs influencent de manière significative la précision des mesures et la faisabilité de l'essai d'indentation. Les principales difficultés rencontrées lors du développement sont d'une part la sélection matériau approprié pour la pointe et d'autre part la résolution du problème de la dérive thermique. A la température ambiante et à des températures intermédiaires, le matériau le plus utilisé pour l'indenteur est toujours le diamant. Mais au-delà de 400°C, l'utilisation de longue durée à chaud sous pression provoque la dégradation de la pointe en diamant par oxydation, graphitisation et réaction chimique avec les contre-matériaux. Ainsi, l'utilisation d'un matériau pouvant remplacer le diamant à haute température est une grande exigence. Une difficulté additionnelle émerge des erreurs de

mesure liées à l'instabilité thermique du système. Il est presque impossible de maintenir la pointe et l'échantillon à une même température lors de l'échantillon. Une différence de température (pointe / échantillon) même minimale conduit au transfert thermique et à la dilatation ou compression des pièces. Ce phénomène, dit dérive thermique, entraîne des erreurs sensibles sur la mesure de la profondeur de pénétration lors de l'indentation. Il est à noter que la dérive thermique intervient même lors d'essais à température ambiante mais elle est plus aisée à contrôler et à corriger car elle est constante. Cependant, lorsque la température expérimentale augmente, la dérive thermique devient plus importante et sa vitesse est affectée par de nombreux facteurs tels que la conductivité thermique des matériaux, le coefficient de dilatation, l'aire de zone de contact, etc. Pour assurer une stabilité des mesures, il est nécessaire de minimiser la dérive thermique à haute température.

Cette thèse s'inscrit dans la problématique du développement de la méthodologie de l'essai d'indentation à haute température pour caractériser les matériaux métalliques. Une attention particulière a été accordée à la recherche des matériaux candidats pour la pointe et à la détermination des plages de forces et de pénétrations utiles au bon fonctionnement d'un indenteur. Par des analyses éléments finis, nous avons étudié différents matériaux candidats pour la pointe à différentes températures et l'importance de certains facteurs influents sur la courbe d'indentation. Ces analyses ont été complétées par des essais sur la stabilité géométrique et chimique de différents matériaux candidats jusqu'à une température de 600 °C. La collaboration avec la société suisse Anton Paar, qui se spécialise dans la fabrication des machines de mesure pour la caractérisation mécanique d'une grande variété de matériaux, permet de développer un nouvel équipement de micro et nano-indentation en haute température conformément au cahier des charges initialement défini par l'UTC et CSM. En utilisant le nouvel dispositif, nous avons pu réaliser des essais d'indentation sur différents matériaux et vérifier la stabilité thermique et la robustesse de cet instrument.

Après une introduction, le chapitre 1 de ce manuscrit passe en revue les théories fondamentales des lois de comportement mécanique des matériaux et les différents essais de caractérisation utilisés en haute température. Une grande partie de cette analyse bibliographique est consacrée à l'essai d'indentation instrumentée à haute température, notamment ses développements anciens et récents, les divers matériaux de pointe, les modèles d'analyse de l'essai, les facteurs influents, et les difficultés associées à la conception de l'appareil.

Le chapitre 2 reporte les résultats d'analyses éléments finis qui ont été utilisées pour évaluer l'influence des différents matériaux de pointe et des différents substrats dans une large gamme de température. Ces analyses sont également utilisées pour déterminer les plages de force et de pénétration ainsi que l'influence de défauts tels que la présence d'un défaut de perpendicularité entre l'axe de la pointe et la surface d'échantillon, un écrouissage de surface ou la présence d'un revêtement / oxyde.

La démarche des essais expérimentaux d'indentation à chaud est présentée dans le chapitre 3. Ces essais ont pour objet de vérifier la stabilité géométrique et chimique des pointes de différents matériaux candidats en haute température par l'observation au microscope à différentes échelles ainsi que les analyses EDX des éventuelles dissolutions d'éléments.

Le chapitre 4 est consacré à la réalisation des essais de nanoindentation à l'aide de l'appareil d'indentation développé par Anton Paar pour explorer la possibilité de caractériser différents matériaux. La stabilité thermique de l'appareil et la fiabilité des mesures sont étudiées.

Enfin, ce manuscrit est terminé par une conclusion générale qui récapitule l'ensemble des travaux et quelques perspectives pour la suite de l'étude.

Chapitre 1.

Etude bibliographique

Cette étude bibliographique s'intéresse aux connaissances sur le comportement mécanique des matériaux et les différentes méthodes de caractérisation à haute température.

Le cadre de cette thèse concerne les matériaux métalliques. Les essais mécaniques sont incontournables pour avoir accès aux différentes grandeurs caractéristiques du comportement mécanique des matériaux telles que le module de Young, la limite d'élasticité, la dureté, la ténacité..., et ce dans des conditions variables comme la température ou la vitesse de sollicitation.

Le comportement des matériaux métalliques peut être décrit tout d'abord par un domaine élastique. Dans ce domaine, les déformations que subit le matériau sont réversibles. Au-delà d'un certain niveau de contrainte (la limite d'élasticité), le matériau se déforme de façon irréversible, c'est le domaine de déformations plastiques. Les propriétés élastiques des matériaux peuvent être mesurées de façon non destructive par exemple par des méthodes utilisant les ultrasons. Il n'en va pas de même pour les propriétés décrivant le comportement plastique des matériaux. La détermination de ces paramètres nécessite d'effectuer des tests mécaniques destructifs. Les expériences les plus communément utilisées sont les tests de traction, de compression, de flexion, de torsion et de cisaillement. Ils nécessitent la préparation d'éprouvettes normalisées qui seront ensuite sollicitées souvent jusqu'à la rupture. Cependant depuis quelques décennies, un autre type d'approche pour répondre au besoin de caractérisation mécanique est apparu. Il s'agit de l'essai d'indentation à différentes échelles (micro ou nano). Il est quasi non destructif et il représente souvent le seul moyen pour étudier des propriétés mécaniques à une échelle locale. Cet essai s'est développé de façon rapide et fiable et est devenu très populaire en raison de sa simplicité de mise en œuvre et du faible coût de fabrication et de préparation des échantillons, ainsi que la rapidité de l'essai. De plus il est particulièrement bien adapté pour la caractérisation des revêtements, la caractérisation séparée des phases de matériaux multiphasés ainsi que la caractérisation d'interface fibre/matrice des composites à matrice céramique par exemple.

A température élevée, les différents matériaux deviennent visqueux. Les données à haute température sont moins abondantes et présentent souvent une certaine dispersion comparées à

celles à basse température. C'est pour cette raison que la technique d'indentation instrumentée peut s'avérer d'un grand intérêt pour la caractérisation locale des propriétés mécaniques à chaud.

Ce chapitre contient deux parties : une partie récapitule les théories classiques et les différents modèles de comportement ; l'autre partie présente les techniques expérimentales les plus souvent utilisées pour la caractérisation mécanique des matériaux à haute température, notamment l'indentation instrumentée.

1.1. Description du comportement mécanique

L'objet de l'étude du comportement mécanique des matériaux est de connaître leur réponse lorsqu'un chargement mécanique est appliqué. Les grandeurs utiles à l'étude du comportement mécanique sont le tenseur des contraintes $\underline{\underline{\sigma}}$ et le tenseur de déformations $\underline{\underline{\varepsilon}}$. Il est relativement aisé de déterminer la loi du comportement si la force appliquée est uniaxiale. Cependant, dans le cas de l'essai d'indentation, la tâche devient beaucoup plus difficile parce que nous devons faire face à une situation de sollicitation complexe non homogène, surtout pour l'indenteur de forme pyramidal.

Dans ce qui suit, nous passons en revue le comportement élastique, le comportement élastoplastique et le comportement élasto-viscoplastique.

1.1.1. Comportement élastique

La déformation se déroule quand des forces sont appliquées sur un matériau solide. Si elles sont faibles, la déformation est élastique. Le matériau retrouve sa forme initiale lorsque les forces responsables sont levées. La déformation élastique est une déformation réversible. Dans ce domaine du comportement élastique, la relation entre les contraintes et les petites déformations est linéaire et est décrite par la loi de Hooke. Cette loi a été généralisée par Augustin-Louis Cauchy (1789-1857) [1], pour stipuler que chaque composante du tenseur des contraintes est exprimée comme une fonction linéaire des composantes du tenseur des déformations. La loi de Hooke est donc aujourd'hui souvent écrite sous la forme :

$$\underline{\underline{\sigma}} = \underline{\underline{C}} : \underline{\underline{\varepsilon}} \quad (2.1)$$

où $\underline{\underline{C}}$ est le tenseur constitutif d'ordre 4 appelé tenseur des rigidités ou tenseur d'élasticité

(les composantes covariantes de ce tenseur sont C_{ijkl}), le tenseur constitutif contient toutes les caractéristiques élastiques du matériau. Pareillement, les déformations sont reliées linéairement aux contraintes par la relation inverse :

$$\underline{\underline{\varepsilon}} = \underline{\underline{S}} : \underline{\underline{\sigma}} \quad (2.2)$$

où $\underline{\underline{S}}$ est aussi un tenseur du 4^{ème} ordre appelé le tenseur des compliances ou tenseur des

souples élastiques des matériaux.

Dans le cas d'un essai de traction simple d'axe x_1 , le module de Young E est le coefficient de proportionnalité liant la contrainte axiale σ_{11} et la déformation axiale ε_{11} :

$$\sigma_{11} = E \varepsilon_{11} \quad (2.3)$$

De même, la section de l'éprouvette évolue au cours de la traction. En fait, le coefficient de Poisson ν représente l'étendue du rétrécissement de la section dans la direction perpendiculaire à l'effort appliqué par rapport à l'allongement longitudinal. Il est défini comme le rapport des contractions latérales ε_{22} , ε_{33} à l'extension axiale ε_{11} .

$$\nu = -\frac{\varepsilon_{22}}{\varepsilon_{11}} = -\frac{\varepsilon_{33}}{\varepsilon_{11}} \quad (2.4)$$

1.1.2. Comportement élastoplastique

Le matériau subit des déformations irréversibles lorsque la contrainte dépasse la limite d'élasticité. Ainsi, le comportement plastique est celui d'un matériau solide qui subit des déformations permanentes au-delà du domaine de déformation élastique.

1.1.2.1. Critères de plasticité

Un critère de plasticité précise si un écoulement plastique se produit ou pas sous des sollicitations données [2]. Il est présenté par une fonction f dépendante du tenseur des contraintes $\underline{\underline{\sigma}}$ et de grandeurs caractéristiques du comportement élastoplastique du matériau telles que la limite d'élasticité, le module d'écroutissage...

- Si la fonction $f(\underline{\underline{\sigma}})$ est négative, on est encore dans le domaine d'élasticité et le comportement du matériau est décrit par la loi de Hooke.
- Si la fonction $f(\underline{\underline{\sigma}})$ est nulle, le seuil d'écoulement plastique est atteint.
- Enfin $f(\underline{\underline{\sigma}}) > 0$ n'a pas de sens physique en raison de l'écroutissage.

Il y a de nombreux critères de plasticité dans la littérature, par exemple, le critère de von Mises, le critère de Tresca, le critère de Hill, le critère de Drucker-Prage, etc [3]. Le critère de von Mises est le plus couramment utilisé pour les métaux [4]. Il a été formulé par Maxwell en 1865, partiellement développé par Hube en 1904 et finalement attribué à von Mises en 1913. Ce critère est basé sur le deuxième invariant du tenseur déviatorique des contraintes $J(\underline{\underline{\sigma}})$.

Si σ_y est la limite d'élasticité du matériau en traction, et le critère de von Mises dans le cas d'un écroutissage isotrope est défini sous la forme [5] :

$$f(\underline{\underline{\sigma}}) = J(\underline{\underline{\sigma}}) - \sigma_y \quad (2.5)$$

$$\text{Avec } J(\underline{\underline{\sigma}}) = \sqrt{\frac{3}{2} \underline{\underline{\sigma}}^{dev} : \underline{\underline{\sigma}}^{dev}} \quad \text{et} \quad \underline{\underline{\sigma}}^{dev} = \underline{\underline{\sigma}} - \frac{1}{3} \text{tr}(\underline{\underline{\sigma}}) \underline{\underline{I}}$$

La fonction f définit la surface seuil dans l'espace des contraintes. À l'intérieur de cette surface, seules les déformations élastiques évoluent et les déformations plastiques n'évoluent pas ; néanmoins cette surface peut évoluer en fonction de l'écroutissage. La fonction $\frac{\partial f}{\partial \underline{\underline{\sigma}}}$

représente la normale à f donnant la direction de l'écoulement plastique, le taux de déformation plastique peut s'écrire en fonction de cette normale comme suit (loi de normalité) :

$$f = 0 \quad (2.6)$$

$$\underline{\underline{\dot{\epsilon}}}_p = \dot{p} \frac{\partial f}{\partial \underline{\underline{\sigma}}} \quad (2.7)$$

$$\dot{p} \geq 0 \quad (2.9)$$

p est la déformation plastique cumulée et son taux \dot{p} est défini :

$$\dot{p} \sqrt{\frac{2}{3} \underline{\underline{\dot{\epsilon}}}_p : \underline{\underline{\dot{\epsilon}}}_p} \quad (2.10)$$

1.1.2.2. Ecroutissage

L'écroutissage se traduit par une évolution de la surface de charge f sous l'effet de la déformation plastique [6]. Il existe deux types d'écroutissage : l'écroutissage isotrope et l'écroutissage cinématique. L'écroutissage isotrope s'exprime par une simple dilatation homothétique de la surface de charge en comparaison de l'origine. Un seul paramètre scalaire d'écroutissage R suffit à écrire cette évolution [2]. Donc, le critère de Von-Mises est modifié comme suit :

$$f(\underline{\underline{\sigma}}) = J(\underline{\underline{\sigma}}) - R - \sigma_y \quad (2.10)$$

Dans le cas d'un écroutissage cinématique, il suppose une translation sans déformation du domaine d'élasticité initial. Le modèle cinématique respecte l'effet Bauschinger communément observé pour les matériaux métalliques, à savoir un durcissement dans un sens de l'écoulement plastique et un adoucissement d'égale amplitude dans le sens contraire (décharge élastique) [7, 8]. En présence de cet écroutissage, on introduit une variable tensorielle $\underline{\underline{X}}$, qui indique la position de la surface de charge dans l'espace des contraintes.

Le critère est défini alors :

$$f(\underline{\underline{\sigma}} - \underline{\underline{X}}) = J(\underline{\underline{\sigma}} - \underline{\underline{X}}) - \sigma_y \quad (2.11)$$

Enfin, on combine les deux effets de l'écroutissage isotrope et cinématique pour expliquer le comportement des matériaux. Le critère de von Mises devient :

$$f(\underline{\underline{\sigma}} - \underline{\underline{X}}) = J(\underline{\underline{\sigma}} - \underline{\underline{X}}) - R - \sigma_y \quad (2.12)$$

La loi de Hollomon [9] est une loi différente la plus connue pour caractériser l'érouissage, où l'érouissage n'est représenté que par une constante caractéristique du matériau: le coefficient d'érouissage n .

$$\frac{\sigma}{\sigma_y} = \left(\frac{E}{\sigma_y} \varepsilon \right)^n \quad \text{si } \varepsilon \geq \frac{\sigma_y}{E} \quad (2.13)$$

Cette équation concerne la déformation totale, soit la somme des déformations élastique et plastique. Une autre loi en fonction de la déformation plastique fréquemment utilisée est la loi de Ludwik [10], il faut signaler ici le paramètre n n'est pas le coefficient d'érouissage du matériau:

$$\sigma = \sigma_y + k(\varepsilon_p)^n \quad \text{si } \sigma > \sigma_y \quad (2.14)$$

1.1.3. Comportement élasto-viscoplastique

Pour des procédés en température, l'ampleur des variations de température subies par le matériau est un important facteur. Il faut bien assurer que les lois de comportement soient valides sur une grande gamme de températures. Pour nos études, elles sont généralement dans des domaines de températures où les phénomènes de viscosité peuvent ne plus être négligeables. Donc, il est essentiel d'utiliser un modèle de comportement viscoplastique surtout lorsqu'on reste dans ces domaines pour une longue durée.

A l'instar du comportement élastoplastique [11], le tenseur des vitesses de déformation $\underline{\underline{\dot{\varepsilon}}}$ est décomposé comme suit :

$$\underline{\underline{\dot{\varepsilon}}} = \underline{\underline{\dot{\varepsilon}}}_{vp} + \underline{\underline{\dot{\varepsilon}}}_{el} + \underline{\underline{\dot{\varepsilon}}}_{th} \quad (2.15)$$

où $\underline{\underline{\varepsilon}}_{th} = \alpha(T - T_0)\underline{\underline{I}}$

Le composant thermique $\underline{\underline{\dot{\varepsilon}}}_{th}$ dépend de la vitesse de changement de température et la composant élastique $\underline{\underline{\dot{\varepsilon}}}_{el}$ correspond à la dérivé temporelle des contraintes par la loi de Hooke :

$$\underline{\underline{\dot{\sigma}}} = \frac{E}{1+\nu} \underline{\underline{\dot{\varepsilon}}}_{el} + \frac{\nu E}{(1+\nu)(1-2\nu)} \text{tr}(\underline{\underline{\dot{\varepsilon}}}_{el}) \underline{\underline{I}} \quad (2.16)$$

E est le module de Young et ν est le coefficient de Poisson, $\underline{\underline{\dot{\sigma}}}$ désigne la dérivée particulière temporelle du tenseur des contraintes de Cauchy $\underline{\underline{\sigma}}$. $\underline{\underline{I}}$ désigne le tenseur identité d'ordre 2.

Deux modèles sont présentés d'ici à l'aide des travaux de Charkaluk [12] : un modèle "bicouche" qui associe en parallèle un comportement viscoplastique à un comportement élastoplastique et un autre modèle "unifié" de viscoplasticité type loi de Chaboche [13, 14].

Les lois d'écoulement sont définies sous la forme du produit d'une norme et d'une direction exprimant ainsi une règle de normalité. La viscosité est reliée à une loi de puissance de Norton-Hoff [15, 16] et le seuil de plasticité correspond à un critère de von Mises :

$$f(\underline{\underline{\sigma}}) = J(\underline{\underline{\sigma}}) - \sigma_y \quad (2.17)$$

où $J(\underline{\underline{\sigma}}) = \sqrt{\frac{3}{2} \underline{\underline{\sigma}}^{dev} : \underline{\underline{\sigma}}^{dev}}$

1.1.3.1. Modèle Bicouche

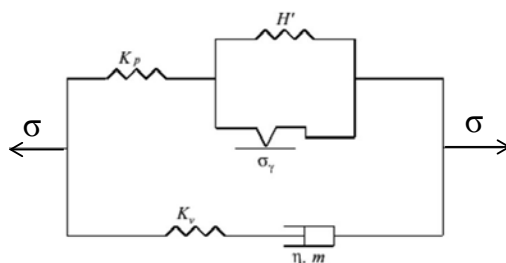


Figure 1.1 : Représentation rhéologique du modèle bicouche

Ce modèle comprend deux déformations inélastiques, $\underline{\underline{\varepsilon}}_p$ reliée à la partie plastique et $\underline{\underline{\varepsilon}}_v$ associée à la partie visqueuse. Le tenseur des contraintes est défini :

$$\underline{\underline{\sigma}} = \underline{\underline{\sigma}}_p + \underline{\underline{\sigma}}_v = \underline{\underline{C}}_p : (\underline{\underline{\varepsilon}} - \underline{\underline{\varepsilon}}_p) + \underline{\underline{C}}_v : (\underline{\underline{\varepsilon}} - \underline{\underline{\varepsilon}}_v) \quad (2.18)$$

Les termes de la loi d'écoulement s'écrivent :

$$\text{Branche visqueuse} \left\{ \begin{array}{l} \underline{\underline{\sigma}}_v = \underline{\underline{\sigma}}^{dev} \\ \dot{\underline{\underline{\varepsilon}}}_v = \sqrt{\frac{3}{2}} \left(\frac{J(\underline{\underline{\sigma}}_v)}{\eta} \right)^m \end{array} \right.$$

$$(2.19)$$

$$\text{Branche plastique} \left\{ \begin{array}{l} \underline{\underline{\sigma}}_p = \underline{\underline{\sigma}}^{dev} - \frac{2}{3} H . \underline{\underline{\varepsilon}}_p \\ \dot{\underline{\underline{\varepsilon}}}_p = \dot{\lambda} \end{array} \right.$$

$$(2.20)$$

Avec H la pente d'écrouissage

Pour décrire l'écoulement viscoplastique, une loi de puissance de la vitesse de déformation plastique est utilisée. L'exposant m est pareil que l'exposant de contrainte dans la loi de fluage classique de Norton [16]. Pour la branche plastique, on introduit une équation supplémentaire correspondant à la condition de cohérence avec le critère :

$$\dot{f} = 0 \quad (2.21)$$

qui permet de calculer directement $\underline{\underline{\varepsilon}}_p$.

Pour le modèle bicouche, l'équation différentielle ordinaire à intégrer localement est :

$$\underline{\underline{\dot{\varepsilon}}}_v = \frac{3}{2} \left(\frac{J(\underline{\underline{\sigma}}_v)}{\eta} \right)^m \frac{(\underline{\underline{\sigma}}_v)^{dev}}{J(\underline{\underline{\sigma}}_v)} \quad (2.22)$$

1.1.3.2. Modèle unifié viscoplastique

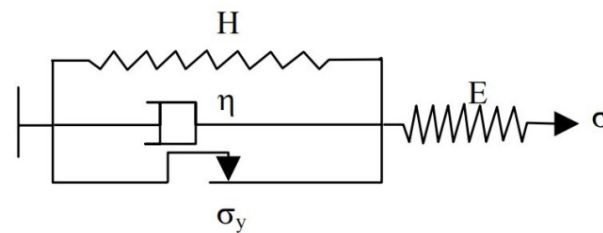


Figure 1.2 : Représentation rhéologique du modèle unifié

L'état interne est défini par seulement une déformation inélastique $\underline{\underline{\varepsilon}}_{vp}$. Pour ce modèle, le tenseur des contraintes s'exprime:

$$\underline{\underline{\sigma}} = \underline{\underline{C}} : \left(\underline{\underline{\varepsilon}} - \underline{\underline{\varepsilon}}_{vp} \right) \quad (2.23)$$

Les termes de la loi d'écoulement sont définis :

$$\left\{ \begin{array}{l} \underline{\underline{\sigma}}_{vp} = \left(\underline{\underline{\sigma}}_{vp} \right)^{dev} - \frac{2}{3} H \cdot \underline{\underline{\varepsilon}}_{vp} \\ \underline{\underline{\dot{\varepsilon}}}_{vp} = \sqrt{\frac{3}{2}} \left(\frac{J(\underline{\underline{\sigma}}_{vp}) - \sigma_y}{\eta} \right)^m \end{array} \right. \quad (2.24)$$

Sans condition de cohérence, un schéma d'intégration numérique doit être utilisé pour déterminer $\underline{\underline{\dot{\epsilon}}}_{vp}$ et l'équation différentielle ordinaire à intégrer localement dans les sous-routines utilisateurs pour le modèle unifié est :

$$\underline{\underline{\dot{\epsilon}}}_{vp} = \frac{3}{2} \left(\frac{J(\underline{\underline{\sigma}}) - \sigma_y}{\eta} \right)^m \frac{\underline{\underline{\sigma}}^{dev}}{J(\underline{\underline{\sigma}})} \quad (2.25)$$

Il faut noter que dans les équations ci-dessous, σ_y est le seuil d'écoulement viscoplastique et le scalaire R désigne la dilatation du domaine d'élasticité (écrouissage isotrope). La notation $\underline{\underline{X}}^{dev}$ signifie la partie déviatorique.

Donc, on peut dire qu'il n'y a écoulement viscoplastique que si la contrainte équivalente de von Mises $J(\underline{\underline{\sigma}})$ est supérieure au seuil d'écoulement viscoplastique.

Dans le cas d'un écrouissage isotrope, la vitesse de déformation s'écrit sous la forme :

$$\underline{\underline{\dot{\epsilon}}}_{vp} = \frac{3}{2} \left(\frac{J(\underline{\underline{\sigma}}) - R - \sigma_y}{\eta} \right)^m \frac{\underline{\underline{\sigma}}^{dev}}{J(\underline{\underline{\sigma}})} \quad (2.26)$$

Dans le cas d'un écrouissage cinématique, la vitesse de déformation s'exprime comme suit :

$$\underline{\underline{\dot{\epsilon}}}_{vp} = \frac{3}{2} \dot{\epsilon} \frac{(\underline{\underline{\sigma}} - \underline{\underline{X}})^{dev}}{J(\underline{\underline{\sigma}} - \underline{\underline{X}})} \quad (2.27)$$

Avec $\dot{\epsilon} = \left(\frac{J(\underline{\underline{\sigma}} - \underline{\underline{X}}) - \sigma_y}{\eta} \right)^m$

Donc, dans cette première partie les principes fondamentaux ont été introduits en régissant le comportement mécanique des matériaux. Seuls les aspects d'élasticité linéaire et de la plasticité ont été abordés.

1.2. Essais de caractérisation à température élevée

La réalisation d'essais expérimentaux est très importante pour nous permettre de faire la connaissance et l'identification du comportement des matériaux [17]. Elle est parfois difficile et coûteuse, surtout pour les cas en température. De plus, il est important de chercher une façon propre à réaliser des essais qui mettent en évidence les propriétés physiques et permettent de s'approcher toutes les conditions que le matériau subit réellement. La majorité des matériaux métalliques présentent un caractère visqueux à haute température donc ils nécessitent une méthode de caractérisation élasto-viscoplastique sur la base d'essais de

traction, d'essais de fluage et d'essais de relaxation. Dans ce contexte, l'essai d'indentation à chaud se distingue de ces essais précédents par son caractère non destructif et à ce moment il est fréquemment considéré comme le seul moyen pour mesurer des propriétés mécaniques à une échelle locale.

1.2.1. Essai de traction à chaud

L'essai de traction est l'essai le plus souvent utilisé afin de déterminer le comportement mécanique des matériaux grâce à sa facilité de mise en œuvre et à l'abondance d'informations fournies. Une force de traction est appliquée sur l'éprouvette standardisée généralement sous une vitesse constante de déformation jusqu'à la rupture. L'essai de traction peut nous donner de nombreuses grandeurs normalisées, comme la limite d'élasticité, le module de Young, la résistance à la traction, etc. Normalement l'essai de traction est réalisé à la température ambiante.

L'essai de traction à chaud nous permet de tester des propriétés mécaniques des matériaux aux températures élevées, qui sont destinés à la fabrication d'appareils utilisés notamment dans l'industrie nucléaire ou l'aéronautique [18].

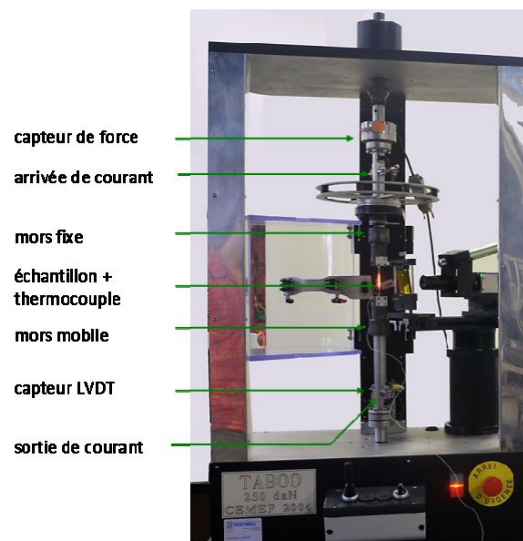


Figure 1.3 : Machine de traction à chaud [19]

L'éprouvette est fixée avec deux mors dont l'un est mobile lors de l'essai. La particularité de la machine de traction à chaud est la présence d'un four cylindrique entourant l'éprouvette. Le four la chauffe pour atteindre des hautes températures de consigne, mesurées par un thermocouple situé au centre de sa surface intérieure. Avant d'effectuer la traction, une stabilisation de chauffage à la température désirée est obligatoire. Pour s'affranchir de la raideur de la machine de traction et des effets de triaxialité, l'extensomètre est un composant essentiel pour mesurer le déplacement directement sur la partie utile de l'éprouvette. Cependant, les extensomètres sont limités à des déformations faibles.

Les déformations et contraintes conventionnelles (ε_c , σ_c) sont données par les formules

suivantes :

$$\varepsilon_c = \frac{\Delta L}{L_0} \quad (2.28)$$

$$\sigma_c = \frac{F}{S_0} \quad (2.29)$$

où ΔL , L_0 , F et S_0 sont respectivement, l'allongement, la longueur utile initiale de l'éprouvette, la force de traction et la section initiale de l'éprouvette.

La courbe conventionnelle suffit pour la plupart des situations. De fait, lors de l'essai de traction, la section de l'éprouvette n'est pas constante. Si nous nous intéressons de manière fine aux phénomènes aux grandes déformations, il faut bien considérer la modification des dimensions de l'éprouvette. On peut convertir les déformations et contraintes conventionnelles en déformations et contraintes rationnelles. Les formules suivantes permettent de donner les déformations ε_v et les contraintes rationnelles σ_v :

$$\varepsilon_v = \ln(1 + \varepsilon_c) \quad (2.30)$$

$$\sigma_v = (1 + \varepsilon_c)\sigma_c \quad (2.31)$$

La courbe de traction rationnelle est toujours croissante. La courbe de traction se termine à la rupture.

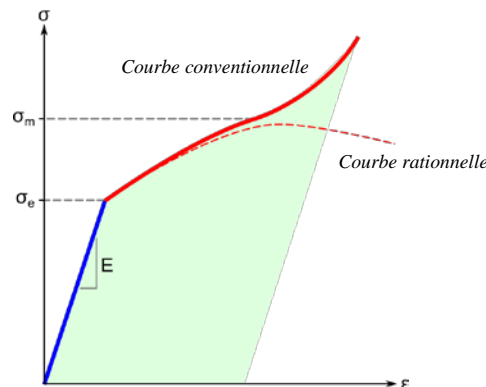


Figure 1.4 : Comparaison de la courbe de traction conventionnelle et la courbe rationnelle [20]

1.2.2. Essai de fluage

A température ambiante, les propriétés mécaniques de la majorité des matériaux de structure dépendent très peu du temps ainsi que de la vitesse de chargement. Cependant, à haute température, la vitesse de déformation et le temps d'exposition joue un rôle important sur les performances des matériaux. Le fluage est le phénomène d'un matériau solide à déformer lentement et progressivement de façon irréversible sous l'influence de contraintes mécaniques

constantes pendant une durée suffisante. Le fluage commence à partir d'une certaine température élevée qui est différente pour chaque matériau ductile. En général, pour des matériaux ductiles, on prend la température de $0,5T_f$ en ingénierie comme la température initiale de fluage, T_f est la température absolue de fusion du matériau [21].

La formule ci-dessous définit le taux de fluage :

$$\dot{\varepsilon} = A\sigma^n e^{(-Q/RT)} \quad (2.32)$$

dont $\dot{\varepsilon}$, A , σ , n , Q , R respectivement le taux de fluage, une constante associée au matériau, la contrainte, l'exposant de contrainte, l'énergie d'activation thermique du fluage, et la constante universelle des gaz parfaits.

Pratiquement un essai de fluage est réalisé en soumettant une éprouvette à une force constante (non contrainte constante) à haute température et en mesurant la déformation en fonction du temps [22].

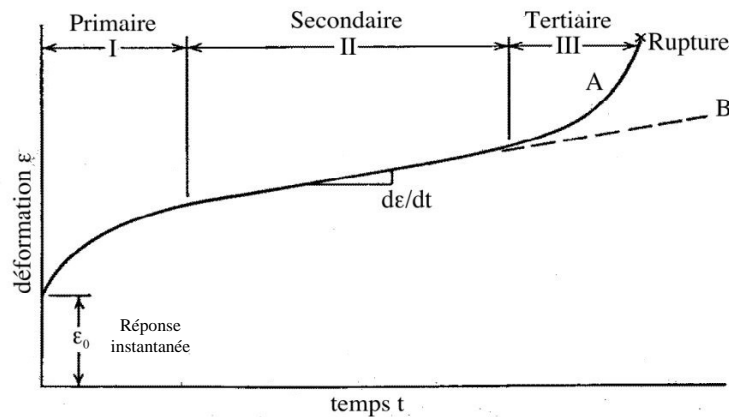


Figure 1.5 : Courbe typique de fluage et les différentes étapes du fluage [23]

Sur la Figure 1.5, la forme typique d'une courbe de fluage est présentée donnant la déformation en fonction du temps et elle permet de différencier trois étapes:

- Le fluage primaire : dans cette partie, la vitesse de déformation décroît continûment en fonction du temps à cause de l'effet de l'écrouissage.
- La seconde étape du fluage est appelée fluage secondaire ou fluage stationnaire. La vitesse de déformation devient constante et elle est minimale lors du fluage. Ce phénomène provient de l'équilibre entre deux processus opposés : le durcissement dû à la déformation et la restauration favorisée par la contrainte et la température.
- Le dernier stade s'appelle le fluage tertiaire. Dans ce domaine, à cause de la striction et la formation de vides internes, la réduction de la section de l'éprouvette devient plus significative qui conduit l'augmentation forte de contrainte sous charge constante. Donc, la vitesse de déformation accroît rapidement. Cette dernière partie du fluage est couramment reliée à des modifications métallurgiques comme la recristallisation, le grossissement des précipités.

1.2.3. Essai de relaxation

Dans l'essai de relaxation, une déformation est imposée puis elle est maintenue constante au cours du temps. Comme le montre la Figure 1.6, la contrainte décroît progressivement lors du maintien de déformation constante parce que la déformation viscoplastique continue d'augmenter au fil du temps.

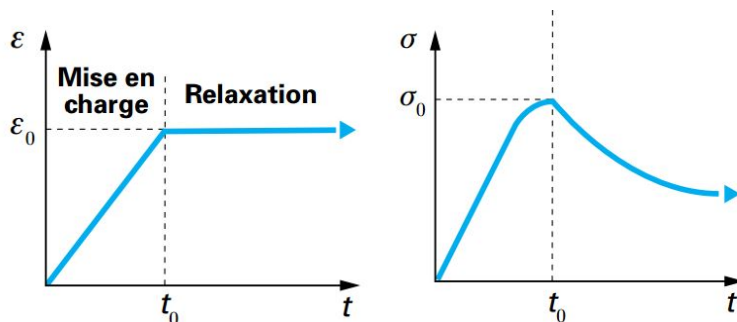


Figure 1.6 : Représentation schématique d'un essai de relaxation typique [24]

En cours de relaxation, la déformation est constante, c'est-à-dire que la vitesse de déformation totale est nulle.

$$\dot{\epsilon}_t = \dot{\epsilon}_e + \dot{\epsilon}_p = 0 \quad (2.33)$$

où $\dot{\epsilon}_t$ est la vitesse de déformation totale, $\dot{\epsilon}_e$ la vitesse de déformation élastique, $\dot{\epsilon}_p$ la vitesse de déformation plastique.

En introduisant la loi de Hooke, la vitesse de relaxation est donnée par :

$$\dot{\epsilon}_p = -\dot{\epsilon}_e = -\frac{\dot{\sigma}}{E} \quad (2.34)$$

Comme pour tous les phénomènes activés thermiquement, la température joue un rôle important dans l'essai de relaxation. Il est à noter que les paramètres mécaniques suivants ont une incidence sur le comportement en relaxation : la vitesse de chargement et la déformation plastique initiale introduite lors du chargement [24].

1.2.4. Essai de dureté

La dureté est une propriété physique dont la mesure correspond à la résistance à la déformation ou pénétration locale d'un matériau. Le test de dureté consiste à appliquer une force sur un indenteur qui pénètre le matériau et maintenir l'indenteur pour une durée normalisée avant l'enlèvement et à mesurer l'empreinte déformée à la surface du matériau. La dureté généralement s'exprime par le rapport de la force à l'aire résiduelle (sauf l'essai de dureté Rockwell). Il existe une grande variété d'essais habituels de dureté principalement selon la forme du pénétrateur et la nature de la mesure de l'empreinte (surface ou profondeur). La Figure 1.7 présente les géométries de pénétrateurs : l'indenteur pyramidal (a), l'indenteur

conique (b), l'indenteur cylindrique (c) et l'indenteur sphérique (d).

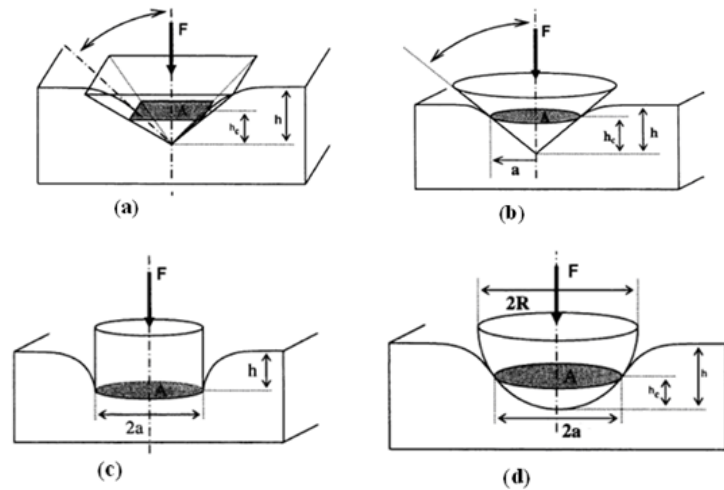


Figure 1.7 : Différents types de pénétrateur (a) Pénétrateur pyramidal (b) Pénétrateur conique (c) Pénétrateur cylindrique (d) Pénétrateur sphérique [25]

L'essai de dureté Brinell utilise un indenteur sphérique en acier trempé ou en carbure de tungstène. Le diamètre de l'empreinte circulaire laissée dans le matériau est mesuré après suppression de la charge. La dureté Brinell (notée H_B) est donnée par la relation suivante [26]:

$$H_B = \frac{2F}{\pi D(D - \sqrt{D^2 - d^2})} \quad (2.35)$$

Avec F (kgf) la charge de l'essai

D (mm) le diamètre de l'indenteur

d (mm) le diamètre de l'empreinte

Certaines précautions opératoires doivent être prises pour la réalisation d'un essai de dureté Brinell. Par exemple, la charge doit être appliquée progressivement de manière à atteindre au bout de 15 secondes la charge fixée. L'essai demande une surface plane de qualité afin de pouvoir lire aisément le diamètre de l'empreinte. On mesure deux diamètres perpendiculaires pour vérifier si l'empreinte est circulaire. De plus, il faut tenir compte d'une déformation éventuelle de l'indenteur sphérique lors de l'essai. Elle n'est pas à craindre avec une bille en acier trempé pour les duretés $H_B \leq 450$, ni avec une bille en carbure de tungstène pour les duretés $H_B \leq 600$. Au-delà de la dureté $H_B 600$, un indenteur en diamant est demandé (essais Vickers ou Rockwell) [27].

De même, l'essai de dureté Meyer fait appel à une bille polie [28]. La mesure est effectuée avec les mêmes principes que la dureté Brinell. La dureté Meyer (notée H_M) est calculée avec l'équation suivante :

$$H_M = \frac{4F}{\pi d^2} \quad (2.36)$$

L'essai de dureté Vickers [29] a été conçu en 1925 par les ingénieurs de l'entreprise anglaise Vickers. Il a fortement étendu les capacités du test de dureté parce qu'il permet de appliquer de très faibles forces et d'effectuer la mesure sur des films minces. L'indenteur en diamant est une pyramide à base carrée dont l'angle au sommet entre deux faces opposées est de 136° . Car la taille de l'empreinte carrée laissée par l'indenteur est généralement très petite, ses diagonales sont mesurées par microscopie optique pour calculer la dureté de l'échantillon. La dureté Vickers (H_V) est calculée avec la relation suivante :

$$H_V = \frac{2F \sin(136^\circ/2)}{d^2} = \frac{1,854F}{d^2} \quad (2.37)$$

Avec d (mm) la moyenne des deux diagonales de l'empreinte carrée

L'avantage d'un indenteur pyramidal est que la loi de similitude est automatiquement respectée. Quand la charge est variée, on peut obtenir des empreintes géométriquement semblables entre elles, donc des valeurs identiques pour la dureté. Il est plus facile de mesurer les diagonales d'une empreinte carrée précisément que le diamètre d'une empreinte circulaire. De plus, l'utilisation de l'indenteur en diamant conduit à l'absence de déformation de l'indenteur pour la mesure des duretés élevées [27]. Il est important d'examiner l'état de l'indenteur en diamant périodiquement.

L'essai de dureté Knoop fait appel à un pénétrateur en diamant de forme pyramidale à base losange très aplatie. L'angle au sommet dans le sens de la grande diagonale est de $172^\circ 30'$ et l'angle transversal de 130° . Cette géométrie de pénétrateur permet d'obtenir une empreinte suffisamment grande pour une très faible charge, en sollicitant donc un volume très réduit de l'échantillon. La dureté Knoop (H_K) est donnée par la formule suivante :

$$H_K = \frac{14,23F}{\ell^2} \quad (2.38)$$

Avec ℓ (mm) la longueur de la plus grande diagonale de l'empreinte

Il y a deux types de pénétrateurs pour réaliser l'essai de dureté Rockwell. Le premier est un cône en diamant de section circulaire, d'angle au sommet 120° , à pointe arrondie sphérique (rayon de 0,2 mm). Le second est une bille en acier trempé, de diamètre 1,587 mm ou 3,175 mm [30]. Les échelles plus souvent utilisées sont l'échelle B (indenteur sphérique d'acier de 1,587 mm de diamètre et charge de 980 N) et l'échelle C (indenteur conique de diamant et charge de 1471 N).

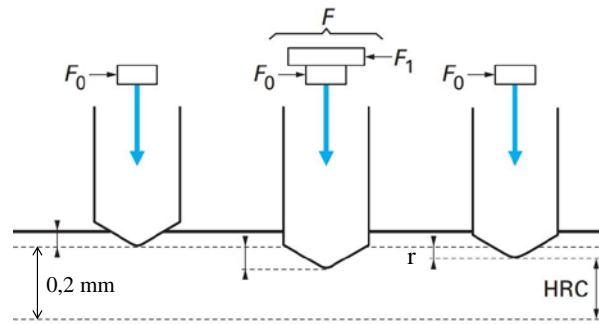


Figure 1.8 : Description d'un essai de dureté Rockwell [27]

Comme le montre la Figure 1.8, cet essai consiste à appliquer une précharge permettant d'obtenir une profondeur initiale. Ensuite une surcharge est imposée puis après 3-8 secondes on supprime la charge supplémentaire mais maintient la charge initiale avant de mesurer l'enfoncement rémanente r en millimètre qui sera utilisée pour le calcul de la dureté Rockwell.

$$HRB = 130 - (r / 0,002) \quad (2.39)$$

$$HRC = 100 - (r / 0,002) \quad (2.40)$$

En résumé, l'essai Brinell sous sa forme habituelle convient spécialement pour les mesures d'atelier. Il est relativement facile pour la lecture des dimensions de l'empreinte. L'état de la surface n'a pas besoin d'être particulièrement soigné. L'essai Vickers s'adapte bien aux matériaux tendres et durs. L'essai Knoop permet de mesurer la dureté des matériaux durs et fragiles comme le verre et la céramique. Pour ces deux types d'essai, ils sont également plus sensibles à l'état de la surface. Donc, un polissage d'échantillon aussi parfait que possible est désirable en raison des petites empreintes. La mesure des diagonales au microscope prend du temps. Ces deux essais sont plutôt du domaine du laboratoire. L'essai Rockwell est simple et rapide. Il convient pour les pièces plus petites et pour les duretés élevées.

1.2.5. Essai d'indentation à haute température

Un nouveau développement de l'essai de dureté à l'échelle nanométrique a été amené par l'accroissement de l'utilisation des couches minces dans plusieurs domaines tels que l'optique, la microélectronique au cours des années 1980 [31]. Il était appelé au début l'indentation instrumentée et désormais micro ou nanoindentation. On peut dire que l'essai d'indentation est un essai mécanique dérivé de l'essai de dureté classique qui aussi consistant à enfoncer un indenteur dur dans un matériau afin d'en mesurer certaines propriétés mécaniques. Comparé avec l'essai de dureté, la mesure de la profondeur de pénétration de l'indenteur remplace la mesure optique des dimensions de l'empreinte. Il faut mesurer l'évolution de la force en même temps. La réalisation d'un cycle complet de charge et de décharge permet également d'extraire des courbes force-pénétration les propriétés élastiques de l'échantillon, ce qui n'était pas possible avec l'essai de dureté classique. De nombreux exemples d'utilisation de cette méthode mécanique sont développés : l'étude de l'influence du substrat sur la mesure et la méthode proposée à corriger cette influence du substrat pour obtenir les propriétés intrinsèques du film [32] ; la capacité de tester séparément chaque phase d'un matériau

multiphasé ; la caractérisation des contraintes d'interface fibre/matrice dans les systèmes composites à matrice céramique [33]. De plus en plus d'exemples montrent que l'indentation est un puissant et effectif moyen pour étudier des propriétés mécaniques des matériaux. L'analyse de la courbe d'indentation peut permettre d'accéder au comportement élastique, plastique ou visqueux des matériaux.

1.2.5.1. Etat de l'art de l'indentation instrumentée en température

La technique de micro- et nano-indentation instrumentée à chaud étant toute récente, les appareils expérimentaux et les publications sur le sujet sont peu abondants. La majorité des recherches en utilisant l'essai d'indentation (micro et nano) à haute température notamment a pour objet de déterminer le module de Young.

Tout d'abord, dans les années 1970, Yu et Li ont caractérisé avec un poinçon plat la plasticité à haute température de monocristaux de LiF à partir d'essai de dureté [34]. Il est montré que les résultats obtenus étaient équivalents à ceux obtenus par des essais conventionnels. Jusqu'à l'année 1990, il est trouvé que des essais de microdureté jusqu'à 1600°C ont pu être réalisés dans une enceinte sous vide par un modèle de microduromètre commercial à haute température (model QM, Nikon, Tokyo-Japon) [35]. Cet appareil a déjà permis d'étudier la microdureté et le phénomène de fluage d'un alliage à haute température [36]. Mais il n'est pas possible de mesurer continuellement l'enfoncement de la pointe dans la matière à une échelle plus fine, nanométrique. Au début de ce siècle, les modules d'élasticités jusqu'à 800°C sur un super alliage de base nickel ont été mesurés par le moyen d'un microindenteur développé par un groupe japonais ULVAC-RIKO Co, Japan [37]. Ces auteurs japonais sont néanmoins contraints de corriger leurs résultats à cause du problème de dérive thermique des capteurs de mesure. La grande différence de température entre l'indenteur froid et la surface d'un matériau chaud a conduit la dérive thermique [38]. Cette machine leurs a néanmoins permis de déterminer des valeurs convaincantes de module de Young. D'après le résultat de Takagi *et al.* [38] qui ont aussi utilisé le même dispositif, le module de Young a été calculé via la détermination de la souplesse systématique. Celle-ci peut s'exprimer comme étant la somme de la souplesse de la machine et la souplesse de l'échantillon. En 2006, l'appareil expérimental utilisé par Schuh *et al.* [39] a pu atteindre des températures de l'ordre de 400°C, mais avec des problèmes de dérive thermique. Deux ans plus tard, dans la thèse sur les barrières thermiques de Arnaud Vilemiane [40], il a exploré la possibilité de réaliser l'essai de microindentation instrumentée à chaud dans l'optique afin d'identifier certains paramètres des lois de comportement des constituants en utilisant un prototype de microindentation développé par l'ONERA. La température maximale dans sa recherche était 850°C. D'autres études ont été aussi réalisées sous l'utilisation du microscope, par exemple, microscope à force atomique [41-45]. Au cours des cinq dernières années, les travaux de J.M. Wheeler ont fortement avancé les études du domaine de l'indentation à haute température. Il a analysé la détérioration du diamant à température élevée et exploré le problème de dérive thermique lors de nanoindentation [46-48].

Comme présentés dans le Tableau 1.1, Schuh *et al.* ont réuni les études et les moyens d'essai de micro et nanoindentation relatifs réalisés à chaud à partir de l'année 1995 jusqu'à 2006 [39]. Nombre de ces moyens d'essai ne sont que des duromètres à haute température, non-

instrumentés et pour lesquels il n'est pas possible d'observer les empreintes rémanentes en surface à la température du test. Cependant, les mesures des empreintes rémanentes sont généralement faites à température ambiante après refroidissement, ce qui introduit un faible changement de la forme des empreintes.

Sur la Figure 1.9, les températures maximales publiées d'essais d'indentation dans les deux dernières décennies sont indiquées pour chaque configuration du système en fonction de l'année de publication. En outre, le nombre total des articles publiés par an sur la nanoindentation à haute température est présenté. Il est évident que la température maximale expérimentale a augmenté progressivement et de plus en plus d'études ont été mises en œuvre.

Dans le cadre de notre recherche, le dispositif de nanoindentation à haute température exploité par Anton Paar pouvant atteindre des températures de l'ordre de 800°C. Cet appareil est en train d'être développé et peut être utilisé pour caractériser des différents matériaux.

Year	Authors	Ref.	T_{\max} (°C)	Instrument	Material
Micro-scale studies					
1995	Lucas and Oliver	18	75	Similar to MTS Nanoindenter II	In
1998	Farber et al.	16	786	Custom Apparatus	ZrO ₂ -Y ₂ O ₃
1998	Farber et al.	17	396	Custom Apparatus	Ge
1998	Lucas and Oliver	19	75	Similar to MTS Nanoindenter II	In
2001	Fujiwara and Otsuka	45	210	Custom Apparatus	Sn, Pb-Sn
2003	Takagi et al.	46	500	ULVAC-RIKO Custom Apparatus	Al-5.3Mg
2004	Watanabe et al.	47	1137	Custom Apparatus	Thermal barrier oxides
2004	Takagi et al.	48	800	ULVAC-RIKO Custom Apparatus	CMSX-4 Ni alloy
Nano-scale studies					
1996	Suzuki and Ohmura	49	600	Custom Apparatus	Si
1997	Syed-Asif and Pethica	50	50	Custom Apparatus	W, GaAs, In
1999	Bahr et al.	24	106	Custom Apparatus	Fe-3Si
2000	Smith and Zheng	20	200	MicroMaterials NanoTest	Au, Si, soda-lime glass
2001	Wolf et al.	51	120	Hysitron	Y-Mg-Zn
2001	Kramer et al.	25	75	Hysitron Triboscope	W, Fe-3Si
2001	Kraft et al.	52	100	MTS Nanoindenter XP	Al, Al foam
2002	Beake and Smith	21	400	MicroMaterials NanoTest	Au, fused silica, soda-lime glass, polyimide
2003	Beake et al.	22	500	MicroMaterials NanoTest	Various
2003	Xia et al.	53	400	MicroMaterials NanoTest	Fe-40Al
2004	Volinsky et al.	23	130	MTS Nanoindenter II	Au, Pt/Cu
2004	Hinz et al.	54	130	AFM tip, Veeco Dimension 3100	PMMA
2004	Schuh et al.	28	200	Hysitron Triboindenter	Pd- and Mg-based metallic glass
2004	Lund et al.	26	200	Hysitron Triboindenter	Pt
2004	Nieh et al.	55	450	MicroMaterials NanoTest	Zr-based metallic glass
2005	Ma and Komvopoulos	56	78	Hysitron Triboindenter	NiTi
2005	Schuh et al.	27	200	Hysitron Triboindenter	Pt
2005	Zhang et al.	57	200	MicroMaterials NanoTest	NiTi
2006	Present study	...	405	Hysitron Triboindenter	Fused silica

Tableau 1.1 : Résumé des études des essais de micro et nanoindentation effectués à haute température [39]

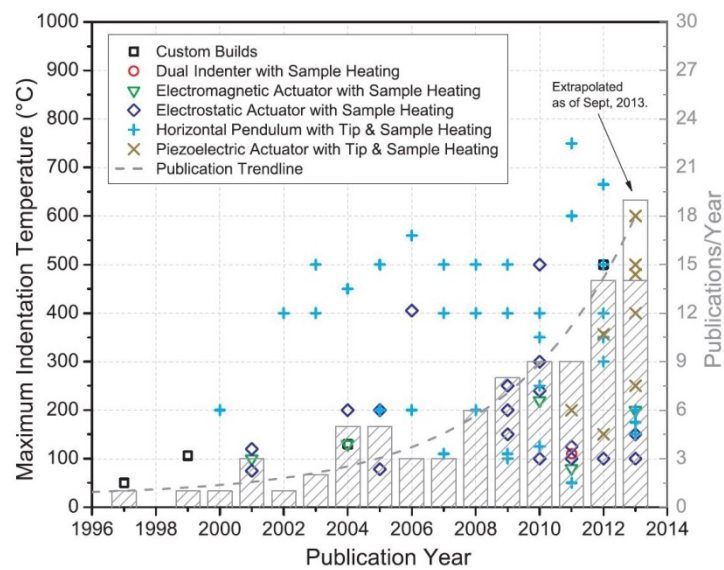


Figure 1.9 : Les températures maximales publiées d'indentation pour différentes configurations systématiques et publications par an au cours des dernières années [49]

1.2.5.2. Différents types d'indenteur

Les indenteurs pour l'essai d'indentation ont des géométries identiques ou similaires que celles pour l'essai de dureté. En général, la géométrie d'un pénétrateur est soit sphérique (Brinell), soit pyramidale (Vickers, Knoop, Berkovich ou Cube Corner) comme présenté sur la Figure 1.10. Afin de caractériser le matériau indenté, la géométrie de l'indenteur doit être parfaitement connue. Bien qu'il y ait de nombreuses géométries possibles, seules les géométries normalisées des indenteurs en forme de pyramide de type Vickers et de type Berkovich sont très communément utilisés. De plus, l'indenteur Berkovich est le type le plus fréquent utilisé dans le cas d'indentation de faible amplitude [50, 51], parce que sa géométrie d'une pyramide à trois faces (un tétraèdre) a un avantage que les bords de la pyramide sont plus facilement construits pour rencontrer à un seul point [52], plutôt que la ligne inévitable qui se produit au sommet de la pyramide Vickers à quatre faces. Donc dans notre étude, l'indenteur Berkovich est choisi. Le matériau d'un indenteur est souvent du diamant mais d'autres matériaux sont aussi utilisés comme le saphir, le carbure de bore et le carbure de tungstène.

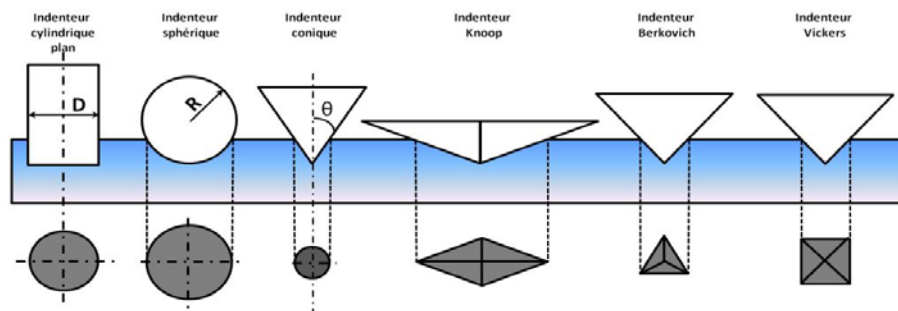


Figure 1.10 : Schéma de différents types de pointe et d'empreintes correspondantes [53]

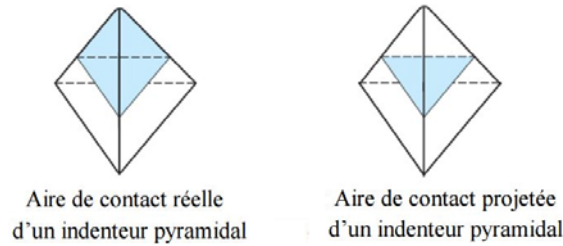


Figure 1.11 : Comparaison des aires de contact réelle et projetée d'un indenteur pyramidal

	Vickers	Berkovich	M. Berkovich	Cube Corner
a_t	136°	141,9°	142,3°	90°
a	68°	65,03°	65,27°	35,264°
A_d / h^2	$4 \frac{\sin a}{\cos^2 a} = 26,43$	$3\sqrt{3} \frac{\sin a}{\cos^2 a} = 26,43$	$3\sqrt{3} \frac{\sin a}{\cos^2 a} = 26,94$	$9/2=4,5$
A_p / h^2	$4 \tan^2 a$	$3\sqrt{3} \tan^2 a$	$3\sqrt{3} \tan^2 a$	$3\sqrt{3} / 2$
	$\approx 24,504$	$\approx 23,96$	$\approx 24,494$	$\approx 2,598$
A_d / A_p	$1 / \sin a = 1,0785$	$1 / \sin a = 1,1031$	$1 / \sin a = 1,1010$	$1 / \sin a = 1,7320$

a_t : l'angle entre un arête de la pyramide et une face de la pyramide

a : l'angle entre l'axe de la pyramide et l'une des faces de la pyramide

A_d : surface réelle de contact A_p : surface projetée de contact

Tableau 1.2 : Propriétés géométriques des différents indenteurs [54]

Cependant, la géométrie réelle des pointes n'est certainement pas idéale du fait que des imperfections géométriques, inhérentes au procédé de mise en forme employé, sont inévitables [55]. Pour des indenteurs coniques et pyramidaux, une des imperfections habituelle est l'émoussement du sommet, caractérisé par un petit rayon de pointe. Ce défaut de forme conduit à une influence importante sur le résultat de la mesure surtout au premier moment de l'indentation ayant un petit enfoncement.

1.2.5.3. Modèle d'Oliver et Pharr

L'explication de l'essai de nanoindentation tel que nous le connaissons actuellement se base sur le modèle mécanique développé par Oliver et Pharr en 1992 puis revu en 2004 [74, 75]. Ce dernier modèle a combiné les travaux précédents sur la nanoindentation instrumentée avec les nouveaux résultats pour qu'une nouvelle analyse plus rigoureuse des courbes force-pénétration ait été proposée en prenant en compte précise des caractéristiques géométriques du contact entre la pointe et le matériau.

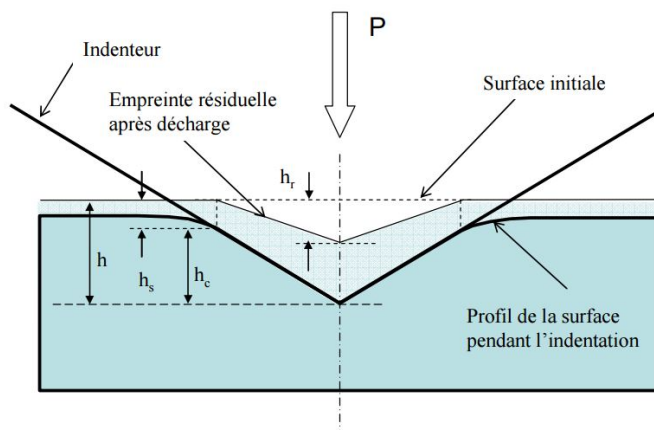


Figure 1.12 : Description de la géométrie d'indentation utilisée dans l'analyse Oliver et Pharr [76, 77]

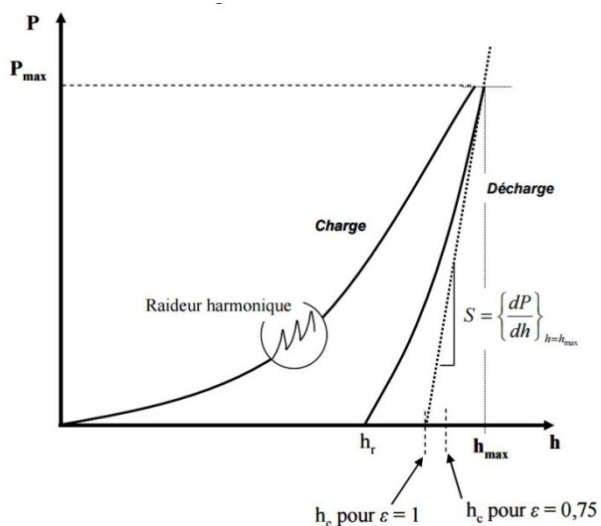


Figure 1.13 : Courbe force-pénétration d'un essai d'indentation sur un cycle complet charge-décharge et Grandeurs utilisées dans l'analyse [77]

La géométrie du contact vue en coupe ainsi que les dimensions utilisées dans le modèle d'Oliver et Pharr sont présentées sur la Figure 1.12. Les données brutes recueillies lors de l'essai d'indentation sont la pénétration de l'indenteur h en fonction de la charge appliquée P qui permettent de tracer la courbe force-pénétration d'où on peut obtenir la profondeur de l'empreinte résiduelle après décharge notée h_r . Le déplacement de l'indenteur h comprend la hauteur de contact réelle h_c , entre l'indenteur et l'échantillon, et d'autre part, le déplacement vertical de la surface à la limite du contact h_s causé par la déflexion élastique à l'extérieur du contact. Donc, à tout moment, h_c peut donc être définie comme :

$$h_c = h - h_s \quad (2.41)$$

Lors des premiers travaux sur la nanoindentation, pour une charge maximale P_{max} , afin de calculer l'aire de contact entre l'indenteur et l'échantillon deux valeurs de pénétration

pouvaient être choisies: le déplacement maximal de l'indenteur h_{max} ou la profondeur résiduelle h_r . Cependant, ces deux grandeurs ne sont généralement pas bien représentatives de la hauteur de contact réelle h_c . Pour certains matériaux, la déformation élastique de l'échantillon sous l'indenteur est importante et fait que la hauteur de contact h_c est inférieure au déplacement vertical de l'indenteur h . h est mesuré expérimentalement lors de l'essai, toute la difficulté de l'analyse repose sur la détermination du déplacement élastique de la surface h_s pendant l'indentation. Doerner et Nix proposent une première solution que sur certains matériaux, la première partie de la courbe de décharge est linéaire, comme dans le cas d'un poinçon plat, les auteurs déterminent la hauteur de contact h_c en extrapolant la portion linéaire pour une force nulle [78]. Cette hauteur de contact représente une meilleure approximation que h_r ou h_{max} , mais repose sur l'hypothèse d'une décharge initialement linéaire. D'une manière similaire, Oliver et Pharr supposent que l'affaissement autour de l'indenteur est totalement élastique, pour déterminer h_s à partir de la force maximale appliquée P_{max} et de la raideur de contact S , mais comportant un facteur correctif ε . A l'aide des travaux de Sneddon [79] sur la déflexion élastique d'une surface dans le cas d'un indenteur conique ou sphérique, la relation suivante est proposée :

$$h_s = \varepsilon \frac{P}{S} \quad (2.42)$$

La constante géométrique ε dépend de la géométrie de l'indenteur. Sa valeur est égale à 1 pour un indenteur plat (approximation de Doerner [78]) et autrement pour un indenteur conique ε est calculé comme suit:

$$\varepsilon = \frac{2}{\pi}(\pi - 2) = 0,727 \quad (2.43)$$

La forme des courbes de décharge observées par l'analyse d'Oliver et Pharr sur plusieurs matériaux leur suggèrent une meilleure approximation avec $\varepsilon=0,75$, valeur relative à l'indenteur sphérique [80] ainsi que l'indenteur Vickers et Berkovich. De nombreux travaux, Laval [18] et Ramond-Angelelis [81] ont cependant mis en évidence que le calcul de la hauteur de contact à partir des équations 2.41 et 2.42 ne s'applique pratiquement qu'aux matériaux homogènes et très élastiques (comme les oxydes ou les polymères). En revanche, pour des matériaux très plastiques, ou dans le cas de films minces, un bourrelet d'écoulement plastique formé autour de l'indentation engendre une augmentation de la hauteur de contact h_c qui peut dépasser la pénétration de l'indenteur h (c'est-à-dire h_s est négative). Donc, la présence de bourrelet rend le résultat moins précis. En effet, des problèmes fondamentaux sur les matériaux peu élastiques comme les métaux sont posés par l'analyse d'Oliver et Pharr pose, en raison de l'apparition possible d'un bourrelet qui accroît largement l'aire de contact [82].

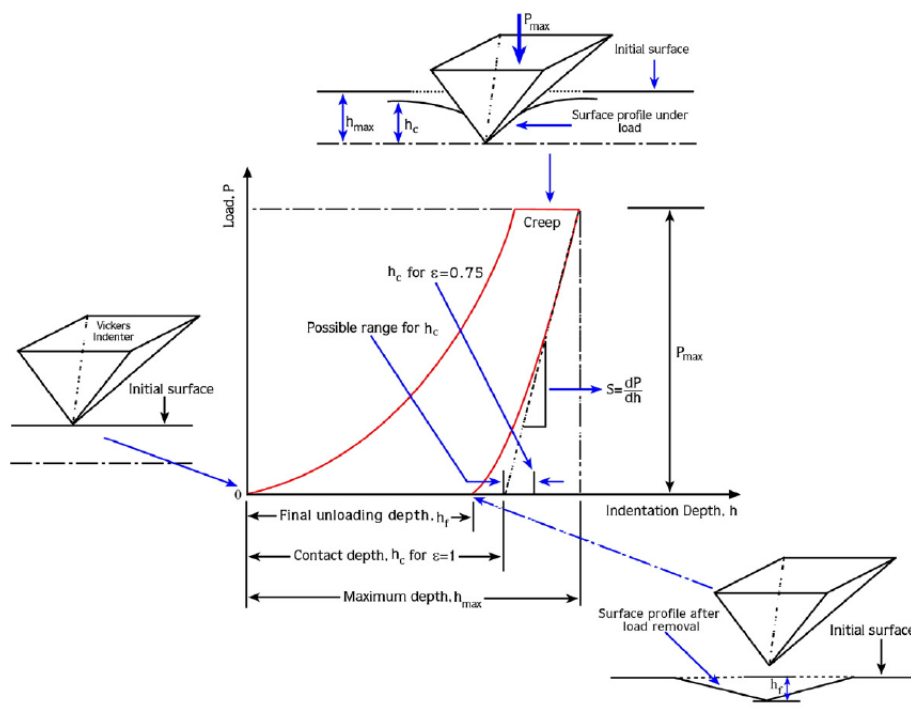


Figure 1.14 : Représentation schématique d'une courbe charge-déplacement et paramètres nécessaires à l'analyse [83]

Le second développement notable amené par Oliver et Pharr concerne la mesure de la raideur de contact S . L'étude de Sneddon, Doerner et Nix [78] et Loubet et al. [84] néglige l'effet de géométrie de la pointe et suppose que le contact d'indentation peut être assimilé à un espace axisymétrique (cas d'indenteur cylindrique plat) lors de toute la décharge. Donc, l'aire de contact reste constante au début de la décharge dans ce cas, donnant une première partie de courbe linéaire. Toutefois, ce modèle présente des imprécisions parce que la phase de déchargement n'est pas linéaire. D'ailleurs, la géométrie de la pointe d'indentation joue un rôle important dans l'analyse. Oliver et Pharr remarquent que dans le cas de l'indentation avec une pointe conique ou pyramidal, et pour la majorité des matériaux, l'aire de contact évolue continûment pendant l'étape de décharge et par conséquent l'hypothèse de la linéarité du début de la courbe de décharge n'est pas satisfaite. Le calcul de la pente initiale de décharge ne peut donc pas se faire précisément par décroissance linéaire. Il est montré que le calcul de S par simple régression linéaire est faux, parce que les valeurs obtenues dépendent fortement du nombre de points utilisés pour la régression.

Oliver et Pharr proposent que la courbe de décharge puisse être plus avantageusement définie par une loi de puissance empirique :

$$P = b(h - h_f)^\phi \quad (2.44)$$

D'ici h_f est la profondeur résiduelle, h est la profondeur d'indentation et l'exposant ϕ est un paramètre.

Le calcul de la raideur de contact S se fait alors en dérivant équation (2.44) à $h=h_{max}$:

$$S = \left(\frac{dP}{dh} \right)_{F=F_{\max}} = b\phi(h_{\max} - h_f)^{\phi-1} \quad (2.45)$$

Des essais d'indentation sur nombreux matériaux montrent que l'exposant ϕ , pour une charge maximale de 120 mN, est entre 1,2 et 1,6 en fonction la géométrie de l'indenteur et b varie de 0,02 mN/nm $^\phi$ pour les matériaux très élastiques, par exemple la silice, à environ 0,26 mN/nm $^\phi$ pour les métaux comme l'aluminium. Le calcul de S permet donc de déterminer la hauteur de contact h_c grâce aux équations (2.37) et (2.38) ainsi que l'aire de contact projetée sur la surface entre l'indenteur et l'échantillon connaissant la fonction d'aire de l'indenteur $A(h_c)$. La dureté est définie par la relation suivante:

$$H = \frac{P_{\max}}{A(h_c)} \quad (2.46)$$

Pour calculer le module de Young équivalent, il nécessite de tenir compte de la déformation, même minime, du pénétrateur durant l'indentation. Donc, un module effectif, ou module réduit E_r s'exprime comme suit :

$$\frac{1}{E_r} = \frac{1-\nu^2}{E} + \frac{1-\nu_i^2}{E_i} \quad (2.47)$$

Cette équation prend en compte le module de Young E_i et le coefficient de Poisson ν_i de la pointe, tandis que E et ν sont les valeurs correspondant à l'échantillon. A partir de la relation de Sneddon [78], on peut obtenir le module E_r :

$$E_r = \frac{1}{2\beta} \sqrt{\frac{\pi}{A}} \left(\frac{dP}{dh} \right) \quad (2.48)$$

où β est un facteur de correction qui tient compte du caractère non axisymétrique du contact durant l'indentation avec des pénétrateurs pyramidaux de type Berkovich ou Vickers [85]. La détermination de la valeur de β est encore un sujet d'étude. En général, on prend $\beta=1,034$ pour l'indenteur Berkovich. Une autre étude comparable a été menée par Oliver et Pharr qui suggèrent une valeur de 1,05 comme une estimation raisonnable. Selon les travaux de Dao et al., ils déterminent $\beta=1,096$ pour la pointe Berkovich. Dans l'article de Fisher-Cripps [85], les différentes valeurs dans différentes situations sont rassemblés. Il propose que le facteur β devrait être supérieure à la valeur couramment utilisé 1,034 mais à l'heure actuelle il semble qu'il n'y a pas de consensus.

1.2.5.4. Fluage par indentation

Le développement des appareils de microindentation et nanoindentation à haute température permet d'explorer plus loin des propriétés des matériaux. Les possibilités de réalisation de l'essai d'indentation avec une charge cyclique ou non, avec des temps de maintien ou non à la force maximale, avec différentes vitesses de chargement et de déchargement font que cette méthode expérimentale est de plus en plus utilisée pour caractériser plus de propriétés mécaniques des matériaux à différentes échelles [86-88]. On peut utiliser l'essai

d'indentation pour obtenir des données de fluage des matériaux.

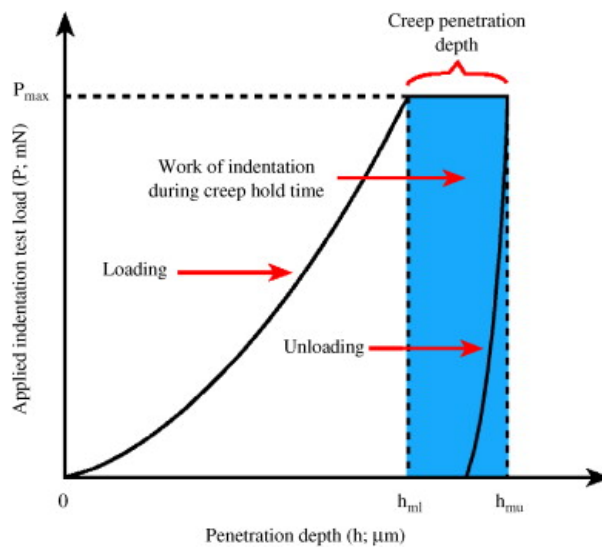


Figure 1.15 : Courbe schématique d'un essai de fluage par indentation [89]

Lorsque la charge reste constante à température élevée, de nombreux matériaux comme les métaux présentent une sensibilité au fluage qui se manifeste couramment par une section horizontale à la force maximale sur la courbe force-déplacement présentée sur la Figure 1.15 [90, 91]. Pendant le temps de maintien, la pénétration augmente mais la vitesse de déformation décroît progressivement jusqu'à devenir nulle en raison de la diminution de la contrainte.

Parfois tout au début du déchargement, la présence du phénomène de fluage modifie la forme de la courbe qui aboutit à l'impossibilité pour les calculs de la dureté et du module de Young du matériau. Comme présenté sur la Figure 1.16, on observe de temps en temps un effet appelé "bowing out" du fait que l'indenteur continue de s'enfoncer lors des premiers instants de déchargement [85].

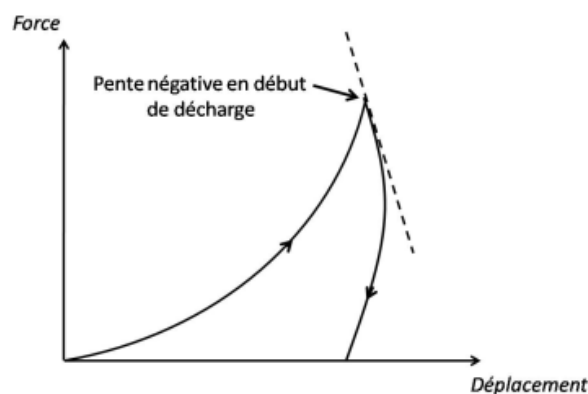


Figure 1.16 : Représentation du fluage au début de la décharge [92]

1.2.5.5. Facteurs influents

Grâce à la simplicité et la facilité de mise en œuvre, la technique de micro et nanoindentation instrumentée est amplement utilisée dans le domaine de mesure des propriétés mécaniques locales. Elle aide à la caractérisation du module d'élasticité et de la dureté du matériau de faible amplitude. Malgré que les courbes d'indentation sont assez bien comprises et exploitées, on doit prendre des facteurs en considération qui affectent sensiblement le niveau de précision des résultats obtenus.

1.2.5.5.1. Rugosité de surface

La rugosité de surface est très importante dans la nanoindentation. Car l'aire de contact est calculée indirectement à partir de la profondeur de pénétration et de la géométrie de l'indenteur, la rugosité naturelle des surfaces réelles entraîne des erreurs sur la détermination de l'aire de contact entre l'indenteur et l'échantillon [94]. Donc, elle peut largement affecter les résultats des essais d'indentation ainsi que la détermination des propriétés mécaniques. Par exemple, De Souza et. al [95] ont souligné l'importante dispersion de leurs résultats expérimentaux lorsque ils ont évalué la dureté d'un titane nitruré par bombardement ionique. Les effets de la rugosité sont particulièrement importants pour des indentations peu profondes. De plus, la rugosité de surface de l'échantillon influe sur la reproductibilité de l'essai d'indentation : il est difficile d'obtenir une même réponse mécanique sur différentes zones de la surface d'un même échantillon [96].

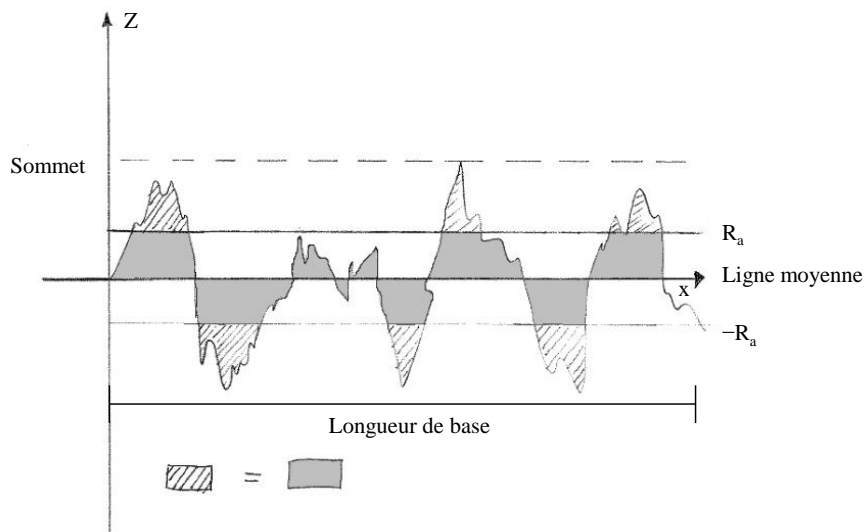


Figure 1.17 : Représentation de définition du paramètre R_a définis par rapport à la ligne moyenne

L'écart moyen arithmétique de la rugosité R_a est un paramètre pertinent pour la description de l'amplitude de la rugosité de surface [97]. A partir d'une coupe schématisée de la surface mesurée par un profilomètre (voir Figure 1.17), la ligne moyenne peut être définie : la surface au-dessus de la ligne moyenne est par définition égale à la surface au-dessous de la ligne. Certains ouvrages définissent cette ligne à l'aide des moindres carrés plutôt que d'utiliser la moyenne. R_a est défini par la moyenne arithmétique des écarts à la ligne moyenne [98]:

$$R_a = \frac{1}{l} \int_0^l |z(x)| dx \quad (2.49)$$

où, l est la longueur de base, $z(x)$ la hauteur du profil.

Par ailleurs, pour l'indentation avec un indenteur sphérique, la rugosité de surface peut perturber significativement le résultat. En revanche, pour les indenteurs plus aigus, par exemple, l'indenteur Berkovich, l'effet de la rugosité est moins sévère [94].

La norme européenne EN ISO 14577-1 conseille d'utiliser une profondeur d'indentation dépassant 20 fois l'écart moyen arithmétique de la rugosité R_a [99, 100]. Il est à noter que cette limitation peut poser problème pour la nanoindentation pour caractériser des films minces, qui nécessite des profondeurs d'indentation très faibles.

1.2.5.5.2. Profondeur initiale de pénétration

La mesure du déplacement est sûrement la mesure soumise au plus grand nombre d'incertitudes durant l'essai d'indentation. Le pénétrateur est d'abord mis en contact avec la surface du matériau pour lequel on mesure la profondeur de pénétration en fonction du chargement. Donc, il est important de détecter et déterminer le point de contact. Cependant, l'indenteur doit d'abord descendre et contacter la surface du matériau afin d'établir un point de référence. Cette profondeur de contact initiale doit être minimisée ce qui est généralement détecté et obtenue lorsque le chargement normal dépasse la limite de résolution de l'appareillage. Une valeur de la charge de contact de l'ordre de $1\mu\text{N}$ est acceptable [101]. La Figure 1.18 présente clairement cette notion de profondeur initiale de pénétration de l'indenteur (h_i). Dans nos études, l'appareil nouvellement développée par Anton Paar permet d'éliminer cette incertitude sur la profondeur de pénétration initiale en utilisant un deuxième indenteur comme référence.

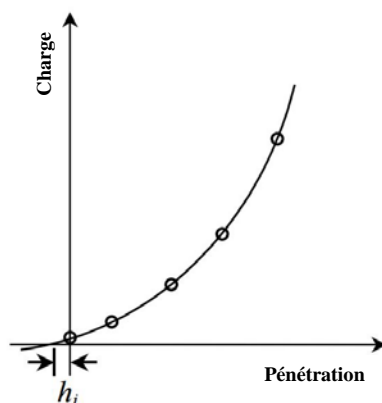


Figure 1.18 : L'erreur de la pénétration initiale de l'indenteur [102]

1.2.5.5.3. Effet de taille en indentation

Pour les résultats des essais d'indentation, on observe souvent une variation de dureté ou de module d'élasticité avec la charge appliquée ou la pénétration. Ce phénomène est appelé "Effet de taille en indentation" (Indentation Size Effect – ISE). Certains effets observés

proviennent du comportement du matériau et se produisent en raison de la présence de films d'oxyde très minces ayant des propriétés mécaniques sensiblement différentes de celles du matériau de l'échantillon, ou de la présence de contraintes résiduelles et du durcissement par écrouissage durant la préparation des échantillons, ou du frottement entre l'indenteur et l'échantillon, etc. L'effet de taille d'indentation observé le plus souvent est probablement les erreurs associées à la fonction de l'aire de contact dépendante de la géométrie de l'indenteur, particulièrement pour de très faibles pénétrations [94, 103]. En général, l'effet de taille correspond à une augmentation de la dureté avec une décroissance de la profondeur d'indentation et plusieurs études ont montré que l'effet de taille en indentation devient plus important notamment lorsque les profondeurs maximales sont inférieures à $1 \mu\text{m}$ [104-107].

La théorie de gradient de déformations en plasticité basé sur la théorie des dislocations de Tyler attribue l'ISE à l'évolution des dislocations géométriquement nécessaires (Geometrically Necessary Dislocations – GNDs) au-dessous de l'indenteur, ce qui entraîne l'augmentation du gradient de déformation ainsi que de la dureté [108-110]. En considérant les dislocations géométriquement nécessaires générés par un indenteur conique, Nix et Gao ont développé un modèle de l'ISE et ont établi une relation entre la dureté de micro-indentation H et la profondeur d'indentation h [111] :

$$\left(\frac{H}{H_0}\right)^2 = 1 + \frac{h^*}{h} \quad (2.50)$$

où H_0 est généralement appelé la macrodureté mesurée par un essai d'indentation avec une grande profondeur et h^* est une longueur caractéristique de l'ordre de microns donnée par Nix et Gao qui dépend des propriétés du matériau indenté et de la géométrie d'indenteur [111].

Cette équation prédit une relation linéaire entre H^2 et $1/h$, ce qui correspond bien aux données de dureté de micro-indentation pour les cuivres monocristallins et polycristallins ainsi que pour l'argent monocristallin comme le montre la Figure 1.19 [112, 113].

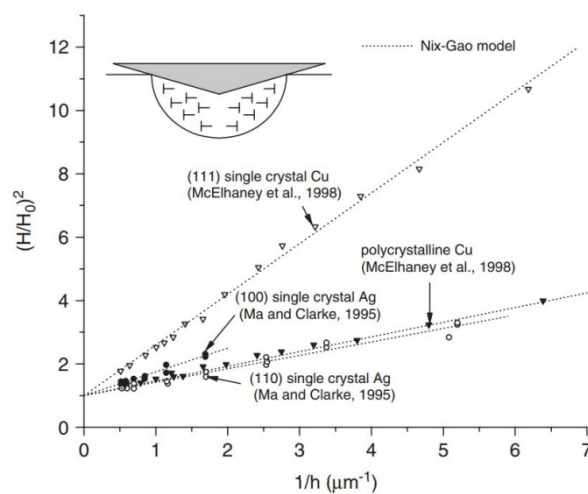


Figure 1.19 : Correspondance entre la relation du modèle de Nix et Gao et les données de dureté de micro-indentation pour les cuivres et l'argent [114]

Swadener *et al.* ont utilisé l'indenteur sphérique et leurs résultats ne montrent pas d'effet de taille dû à la profondeur de pénétration, mais plutôt un effet de taille basé sur le rayon de la sphère [115]. Les indenteurs sphériques dont les diamètres sont inférieurs à environ 100 μm peuvent produire des duretés plus élevées [116].

D'habitude, la nano-indentation et la micro-indentation se réfèrent typiquement à la profondeur d'indentation inférieure et supérieure à l'ordre de 100 nm, respectivement. Cependant, nombreuses études ont montré que les données de dureté de la nano-indentation ne suivent pas la même relation ci-dessus utilisable pour la microindentation [106, 117-122].

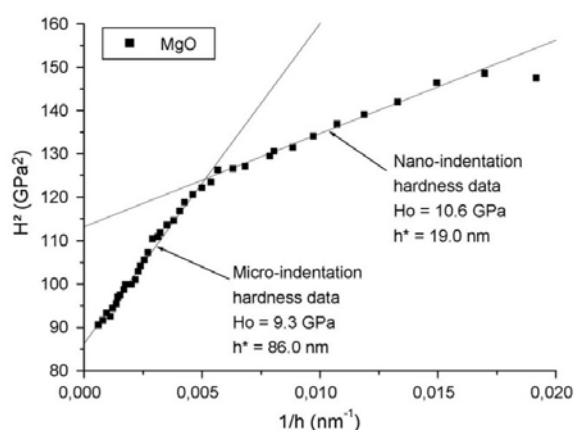


Figure 1.20 : Dureté de l'oxyde de magnésium mesuré par la nanoindentation et la microindentation [123]

Comme le montre la Figure 1.20, pour le matériau oxyde de magnésium, les résultats des indentations ayant une pénétration inférieure à 200 nm montrent que la relation entre le carré de la dureté H^2 et l'inverse de la profondeur est encore linéaire mais la pente $H^2/(1/h)$ devient plus petite que celle de la microindentation. Par conséquent, le modèle de Nix-Gao peut bien s'adapter aux données de dureté des essais de microindentation ou de nano-indentation, mais pas aux deux simultanément [124].

Le décalage entre les deux pentes s'explique par les deux facteurs principaux [114] :

1. Un est lié à l'effet dominant du défaut de l'indenteur à faible pénétration,
2. L'autre est associé au volume de stockage des dislocations géométriquement nécessaires à la déformation.

D'autres facteurs peuvent également contribuer à ce décalage, tels que la résistance intrinsèque ou la contrainte de friction [125], la rugosité de surface [126] et la contrainte à longue distance associée aux dislocations géométriquement nécessaires [117].

1.2.5.5.4. Souplesse de l'appareil d'indentation

Le système de mesure de profondeur d'un appareil d'indentation typique enregistre la profondeur de pénétration de l'indenteur dans l'échantillon ainsi que tous les déplacements de l'appareil résultant du chargement. Ces déplacements sont directement proportionnels à la

charge. Donc, la souplesse totale du contact mesurée à partir d'une courbe d'indentation contient à la fois l'ensemble des réponses élastiques du matériau (l'échantillon et la pointe) et la contribution de l'appareil d'indentation. La souplesse totale C se met sous la forme :

$$C = C_f + C_i = \left(\frac{dh}{dP} \right) \quad (2.51)$$

où C_f est la souplesse de l'appareil, C_i est la souplesse de l'indenteur et l'échantillon.

Pour le cas d'utilisation d'un indenteur Berkovich, à l'aide l'équation (2.48), on obtient la souplesse de l'indenteur et l'échantillon C_i :

$$C_i = \frac{1}{S} = \frac{\sqrt{\pi}}{2\beta E_r \sqrt{A_p}(h_c)} = \sqrt{\frac{\pi}{24,5}} \frac{1}{2\beta E_r} \frac{1}{h_c} \quad (2.52)$$

où A_p est la surface projetée de contact, E_r est le module effectif / réduit, h_c est la hauteur de contact réelle, et β est un coefficient correcteur.

Pour déterminer la souplesse de l'appareil C_f , la meilleure méthode est de mener plusieurs essais aux différentes charges sur un matériau assez rigide (par exemple silice fondue) et de tracer une courbe linéaire dh/dP en fonction de $1/h_c$ présentée sur la Figure 1.21. L'intersection de la courbe avec l'axe vertical donne directement la valeur de la souplesse de l'appareil. Il est à noter que la charge d'indentation ne peut pas être trop faible parce que les données à faible charge affectent largement la pente de courbe [93].

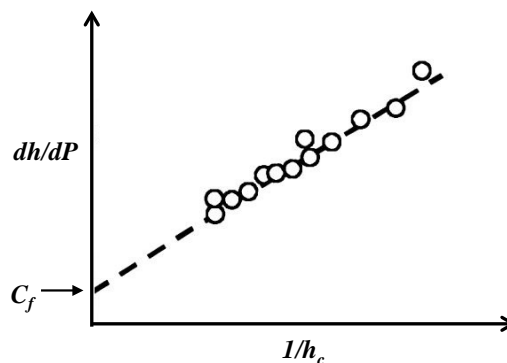


Figure 1.21 : Détermination expérimentale de la souplesse de l'appareil [93]

1.2.5.5.5. Phénomène de piling-up et de sinking-in

La déformation des matériaux élastoplastiques sous indentation est une combinaison compliquée des déformations élastique et plastique en considérant des propriétés mécaniques des matériaux et de la géométrie de l'indenteur. Par exemple, une diminution du rapport module de Young sur la limite élastique, E/σ_y , montre que le matériau tend à se déformer plus élastiquement. Autrement, une indentation réalisée avec un indenteur émoussé (assimilé à un indenteur sphérique pour de très faibles pénétrations d'indentation) couramment conduit

à une déformation élastique plus importante que celle avec un pénétrateur pointu (pénétrateur conique ou pyramidal). Pendant le processus d'indentation, un champ de déformation plastique avoisiné par un champ de déformation élastique se forme sous l'indenteur puis grandit lorsque la profondeur de pénétration d'indentation augmente. Pour une indentation sur un matériau élastique, la surface de l'échantillon est généralement tirée vers l'intérieur et vers le bas en dessous du pénétrateur et le sinking-in (un effondrement de surface) se produit. En cas de plus de déformation plastique, le sinking-in ou le piling-up (une remontée de matière) peuvent se dérouler. Selon les études, le degré de piling-up et sinking-in notamment dépend du rapport E/σ_y et de l'écouissage [26, 127]. Le coefficient de frottement à l'interface indenteur-échantillon a une incidence aussi. Le piling-up est plus rencontré pour les matériaux écrouis avec une valeur élevée de E/σ_y . Pourtant, les matériaux sans écrouissage avec une valeur basse de E/σ_y un sinking-in a une tendance de se produire lors d'indentation.

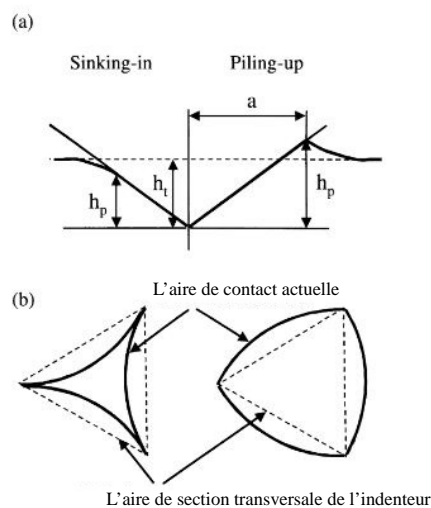


Figure 1.22 : Illustration du piling-up et du sinking-in d'un matériau autour de l'indenteur et les changements d'aire correspondants [94]

Ce phénomène important aboutit à un changement de l'aire de contact A et par conséquent affecte les valeurs calculées, comme le module de Young E ou la dureté H .

1.2.5.5.6. Rayon de courbure du sommet de la pointe

Il est nécessaire de tenir compte des imperfections liées à l'affaiblissement de la pointe de l'indenteur [128-130]. En effet, seule l'indenteur Berkovich neuf a un rayon de courbure r presque nul. Cependant, la pointe s'émousse et son rayon de courbure r s'accroît progressivement de temps en temps au fil de l'utilisation [131].

D'après la définition de la dureté, le calcul fait intervenir l'aire de contact entre l'indenteur et l'échantillon. Dans le cas de l'indentation conventionnelle, on peut utiliser une aire projetée observée à la surface de l'échantillon ou l'aire de contact réelle qui considère la surface des faces inclinées de l'empreinte. Pour les deux cas, il est nécessaire de mesurer précisément de

cette grandeur car son influence sur la précision du calcul de la dureté sera d'autant plus important que la surface considérée sera petite, ce qui est le cas en nanoindentation. La surface théorique pour un indenteur Berkovich est donnée par :

$$A=24,5h^2 \quad \text{Pour la surface projetée}$$

$$A=26,43h^2 \quad \text{Pour la surface de contact réelle}$$

où h est la profondeur de l'empreinte

En pratique, il est difficile et quasiment impossible de fabriquer une pointe de forme parfaite, le sommet de la pyramide étant toujours plus ou moins arrondi. Pour déterminer la surface projetée en considérant ce défaut de l'indenteur, trois méthodes sont proposées [27]:

- La première est de mesurer cette aire directement en utilisant un microscope à force atomique (AFM).
- La deuxième utilise de façon indirecte la pénétration dans un matériau dont le module de Young est connu. La différence entre la valeur expérimentale et la valeur théorique est utilisée pour régler l'expression de la surface.
- La troisième est aussi indirecte pour déterminer l'écart entre la dureté calculée à partir de la force mesurée en fonction de la profondeur de pénétration, et la dureté indépendante de la profondeur de déplacement obtenue lorsque le déplacement est suffisant. Ceci demande de disposer de matériaux de référence.

Ainsi, une procédure de calibration peut être effectuée. D'après de nombreuses études, certains proposent d'exprimer l'aire de contact en fonction de la pénétration d'indentation comme suit [132]:

$$A = C_0 h^2 + C_1 h^1 + C_2 h^{\frac{1}{2}} + C_3 h^{\frac{1}{4}} + C_4 h^{\frac{1}{8}} + \dots + C_8 h^{\frac{1}{128}} \quad (2.53)$$

où les coefficients C_i sont obtenus à partir d'une série d'essais d'indentation réalisée sur un matériau donné. Pour un pénétrateur parfait, le premier coefficient C_0 vaut 24,56 et les autres sont nuls. Il est à noter que cette fonction d'aire ne provient d'aucune géométrie en réalité. Il s'agit d'une méthode mathématique pour mieux approcher l'évolution de l'aire de contact. Fischer et Cripps [85] proposent une loi de lissage dans laquelle le nombre de coefficients est réduit à deux :

$$A = \pi \tan^2 \gamma \left[h^2 (1 + U h^\tau) \right] \quad (2.54)$$

Où γ est l'angle au sommet de l'indenteur conique équivalent, soit $70,3^\circ$. U et τ sont les coefficients de lissage.

De façon probablement plus habile, Troyon et Huang [133] calculent théoriquement l'aire de contact en s'appuyant sur l'émoussement de la pointe qui est alors considérée comme une calotte sphérique présentée sur la Figure 1.23 :

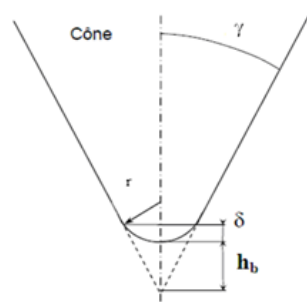


Figure 1.23 : Schéma d'une pointe émoussée assimilée à une calotte sphérique tronquée par rapport à la pointe du cône équivalent supposé parfait [81]

Ils considèrent l'indenteur conique équivalent à la pyramide Berkovich ayant une extrémité sphérique représentant l'imperfection et une certaine longueur de troncature notée h_b . Si la valeur de h_b n'est pas connue, elle peut être obtenue par lissage sur un essai effectué sur un échantillon de référence. Elle peut aussi être obtenue par mesure sur la pointe, auquel cas il n'y a, effectivement, plus de paramètre de lissage.

La relation est proposée sous la forme :

$$A = \pi \tan^2 \gamma (h + h_b)^2 \quad (2.55)$$

où il n'y a plus de coefficients de lissage.

De la même manière pour s'affranchir des paramètres de lissage, Krell et Schadlich [134] évaluent les effets des imperfections de l'indenteur en diamant en comparant l'effet du défaut de pointe d'un indenteur émoussé à une pyramide parfaite d'indenteur théorique.

Les auteurs recommandent la relation suivante :

$$A = \pi \tan^2 \gamma \left[(h - h_0)^2 - h_0^2 \right] \quad (2.56)$$

Avec $h_0 = \frac{-\delta}{\pi \tan^2 \gamma \cos \xi}$ et δ est le défaut de pointe qui peut être détecté par une analyse par microscopie électronique à balayage. La dimension δ correspond à la taille du défaut d'indenteur équivalente au diamètre de la calotte sphérique sur la Figure 1.24.

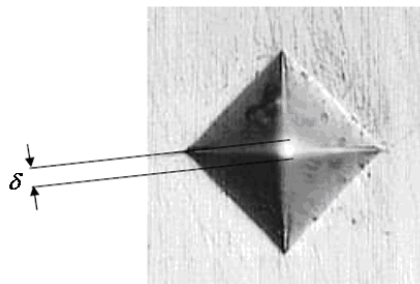


Figure 1.24 : Défaut de pointe observé sur une indentation Vickers

Ce type de correction doit être fait régulièrement sur les indenteurs au début de leur durée de vie. En fait de nombreux utilisateurs ont observé que l'émoussement n'évoluait plus après quelques heures d'utilisation.

1.2.5.6. Difficultés pour la conception de l'appareil à haute température

Pour bien concevoir un appareil d'indentation à chaud, il est important de considérer les aspects associés à température élevée, par exemple, le choix du matériau de la pointe, le contrôle de la température, la stabilité thermique du système, etc. Ici, nous présentons deux difficultés principales pour l'essai d'indentation à haute température.

1.2.5.6.1. Matériaux pour l'indenteur à haute température

Il est très important de bien connaître le comportement mécanique de l'indenteur pour obtenir un résultat plus précis de la caractérisation du matériau indenté. Lors de l'indentation, la pointe doit se déformer le moins possible, et seulement de manière élastique. Par conséquent, une grande dureté et une grande rigidité est obligatoire pour le matériau de l'indenteur [56, 57]. Pour notre cas de l'essai d'indentation à chaud, en plus de la stabilité géométrique, le paramètre le plus influent est la stabilité chimique et mécanique de l'indenteur. De plus, le matériau pour l'indenteur doit avoir une capacité réfractaire et de ne pas subir de changement de phase. Le diamant est de loin le matériau le plus utilisé pour les pointes d'indentation utilisées à la température ambiante et à des températures intermédiaires (en dessous de 400°C). En revanche, il ne possède pas une bonne tenue physico-chimique à température plus élevée. A partir de température 400°C, le diamant s'oxyde et ce phénomène est à présent bien connu [48, 58]. Et le diamant tend à se graphitiser pour des plus hautes températures sous pressions élevées [59-62]. L'oxydation et la graphitisation du diamant conduit à un changement de sa géométrie et de ses propriétés mécaniques. De plus, le diamant est vulnérable en haute température, aux attaques par des contre matériaux susceptible de former des carbures qui dissolvent le carbone tels que le titane, le fer, le nickel, l'argent le cuivre.... A titre d'exemple, la Figure 1.25 illustre le résultat d'analyse d'une pointe en diamant après indentation d'un acier à 500 °C.

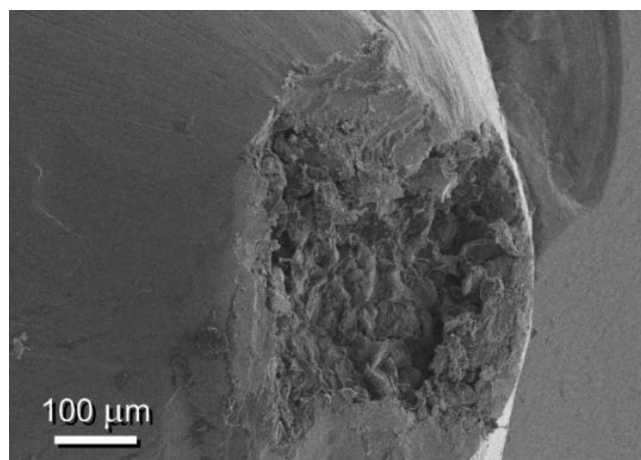


Figure 1.25 : Microscopie du reste d'une pointe en diamant après contact avec un échantillon d'acier à 500°C [49]

On constate que malgré la bonne stabilité chimique du diamant sous vide ce dernier réagit avec l'acier pour la formation de carbure Fe_3C ce qui conduit à une forte détérioration de la pointe.

Cet exemple illustre bien la nécessité d'utiliser différents matériaux de pointe selon la plage de température et le contre matériau à l'étude. Le choix de ces matériaux de pointe doit résulter d'un compromis qui doit répondre à différents critères tels que :

- Le matériau doit rester inerte dans l'environnement de l'essai à haute température
- Le matériau doit conserver une rigidité (dureté) suffisante en température
- Le matériau doit avoir une bonne stabilité chimique notamment en présence du contre matériau
- Le matériau doit être disponible et facile à approvisionner
- Le cout du matériau doit être raisonnable

Pour identifier les matériaux de pointe candidats potentiels aux applications visées, des campagnes de mesures de dureté et de module de Young ont été menées sur différents matériaux en température. Par exemple, le saphir monocristallin, la forme de l'alumine ($\alpha-Al_2O_3$) de structure rhomboédrique, le Nitrure de bore cubique (cBN) le carbure de tungstène (WC) et le Carbure de bore (B_4C). La Figure 1.26 illustre l'évolution de la dureté avec la température pour différents matériaux candidats.

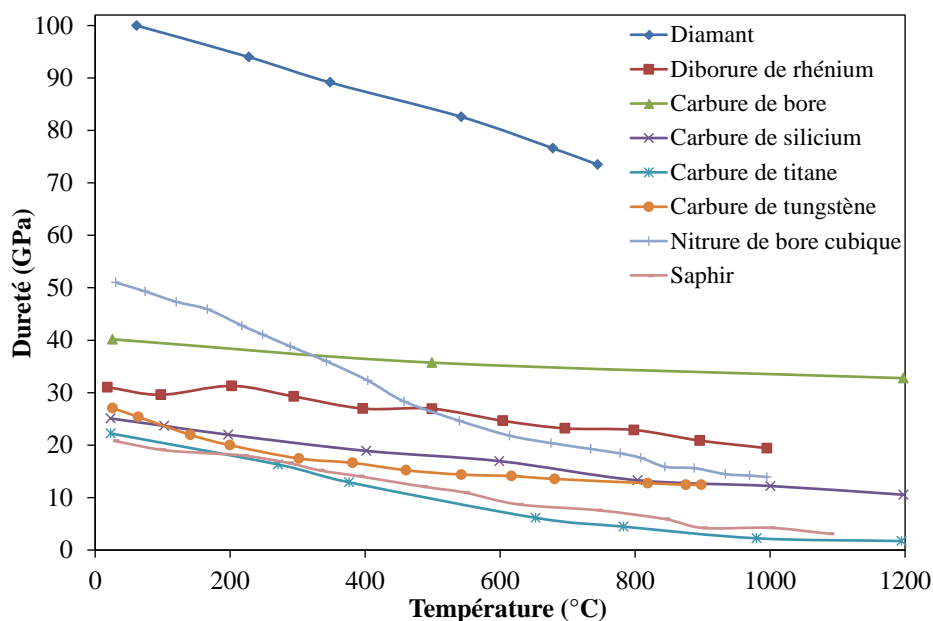


Figure 1.26 : Dureté Vickers (HV) des différents matériaux de pointe en fonction de la température [63-69]

Il est à noter que la comparaison porte également sur le diamant mais seulement à titre indicatif étant donné le problème d'oxydation et de graphitisation et d'instabilité en présence des contre matériaux pouvant conduire à la formation de carbures. A l'examen de ces résultats, on constate que tous les matériaux étudiés conservent une bonne dureté sur une large plage de températures. On constate également qu'à l'évidence le diamant possède la plus haute dureté suivi par le nitrure de bore (cBN) mais la dureté de ce dernier décroît rapidement avec la

température. En revanche, le carbure de bore (B_4C), qui comparé au diamant, possède une dureté relativement basse à la température ambiante garde une très bonne dureté en température. On note également les bonnes évolutions de dureté affichées par le carbure de silicium (SiC PX) et le carbure de tungstène (WC).

La stabilité chimique des matériaux de pointe est un autre critère important. Pour les candidats retenus, il faudra garder à l'esprit que le carbure de bore, (B_4C) forme du B_2O_3 à partir de $450^\circ C$ [70], le carbure de tungstène (WC) forme du W_2O_3 à partir de $500^\circ C$ [71], le nitrure de bore cubique (cBN) forme du B_2O_3 à partir de $700^\circ C$ [72], le carbure de silicium (6H-SiC) forme du SiO_2 à partir de $750^\circ C$ [73] et que seul le saphir est inerte. La sensibilité des matériaux à l'oxydation impose des contraintes importantes sur l'environnement des essais (essais sous vide, en atmosphère inerte). La réaction possible entre le matériau de pointe et l'échantillon à haute température doit être considérée.

1.2.5.6.2. Dérive thermique

Il existe deux types de comportement de "dérive" qui pourraient être observés lors des essais d'indentation. Le premier est le fluage du matériau de l'échantillon présenté dans le paragraphe précédent "Fluage par indentation". Une autre raison pour un changement de profondeur observé lors du maintien de charge constante est un changement de dimensions de l'instrument dû à la dilatation ou à la contraction thermique de l'appareil, notamment la pointe. En général, ce dernier est appelé "dérive thermique" [93]. Même pour l'essai d'indentation réalisé à température ambiante, la température évolue au cours du temps, certes très faiblement. Cependant à l'échelle de nanomètre, cette faible fluctuation peut amener une dérive thermique, ce qui entraîne une incertitude des mesures. A température ambiante, la vitesse de dérive thermique est supposée constante lors de l'essai [74]. Pour corriger cette dérive thermique, une méthode proposée consiste à effectuer un maintien d'une certaine durée (normalement, une minute) soit à la charge maximale, soit à la fin du déchargement à partir de la charge maximale. Il est préférable d'utiliser le maintien à charge constante à 90% ou plus de la décharge parce que cela permet de diminuer grandement l'effet du fluage. La courbe d'indentation peut être corrigée à partir de la vitesse de dérive thermique calculée comme présenté sur la Figure 1.27.

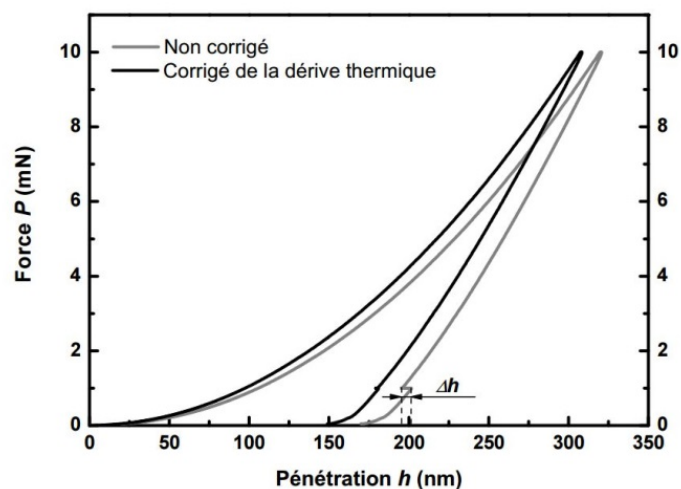


Figure 1.27 : Représentation d'une courbe d'indentation non corrigée de la dérive thermique et du maintien à 90% décharge pour obtenir la courbe corrigée [53]

L'essai de nano-indentation à haute température demande un très haut niveau de contrôle et de stabilité thermique afin de s'assurer de l'exactitude des résultats expérimentaux, car la variation de température même très faible peut produire des dizaines de nanomètres de dilatation thermique et donc des erreurs de mesure conséquentes [47]. La dérive thermique est un problème dépendant du temps dans la mesure de déplacement souvent rencontré pendant l'indentation à chaud, qui est due au transfert thermique entre la pointe et l'échantillon lors de la mise en contact en raison d'une différence de température entre eux [46, 58].

En général, si la pointe est plus froide que l'échantillon, la pointe acquiert de la chaleur au contact de l'échantillon et sa température augmente ce qui provoque sa dilatation thermique. Dans l'essai à force imposée, cette dilatation de la pointe conduit cette dernière à se retirer de l'échantillon: La dérive thermique induit alors un déplacement négatif à charge constante comme le montre la Figure 1.28(a). C'est le cas le plus couramment observé lorsque l'indentation en température est réalisée sans chauffage de la pointe.

En revanche, si la pointe est plus chaude que l'échantillon, elle perd de la chaleur qu'elle transmet à l'échantillon et elle se contracte. Dans ce cas, la dérive thermique apparaît par le biais d'un déplacement positif de la pointe à charge constante, comme le montre la Figure 1.28(b).

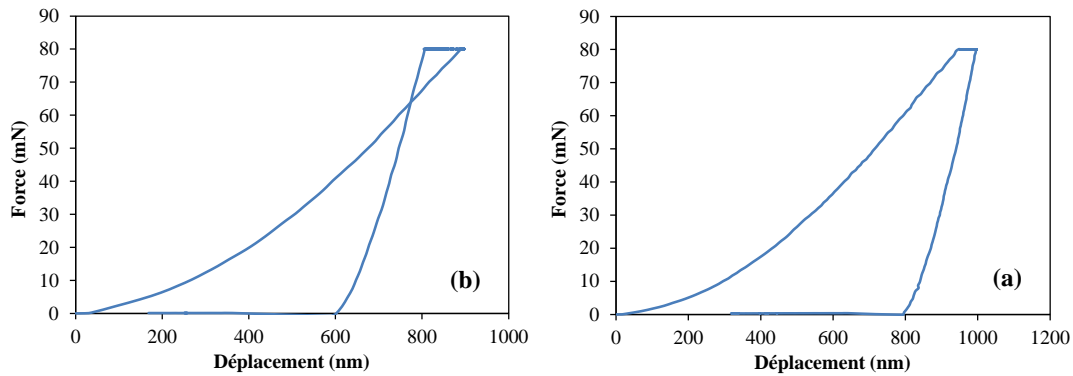


Figure 1.28 : Exemples de dérive thermique (a) Négative ; (b) Positive

Si la pointe est plus froide que l'échantillon, la température de pointe augmente pendant le contact d'indentation (en fait, le changement de température mesuré est plus petit que le changement réel). D'après nos résultats expérimentaux et la littérature [47], il est peu probable que la pointe puisse être passivement chauffée à la même température que l'échantillon, et ce quelques soit la durée de la période de maintien.

L'amplitude de dérive thermique est influencée par les facteurs suivants dans le Tableau 1.3 :

Amplitude de dérive thermique	
Négative ← → + Positive	
La pointe est plus froide que l'échantillon	La pointe est plus chaude que l'échantillon
La réduction de la zone de contact pointe/matériau	La croissance de la zone de contact pointe/matériau
Une faible conductivité thermique de l'échantillon (silice fondue)	Une forte conductivité thermique de l'échantillon (cuivre)

Tableau 1.3 : Facteurs influençant l'amplitude de dérive thermique à haute température

Dans le cadre de notre recherche, nous étudierons le problème de dérive thermique dans le nouvel appareil ayant un nouveau système de chauffage et proposerons la solution à minimiser la dérive thermique.

1.3. Conclusion

Dans ce chapitre bibliographique nous avons présenté le comportement mécanique dans les deux domaines élastique et plastique des matériaux qui figurent dans un essai d'indentation. Différents essais de caractérisation à chaud et l'état de la littérature concernant l'essai d'indentation à haute température sont ensuite présentés pour connaître les avantages et le développement de l'indentation instrumentée. L'utilisation étendue de cette technique de l'indentation est due à la simplicité et la rapidité de mise en œuvre, à la facilité de préparation de l'échantillon et au faible coût. En majorité, cet essai permet de déterminer la dureté et le

module de Young des matériaux. Le modèle proposé par Oliver et Pharr est la méthode la plus couramment utilisée pour expliquer la courbe d'indentation. Cette analyse est améliorée au fil du temps afin de prendre en compte de plusieurs facteurs influents et s'adapter à l'avancement des recherches sur ce domaine.

Il est important de considérer les facteurs qui influencent les mesures notamment à chaud lors de la conception de l'appareil. Au premier, le choix du matériau de l'indenteur est le plus important facteur lors du développement du nouvel appareil d'indentation à haute température. La pointe en diamant se détériore rapidement dans l'environnement chaud, par exemple, l'oxydation, la graphitisation, la dégradation au contact d'alliages base fer et base nickel. Le matériau candidat doit satisfaire aux différents critères tels que la conservation de la dureté suffisante à haute température, la bonne stabilité géométrique et chimique, etc. la détection de la profondeur initiale, etc. Donc, dans cette thèse, nous allons rechercher les bons matériaux candidats pouvant remplacer le diamant à haute température et étudier leur influence sur le résultat d'indentation et tester leur comportement physique et mécanique à chaud, notamment vérifier leurs stabilités à chaud. La simulation numérique et l'approche expérimentale seront réalisées pour ces études.

Pour assurer l'exactitude des mesures de l'essai d'indentation à haute température, le problème principal à résoudre est la dérive thermique. La différence de température entre la pointe et l'échantillon conduit au transfert thermique entre eux. Le phénomène de dilatation ou de compression affecte sensiblement la courbe d'indentation et aboutit à la difficulté de l'interprétation des résultats. A température élevée, cette différence de température devient beaucoup plus importante que celle à température ambiante. De plus, le taux de dérive thermique évolue lors de la mise en contact. Donc, nous étudierons la dérive thermique et la résolution faisable à minimiser l'influence de ce problème thermique et exploiter la possibilité de caractériser les propriétés des matériaux à l'aide du nouvel appareil développé.

L'objectif de cette thèse est donc d'apporter une meilleure compréhension de l'indentation à température élevée et de choisir le meilleur matériau pour la pointe et de résoudre les difficultés rencontrées lors du développement de l'essai d'indentation à haute température.

Chapitre 2.

Aide à la conception du microindenteur

Ce chapitre a pour objet de simuler et analyser l'essai d'indentation à l'aide d'un modèle éléments finis.

2.1. Modélisation Eléments Finis de l'essai d'indentation

Le développement d'un modèle prédictif de l'essai d'indentation est fort utile à l'aide à la conception du microindenteur. En effet un tel modèle permet de cibler les plages de force et de pénétrations que doit garantir le dispositif pour effectuer des essais permettant de caractériser correctement les matériaux à l'étude. Dans le cadre de nos travaux, deux modèles éléments finis ont été développés en utilisant le logiciel Abaqus. Un modèle axisymétrique est utilisé pour modéliser l'indentation à l'aide d'une pointe conique ou à l'aide d'une pointe Berkovich en utilisant un angle équivalent. Un modèle 3D solide est utilisé pour modéliser l'indentation à l'aide d'une pointe Berkovich lorsqu'une analyse tridimensionnelle est nécessaire. L'objectif principal est de construire un modèle éléments finis pour l'analyse de l'essai d'indentation en vue de déterminer la courbe charge-pénétration, l'état de contraintes dans le massif et dans la pointe ainsi que la pression de contact à l'interface. L'étude portera sur des matériaux représentatifs des alliages qu'on souhaite caractériser par l'essai de micro indentation et à des températures représentatives des plages d'intérêt.

2.1.1. Températures choisies pour la simulation

Dans un premier temps, nous avons choisi de mener des analyses à 3 températures i.e. 20°C, 700°C et 1000°C. Les analyses à 20°C et à 1000°C permettent de se faire une idée de la plage d'effort nécessaire que doit assurer un appareil utile à la caractérisation des matériaux dans la plage de température souhaitée. L'analyse à 700°C est quant à elle utilisée pour s'assurer de la cohérence des résultats obtenus.

2.1.2. Propriétés des matériaux

Pour alimenter le modèle éléments finis en données représentatives du comportement des

matériaux, il est nécessaire de disposer des données nécessaires à la description du comportement de la pointe et à celui du contre matériau. Dans cette étude, les données caractéristiques du comportement du matériau de la pointe ont été déterminées par Anton Paar lors de campagnes d'essais à différentes températures. Les données caractéristiques du comportement du contre matériau quant à elles proviennent de la littérature.

2.1.2.1. Matériaux de pointe à l'étude

Comme évoqué précédemment, le diamant est de loin le matériau le plus utilisé pour les pointes d'indentation utilisées à la température ambiante et à des températures intermédiaires (en dessous de 400°C). Cependant, pour des températures plus élevées, la dégradation de diamant est un problème récurrent lors de l'indentation. Donc, nous avons besoin de trouver un matériau pouvant remplacer le diamant à haute température.

A l'issue des essais précédemment réalisés chez Anton Paar, quatre matériaux ont été retenus pour faire l'objet d'investigations supplémentaires et pour être évalués à l'aide d'analyses éléments finis de l'essai d'indentation décrites dans ce paragraphe. Il s'agit du saphir (Al_2O_3), le carbure de bore (B_4C), le nitrure de bore (cBN) le carbure de silicium (SiC PX). La Figure 2.1 illustre l'évolution du module de Young avec la température des cinq matériaux retenus pour l'évaluation. On constate que les matériaux retenus ne présentent pas de variations importantes du module de Young dans la plage de températures qui nous intéresse.

Pour les températures retenues pour les analyses éléments finis i.e. 20°C, 700°C et 1000°C, les valeurs du module de Young des matériaux à l'étude sont reportées dans le Tableau 2.1.

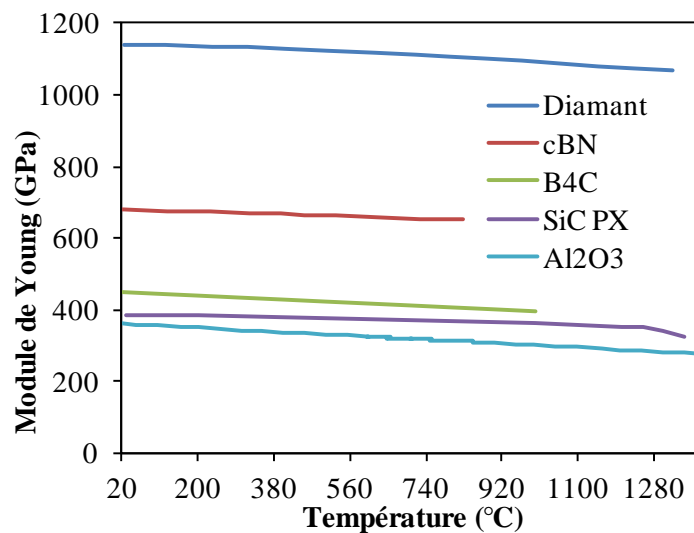


Figure 2.1 : Evolution de module de Young des matériaux de pointe en fonction de la température [64, 66-68]

Température\Matériau	Al ₂ O ₃	B ₄ C	Diamant	SiC PX	cBN
20°C	361,413	450,105	1140,563	386,678	678,592
700°C	320,593	413,539	1114,362	373,245	656,237
1000°C	300,355	397,162	1094,181	364,081	646,055

Tableau 2.1 : Modules de Young des matériaux de la pointe aux différentes températures en GPa

2.1.2.2. Les contre matériaux étudiés

Pour déterminer les plages d'efforts utiles, nous avons mené des analyses éléments finis de l'essai d'indentation sur deux contre matériaux représentatifs des alliages métalliques. Il s'agit d'un acier 316L et d'un alliage base nickel (Inconel 82).

L'acier de type 316L étudié est un acier inoxydable austénitique avec 18% de chrome et 8%, nickel et une addition de ~2,5% de molybdène, pour améliorer la résistance à la corrosion.

La composition de l'acier 316L étudié est donnée dans le Tableau 2.2 et ses propriétés thermophysiques et mécaniques principales sont résumées dans le Tableau 2.3.

Cr	Ni	Mo	C	N
16,0-18,0	10,0-14,0	2,0-3,0	0,03 max	0,1 max
Mn	Si	P	S	Fe
2,0 max	1,0 max	0,045 max	0,03 max	Balance

Tableau 2.2 : Composition chimique de l'acier 316L [135]

Contre-matériau	Densité	Point de fusion	Module de Young	Limite d'élasticité
Acier 316L	8,0 g/cm ³	1390-1430°C	193 GPa (21°C)	170 MPa (21°C)

Tableau 2.3 : Propriétés physiques de l'acier 316L [135]

Les propriétés caractéristiques du comportement élastique de l'acier 316L, aux températures retenues pour les analyses éléments finis, proviennent de la littérature et sont reportées dans le Tableau 2.4.

Température (°C)	20	700	1000
Module de Young (GPa)	195,6	144,1	100
Coefficient de Poisson	0,29	0,29	0,29

Tableau 2.4 : Module de Young et Coefficient de Poisson de l'acier 316L aux différentes températures [136]

En toute rigueur, l'acier 316L a un comportement élastoviscoplastique aux températures de

700°C et 1000°C mais compte tenu des objectifs des analyses menées dans la cadre de notre étude, nous avons fait l'hypothèse d'un comportement élastoplastique. La courbe d'érouissage du matériau est approchée par l'équation ci-après [137] :

$$\sigma = \sigma_0 + Q_{inf} \left(1 - e^{-b\varepsilon^{pl}}\right) \quad (3.1)$$

où σ_0 est la limite d'élasticité initiale alors que Q_{inf} et b sont des paramètres caractéristiques de l'évolution de l'érouissage.

	Température	20°C	700°C	1000°C
316L	σ_0	125,6	71,4	31,82
	Q_{inf}	153,4	57,9	0
	b	6,9	6,9	6,9

Tableau 2.5 : Paramètres caractéristiques de l'évolution de l'érouissage de l'acier 316L aux différentes températures

Les courbes d'érouissage de l'acier 316L aux températures d'intérêt sont représentées à la Figure 2.2 [136].

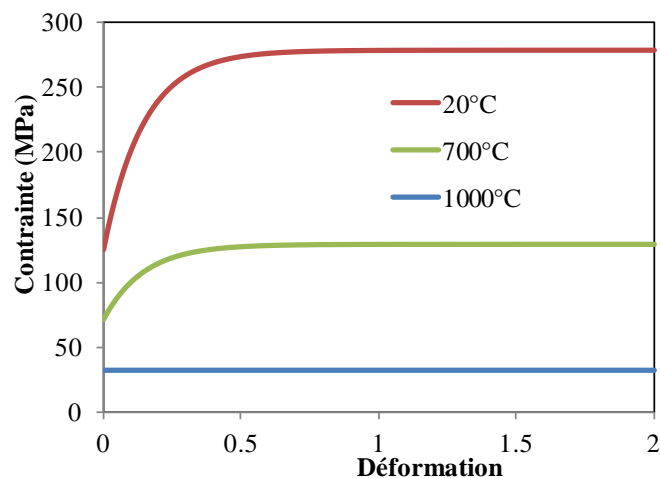


Figure 2.2 : Courbes d'érouissage du 316L aux différentes températures

En plus de l'acier 316L, nous avons effectué des analyses éléments finis de l'essai d'indentation de l'Inconel 82. Il s'agit d'un alliage base nickel austénitique avec une bonne résistance à la corrosion et bien adapté pour des applications avec des environnements extrêmes (température et pression). Il est généralement utilisé dans l'aéronautique et en particulier pour les parties chaudes des réacteurs. La composition de l'Inconel 82 est donnée dans le Tableau 2.5.

Ni + Co	Cr	Ti	Nb+Ta	Mn	Cu
67,0 min	18,0-22,0	0,75 max	2,0-3,0	2,5-3,5	0,5 max
Ti	Si	P	S	D'autres	
0,75 max	0,5 max	0,03 max	0,015 max	0,50 max	

Tableau 2.6 : Composition chimique de l'Inconel 82 [136]

A l'instar de l'acier 316L, l'Inconel 82 a un comportement élastoviscoplastique à des très hautes températures mais pour les mêmes raisons que celles évoquées précédemment, nous ferons l'hypothèse d'un comportement élastoplastique. Le module de Young et le coefficient de Poisson à des températures proches de 20°C, 700°C et 1000°C sont reportés dans le Tableau 2.6.

Température (°C)	21	700	1000
Module de Young (GPa)	213,7	172	143
Coefficient de Poisson	0,31	0,31	0,31

Tableau 2.7 : Module de Young et Coefficient de Poisson de l'alliage à base Nickel aux différentes températures [136]

Les courbes d'érouissage de l'Inconel 82 aux températures d'intérêt sont décrites par l'équation (3.1) avec les paramètres σ_0 , Q_{inf} et b provenant de la littérature [136]. Les valeurs des paramètres sont présentées dans le Tableau 2.8.

	Température	20°C	700°C	1000°C
Inconel 82	σ_0	206,8	144,7	34,8
	Q_{inf}	83,5	0	0
	b	20	20	20

Tableau 2.8 : Paramètres caractéristiques de l'évolution de l'érouissage de l'Inconel 82 aux différentes températures

Les courbes obtenues sont illustrées par la Figure 2.3.

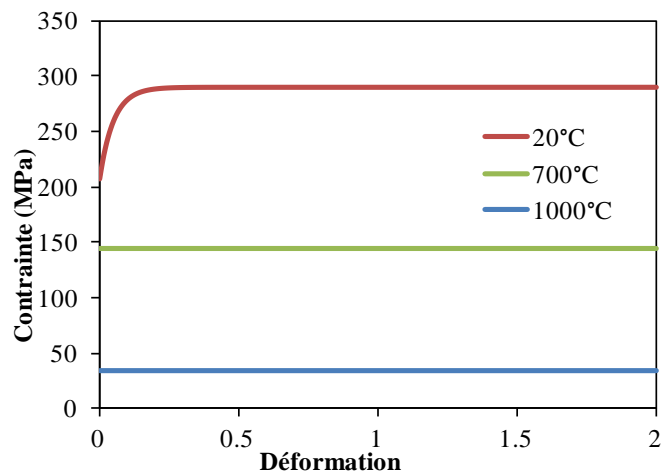


Figure 2.3 : Courbes d'écrouissage de l'Inconel 82 aux différentes températures

2.1.3. Analyse de l'essai d'indentation à l'aide d'un modèle axisymétrique

Cette première étude étant consacrée à des pointes coniques montées sur un cône, on utilise un modèle axisymétrique dont la géométrie pour une configuration donnée est décrite dans la Figure 2.4. Le comportement du massif est supposé élastoplastique et est décrit par un modèle de plasticité associée avec une fonction seuil de von Mises et un écrouissage isotrope. Le comportement de l'indenteur est supposé élastique linéaire parce que il est beaucoup plus rigide que le massif.

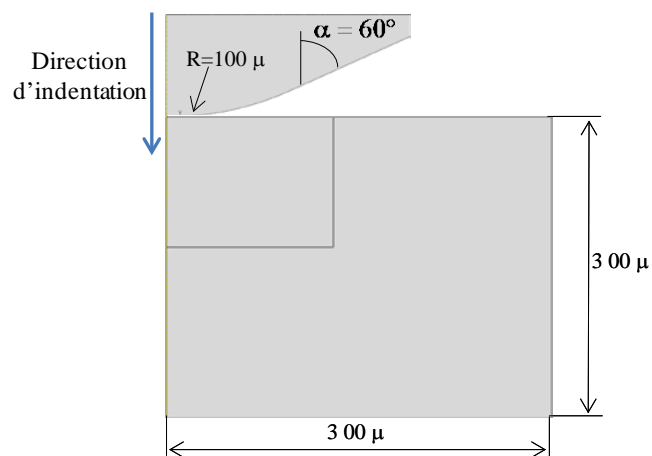


Figure 2.4 : Géométrie du modèle axisymétrique

Compte tenu de la sévérité du test, le code Abaqus/explicit est utilisé pour contourner les problèmes de convergence associés à une analyse à l'aide d'un schéma implicite. La pointe et le massif sont discrétisés à l'aide d'éléments axisymétriques solides à 4 nœuds et à intégrations réduite (CAX4R). La Figure 2.5 illustre le maillage utilisé au voisinage de la zone de contact. La taille de la maille dans cette zone est d'environ 1 μm.

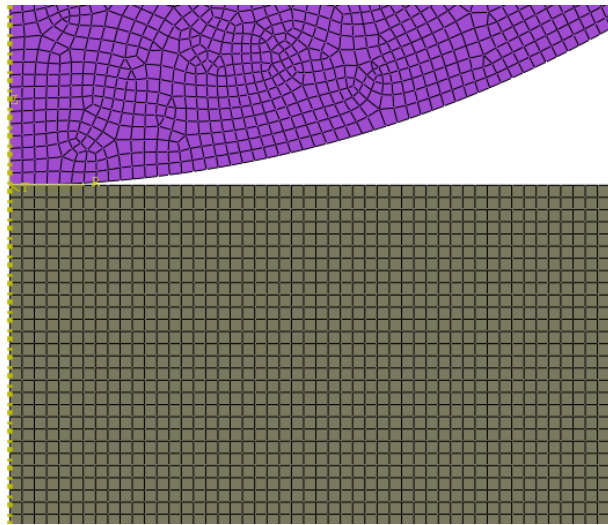


Figure 2.5 : Maillage au voisinage de la zone de contact

Pour vérifier l'influence de la rigidité de la pointe sur la pression de contact, les analyses ont été menées sur les quatre matériaux de pointes sélectionnés et les deux contre matériaux. La Figure 2.6 illustre les courbes d'indentation de l'acier 316L à 20°C et à l'aide des différentes pointes. A l'examen de ces résultats, on constate que, comme on peut s'y attendre, le niveau d'effort est peu affecté par la rigidité de la pointe.

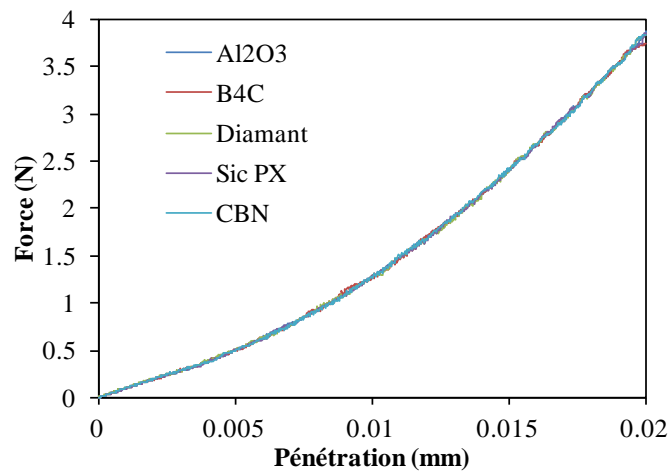


Figure 2.6 : Courbes d'indentation de l'acier 316L à 20°C et à l'aide de différentes pointes coniques

Pour comparer les deux contre matériaux, la Figure 2.7 illustre les courbes d'indentation des deux contre matériaux à l'aide d'une pointe en saphir et pour les différentes températures. A l'examen de ces résultats, on constate qu'à la température ambiante, les efforts maximums requis sont sensiblement différents et que la différence s'estompe à 100°C. On constate également que la plage d'effort requise est assez large et que l'effort maximum est relativement important.

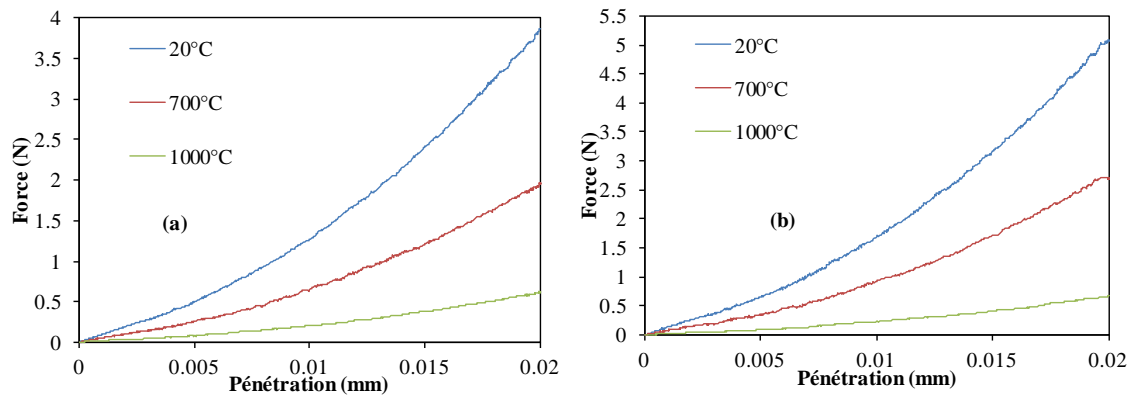


Figure 2.7 : Courbes d'indentation à l'aide d'une pointe conique en saphir et à différentes températures (a) : acier 316L ; (b) : Inconel 82

Pour examiner l'influence du matériau de pointe sur la pression de contact, la Figure 2.8 illustre l'évolution de la pression de contact le long de la pointe lors d'un essai d'indentation de l'acier 316L à 20°C et à l'aide de différentes pointes. On constate peu d'effet de la rigidité de la pointe sur la pression de contact. Ceci est dû au fait qu'on travaille à pénétration imposée.

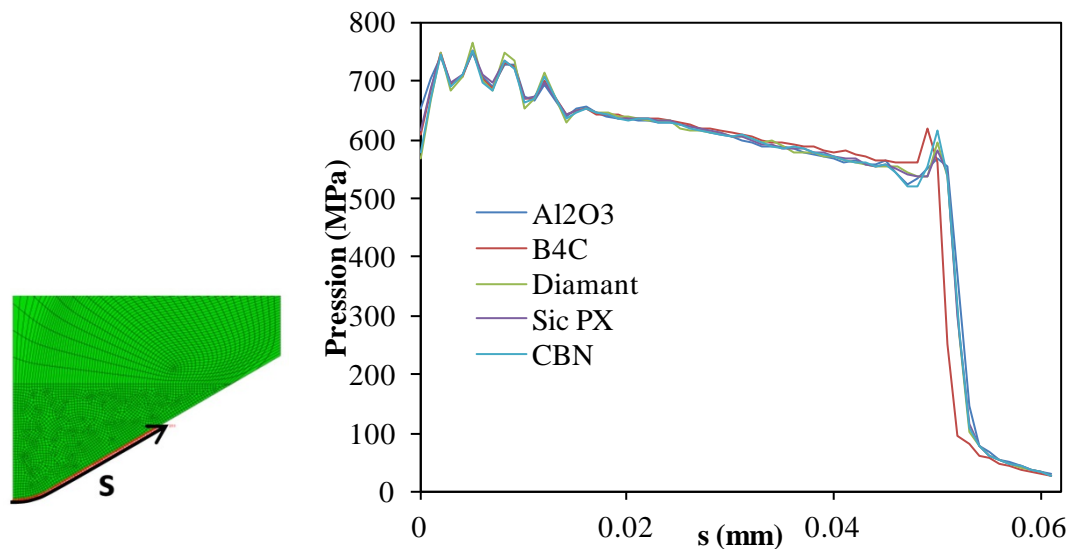


Figure 2.8 : Evolution de la pression de contact le long de la pointe lors de l'indentation de l'acier 316L à 20°C et à l'aide de différentes pointes coniques

Pour cibler la plage de pression de contact requise, la Figure 2.9 illustre une comparaison entre les pressions de contact lors de l'indentation de l'acier 316L (a) et celle de l'Inconel 82 (b). Dans les deux cas, la pointe est en saphir.

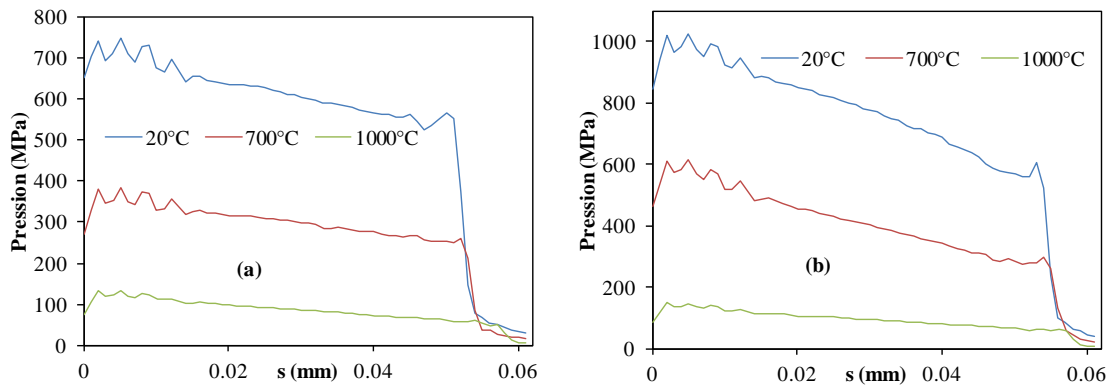


Figure 2.9 : Evolution de la pression de contact le long de la pointe lors de l'indentation à différentes températures à l'aide d'une pointe conique (a) : acier 316L ; (b) Inconel 82

Pour rendre compte du volume de matière affecté, la Figure 2.10 illustre les contours de la déformation plastique équivalente pour une pénétration de 20 μm et aux différentes températures lors de l'indentation de l'acier 316L. On constate la formation d'un bourrelet qui augmente avec la température en raison de l'évolution du rapport du module de Young à la limite d'élasticité. Les résultats obtenus lors de l'indentation de l'inconel 82 présentent les mêmes tendances.

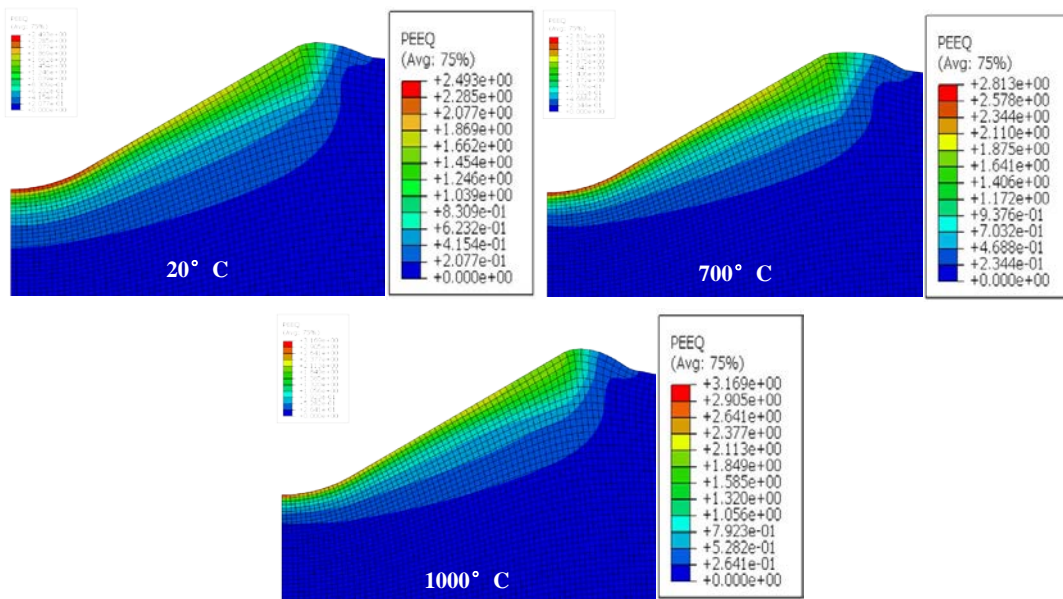


Figure 2.10 : Contours de la déformation plastique équivalente pour différentes températures lors de l'indentation de l'acier 316L

2.1.4. Analyse de l'essai d'indentation à l'aide d'un modèle 3D

La pointe de type Berkovich est très répandue car il est généralement aisé de tailler une telle pointe, notamment dans le diamant. C'est la raison pour laquelle un modèle 3D a été

développé pour simuler l'essai d'indentation à l'aide d'une pointe Berkovich. Ceci permet également de compléter les résultats obtenus à l'aide du modèle axisymétrique.

La géométrie d'une pointe de type Berkovich est décrite dans la Figure 2.11. Pour compléter la description géométrique du modèle éléments finis, la Figure 2.12 donne les dimensions du massif ainsi qu'une illustration de l'assemblage pointe/massif.

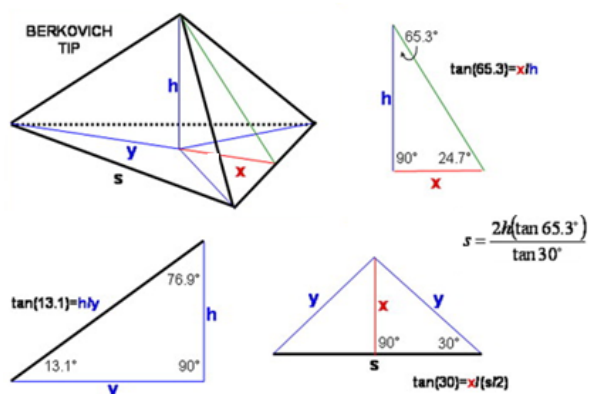


Figure 2.11 : Géométrie standard d'une pointe de type Berkovich

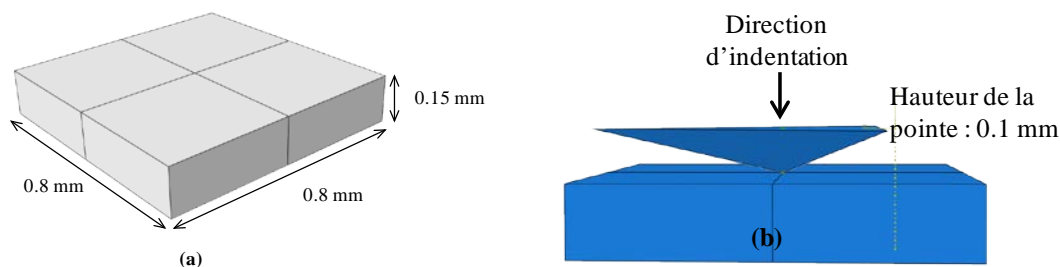


Figure 2.12 : Géométrie du modèle éléments finis (a) : massif ; (b) : assemblage pointe/massif

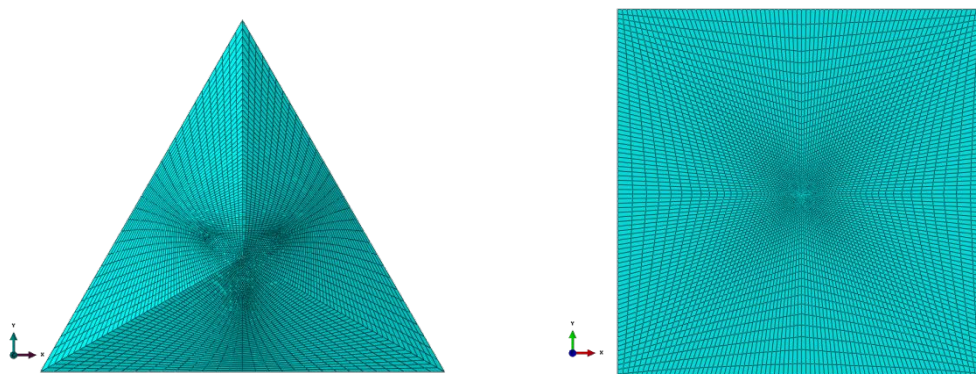


Figure 2.13 : Maillage de la pointe et du massif

Les hypothèses retenues et les modèles de comportement utilisés sont ceux du modèle axisymétrique. La taille de la maille dans la zone de contact est d'environ 1 μm . Le massif et

la pointe sont discrétisés à l'aide d'élément C3D8R. On prend le calcul en Explicit.

Pour confirmer les résultats obtenus à l'aide du modèle axisymétrique, la Figure 2.14 illustre les courbes d'indentation de l'acier 316L à l'aide de différentes pointes et à une température de 20°C. Ces prédictions du modèles 3D confirment celles du modèle axisymétrique quant à l'absence d'influence de la rigidité de la pointe sur l'effort d'indentation. Elles permettent également de constater qu'à pénétration équivalente, l'effort d'indentation d'une pointe Berkovich est plus élevé.

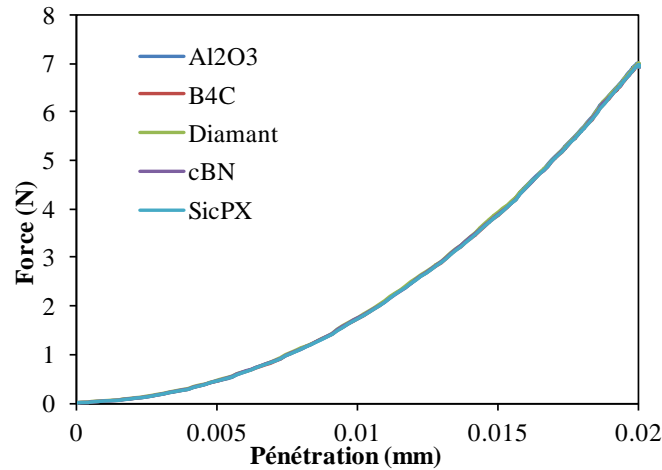


Figure 2.14 : Courbes d'indentation de l'acier 316L à 20°C et à l'aide de différentes pointes Berkovich

La Figure 2.15 illustre les courbes d'indentation des deux contre matériaux à l'aide d'une pointe Berkovich en saphir à différentes température. Ces prédictions du modèle 3D indiquent les mêmes tendances que celles obtenues à l'aide du modèle axisymétrique mais elles incitent à revoir à la hausse la plage d'effort requis.

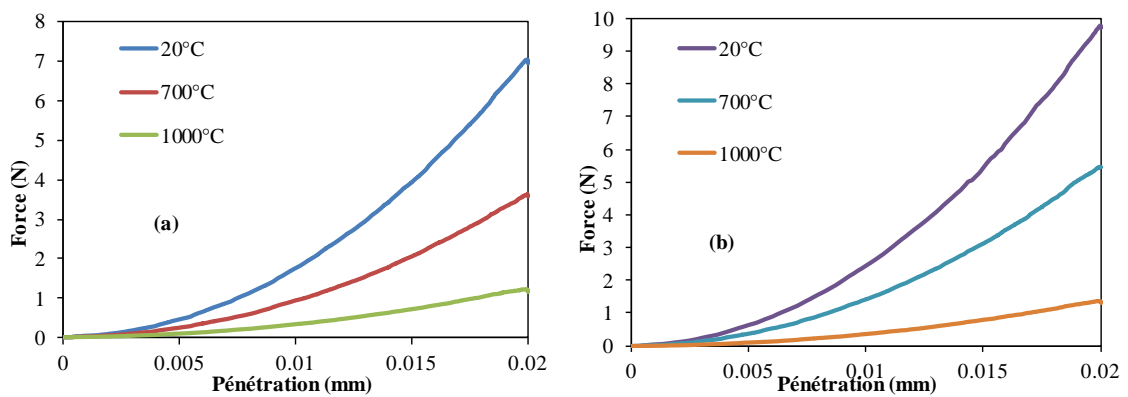


Figure 2.15 : Courbes d'indentation à l'aide d'une pointe Berkovich en saphir et à différentes températures (a) : acier 316L ; (b) : Inconel 82

Pour avoir un ordre de grandeur de la pression de contact, la Figure 2.16 représente la répartition de celle-ci lors de l'indentation de l'acier 316L et celle de l'Inconel 82 à l'aide d'une pointe en saphir et à aux différentes températures. Comme on peut s'y attendre la pression de contact est plus élevée lors de l'indentation de l'Inconel 82 parce que l'Inconel est un matériau plus rigide que l'acier 316L. Ces résultats donnent des indications utiles mais ils sont à prendre avec précaution car le calcul des contraintes et des pressions de contact est malaisé notamment à l'endroit des arêtes.

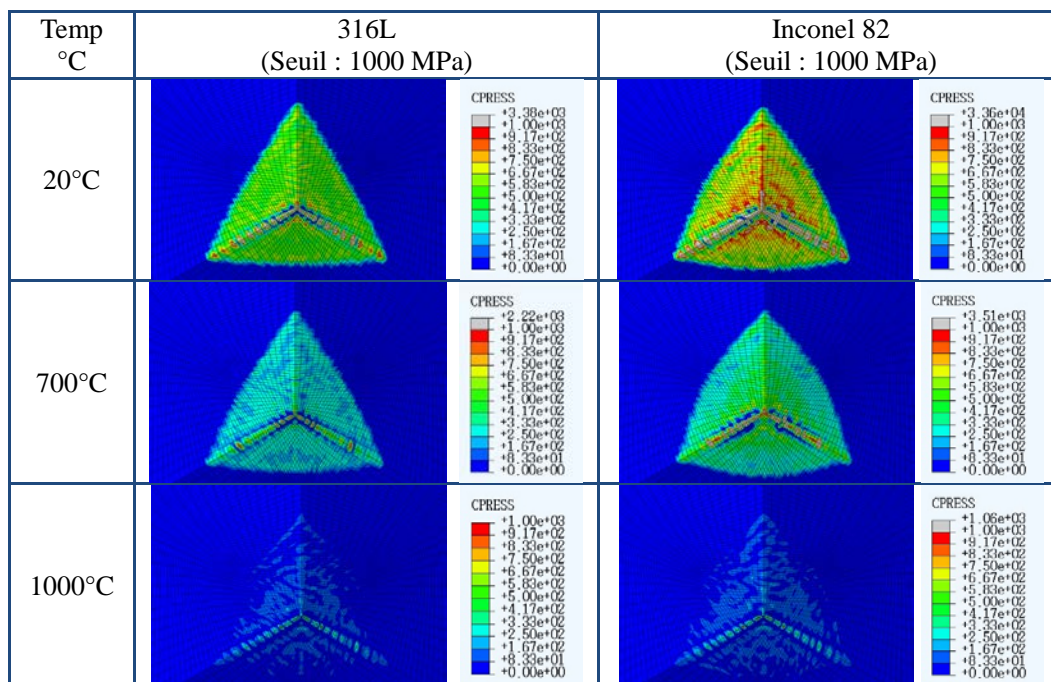


Figure 2.16 : Distribution de la pression de contact sur une pointe en saphir pour une pénétration de 20µm ; comparaison entre l'indentation de l'acier 316L et celle de l'Inconel 82

La Figure 2.16 représente la répartition de la contrainte de von Mises dans une pointe en saphir et un contre matériau en acier 316L. On constate que le niveau de contrainte est plus élevé dans la pointe dont le comportement est supposé élastique.

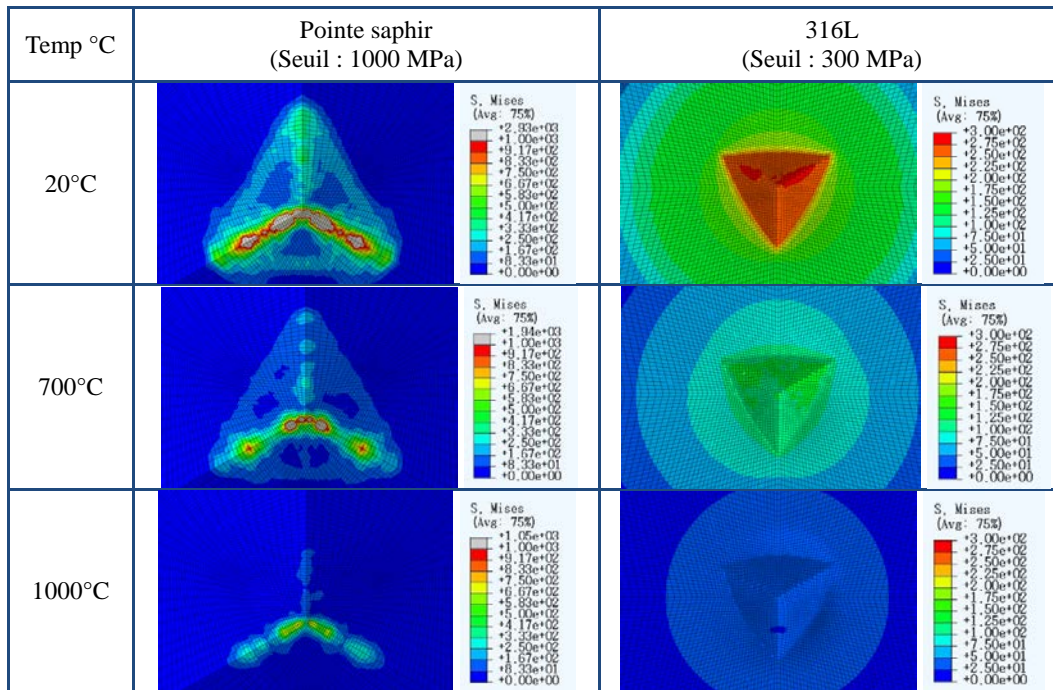


Figure 2.17 : Distribution de la contrainte de von Mises dans une pointe en saphir et dans le contre matériau lors de l'indentation de l'acier 316L pour une pénétration de 20µm

2.2. Etudes de sensibilité

Les modèle éléments finis décrits précédemment ont été utilisés pour mener des études de sensibilité et mettre en évidence l'influence de certains facteurs sur l'essai d'indentation. Dans ce qui suit, on présentera l'influence de la présence d'un revêtement ainsi que l'influence d'un défaut d'alignement sur l'essai. Pour ce faire, on reprend l'indentation d'un acier 316L à l'aide d'une pointe de type Berkovich à une température de 700°C.

2.2.1. Influence d'un revêtement

En considération de la situation habituelle de la présence d'un film mince couvert sur l'échantillon à caractériser, soit une fine couche d'oxyde qui se produit dans l'environnement chaud, soit une couverture venue de la fabrication ou la préparation de l'échantillon, il est nécessaire de tenir compte de l'influence du film sur les meures.

Donc, nous avons examiné l'influence de l'épaisseur et celle des propriétés mécaniques d'un revêtement. Pour l'influence de l'épaisseur, nous l'avons fait varier de 2µm à 75 µm. En ce qui concerne les propriétés mécaniques du matériau, nous avons utilisé un comportement élastoplastique et à défaut de disposer des données précises, nous avons déduit les propriétés du revêtement de celle du substrat en utilisant un facteur multiplicateur qu'on notera α dans la suite du documents. Les analyses ont été menées pour $\alpha=1.2$, $\alpha=1.5$ et $\alpha=2$. Pour illustrer cette hypothèse, la Figure 2.17 représente la courbe d'écrouissage de l'acier 316L à 700°C et les courbes d'écrouissage des revêtements qui en sont déduites.

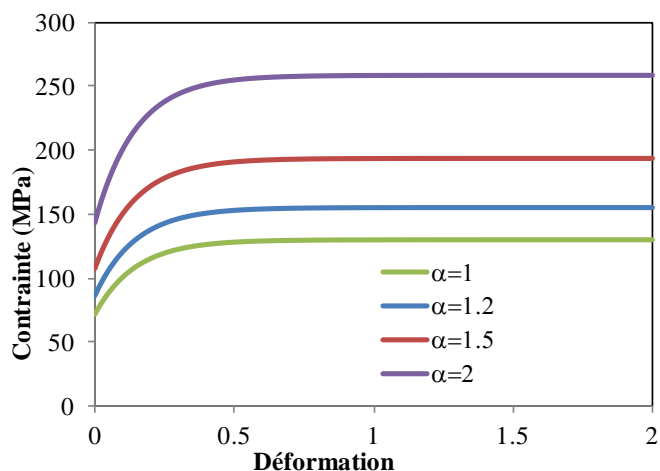


Figure 2.18 : Courbes d'érouissage du 316L et des films à 700°C

La Figure 2.18 illustre l'influence de l'épaisseur du revêtement sur la courbe d'indentation de l'acier 316L à 700°C pour deux valeurs du facteur multiplicateur α . On constate, d'une part, que l'effort augmente avec l'épaisseur du revêtement, d'autre part, que l'augmentation est plus rapide pour un revêtement à hautes caractéristiques mécaniques.

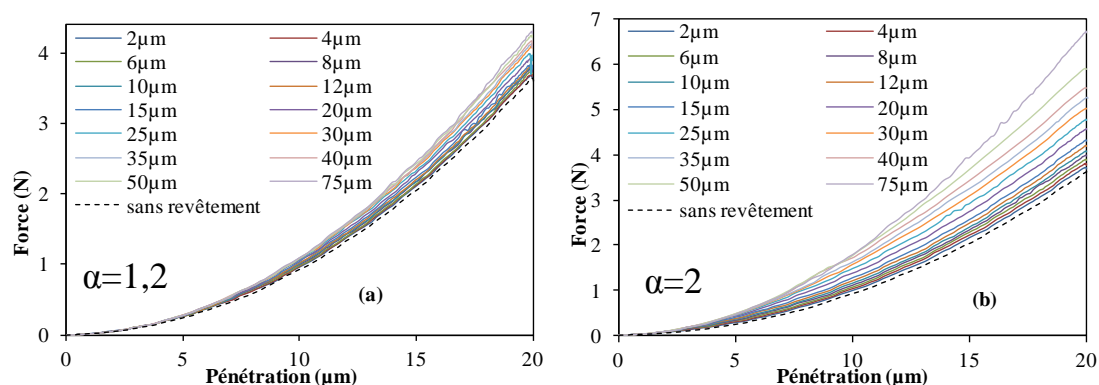


Figure 2.19 : Influence de l'épaisseur du revêtement sur les courbes d'indentation de l'acier 316L à 700°C (a) : $\alpha=1,2$; (b) : $\alpha=2$.

Pour mieux illustrer l'influence des propriétés mécaniques du revêtement, la Figure 2.19 représente l'évolution de la force maximale (pour une pénétration de 20 μm) avec l'épaisseur du revêtement pour différentes valeurs du facteur multiplicateur.

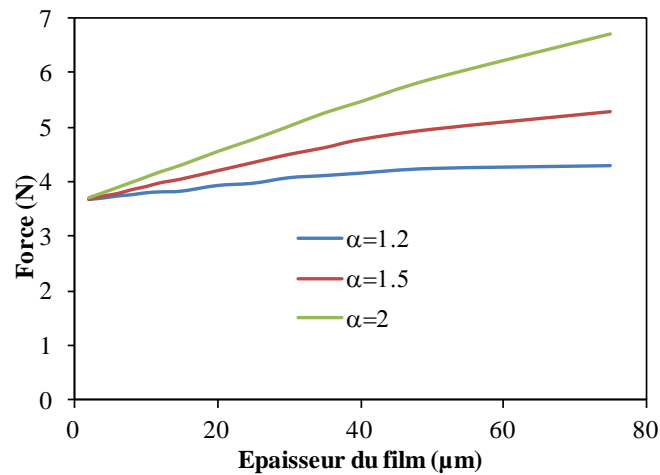


Figure 2.20 : Evolution de l'effort maximum avec l'épaisseur du revêtement pour différentes valeurs du facteur multiplicateur

Les résultats exposés dans ce paragraphe montrent une grande influence des propriétés du matériau en surface ou en proche surface. Il peut s'agir d'un vrai revêtement, d'une couche d'oxyde, d'un écrouissage en surface.... Même si les propriétés mécaniques du revêtement ne sont pas bien connues, ces analyses permettent de dégager des tendances utiles à la conception de l'essai.

2.2.2. Influence d'un défaut d'alignement

Compte tenu des contraintes de conception importantes qu'impose l'essai d'indentation à haute température, il est malaisé de prévoir un dispositif qui assure une perpendicularité parfaite entre l'axe d'indentation et la surface de l'échantillon. Aussi, l'objectif de cette étude de sensibilité est de quantifier l'influence d'un défaut de perpendicularité sur les résultats de l'essai afin de relaxer cette contrainte. En raison de la forme d'une pointe Berkovich (Figure 2.20a), l'influence d'une inclinaison de l'axe d'indentation dépend du plan dans lequel elle se situe. Dans cette étude, nous avons retenu le plan le plus défavorable qui est illustré dans la Figure 2.20b.

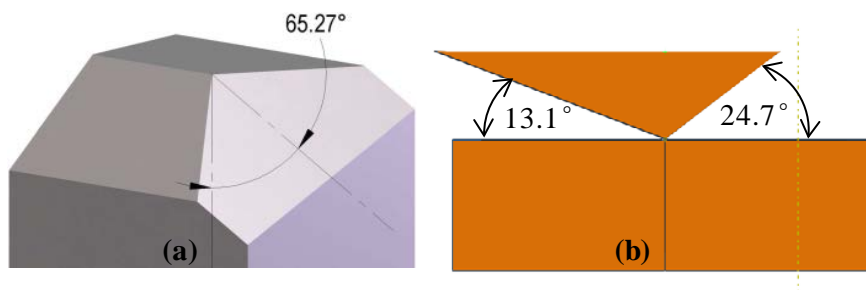


Figure 2.21 : Choix du plan pour introduire le défaut de perpendicularité entre l'axe d'indentation et la surface de l'échantillon (a) : forme de la pointe Berkovich ; (b) : plan retenu pour l'inclinaison

Des analyses ont été menées pour un angle d'inclinaison qu'on notera γ compris entre -10° et $+10^\circ$ tel qu'illustré sur la Figure 2.21.

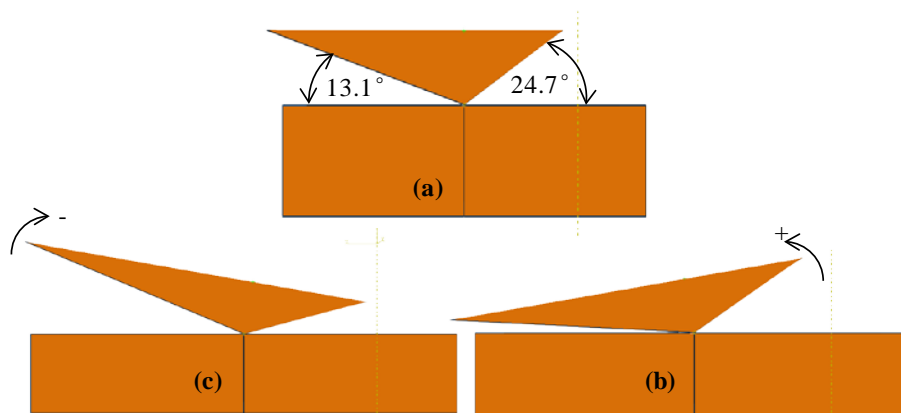


Figure 2.22 : Définition de l'inclinaison de l'axe d'indentation par rapport à la surface de l'échantillon (a) : position de référence ; (b) : inclinaison positive ; (c) : inclinaison négative

La Figure 2.22 illustre l'influence d'un défaut de perpendicularité entre l'axe d'indentation et la surface de l'échantillon sur la courbe d'indentation. On constate qu'un tel défaut affecte de manière très sensible à la fois l'effort d'indentation et la forme de l'empreinte. La Figure 2.23 montre l'influence de l'angle d'inclinaison et celle du sens de celle-ci sur la forme de l'empreinte.

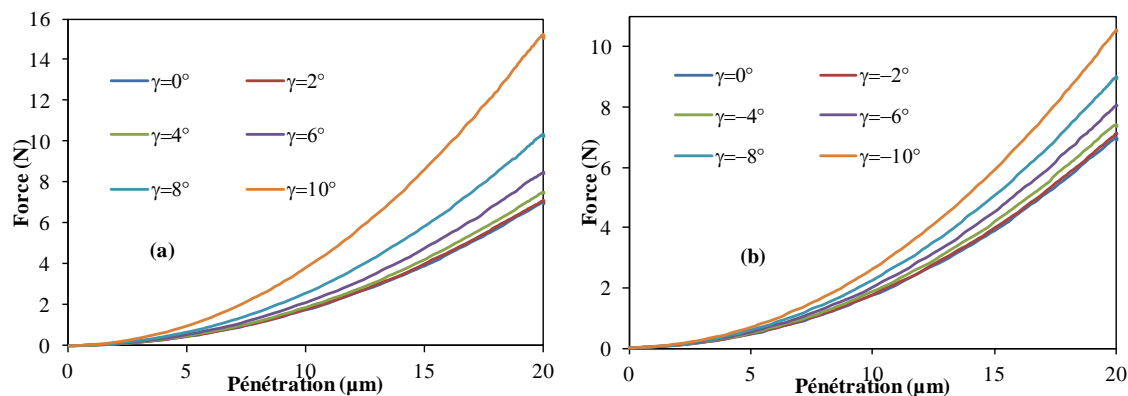


Figure 2.23 : Influence d'un défaut de perpendicularité (a) : $\gamma > 0$; (b) : $\gamma < 0$

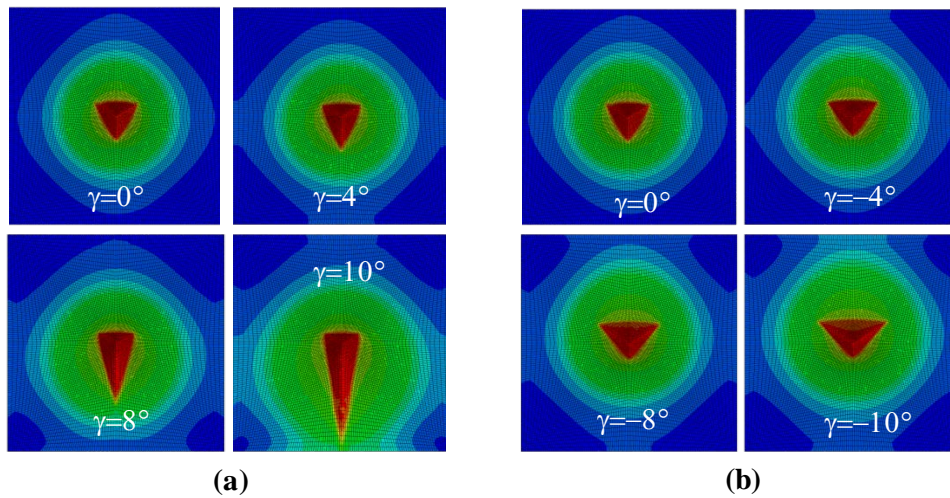


Figure 2.24 : Influence d'un défaut de perpendicularité sur la forme de l'empreinte
(a) : $\gamma > 0$; (b) : $\gamma < 0$

Les analyses ont montré que le sens de l'inclinaison a une influence qui augmente avec l'inclinaison telle qu'illustré par la Figure 2.24 qui donne l'évolution de l'effort d'indentation avec l'angle pour une pénétration de 20° .

La Figure 2.24 montre également que pour limiter la variation de l'effort maxi à 5% l'angle d'inclinaison doit rester en dessous de 4° et qu'il ne doit pas dépasser 5° pour une augmentation admissible de 10%. Il est possible d'observer la forme d'empreinte après indentation pour vérifier si un défaut d'inclinaison se fasse lors de l'essai. Si oui, on peut aussi estimer l'angle d'inclinaison en comparant la forme d'empreinte réelle avec la forme obtenue par simulation et puis corriger l'effort d'indentation selon les résultats numériques.

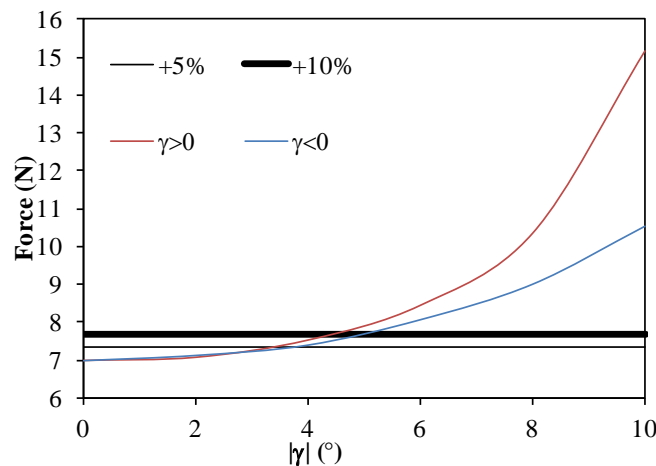


Figure 2.25 : Influence d'un défaut de perpendicularité sur l'effort d'indentation pour une pénétration de $20 \mu\text{m}$; angles limites pour une augmentation d'effort admissible de 5% ou 10%

2.3. Détermination des paramètres principaux de l'essai d'indentation à chaud

Lors de la définition du cahier des charges initial de l'indenteur, en concertation Anton Paar, nous avons défini des gammes de température, de force et de déplacement pour couvrir le panel d'applications le plus large possible. Or après les premiers essais, la réalisation d'un indenteur répondant à ces spécifications s'est avérée difficile. L'objectif des travaux exposés dans cette section est d'examiner la possibilité de revoir à la baisse la gamme de force en gardant les objectifs initialement définis pour l'utilisation du microindenteur à chaud. Il s'agit de déterminer la profondeur minimale d'indentation pour solliciter un volume représentatif du comportement du matériau et être en mesure d'extraire des paramètres de lois de comportement par l'analyse inverse de l'essai d'indentation. A partir de cette profondeur minimale requise, on détermine la force requise pour examiner la possibilité de revoir à la baisse la force minimale requise.

2.3.1. Rappel des spécifications initiales

Les spécifications pour la température de chauffage, la gamme de force et la gamme de déplacement définies initialement avec Anton Paar sont rappelées dans la Figure 2.25 et la Figure 2.26.

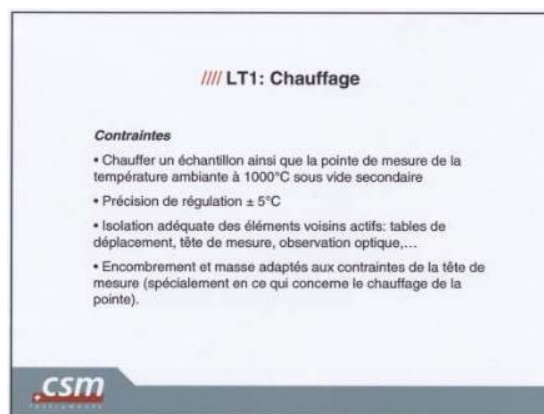


Figure 2.26 : Spécifications pour la température de chauffage

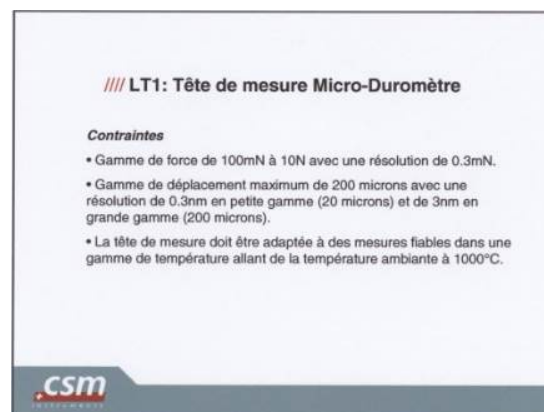


Figure 2.27 : Spécifications pour la gamme de force et la gamme de déplacement

2.3.2. Détermination de la profondeur minimale

On considère un acier dual phase (DP 1000) qui est représentatif des matériaux métalliques qu'on souhaite caractériser. C'est un acier qui a une haute résistance ainsi qu'une très bonne ductilité et formabilité. Deux critères sont retenus pour déterminer la profondeur d'indentation minimale :

- Un critère géométrique basé sur la structure du matériau et la zone plastifiée.
- Un critère basé sur la faisabilité de l'identification inverse.

2.3.2.1. Critère géométrique

A l'examen de la Figure 2.27 qui représente la structure du matériau, on constate qu'une zone de 30 microns x 30 microns est nécessaire et suffisante pour solliciter les différentes phases et obtenir une courbe d'indentation représentative du comportement globale du matériau. On peut estimer que la profondeur de réponse souhaitable sera également de l'ordre de 30 microns afin de définir le Volume Élémentaire Représentatif (VER).

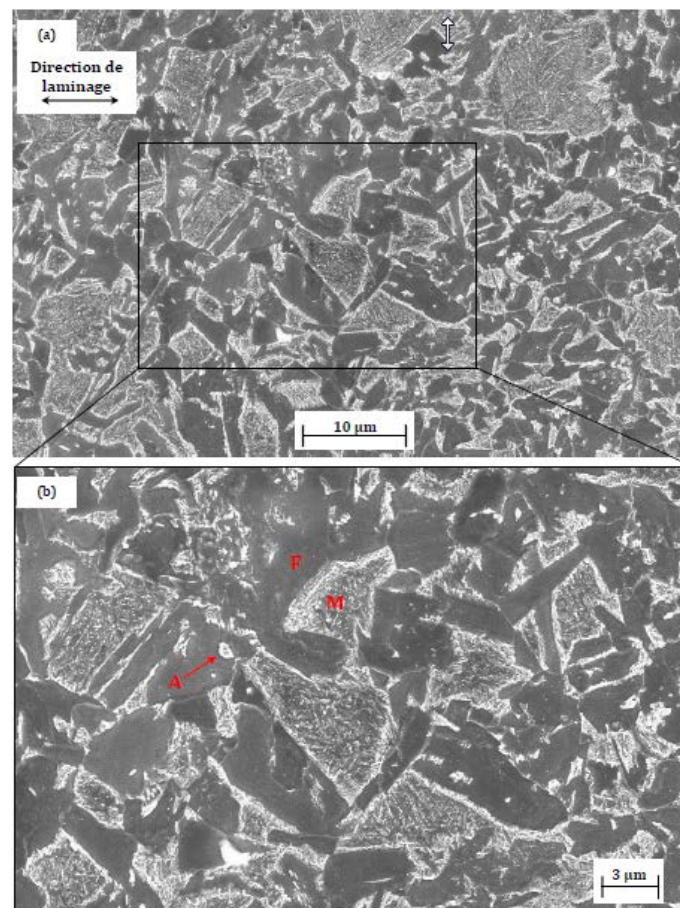


Figure 2.28 : Structure du matériau à l'étude

Par ailleurs, des analyses éléments finis de l'essai d'indentation permettent de déterminer l'étendue de la zone plastifiée pour différentes profondeurs d'indentation. Une déformation

plastique équivalente de 5% minimale a été retenue. La Figure 2.28 illustre l'étendue de la zone plastifiée pour différentes profondeurs d'indentation.

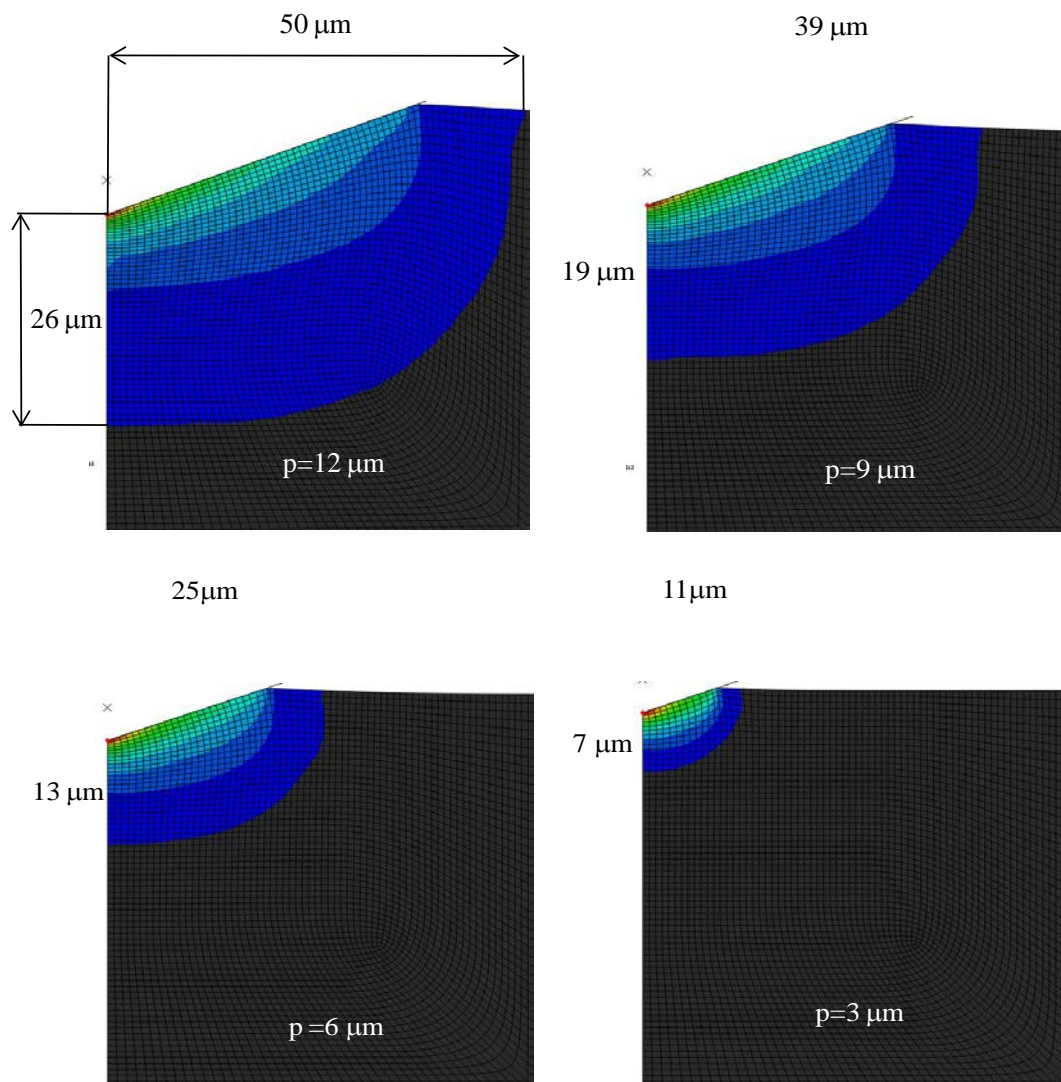


Figure 2.29 : Etendue de la zone plastifiée pour différentes profondeurs d'indentation

A l'examen de ces résultats de simulation, on peut constater qu'une profondeur de pénétration de 12 microns permet d'obtenir une zone plastifiée de $100 \times 100 \mu\text{m}^2$ dans le plan de la surface et de $26 \mu\text{m}$ selon la profondeur. Compte tenu de la profondeur de pénétration, la profondeur totale de réponse arrive à une valeur de 38 microns. Ceci permet d'atteindre aisément la cible sur la surface de réponse et dépasser la limite au niveau de la profondeur de cette réponse en même temps. Dans l'autre cas, la réduction de la profondeur de pénétration à 9 microns, permet de rester dans les objectifs au niveau de la surface de réponse, mais en diminuant la profondeur de réponse à 19 microns. Mais la profondeur totale de réponse reste près du seuil défini qui est d'une trentaine de microns. Donc, d'un point de vue de la profondeur minimale, les deux valeurs 9 microns et 12 microns bien répondent aux exigences pour solliciter un volume représentatif du comportement du matériau.

2.3.2.2. Critère de faisabilité d'identification inverse

La démarche utilisée consiste à établir la profondeur d'indentation minimale qui permet d'identifier, par analyse inverse de l'essai, des paramètres caractéristiques du comportement élastoplastique du matériau. Pour ce faire, on a choisi la limite d'élasticité du matériau. Une réponse, générée avec une limite d'élasticité connue (167,5 MPa) est utilisée comme réponse mesurée. La vérification de la faisabilité de l'identification inverse consiste à perturber le paramètre à l'étude (on part de 220 MPa) et tenter de retrouver la cible qui est de 167,5 MPa. Cette vérification est faite pour différentes profondeurs d'indentation de la pseudo réponse mesurée. La Figure 2.29 illustre la convergence de la procédure vers la valeur cible pour différentes profondeurs d'indentation utilisée pour la mesure.

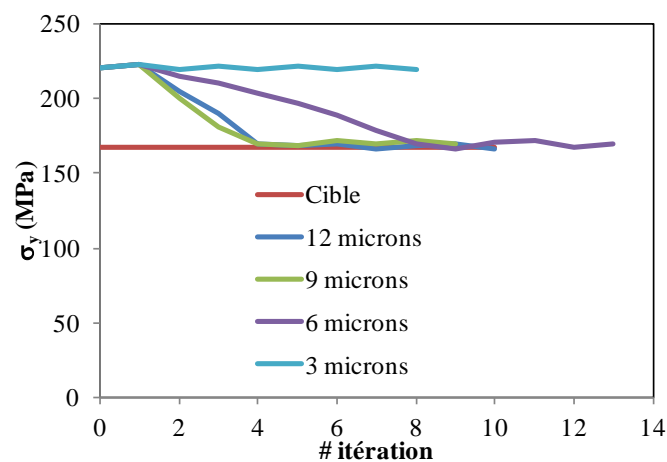


Figure 2.30 : Convergence de l'identification inverse pour différentes profondeurs d'indentation

Selon le résultat présenté, on constate que des essais avec une profondeur de 12 microns ou 9 microns sont très efficaces et qu'un essai avec une profondeur de 6 microns permet d'obtenir le bon résultat moyennant plus d'itérations et avec une tendance aux oscillations. En revanche une profondeur d'essai de 3 microns ne permet pas de converger vers la bonne solution.

A la lumière de ces résultats, une profondeur minimale de 9 microns semble nécessaire pour que le microindenteur puisse être utile à la caractérisation à haute température des alliages métalliques. Cependant, compte-tenu du VER (paragraphe 2.3.2.1), la profondeur d'indentation de 9 microns est justement assez suffisante mais il semble que la profondeur d'indentation de 12 microns permet de mieux assurer la représentativité de la mesure.

2.3.3. Détermination de la force minimale requise

Des analyses éléments finis de l'essai d'indentation ont été menées sur un acier 316L en vue de déterminer l'évolution de la force avec la profondeur d'indentation à plus de différentes températures. Les résultats de ces analyses sont illustrés sur la Figure 2.30.

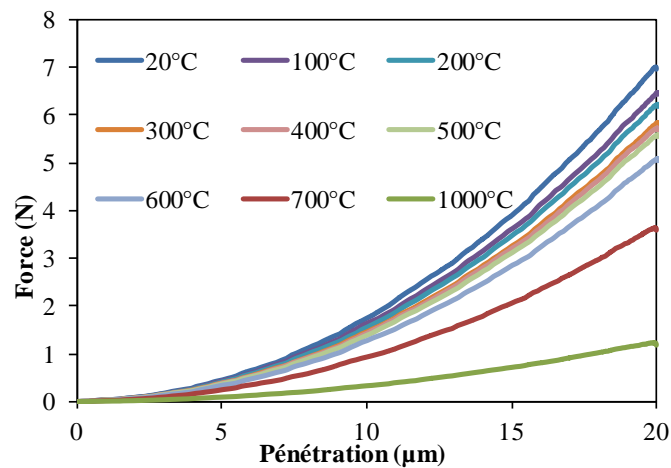


Figure 2.31 : Courbes d'indentation de l'acier 316L à différentes températures

A partir de ces résultats, il est possible de tracer l'évolution de la force nécessaire en fonction de la température, pour des valeurs d'iso-pénétration. La Figure 2.32 présente ces résultats pour des pénétrations de 9 et 12 microns. Ainsi, il est possible de déterminer des gammes de force nécessaires en fonction des domaines de température utilisés, et ce pour les valeurs de pénétrations visées.

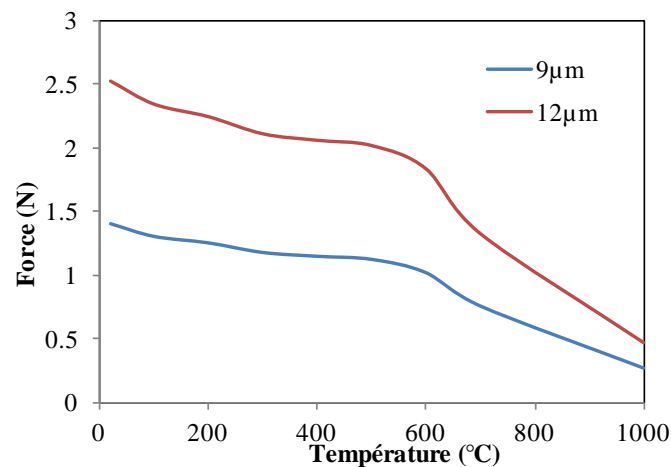


Figure 2.32 : Evolution de la force en fonction de la température à isoprofondeur de pénétration sur un acier 316L

2.3.4. Conclusion

D'après les analyses des résultats de simulation numérique et de l'observation microscopique, on peut considérer que le minimum de pénétration requis est de 9 microns. Une profondeur de pénétration à 12 microns permettrait tout de même de se donner un peu de marge et serait donc préférable.

Sur la base de ces gammes de pénétrations et en utilisant les données de la Figure 2.31, on

peut définir les gammes de force suivantes :

- Jusqu'à 600°C, une force de 2,5 N maximum est suffisante. La valeur de 2 N représente le minimum nécessaire pour pouvoir appliquer les méthodologies inverses en vue d'établir des lois de comportement représentatives.
- A partir de 600°C, une force maxi de 2 N serait suffisante avec une valeur minimale de 1 N absolument nécessaire.

Ces propositions peuvent être évidemment affinées compte-tenu des résultats de la Figure 2.31, en subdivisant les gammes de température d'utilisation. Il est en effet assez clair que plus on monte en gamme de température, plus la force nécessaire diminue.

Pour les essais d'indentation à chaud suivants, les paramètres opératoires seront bien décidés à partir de ces déterminations et ces analyses à la fois en concernant la méthode et le processus de mise en œuvre des essais.

2.4. Synthèse

Dans le présent chapitre, on a simulé une multitude d'essais d'indentation à différentes températures et avec plusieurs combinaisons de matériaux de pointe et contre matériaux. La simulation par éléments finis nous a aidés à compléter la connaissance de l'essai d'indentation à haute température. Les courbes d'indentation obtenues par simulation permettent d'analyser quantitativement l'évolution de la force en fonction du déplacement. Ainsi, les spécifications techniques du dispositif ont pu être déterminées. Les résultats présentent une influence négligeable de la rigidité de la pointe sur le niveau de l'effort. A partir de ces résultats, on a pu estimer le volume de matière affecté et la répartition de la contrainte. L'étude de la sensibilité montre que le rajout d'un film d'oxyde sur le contre matériau ou la présence d'un défaut d'alignement affectent sensiblement les résultats de l'essai. Pour limiter le décalage de l'effort d'indentation à 5%, le défaut de perpendicularité entre la pointe et la surface de l'échantillon doit être limité à 4 degrés. La solution optimale est de garder cet angle à une valeur inférieure à 1 degré. Les résultats obtenus numériquement nous permettent de décider des paramètres opératoires, ceux qui seront utilisés pour les essais d'indentation suivants.

Chapitre 3.

Vérification de la stabilité des pointes d'indentation sur différents contre-matériaux à haute température

Ce chapitre a pour objectif d'étudier le comportement des pointes d'indentation lorsqu'elles sont utilisées à haute température. Dans cette étude, l'objectif des essais de micro-indentation est de valider le modèle de simulation et vérifier la stabilité des pointes en haute température et le vieillissement des contre-matériaux. Dans un premier temps, on se limite à trois matériaux pour le contre-matériau : Acier 316L, Waspaloy (Alliage Base Nickel) et Aluminium et à trois matériaux de pointe : Carbure de bore (B_4C), Carbure de tungstène (WC) et Diamant avec des températures investiguées de 500°C et 600°C.

3.1. Matériaux pour l'indenteur

Le diamant est le matériau courant pour réaliser les pointes d'indentation utilisées à température ambiante. Jusqu'à 1000°C, le diamant est toujours le matériau le plus dur disponible, mais il est connu que sa stabilité chimique peut poser problème lorsque le contre-matériau est un alliage métallique capable de dissoudre du carbone en solution solide ou de former des carbures. Dans ce cas, la pointe en diamant se dissout partiellement dans le contre-matériau lors des essais d'indentation en température et se transforme en graphite. Le diamant n'est donc pas utilisable en température, comme pointe d'indentation dans un certain nombre de cas. Il semble cependant possible de continuer à l'utiliser pour tester des matériaux qui présentent une très faible solubilité du carbone, tels que céramiques par exemple.

Pour qu'un matériau puisse remplacer le diamant à haute température, il doit satisfaire à certains critères : le matériau doit rester inerte dans l'environnement haute température; le matériau doit conserver une dureté et une rigidité élevées aux températures d'utilisation; il doit avoir bonne stabilité chimique et ne pas réagir avec le contre-matériau. Il faut aussi tenir compte de la disponibilité sous forme monocristalline, de la faisabilité d'obtention des géométries de pointe, du coût de fabrication, etc. Compte-tenu de ces critères, deux matériaux peuvent être considérés comme les principaux candidats pour les matériaux de pointe à des

températures élevées : le carbure de bore B₄C et le carbure de tungstène WC. Comme le montre la Figure 3.1, le carbure de bore maintient sa dureté lors de l'augmentation de température. Comparée à la température ambiante, sa dureté ne diminue que moins de 20% jusqu'à 1200°C. Il a le moindre module de Young parmi ces trois matériaux. Le carbure de bore manifeste une bonne performance thermique car il a un faible coefficient de dilatation thermique (voir Tableau 3.1). Le carbure de tungstène est moins dur que le carbure de bore mais il a aussi une bonne performance thermique. Ces deux matériaux ont une très faible conductivité thermique. Ces deux matériaux ne sont pas connus pour poser des problèmes de stabilité chimique en température, mais il semble néanmoins important de les tester sous forme de pointe d'indentation, afin de vérifier leur comportement en température et sous chargement mécanique.

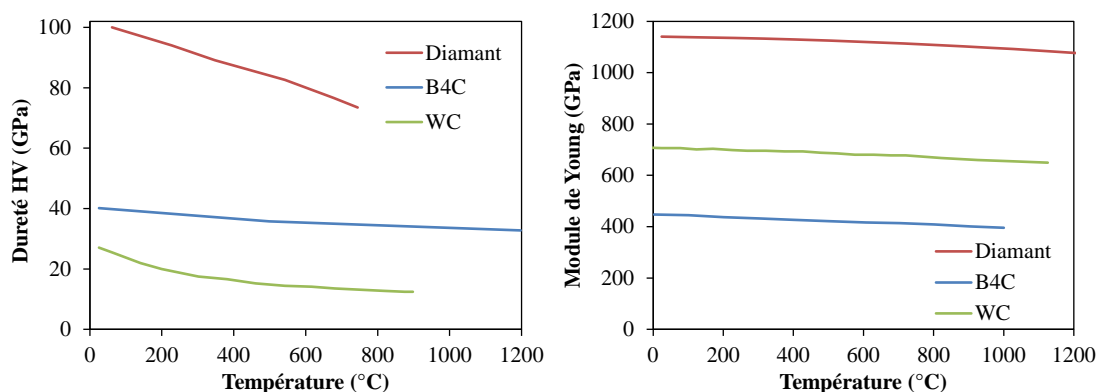


Figure 3.1 : Dureté Vickers (HV) et Module de Young des différents matériaux de pointe en fonction de la température [49, 65, 66]

Matériau de pointe	Conductivité thermique (W·m ⁻¹ ·K ⁻¹)	Coefficient de dilatation thermique (10 ⁻⁶ ·K ⁻¹)
Diamant	2000	1,00
Carbure de bore (B ₄ C)	28	4,22
Carbure de tungstène (WC)	63	5,2~7,3

Tableau 3.1 : Propriétés thermiques de différents matériaux de pointe à température ambiante [138-140]

3.2. Contre-matériaux

Pour tester les pointes d'indentation, trois contre-matériaux ont été sélectionnés pour avoir trois types de matrices métalliques différentes.

Le Waspaloy (UNS N07001/W. Nr. 2.4654) est un superalliage à base nickel durcissable structurellement avec une excellente résistance aux températures élevées et une bonne

résistance à la corrosion, notamment à l'oxydation, à des températures de service allant jusqu'à 650°C pour les applications rotatives critiques et même jusqu'à 870°C pour d'autres applications moins exigeantes [141]. Sa composition chimique est fournie dans le Tableau 3.2. Le Tableau 3.3 donne les principales caractéristiques du Waspaloy, et notamment l'évolution de son module de Young en température. Les valeurs permettent de constater que le Waspaloy présente peu de perte de rigidité en température pour un alliage métallique.

Was- paloy	Élément (% massique)						
	Cr	Al	Ti	Co	Zr	B	C
	18,0-21,0	1,2-1,6	2,75-3,25	12,0-15,0	0,02-0,12	0,003-0,01	0,02-0,1
	Mn	Si	Fe	S	Cu	Ti	Ni
1,0 max	0,75 max	2,0 max	0,03 max	0,5 max	0,40 max	Balance	

Tableau 3.2 : Composition chimique de Waspaloy [142]

Contre-matériau	Densité	Point de fusion	Module de Young		
Waspaloy	8,19 g/cm ³	1330-1360°C	211 GPa (21°C)	184 GPa (538°C)	157 GPa (871°C)

Tableau 3.3 : Propriétés physiques de Waspaloy [142]

Le deuxième contre-matériau utilisé est l'acier 316L qui est un acier inoxydable austénitique 18/8 (c'est-à-dire 18% de chrome et 8% de nickel en masse) contenant environ 2,5% de molybdène pour améliorer la résistance à la corrosion par rapport à l'acier inoxydable de type 304, surtout dans les environnements à haute température [143]. Notons également que l'acier 316L peut être décrit comme un acier 316 avec une teneur en carbone réduite. La teneur en carbone est inférieure à 0,03% afin de minimiser la précipitation de carbures, notamment les carbures de chrome, ce qui permet d'améliorer le caractère "inoxydable" de cet acier. Sa composition est donnée dans le Tableau 3.4, et ses caractéristiques principales sont fournies dans le Tableau 3.5.

Acier 316L	Élément (% massique)				
	Cr	Ni	Mo	C	N
	16,0-18,0	10,0-14,0	2,0-3,0	0,03 max	0,1 max
	Mn	Si	P	S	Fe
2,0 max	1,0 max	0,045 max	0,03 max	Balance	

Tableau 3.4 : Composition chimique de l'acier 316L [135]

Contre-matériau	Densité	Point de fusion	Module de Young	Limite d'élasticité
Acier 316L	8,0 g/cm ³	1390-1430°C	193 GPa (21°C) 172 GPa (400°C)	170 MPa

Tableau 3.5 : Propriétés physiques de l'acier 316L [135]

Le troisième contre-matériau utilisé est un alliage d'aluminium : l'AU4G. En effet, si les matériaux base fer et base nickel conduisent à la dégradation rapide des indenteurs en diamant à haute température, l'aluminium ne semble pas poser de problème quant à la stabilité des pointes en diamant. Le diamant restant le matériau de référence pour la fabrication des pointes d'indentation, il nous a semblé important de vérifier que son utilisation en température sur des alliages d'aluminium est possible. Le choix s'est porté sur l'alliage AU4G qui est un alliage à durcissement structural grâce à la présence de cuivre comme élément d'alliage. Sa composition chimique et ses principales caractéristiques sont données dans les Tableau 3.6 et Tableau 3.7.

AU4G	Élément (% massique)				
	Si	Fe	Cu	Mn	Mg
	0,20-0,80	0,7 max	3,5-4,5	0,40-1,0	0,40-1,0
	Cr	Zn	Al		
	0,1	0,25	Balance		

Tableau 3.6 : Composition chimique de l'alliage d'aluminium AU4G [144]

Contre-matériau	Densité	Point de fusion	Module de Young
AU4G	2,79 g/cm ³	640 °C	74 GPa (20°C)

Tableau 3.7 : Propriétés physiques de l'alliage d'aluminium AU4G [144]

3.3. Présentation du dispositif d'essai et préparation des échantillons

Le dispositif d'essai a été conçu pour que la pointe puisse pénétrer le contre-matériau avec une charge morte, et ceci à haute température sous vide secondaire. La Figure 3.2 donne la représentation schématique du dispositif qui est introduit dans un tube en quartz pour permettre de réaliser un vide secondaire au cours des essais en température. Ce dispositif est constitué d'un cylindre en acier inoxydable dont la masse est de 107 g ce qui permet de simuler une charge d'indentation de 1,05 N. La pointe d'indentation est fixée sur ce cylindre et est placée en contact du contre-matériau. Un système de guidage du cylindre porte-pointe a été ajouté afin d'assurer une pénétration verticale de la pointe dans le contre-matériau. La Figure 3.3 est une photographie du four dans lequel est introduit le dispositif d'essai des pointes d'indentation.

Les essais ont été conçus que la pointe empreindrait le contre-matériau avec une charge morte pour une longue durée à haute température sous vide. La Figure 3.2 nous montre la représentation schématique du dispositif et le positionnement des pièces expérimentales et le dispositif réel sur la Figure 3.3.

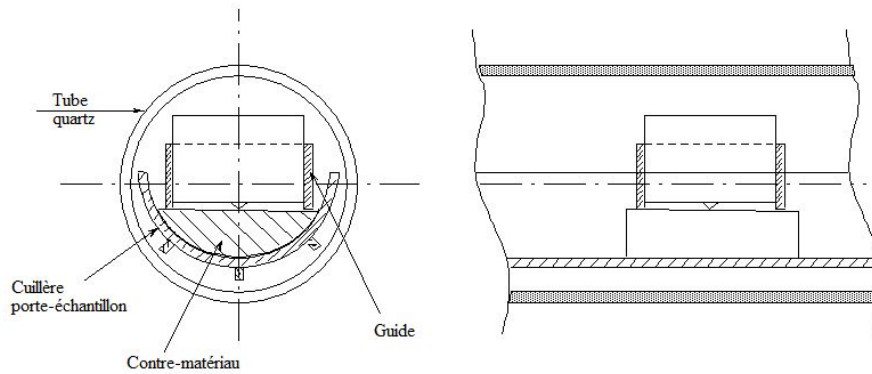


Figure 3.2 : Représentation schématique du dispositif d'essai



Figure 3.3 : Four haute température sous vide secondaire utilisé pour tester les pointes d'indentation

Les pointes utilisées sont du type Berkovich. La taille des pointes est présentée sur la Figure 3.4 et la Figure 3.5.

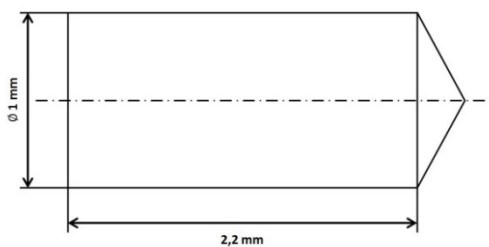


Figure 3.4 : Taille des pointes WC et B₄C

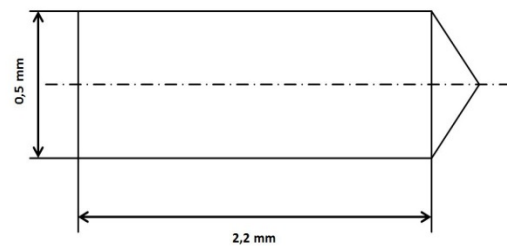


Figure 3.5 : Taille de la pointe diamant

Pour les pointes en WC et en B₄C, la partie support a la même géométrie cylindrique de diamètre 1 mm et de longueur 2,2 mm. Et pour les pointes en diamant naturel, la section de cette partie est carrée 0,5x0,5 mm², et sa longueur est 2,2 mm. Un petit trou cylindrique a été

percé au milieu de la surface du cylindre qui sert de porte-pointe, sur une profondeur de 0,8 mm. Pour fixer la pointe dans le trou percé, une colle céramique a été utilisée (Ceramabond 865). Cet adhésif est à base de nitrure d'aluminium et est très efficace pour réaliser des collages résistants jusqu'à 1650°C. Le protocole de mise en œuvre de cette colle a été respecté : séchage à l'air pour une durée de 4 heures, puis cuisson en température par paliers : 93°C, 177°C et 260°C, chaque palier étant maintenu pendant 2 heures. La Figure 3.6 présente une pointe en carbure de tungstène collée au cylindre. Avant chaque essai de vieillissement, l'aspect des pointes est contrôlé en microscopie électronique à balayage afin de pouvoir ensuite réaliser une comparaison avec leur aspect après vieillissement, et ainsi suivre leur éventuelle dégradation.

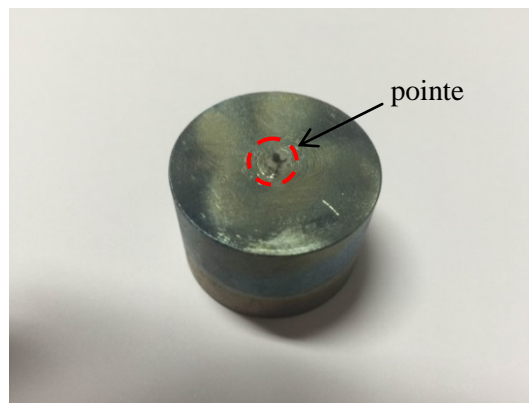


Figure 3.6 : La pointe en WC collée sur le cylindre servant de poids mort

Avant les essais, la face plane du contre-matériau est polie mécaniquement jusqu'au grade 2400. La bague qui sert de guide au cylindre porte-pointe, est collée sur la surface plane du contre-matériau (voir Figure 3.7). La colle utilisée est la même que celle qui sert à fixer la pointe d'indentation au cylindre, mais seul le séchage à l'air pendant 4 heures est réalisé, les paliers en température ont été omis pour que la colle céramique n'émerge pas sur la surface du contre-matériau. Le diamètre intérieur de la bague correspond exactement au diamètre du cylindre porte-pointe en sortie d'usinage. Mais pour éviter la friction entre le cylindre et la bague qui diminuerait le chargement mécanique, un petit jeu a été créé en réalisant un polissage de la surface intérieure de la bague.

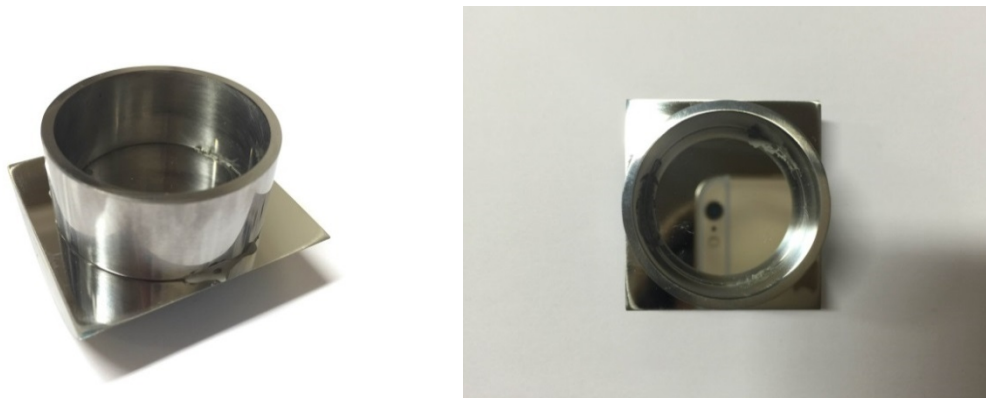


Figure 3.7 : La bague collée sur le contre-matériau

3.4. Protocole expérimental

Les pointes en WC et en B₄C sont testées sur l'acier 316L et le Waspaloy. Pour le vieillissement, la température d'essai a été fixée à 600°C, considérant que cette température serait suffisamment élevée pour provoquer une éventuelle interaction chimique entre la pointe d'indentation et le matériau indenté, mais également suffisamment faible pour que les contre-matériaux conservent une rigidité relativement importante. Comme annoncé précédemment, des pointes en diamant ont également été testées, mais sur l'alliage d'aluminium (il est connu que les pointes en diamant se dissolvent rapidement au contact d'alliages base fer ou base nickel au-delà de 400°C). Pour ces essais, la température a été fixée à 500°C, puisque le point de fusion de l'alliage d'aluminium est de 640°C. L'objectif de ces essais est uniquement d'avoir une information sur la stabilité chimique des pointes en diamant sur l'aluminium, puisque dans ces conditions, la rigidité de l'AU4G est très nettement inférieure à celle du diamant. On rappelle que les essais sont effectués avec une charge morte de 1,05 N exercée sur la pointe. La durée des essais a été fixée à 2 heures et ces essais sont menés sous vide secondaire (10⁻⁶ mbar). Le Tableau 3.8 présente la matrice d'essais réalisée.

Matériau de pointe	Carbure de Tungstène	Carbure de Bore	Diamant
Alliage Base-Nickel	600°C	600°C	
Acier 316L	600°C	600°C	
Aluminium			500°C

Tableau 3.8 : Protocole d'essais

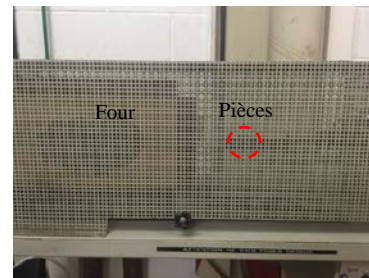
Pour la réalisation des essais de vieillissement des pointes, la mise en place des pièces suit différentes étapes. D'abord, l'ensemble contre-matériau / bague est disposé dans la partie cylindrique de la cane du four, et puis le plot sur lequel est collée la pointe, est positionné dans la bague-guide de manière à ce que la pointe d'indentation soit juste en contact avec la surface du contre matériau. Ensuite, la cane du four est introduite dans le tube en quartz en veillant à ce que la surface du contre-matériau soit maintenue à l'horizontale. La mise en place des pièces est une étape primordiale au bon déroulement des essais puisqu'elle permet d'éviter le glissement des pièces ainsi que de limiter le risque d'endommagement de la pointe avant l'essai. Les étapes de mise en place sont présentées sur la Figure 3.8.



Le contre-matériau dans le demi-tube



Le cylindre dans la bague



Entrée dans le tube



Fermeture du tube



Four déplacé vers la position des pièces

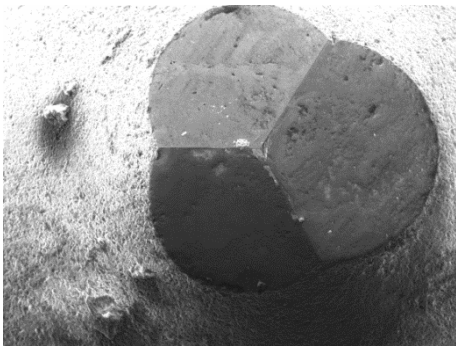
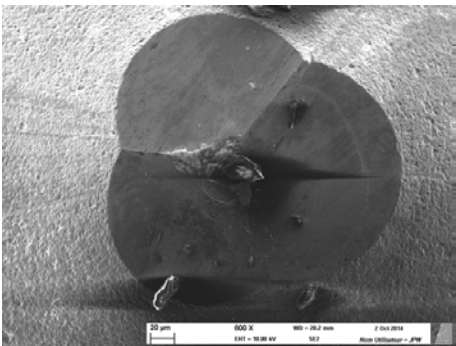
Figure 3.8 : Etapes de mise en place des pièces expérimentales

Pour lancer un essai, on commence par réaliser le vide secondaire dans la chambre du four. Une fois le vide secondaire atteint, on met le four en chauffe pour atteindre la température de vieillissement choisie. Cette température est maintenue pendant 2 heures. Le four est ensuite éteint et les pièces refroidissent avec l'inertie thermique du four. Une fois le retour à température ambiante, l'enceinte est ouverte et les pièces sont retirées délicatement pour procéder aux analyses ultérieures.

3.5. Résultats des essais

3.5.1. Pointe B_4C + Contre-matériau Waspaloy (Alliage Base Nickel)

La température de vieillissement a été fixée à $600^{\circ}C$ et la durée de vieillissement est de 2 heures. Après démontage, la pointe d'indentation est observée au microscope électronique à balayage et comparée avec son état initial (Figure 3.9). Il apparaît, suite à cette comparaison, que la pointe de B_4C a été très abîmée suite à l'essai de vieillissement.

Grossissement	Avant l'essai	Après l'essai
800×		

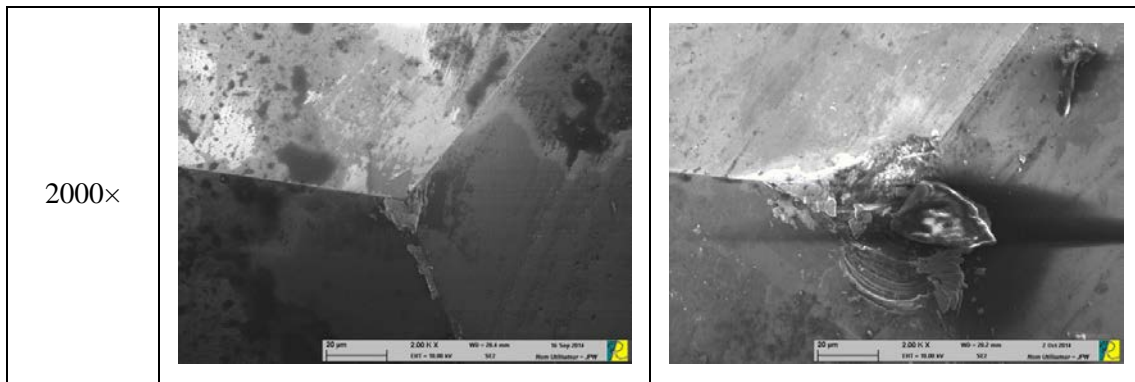


Figure 3.9 : Observations MEB de la pointe en B_4C avant et après l'essai à $600^{\circ}C$ sur le contre-matériau en Waspaloy

Il est possible que l'endommagement de cette pointe se soit produit pendant la mise en place des pièces dans le tube ou pendant le démontage parce que quelques scratches ont été observés sur le contre-matériau comme le montrent les photos de la Figure 3.10. Il semble que sur cet essai, le collage de la bague sur le contre-matériau, n'a pas été efficace. Aussi, il est possible que les glissements de la pointe se soient produits en température sous l'effet des vibrations des pompes.

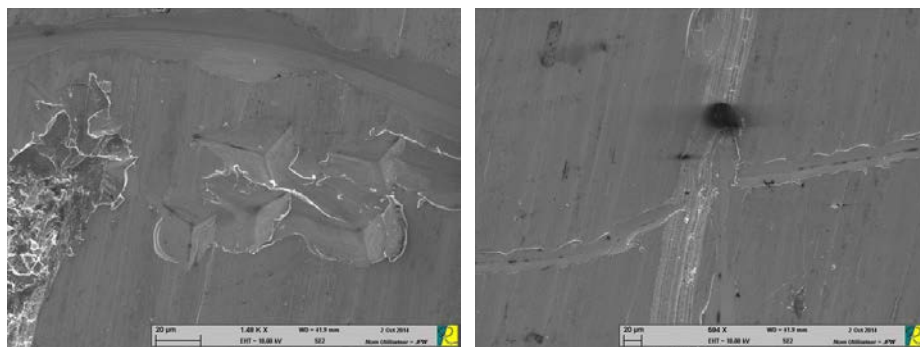


Figure 3.10 : Empreintes et Scratches observés sur le contre-matériau en Waspaloy après l'essai

Il est difficile de tirer une conclusion de cet essai car il est probable que l'état final de la pointe soit simplement lié à des effets de glissement de la pointe. A compter de cet essai qui a été le premier réalisé, une attention toute particulière a été portée à la mise en place des pièces et à leur démontage, ainsi qu'au collage de la bague sur le contre-matériau, pour limiter les risques de glissement.

3.5.2. Pointe B_4C + Contre-matériau Acier 316L

Cet essai a également été réalisé à $600^{\circ}C$, température maintenue pendant 2 heures. La pointe utilisée est une pointe neuve, compte-tenu de l'endommagement subi par la pointe utilisée sur le Waspaloy. On constate cette fois que la pointe a conservé sa forme initiale et n'a pas subi d'endommagement mécanique après l'essai (voir Figure 3.11). On constate cependant la présence d'éléments de pollution sur la pointe, que ce soit avant ou après essai.

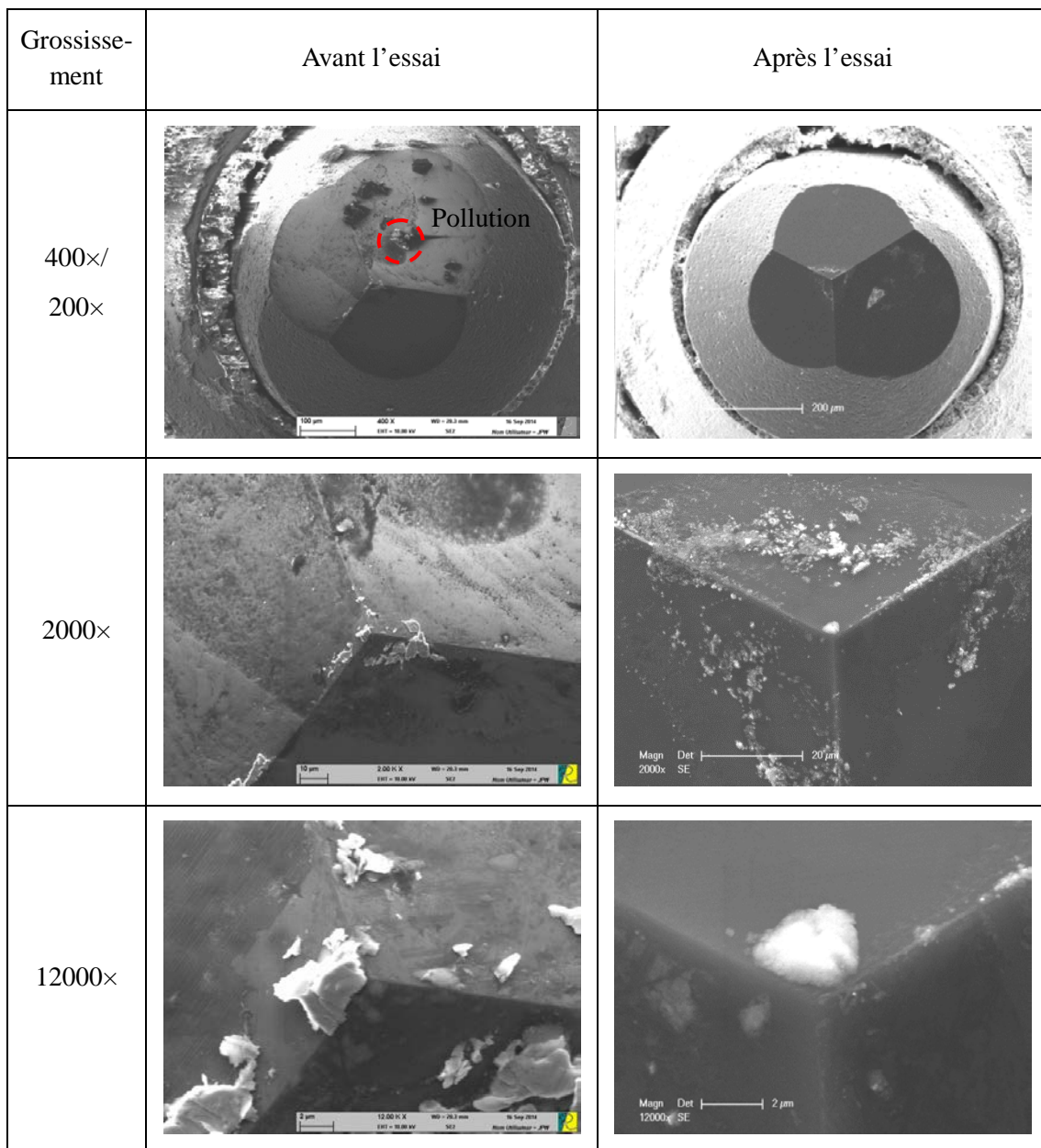


Figure 3.11 : Observations MEB de la pointe en B_4C avant et après l'essai à $600^\circ C$ sur le contre-matériau en acier 316L

L'analyse dispersive en énergie (EDX ou EDS) a été utilisée afin de réaliser des analyses chimiques sur la pointe pour identifier les éléments transférés pendant l'essai d'indentation, mais également sur le contre-matériau pour détecter un éventuel transfert de matière depuis la pointe [145].

La Figure 3.12 présente les résultats représentatifs de l'analyse EDX d'une partie de pointe apparemment non polluée, et d'une zone sur laquelle il apparaît des particules après l'essai d'indentation. La zone d'apparence propre montre un signal majoritaire de Bore, ainsi qu'un signal moins intense de carbone, ce qui est normal puisque la pointe est en carbure de bore. La zone polluée conduit à des résultats d'analyse élémentaire qui font apparaître, en plus des

éléments bore et carbone, les éléments fer, manganèse et chrome qui sont tous les trois des éléments constitutifs de l'acier 316L. Il apparaît donc que des particules du contre-matériau se collent sur la pointe sans pour autant générer un endommagement de celle-ci.

Au niveau du contre-matériau, il n'y a qu'une seule empreinte après l'essai (Figure 3.13). Par calcul à partir des dimensions de l'empreinte, la profondeur d'indentation est estimée à 14 microns. Cette valeur est plus importante que la profondeur obtenue par simulation numérique. Cette différence de profondeur peut s'expliquer par le phénomène de fluage de l'acier 316 L. L'analyse EDX du contre-matériau (Figure 3.14) ne montre pas de signe de dissolution de bore, en tout cas, dans la limite de résolution de l'analyse. On peut également remarquer que l'analyse du contre-matériau fournit des pics dont les intensités relatives sont assez différentes de celles observées sur les particules collées à la pointe. Ceci peut s'expliquer par le fait qu'une légère oxydation de l'acier 316L s'est produite sous vide secondaire, contribuant à augmenter les teneurs en chrome et en manganèse à la surface du contre-matériau. Ainsi, les particules collées sur la pointe semblent venir de l'extrême surface de l'acier 316L.

La Figure 3.12 présente les résultats représentatives d'analyse EDX d'une position du collage et d'autre position découverte de la pointe, les particules résiduelles étaient en l'acier 316L principalement et très peu de l'oxygène a été détecté, c'est-à-dire qu'il existait peu d'oxyde. Il n'y avait qu'une empreinte sur le contre-matériau après l'essai (Figure 3.13). Par calcul, la profondeur d'indentation était d'environ 14 microns. Il est clair que le défaut de perpendicularité de la pointe s'est fait lors de l'essai à partir de la dissymétrie de l'empreinte. A l'aide de simulations numériques précédentes, l'angle d'inclinaison est estimé à 3,5 degrés. Elle était plus grande que la profondeur obtenue par la simulation. Nous avons vu que cette différence de profondeur pouvait s'explique par le phénomène du fluage et de la viscoplasticité. Selon le résultat d'analyse EDX (Figure 3.14), il n'y avait pas de dissolution d'élément Bore sur le contre-matériau en acier 316L.

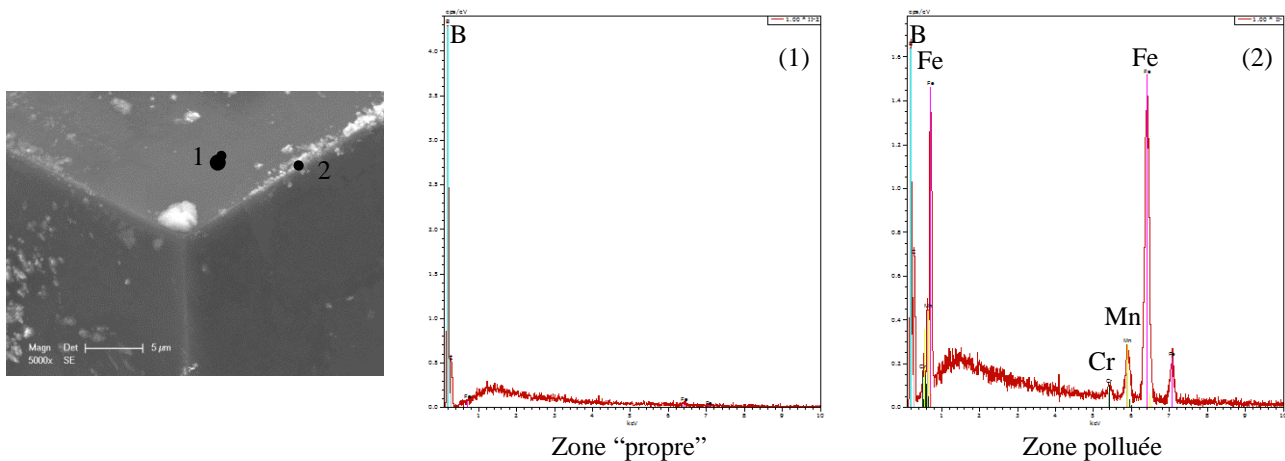


Figure 3.12 : Analyse EDX de la pointe en B_4C après l'essai à $600^\circ C$ sur l'acier 316L

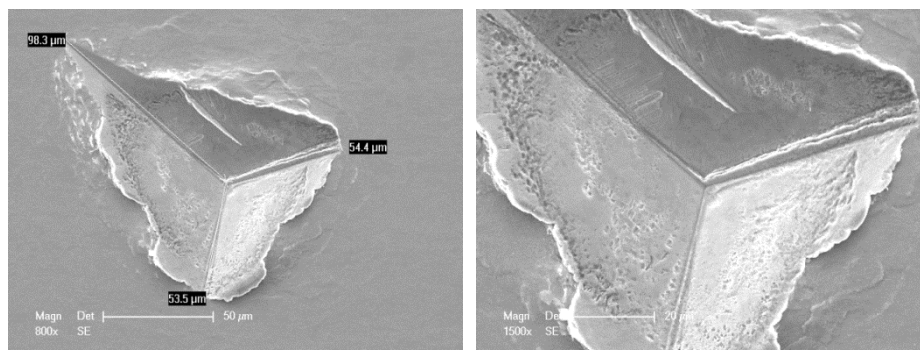


Figure 3.13 : Empreinte sur le contre-matériau en acier 316L après l'essai à 600°C

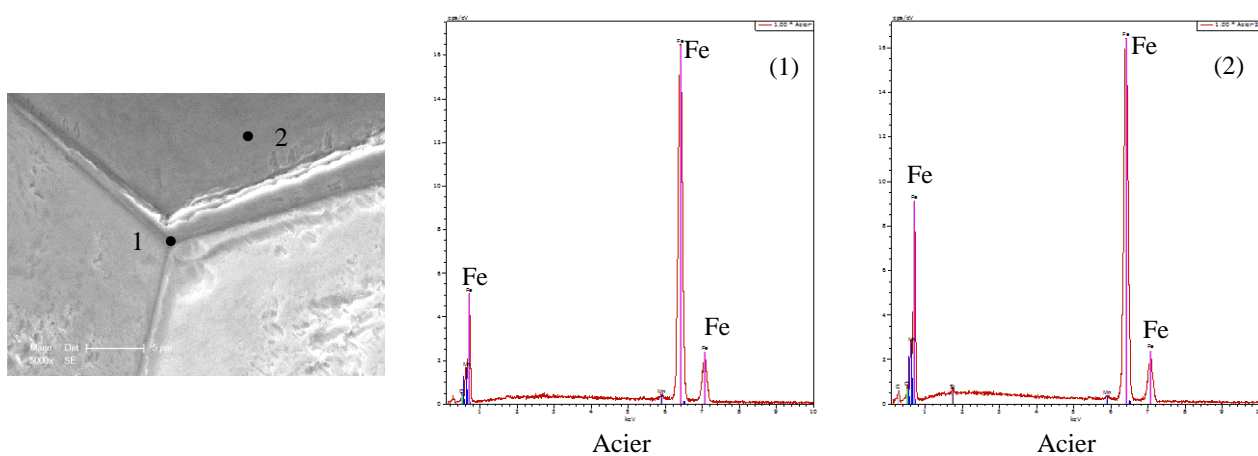


Figure 3.14 : Analyse EDX du contre-matériau en acier 316L après l'essai à 600°C

En raison du collage des particules d'acier sur la pointe, il est apparu nécessaire de trouver une solution de nettoyage de la pointe après essai d'indentation. On a préféré une méthode physique qu'une méthode chimique parce que la méthode chimique risque de nuire à la pointe. Le nettoyage par ultrason a été choisi. Donc la pointe en B_4C a été nettoyée dans une solution de Méthanol par ultrason pour une durée de 30 minutes, et ceci a été répété 5 fois. Cependant, les particules n'ont été éliminées que partiellement par ce traitement ultrason (Figure 3.15).

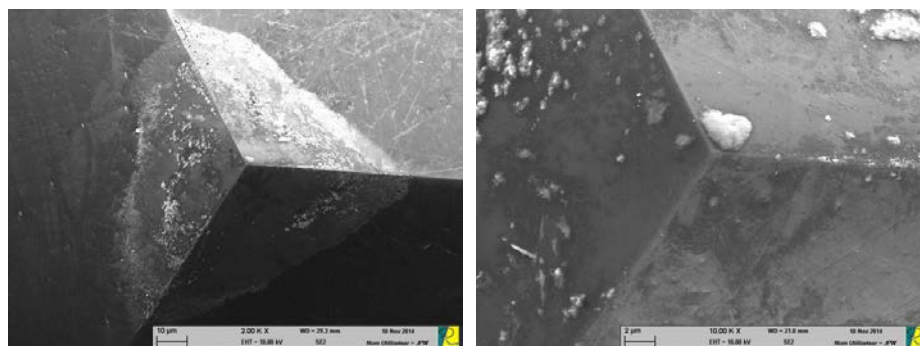


Figure 3.15 : Observations MEB de la pointe en B_4C après le nettoyage par ultrason

Un second essai a été réalisé avec cette même pointe (2 heures à 600°C). Comme dans le cas

précédent, la pointe reste non-endommagée après l'essai (Figure 3.16), mais de nouvelles particules d'acier se sont collées sur la pointe (Figure 3.17).

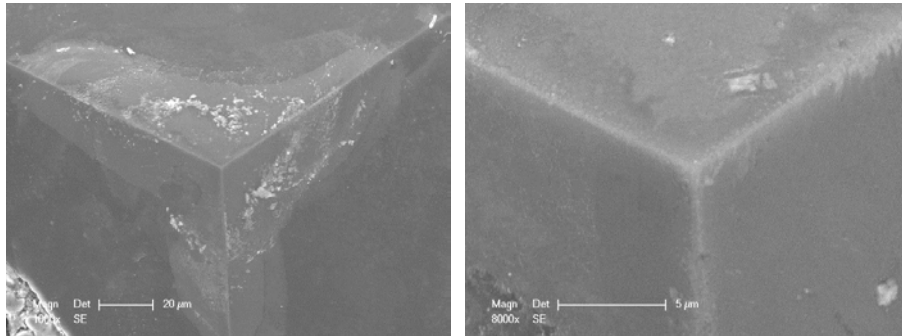


Figure 3.16 : Observations MEB de la pointe en B_4C après le 2ème essai à $600^\circ C$ sur l'acier 316L

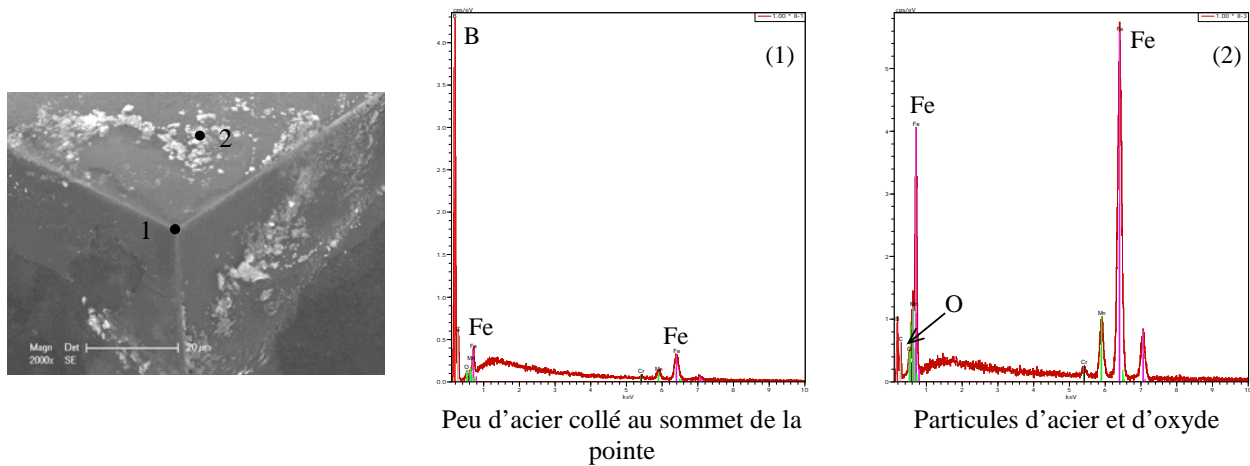


Figure 3.17 : Analyse EDX de la pointe en B_4C après le second essai à $600^\circ C$

De nouveau, une seule empreinte a été trouvée sur le contre-matériau en acier 316L même si l'observation montre qu'il y avait un petit peu de glissement d'environ $20\ \mu m$ (Figure 3.18). Il est possible que ce glissement se soit produit pendant le démontage des pièces ou à cause des vibrations du système. Comme dans le cas précédent, l'estimation de la profondeur de pénétration à partir des dimensions de l'empreinte, conduit à 14 microns. Les analyses EDX du contre-matériau sont conformes à ce qui a été obtenu lors du premier essai (Figure 3.19).

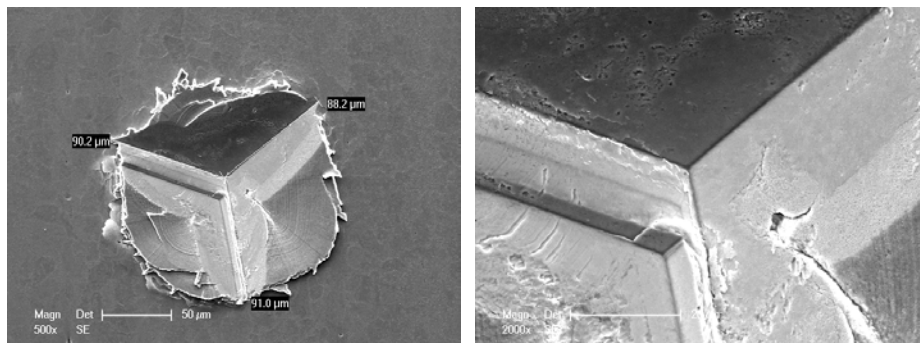


Figure 3.18 : Empreinte sur le contre-matériau en acier 316L après le second essai à 600°C

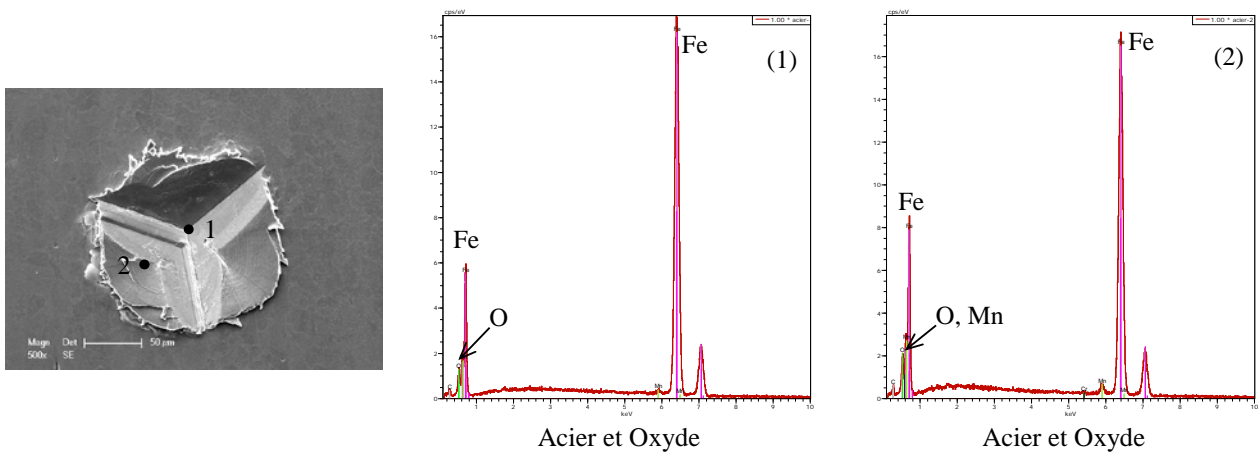


Figure 3.19 : Analyse EDX du contre-matériau en acier 316L après le second essai

3.5.3. Pointe WC + Contre-matériau Acier 316L

Les essais réalisés avec la pointe en carbure de tungstène suivent le même protocole que ceux réalisés avec la pointe en carbure de bore, avec cependant un temps de maintien beaucoup plus long en température sur le contre-matériau en 316 L (16 heures de maintien ont été réalisés pour le premier essai de ce couple). Selon l'observation au microscope électronique avant et après l'essai, la pointe en WC a maintenu son état de départ après l'essai d'indentation sur l'acier 316 L, avec toujours le problème du collage de particules sur la pointe. Les photos de la pointe avant et après l'essai sont présentées ci-dessous (Figure 3.20).

Grossissement	Avant l'essai	Après l'essai
2000×		

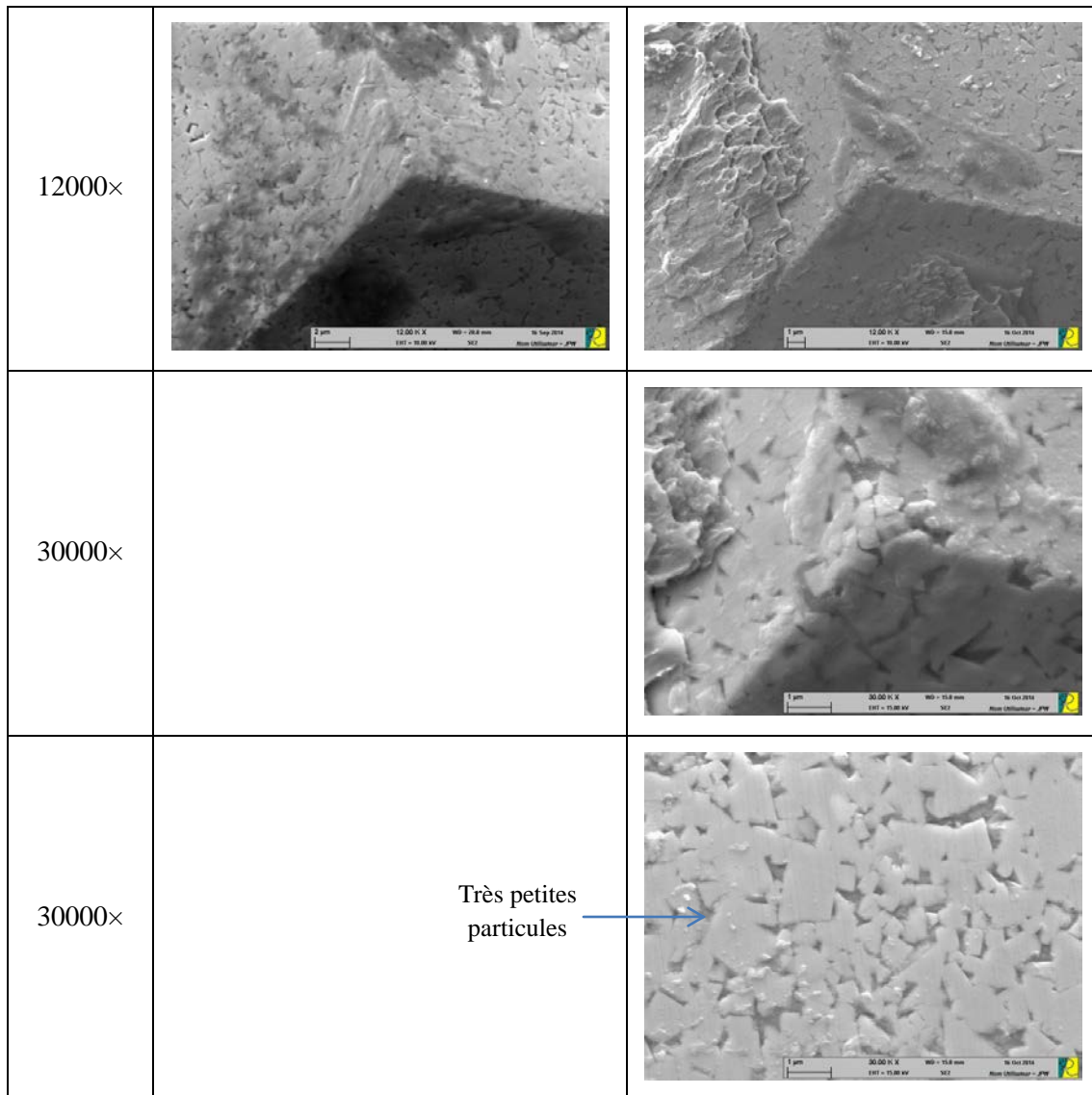


Figure 3.20 : Observations MEB de la pointe en WC avant et après l'essai à 600°C sur le contre-matériau en acier 316L

On constate que la pointe en WC se présente comme un agrégat de petits grains de poudre laissant apparaître de nombreuses porosités. Même des analyses par diffraction n'ont pas été réalisées, il apparaît évident que la pointe n'est pas monocristalline. Aucun élément sur la technologie d'obtention des pointes n'a pu être obtenu auprès du fournisseur. Par ailleurs, il apparaît de très fines particules (indiquées par la flèche sur la Figure 3.20) dont la taille est plus petite que celle des grains de poudre de WC.

Comme observé sur la Figure 3.21, une seule empreinte a été trouvée sur le contre-matériau. La profondeur d'indentation est d'environ 16~17 microns. Cette profondeur est plus importante que celles obtenues avec la pointe en B₄C, ce qui est lié principalement à la durée plus longue de l'essai (16 heures au lieu de 2 heures). Au bord de l'empreinte, il apparaît des ondelettes qui semblent liées à une oxydation locale de l'acier, ou plus probablement, à l'émergence des systèmes de glissement cristallins.

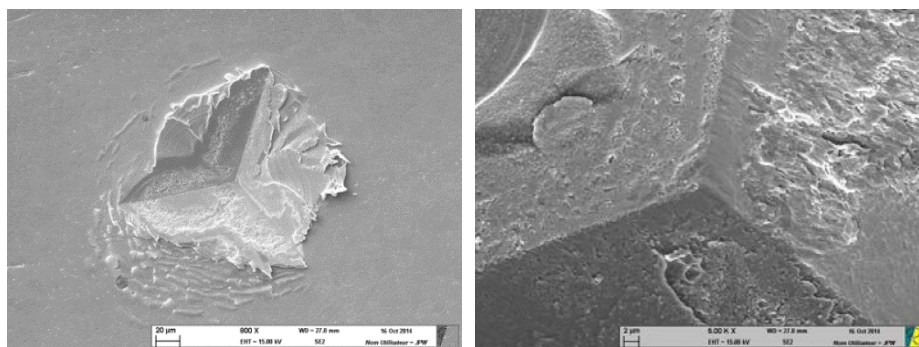


Figure 3.21 : Empreinte observée sur le contre-matériau en acier 316L après l'essai à 600°C

Les résultats des analyses EDX de la pointe et du contre-matériau sont présentés sur la Figure 3.22 et la Figure 3.23. Ils mettent en évidence que les particules collées à la pointe après essai proviennent bien du contre-matériau. Par ailleurs, nous n'avons pas découvert de dissolution de tungstène dans le contre- matériau. La pointe en WC montre une bonne stabilité chimique après indentation à haute température.

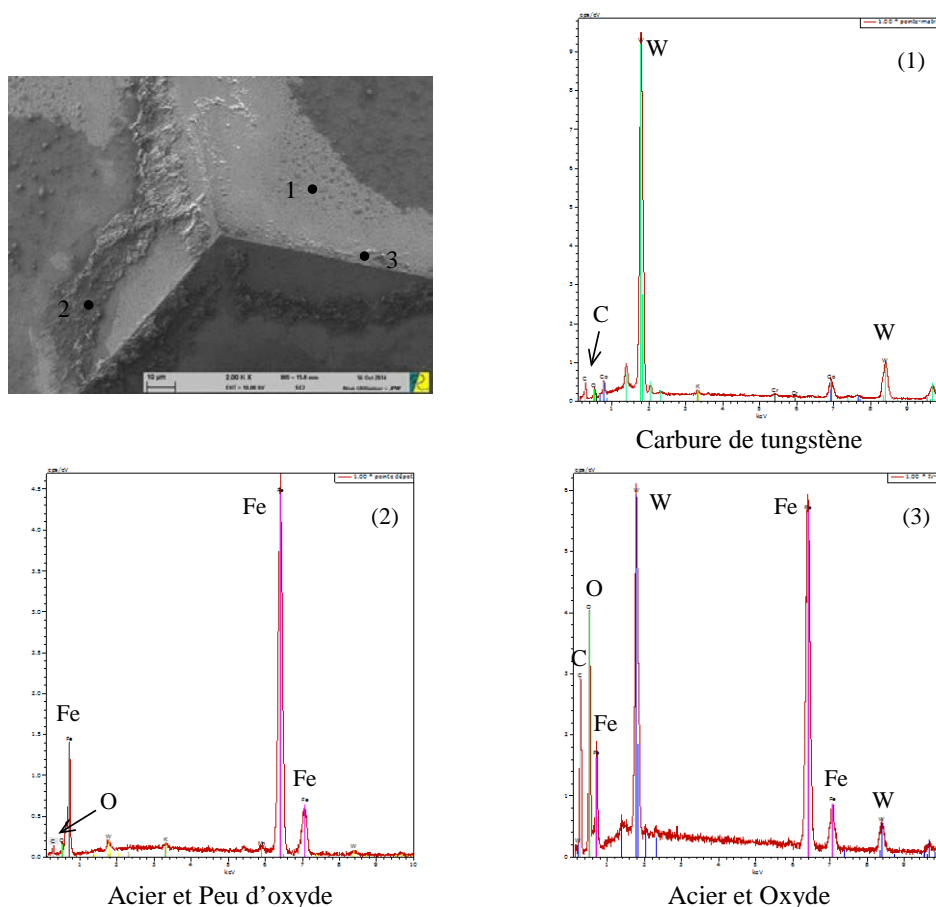


Figure 3.22 : Analyse EDX de la pointe en WC après l'essai à 600°C

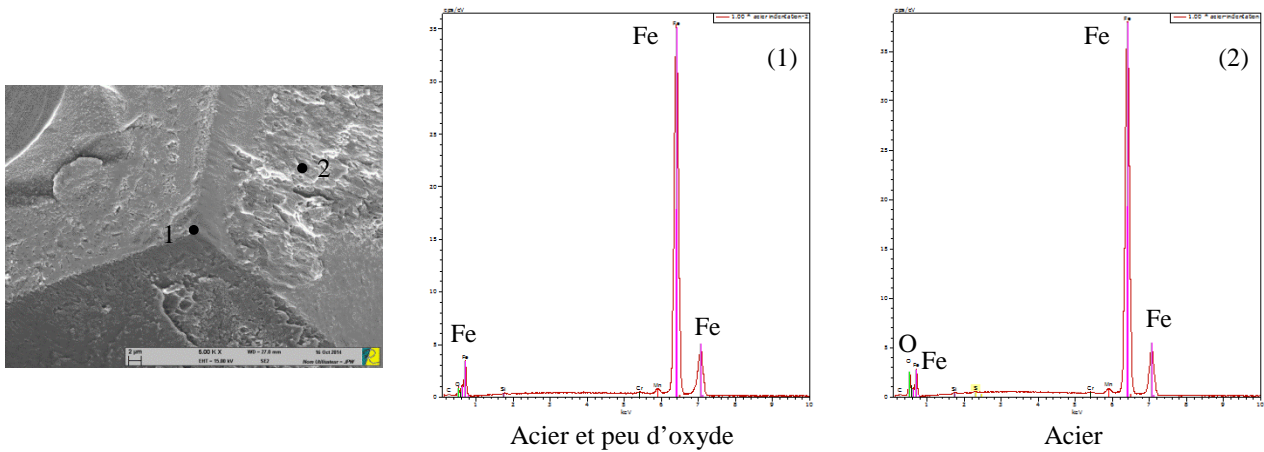


Figure 3.23 : Analyse EDX du contre- matériau en acier 316L après l'essai à 600°C

Pour essayer d'éliminer le collage, la pointe a été nettoyée de la même façon que la pointe en B₄C, dans la solution de méthanol par ultrason pour une durée de 30 minutes à chaque séquence, avec 5 séquences au total. Ce mode de nettoyage semble plus efficace que sur la pointe en B₄C, avec cependant le maintien des petites particules en surface de la pointe, mais, compte-tenu de leur faible taille, ces particules ne présentent pas une gêne particulière pour la réalisation de nouveaux essais d'indentation (Figure 3.24).

Grossissement	Avant le nettoyage	Après le nettoyage
2000×		
8000×		



Figure 3.24 : Observations MEB de la pointe en WC avant et après le nettoyage par ultrason

Donc, on peut dire que le nettoyage par ultrason est efficace pour la pointe en WC, afin de retrouver une propreté de surface suffisante pour mener de nouveaux essais. Afin de savoir s'il était tout de même possible de mieux nettoyer la surface et de la débarrasser des petites particules présentes après le nettoyage par ultrason, la pointe a été essuyée doucement à l'aide d'un coton imbibé d'éthanol. Ce nettoyage "mécanique" a conduit à altérer la pointe (voir Figure 3.25). La pointe s'avère donc fragile. Cependant, il est difficile de savoir s'il s'agit d'une fragilité intrinsèque, ou si cette fragilité est apparue à cause d'une utilisation longue en température, ou à cause du nettoyage préalable aux ultrasons.

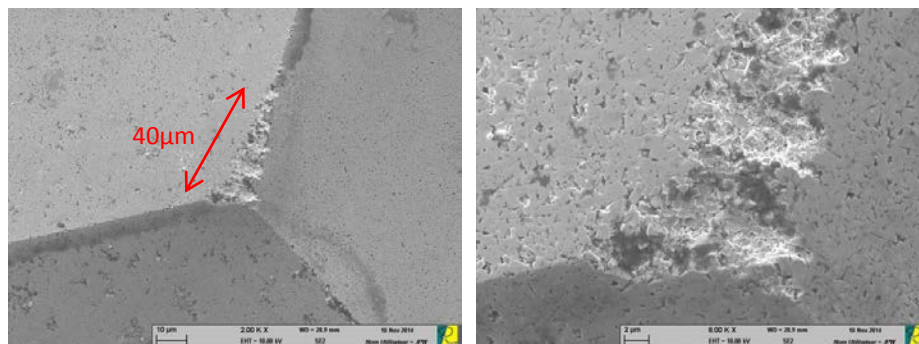


Figure 3.25 : Observations MEB de la pointe en WC après le nettoyage par doigt

3.5.4. Pointe WC + Contre-matériau Waspaloy (Alliage Base Nickel)

Une nouvelle pointe en WC a été utilisée afin d'étudier sa stabilité avec le contre-matériau en alliage base de nickel, le Waspaloy. L'essai a été menée à 600°C, avec un palier isotherme de 2 heures sous vide secondaire. La pointe a été examinée au microscope électronique avant et après l'essai (Figure 3.26). La pointe conserve son intégrité mécanique après l'essai d'indentation, mais un collage de matériau à sa surface est de nouveau observé.

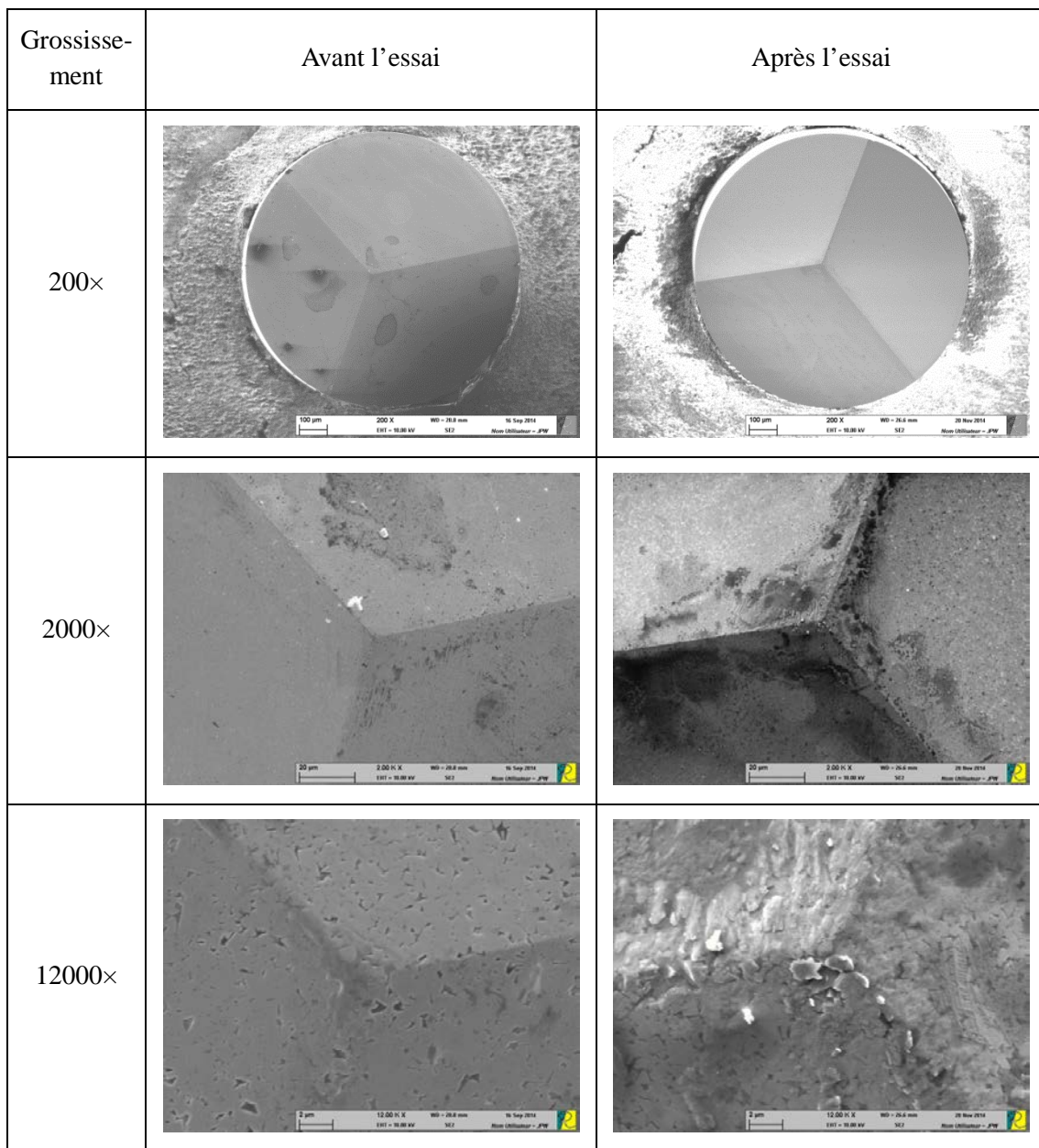


Figure 3.26 : Observations MEB de la pointe en WC avant et après l'essai à 600°C
Sur le contre-matériau en Waspaloy

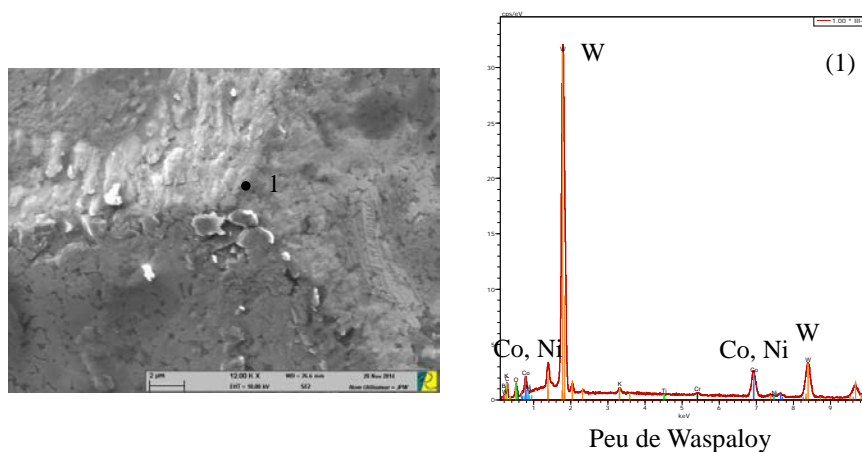


Figure 3.27 : Analyse EDX de la pointe en WC après l'essai à 600°C

Les analyses EDX présentées sur la Figure 3.27 montrent que les particules qui restent collées sur la pointe après essai, proviennent du contre-matériau (une légère présence de nickel est notamment observée). Cependant, les intensités des pics des éléments provenant du contre-matériau restent faibles, comparativement à ce qui a pu être constaté après les essais d'indentation réalisés sur l'acier 316L.

Même si la pointe ne présente pas d'endommagement, l'observation du contre-matériau (Figure 3.28) montre la présence de plusieurs empreintes et de rayures de glissement ce qui signifie que la pointe a probablement bougé pendant l'essai. En analysant l'empreinte la plus grande, la profondeur de pénétration était comparable au cas précédent (environ 16 microns). L'analyse chimique de l'empreinte ne révèle pas la présence d'éléments particuliers qui pourraient provenir de la pointe (Figure 3.29).

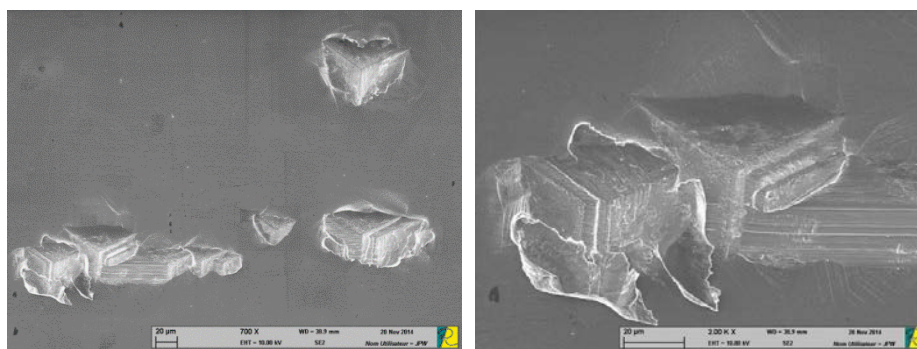


Figure 3.28 : Empreintes observées sur le contre-matériau en Waspaloy après l'essai à 600°C

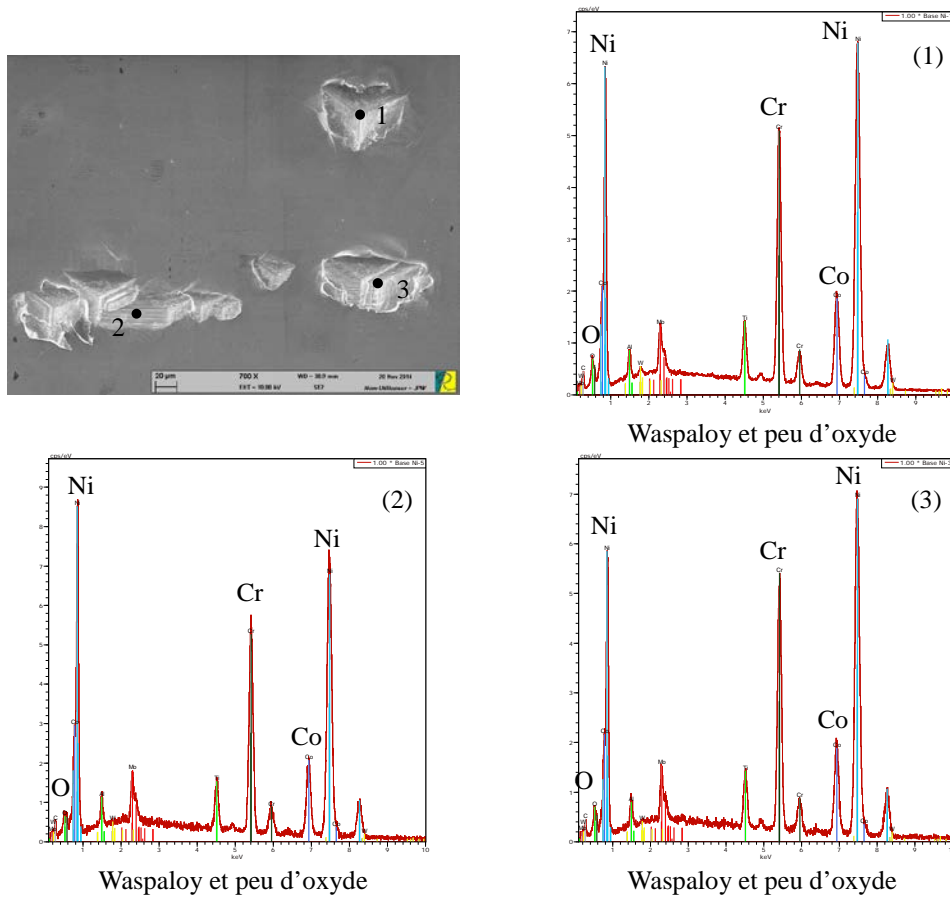


Figure 3.29 : Analyse EDX du contre-matériau en Waspaloy après l'essai à 600°C

Le nettoyage par ultrason est réitéré dans le cas présent. Comme observé sur la Figure 3.30, la grande majorité des éléments collés sur la pointe a été enlevée, notamment autour du sommet de la pointe. A l'issue de ce nettoyage, il subsiste très peu de contre-matériau sur la pointe.

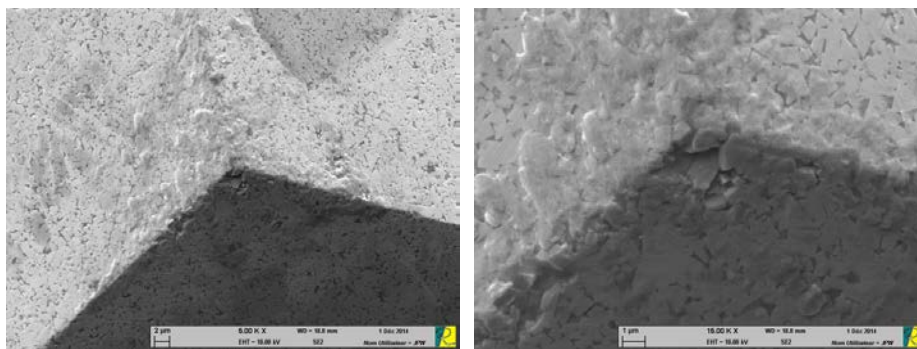


Figure 3.30 : Observations MEB de la pointe en WC après le nettoyage par ultrason

Un second essai de vieillissement en température a été réalisé sur la même pointe, après nettoyage. Les paramètres expérimentaux n'ont pas été modifiés. D'après les observations réalisées à l'issue de ce second essai (Figure 3.31), on constate que la pointe est de nouveau restée exempte d'endommagement; en revanche, la quantité de contre-matériau polluant la pointe semble plus importante qu'à l'issue du premier essai.

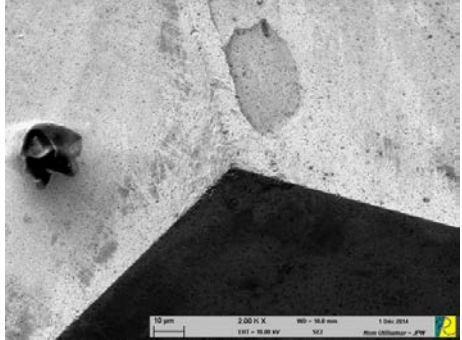
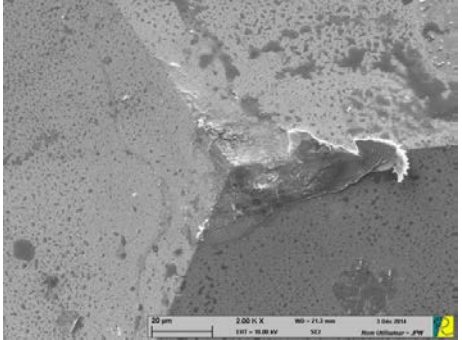
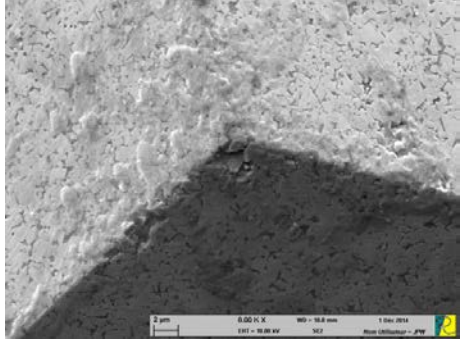
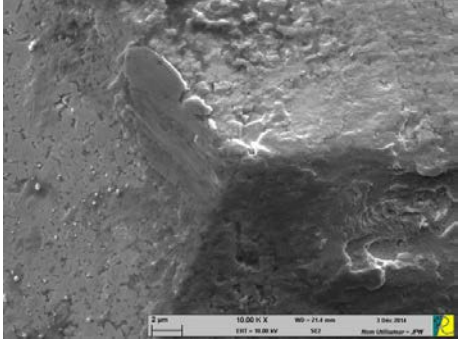
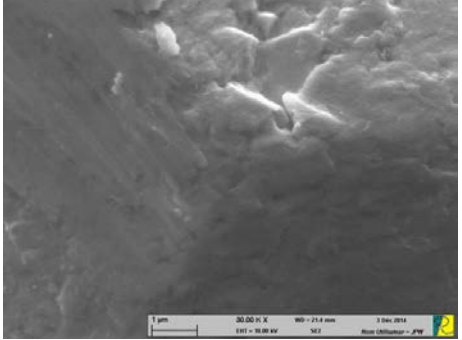
Grossissement	Avant le second essai	Après le second essai
2000×		
8000×/ 10000×		
30000×		

Figure 3.31 : Microscopies de la pointe en WC avant et après l'essai supplémentaire à 600°C

Les observations du contre-matériau montrent que lors de ce nouvel essai, il y a eu un glissement de la pointe à la surface du Waspaloy (Figure 3.32).

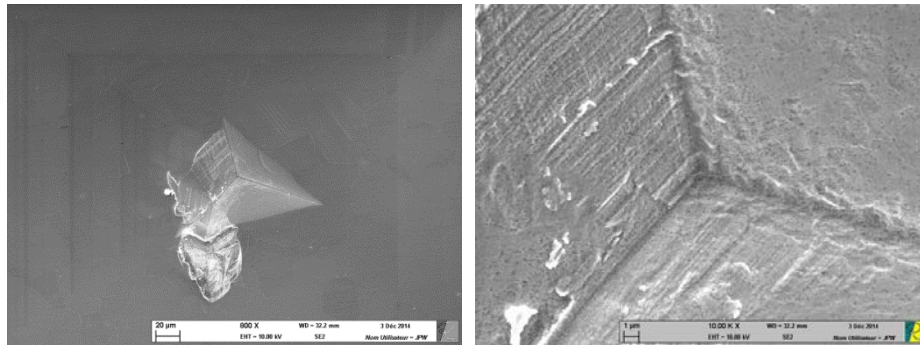
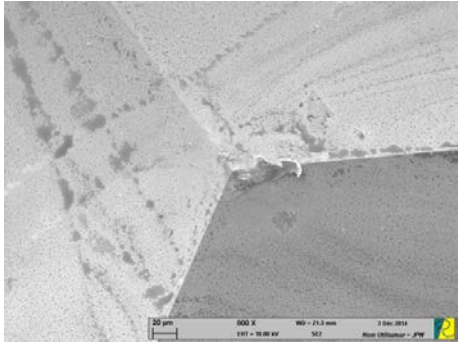
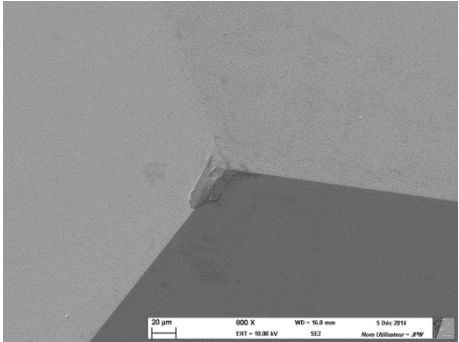
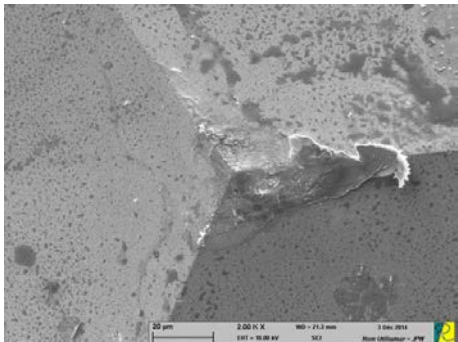
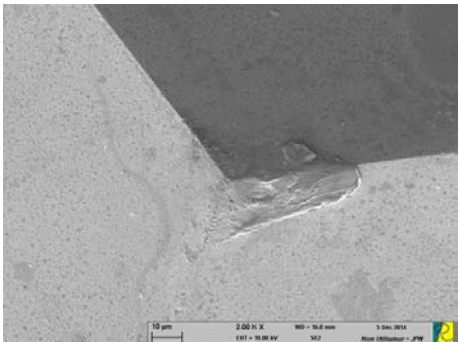


Figure 3.32 : Empreintes sur le contre-matériau en Waspaloy après l'essai supplémentaire à 600°C

Comme observé sur la Figure 3.33, le nettoyage par ultrason suite à l'essai n'a pas suffi à enlever la totalité des particules d'alliage métallique restées collées sur la pointe. Toutefois, par rapport aux résultats obtenus sur la pointe en B₄C, il semble que le nettoyage de la pointe en WC est plus facile par ultrason.

Grossissement	Avant le nettoyage	Après le nettoyage
800×		
2000×		

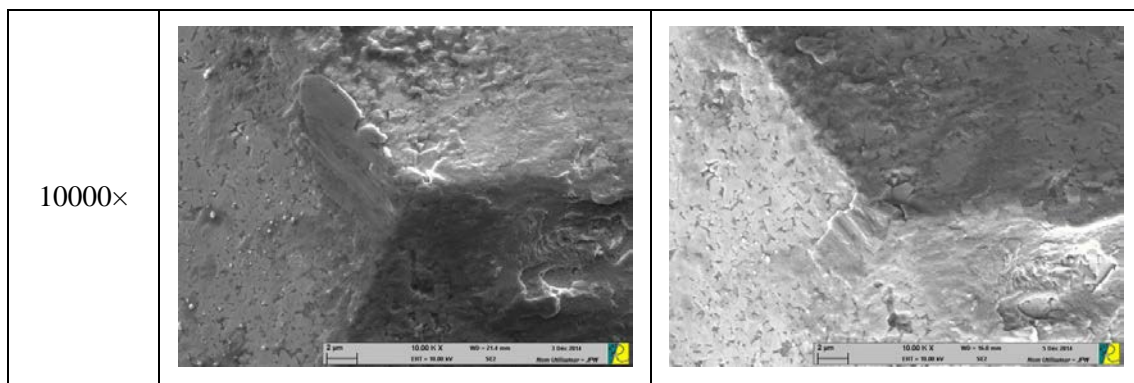
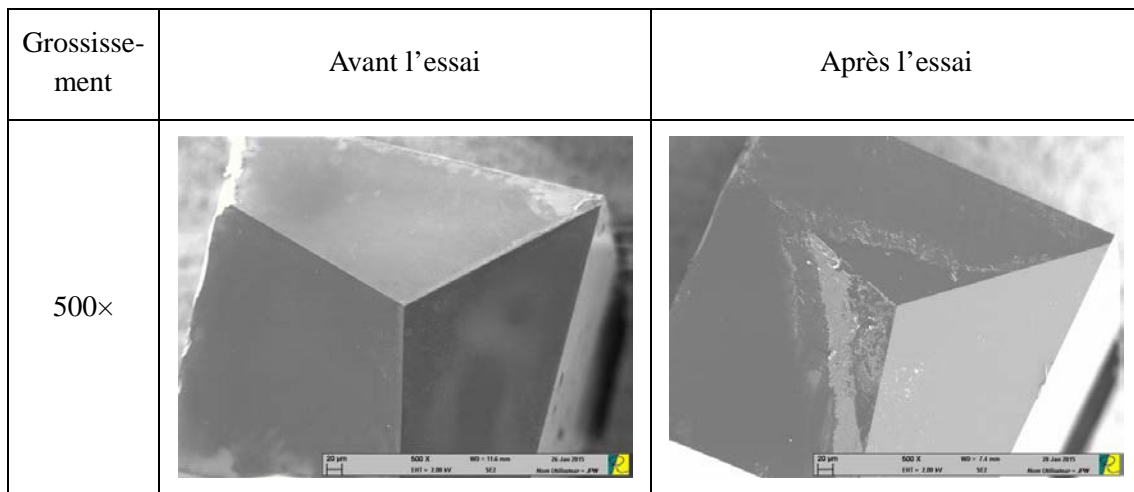


Figure 3.33 : Observations MEB de la pointe en WC avant et après le nettoyage par ultrason

3.5.5. Pointe Diamant + Contre-matériau Aluminium

Comme expliqué au début de ce chapitre, la configuration pointe diamant / Contre-matériau en alliage d'aluminium, a pour objectif de vérifier qu'une pointe diamant ne subit pas d'endommagement spécifique à des températures supérieures à 400°C, lorsque le contre-matériau n'agit pas comme un absorbeur de carbone. La température utilisée pour le vieillissement a été limitée à 500°C, car l'alliage d'aluminium a une température de fusion de 640°C.

Les observations au microscope électronique sont présentées sur la Figure 3.34 et montrent que la pointe reste en bon état après l'essai d'indentation à 500°C pendant 2 heures.



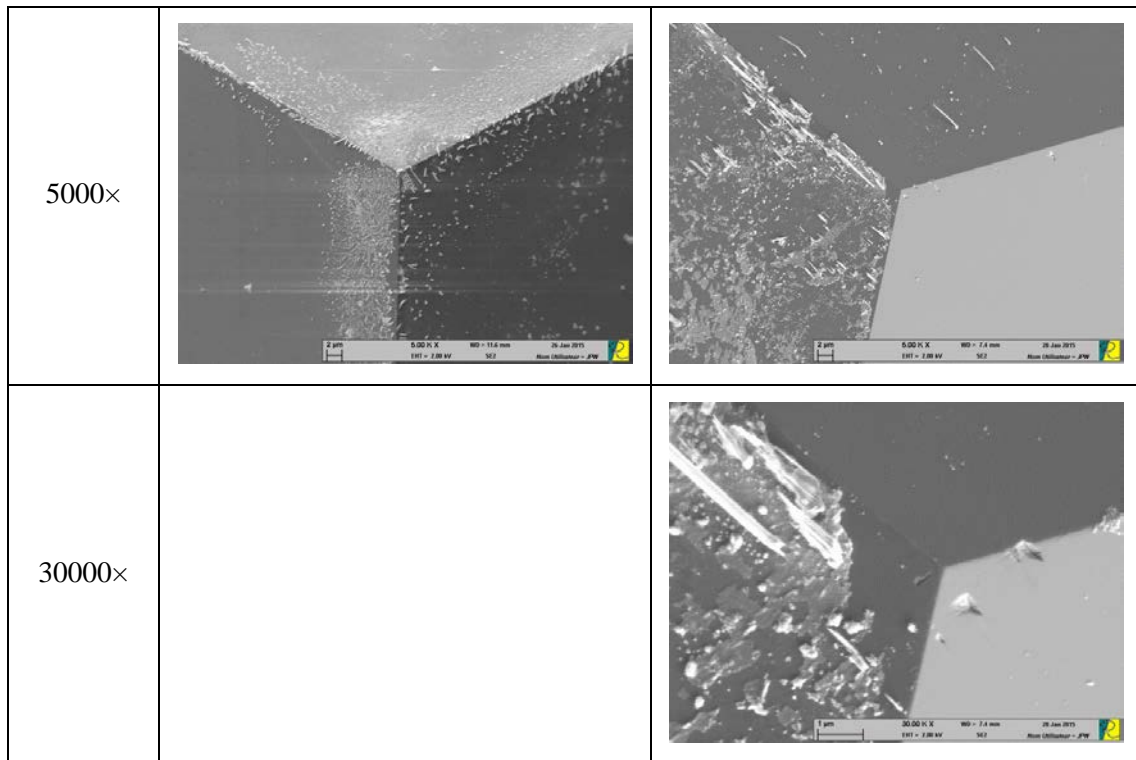


Figure 3.34 : Observations MEB de la pointe en diamant avant et après l’essai à 500°C sur le contre-matériau en aluminium

Sur la pointe diamant, nous retrouvons de nouveau le problème de collage du contre-matériau (aluminium métallique ou oxydé), mais la pointe n’a pas été abîmée, même s’il semble y avoir un petit peu d’émoussement en bout de pointe. L’aluminium étant beaucoup moins rigide que l’acier 316L et que le Waspaloy, la profondeur d’indentation est beaucoup plus importante que pour les cas précédents. Même la bordure de pointe a atteint la surface du contre-matériau comme observé sur la Figure 3.35. L’analyse EDX (Figure 3.37) ne montre pas d’anomalie de composition chimique au niveau de l’indent réalisé dans le contre-matériau.

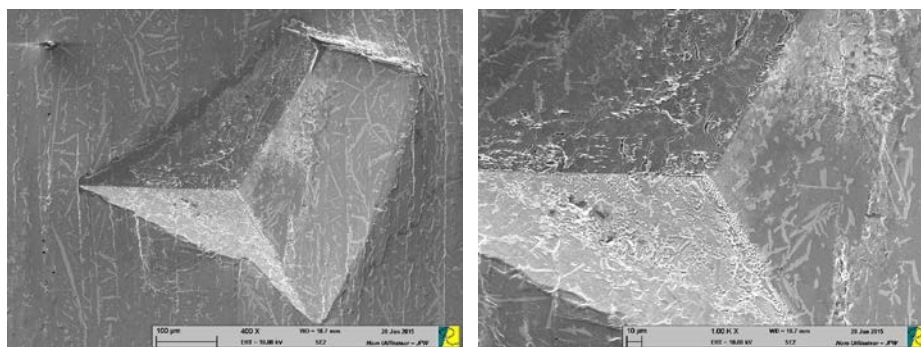


Figure 3.35 : Empreinte sur le contre-matériau en aluminium après l’essai à 500°C

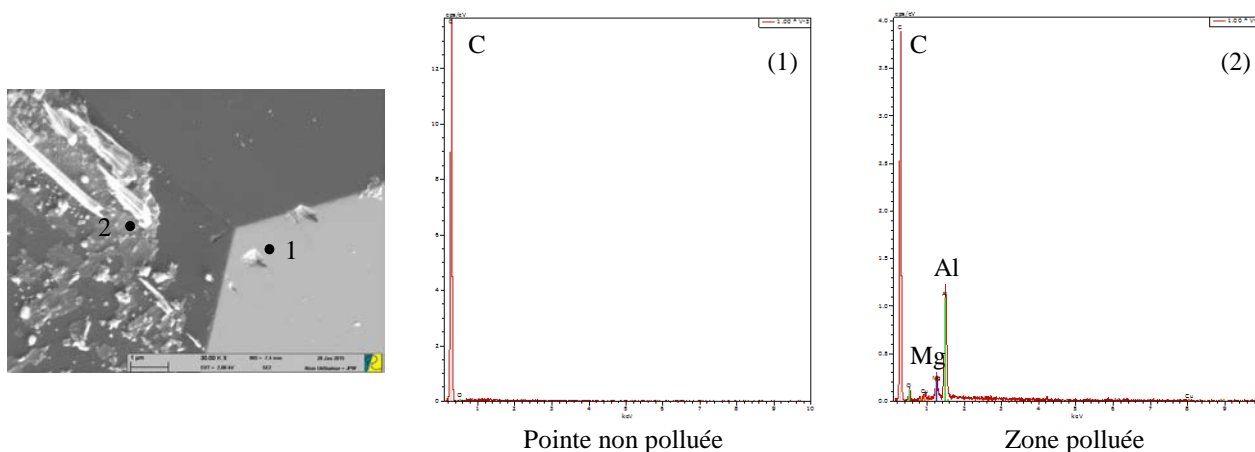


Figure 3.36 : Analyse EDX de la pointe en diamant après l'essai à 500°C

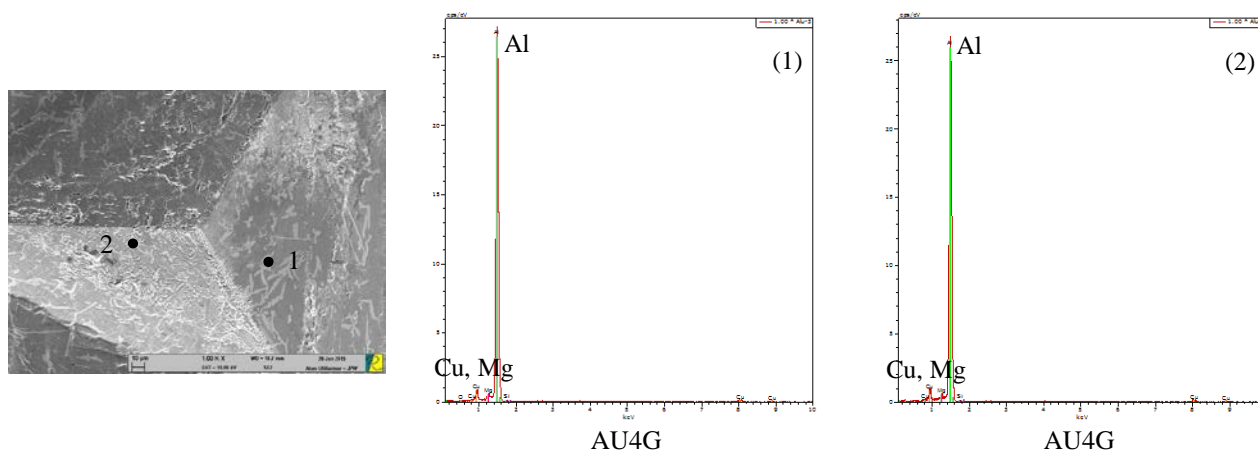


Figure 3.37 : Analyse EDX du contre-matériau en aluminium après l'essai à 500°C

Après essai, cette pointe a été nettoyée dans la solution de méthanol par ultrason en suivant le protocole exposé précédemment. De plus, la pointe a été essuyée à l'aide d'un coton pour réaliser un nettoyage doux de la pointe. Ce type de nettoyage n'est pas pleinement efficace puisque des particules restent collées sur les facettes de la pointe (Figure 3.38).

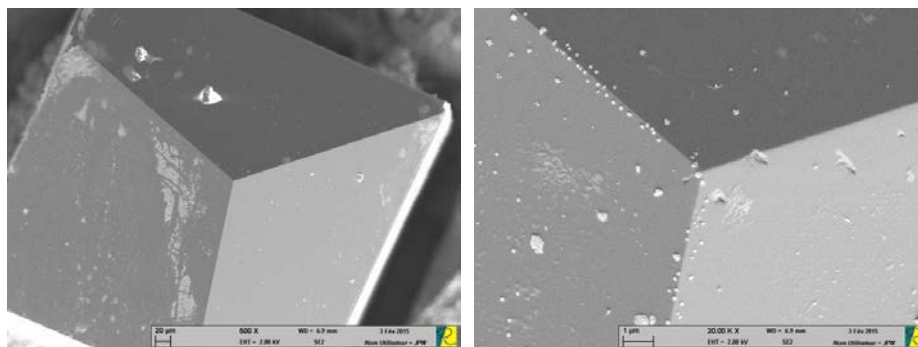


Figure 3.38 : Microscopies de la pointe après le nettoyage par ultrason

Un essai supplémentaire a été réalisé avec la même pointe. Cet essai est mené dans les mêmes

conditions que le précédent. Ce second essai conduit aux mêmes constatations : la pointe reste mécaniquement intègre et le contre-matériau colle partiellement sur la pointe (Figure 3.39 et Figure 3.40).

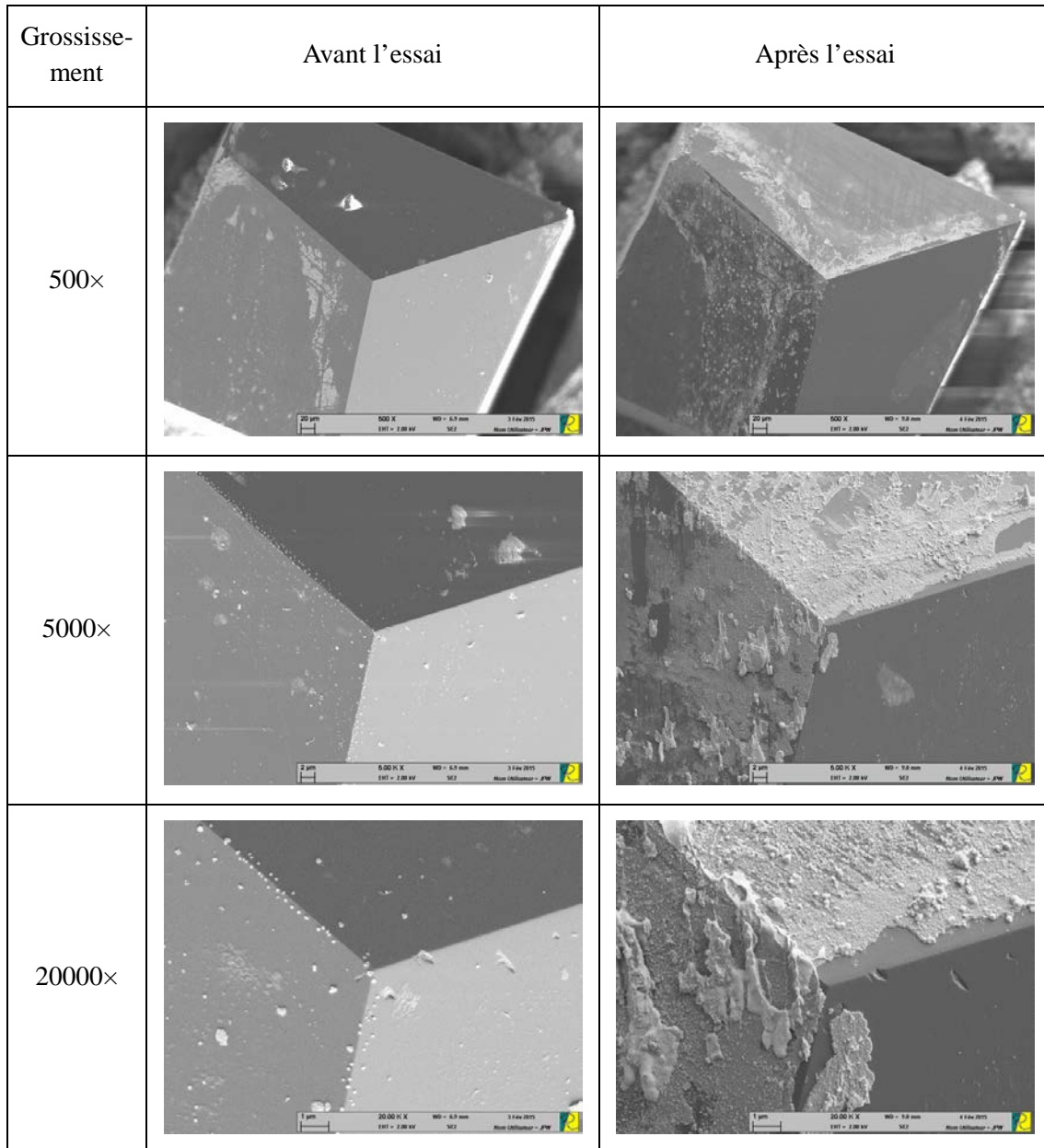


Figure 3.39 : Observations MEB de la pointe en diamant avant et après le deuxième essai à 500°C

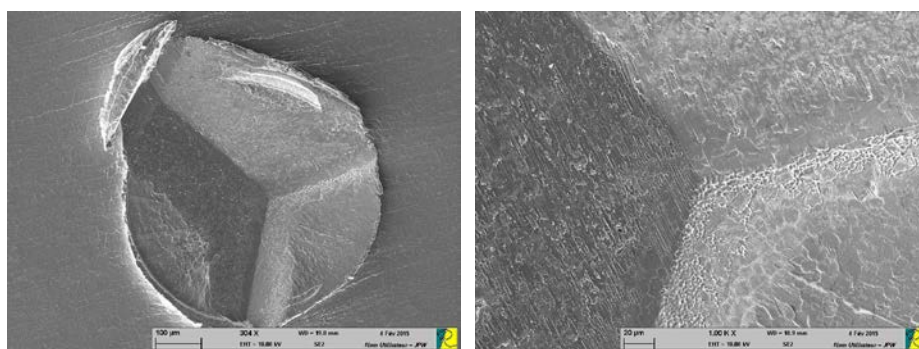


Figure 3.40 : Empreinte sur le contre-matériau en aluminium après le deuxième essai à 500°C

Une nouvelle tentative de nettoyage par ultrason a été menée. Cette fois, le résultat était pareil et il y avait une grande partie de collage restant sur la pointe fortement présenté sur la Figure 3.41. Etant donné le point de fusion de l'aluminium (660°C), le matériau s'est trouvé dans un état très actif à la température expérimentale qui probablement conduit à faciliter la présence de collage. Néanmoins, la pointe en diamant toujours maintient une bonne stabilité géométrique et chimique dans l'environnement en haute température.

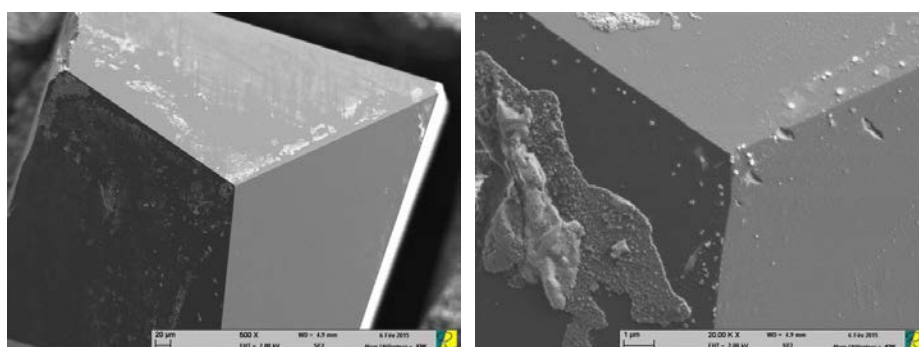


Figure 3.41 : Observations MEB de la pointe après le nettoyage par ultrason

3.6. Conclusion

Le carbure de bore et le carbure de tungstène sont des matériaux candidats pour réaliser des pointes d'indentation pour remplacer le diamant lors d'utilisations à haute température, lorsque les matériaux à tester possèdent des matrices base fer ou base nickel, et que les températures dépassent les 500°C. L'ensemble des tests menés et présentés dans ce chapitre confirment que les pointes conservent leur intégrité mécanique et ne montrent pas de phénomène de dissolution chimique dans le contre-matériau, en tout cas pour quelques heures d'utilisation. Néanmoins, il apparaît une pollution systématique des pointes après essai, qui se manifeste par un collage du contre-matériau sur la pointe. Ce problème de pollution ne semble pas intrinsèque au couple pointe/contre-matériau puisqu'il est apparu systématiquement, même pour les pointes en diamant utilisées sur un alliage d'aluminium. Un protocole de nettoyage par immersion dans un alcool méthylique sous ultrason ne permet pas un nettoyage complet des pointes. L'ajout d'un nettoyage mécanique pose problème, les pointes en céramique démontrant une fragilité par rapport à ce type de nettoyage

(contrairement à la pointe diamant qui tolère ce type de nettoyage). La fragilité des pointes en céramique s'est également manifestée lorsque les essais réalisés ont conduit à des glissements de pointe, ou des changements de position de la pointe. Pour autant, dans les conditions d'utilisation standard (pointe montée sur la colonne d'un indenteur), ce type de phénomène n'a pas lieu de se produire.

A priori, les pointes en B_4C et en WC sont utilisables pour réaliser des essais d'indentation à haute température. Les quelques essais menés semblent montrer que la pointe en WC est à privilégier puisque le protocole de nettoyage semble plus efficace pour cette pointe. Ceci est sans doute lié à la structure de la pointe en B_4C qui fait apparaître de nombreuses porosités ouvertes. Il est probable que la présence de ces porosités ouvertes se remplit partiellement par le métal provenant du contre-matériau lors de la phase d'indentation en température, ce qui favorise l'accroche du métal après indentation. Outre ce problème de pollution, le fait que du métal soit capable de migrer dans la pointe, pourra t impacter la réponse en indentation, notamment aux faibles charges, et ce d'autant plus que les essais se dérouleront à des températures élevées et que les temps de maintien de l'indentation seront importants.

Chapitre 4.

Réalisation des essais de nano-indentation à hautes températures

L'essai d'indentation est souvent utilisé pour mesurer la dureté ou le module de Young à l'aide d'un protocole d'essai relativement simple (i.e. une charge suivie d'une décharge). Pour extraire de l'essai d'indentation des grandeurs caractéristiques de comportement plus complexes tels que la plasticité ou la dépendance au temps, il est nécessaire d'établir des protocoles d'essai appropriés. Des travaux ont été menés par le passé pour développer un protocole d'essai permettant de déterminer l'indice de viscosité par l'essai d'indentation. Les essais ont été menés sur l'Indium à défaut de pouvoir effectuer des essais en température [146]. Dans ce chapitre, nous présentons les essais effectués chez Anton Paar en vue de développer et valider un protocole d'essai d'indentation en température utile à la caractérisation à chaud des alliages métalliques et notamment la dépendance du comportement au temps. Les essais menés sur un appareil en cours de développement ont permis de mettre en évidence les difficultés liées au temps de l'essai et à la dérive thermique.

4.1. Matériaux de l'étude

Les essais ont été menés sur deux matériaux qui sont l'Inconel 625 et un cuivre appauvri en oxygène OFHC (C10200) qui a été choisi en raison de sa très haute conductivité thermique en vue de valider les solutions retenues pour le chauffage. Pour l'alliage base nickel, nous aurions aimé effectuer des essais sur l'Inconel 82 objet des investigations numériques présentées au chapitre 3 mais nous ne disposons que d'échantillons de l'Inconel 625 qui est également couramment utilisé dans l'aéronautique, la marine et le nucléaire pour sa très bonne tenue en température et sa haute résistance à la corrosion.

La composition chimique de l'Inconel 625 est présentée dans le Tableau 4.1.

Inconel 625	Élément (% massique)						
	Ni	Cr	Fe	Mo	Nb	C	Co
	58,0 min	20,0-23,0	5,0 max	8,0-10,0	3,15 – 4,15	0,10 max	1,0 max
	Mn	Si	P	S	Al	Ti	
	0,50 max	0,50 max	0,015max	0,015 max	0,40 max	0,40 max	

Tableau 4.1 : Composition chimique de l’Inconel 625 [147]

Pour situer nos mesures par rapport à la littérature le Tableau 4.2 donne l’évolution du module de Young et celle du coefficient de Poisson avec les températures reportées dans la littérature.

Température (°C)	Module d’élasticité (GPa)				Coefficient de Poisson	
	Traction		Cisaillement			
	Recuit	Mis en Solution	Recuit	Mis en Solution	Recuit	Mis en Solution
21	207,5	204,8	81,4	78	0,278	0,312
93	204,1	200,6	80	76,5	0,28	0,311
204	197,9	193,7	76,5	74,5	0,286	0,303
316	191,7	187,5	74,5	71,7	0,29	0,3
427	185,5	180,6	71,7	68,9	0,295	0,302
538	178,6	173,1	68,3	66,2	0,305	0,312
649	170,3	165,5	64,8	63,4	0,321	0,314
760	160,6	157,2	60	60,7	0,34	0,305
871	147,5	148,2	55,2	57,2	0,336	0,289

Tableau 4.2 : Module d’élasticité et Coefficient de Poisson de l’Inconel 625 aux différentes températures [147]

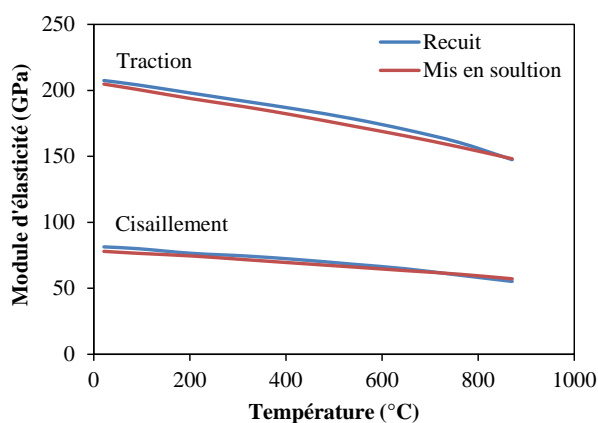


Figure 4.1 : Evolutions de module d’élasticité d’Inconel 625 en fonction de la température [147]

L'Inconel 625 est utilisé pour sa haute résistance, son excellente fabricabilité, et sa résistance exceptionnelle à la corrosion. Sa température de service maximale est 982°C (1800°F), et son point de fusion est situé entre 1290°C et 1350°C.

Inconel 625 est utilisé pour sa haute résistance, excellente fabricabilité, et une résistance exceptionnelle à la corrosion. La gamme de température de service est de cryogénie jusqu'à 982°C (1800°F). Et le point de fusion est entre 1290°C et 1350°C. Il est fréquemment utilisé dans l'aéronautique, la marine, le réacteur nucléaire, et plus particulièrement pour les pièces des parties chaudes.

Le C10200 est de cuivre appauvri en oxygène à haute conductivité thermique (Cu OFHC) qui est largement utilisé dans la cryogénie.

Coefficients de dilatation thermique	16,9×10 ⁻⁶ par °C (20-100°C)
	17,3×10 ⁻⁶ par °C (20-200°C)
	17,6×10 ⁻⁶ par °C (20-300°C)
Densité	8,94 gm/cm ³ à 20°C
Point de fusion (liquidus)	1083°C
Point de fusion (solidus)	1065°C
Module de Young	117 GPa
Capacité thermique	393,5 J/kg·K à 20°C
Conductivité thermique	391,1W/m·K à 20°C

Tableau 4.3 : Propriétés physiques du C10200 [148]

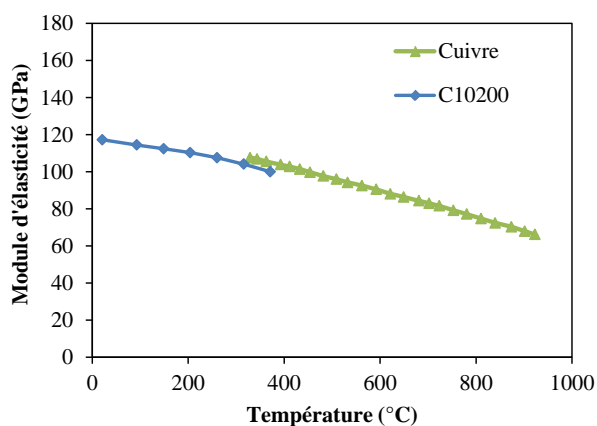


Figure 4.2 : Evolutions de module d'élasticité du cuivre en fonction de la température [148, 150]

4.2. Géométrie d'échantillon

Les contraintes de conception de l'indenteur et notamment du dispositif de chauffage, imposent des limitations sur la masse et la géométrie de l'échantillon (matériau à indenter). La solution d'un échantillon en forme de disque (Figure 4.2) a été retenue car cette géométrie est favorable à la fois aux échanges thermiques et à un dispositif simple de fixation. Pour augmenter la précision de la mesure de température, il est suggéré d'usiner un trou de diamètre $1,5\text{ mm}$ pour recevoir un thermocouple.

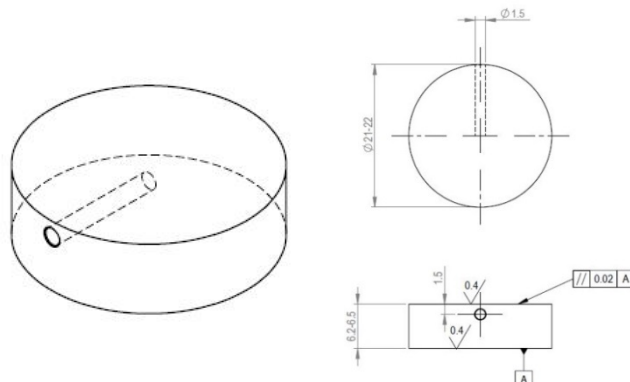


Figure 4.3 : Géométrie d'échantillon

4.3. Appareil d'essai de nano-indentation à haute température

La machine dans sa configuration actuelle est schématiquement décrite dans la Figure 4.3.

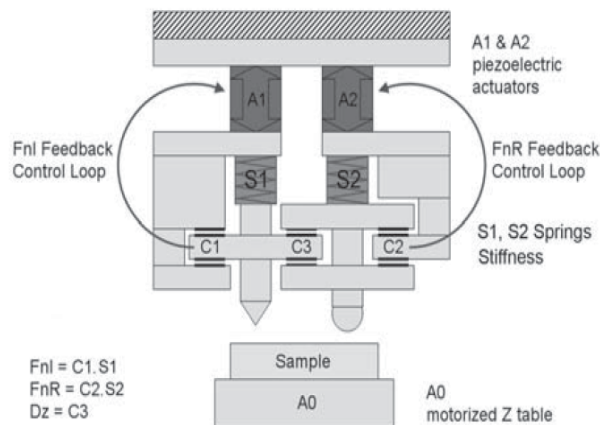


Figure 4.4 : Schéma de principe de nano-indenteur Anton Paar

L'appareil est piloté par une cellule de force composée d'une bobine d'induction électromagnétique et de capteurs de force piézo-électrique (A1 et A2). La force (le chargement) sur la pointe et la référence est obtenue à partir du déplacement des ressorts S1 et S2, mesurée avec les capteurs capacitifs C1 et C2. La force appliquée sur la référence est maintenue à un niveau constant pendant les essais pour que la référence suive avec précision le déplacement de la surface de l'échantillon. Le contrôle continu de la force normale à la fois

sur la pointe et la référence est assuré par des boucles de retour précises. Les composants essentiels utilisés dans la tête de mesure sont réalisées en Zerodur®, un matériau à très faible coefficient de dilatation thermique ($0,01 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ dans l'intervalle de 0°C - 100°C). La résolution en force du dispositif est de 6 nN. La force maximale supportée par l'appareil est de 100 mN. Les déplacements verticaux de la pointe et de la référence sont mesurés par des capteurs de déplacement capacitif (C1 et C2) alors que le déplacement de la pointe par rapport à la référence est mesuré par le capteur C3. La résolution en déplacement est de 0,003 nanomètres pour une profondeur maximale de 100 μm .

Les essais décrits dans ce chapitre ont été menés à l'aide d'une pointe de type Berkovich, qu'on dénommera "pointe" dans la suite du texte. Cette pointe de mesure est associée à une pointe de référence de forme sphérique, qu'on dénommera référence dans la suite du document. Les deux pointes sont en carbure de tungstène. La machine est placée sur une table anti vibration pour éliminer le transfert des vibrations et le bruit dû aux signaux de déplacement et de chargement.

La machine est pilotée par le logiciel d'indentation développé par Anton Paar, et adapté à cette configuration haute température; ce logiciel intègre de nombreuses fonctionnalités. La méthode utilisée pour estimer le module de Young et la dureté est basée sur l'analyse proposée par Oliver et Pharr. Cependant, toutes les données brutes sont accessibles, ce qui permet d'intégrer ses propres équations et de tracer les courbes correspondantes.

4.3.1. Système de fixation d'échantillon

L'échantillon qui a la forme d'un disque est fixé dans un porte échantillon et est maintenu par cinq vis comme l'illustre la Figure 4.4. L'ensemble est installé dans l'appareil et est fixé en faisant en sorte que la surface inférieure de l'échantillon soit en contact avec un plateau en argent cylindrique dont le diamètre est légèrement supérieur à celui de l'échantillon. Le cylindre en argent étant chauffé, il assure le chauffage par conduction de l'échantillon à une vitesse de chauffage allant jusqu'à $90^{\circ}\text{C}/\text{mn}$.

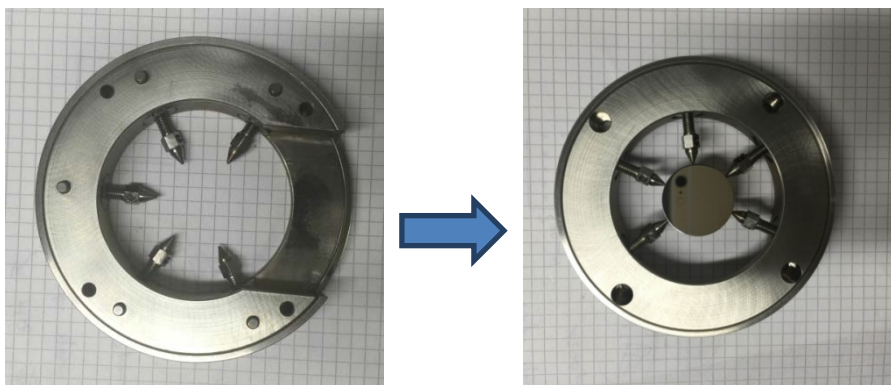


Figure 4.5 : Fixation de l'échantillon

4.3.2. Système de chauffage

La température de l'échantillon, celle de la pointe et celle de la référence sont commandées de façon indépendante par des boucles d'asservissement. Les deux pointes sont refroidies au moyen d'un circuit d'eau courante. Le porte-échantillon quant à lui comporte un circuit de refroidissement indépendant par eau.

Le chauffage de l'échantillon est assuré à l'aide d'un module chauffant avec une température de chauffe allant de -200°C à 700°C . En effet, lors de nos essais sur l'Inconel 625, la surface inférieure de l'échantillon en contact direct avec le plateau en argent a pu atteindre une température d'environ 785°C . En revanche la température de la surface supérieure reste en dessous en raison de la faible conductivité thermique de l'Inconel 625.

Après avoir testé plusieurs solutions pour le chauffage des deux pointes, la solution retenue utilise deux lampes radiantes (Figure 4.5). Cette solution s'est avérée très efficace en raison de la petite taille des pointes. Le mode de chauffage ainsi retenu offre deux modes de contrôle possibles. Le 'Power Mode' et le 'Target mode'.

- Le 'Power Mode' permet de contrôler la puissance des lampes qui est maintenue constante pendant l'essai. La température des pointes est ainsi stable avant le contact avec l'échantillon mais elle varie légèrement après contact.
- Le 'Target Mode' permet de moduler la puissance des lampes pour maintenir la température des pointes constante au cours de l'essai.

Même si le mode 'Target Mode', qui permet d'indenter à température de pointes constante, paraît plus attrayant, le mode 'Power Mode' a un avantage car il s'est avéré plus stable.

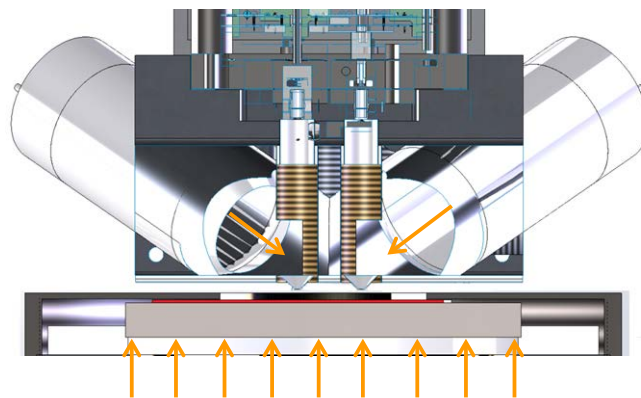


Figure 4.6 : Système de chauffage

4.4. Protocole d'essai et grandeurs mesurées lors d'indentation

Les grandeurs classiquement mesurées par l'essai d'indentation sont la dureté et le module de Young qui est extrait de la courbe charge/pénétration. Pour accéder à des grandeurs caractéristiques de comportements dépendants du temps, il est nécessaire de mettre en œuvre

un protocole d'essai qui permet d'effectuer des mesures au cours du temps. La Figure 4.6 illustre le déroulement de l'essai après la stabilisation de la température. L'essai se déroule en trois phases qui sont le chargement, le maintien en charge et le déchargement. La vitesse de charge, le temps de maintien et la vitesse de décharge doivent être adaptés selon le matériau et la température. Le temps de maintien doit être suffisant pour rendre compte du fluage/relaxation du matériau mais la difficulté de l'essai augmente avec ce temps de maintien en raison notamment des problèmes d'une éventuelle dérive thermique. Aussi, le temps de maintien doit résulter d'un bon compromis. L'appareil en développement permet d'imposer un chargement à force contrôlée ou à pénétration contrôlée.

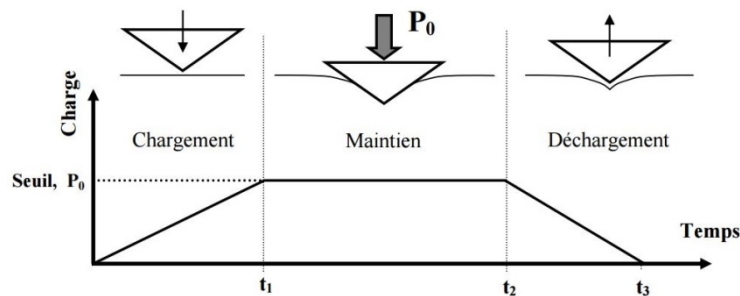


Figure 4.7 : Description d'un essai d'indentation à force imposée [149]

Quelque soit le type de chargement (force contrôlée ou pénétration contrôlée), la référence est mise en contact de la surface de l'échantillon. Pour chaque essai, après le chauffage des pointes et de l'échantillon (il n'y a pas de chauffage pour les essais à la température ambiante), la pointe de référence pénètre le substrat Inconel 625 d'abord en appliquant une force de 10 mN toujours et le thermocouple contacte la surface supérieure. En même temps, la pointe principale reste immobile à environ 25 μm au-dessus de l'échantillon et la stabilisation de l'appareil se fait sous ces conditions. La pointe principale descend vers la surface de l'échantillon, une fois le système stabilisé thermiquement dans la configuration décrite ci-avant. L'indentation commence lorsque la pointe contacte le substrat et elle se termine après les trois étapes : la charge, le maintien, la décharge. La pointe continue à monter après la phase de décharge jusqu'à la position originale (environ 25 μm au-dessus de l'échantillon). Lorsqu'un cycle charge/maintien/décharge doit être répété dans les mêmes conditions, l'échantillon est déplacé latéralement d'environ 10 μm .

4.4.1. Mesure de la force et du déplacement

Lors d'un essai en force contrôlée, on donne une consigne de force à l'appareil, on mesure l'évolution de la force réelle au cours du temps ainsi que l'évolution de la pénétration au cours du temps (fluage). La Figure 4.7(a) illustre une comparaison entre la consigne de force donnée à l'appareil et la force mesurée. On constate que la consigne et la force mesurée sont quasi identiques. La Figure 4.7(b) illustre l'évolution temporelle de la pénétration associée à ce cycle de chargement.

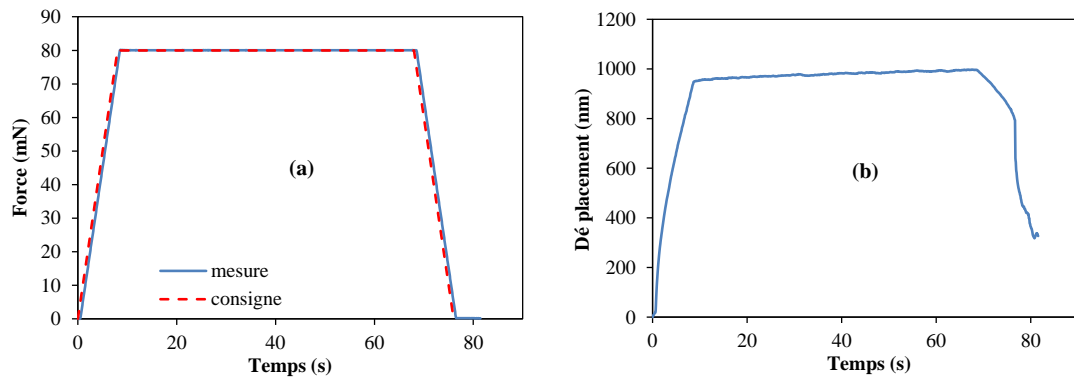


Figure 4.8 : Mesures lors d'un essai à force contrôlée à la température ambiante :
(a) : force ; (b) : pénétration

Lors d'un essai à pénétration contrôlée, on donne une consigne de pénétration à l'appareil, on mesure l'évolution de la pénétration réelle au cours du temps ainsi que l'évolution de la force au cours du temps (relaxation). La Figure 4.8(a) montre une comparaison entre la consigne de pénétration donnée à l'appareil et la pénétration mesurée alors que la Figure 4.8(b) illustre l'évolution temporelle de la force. On constate une relaxation très nette sur la mesure de la force.

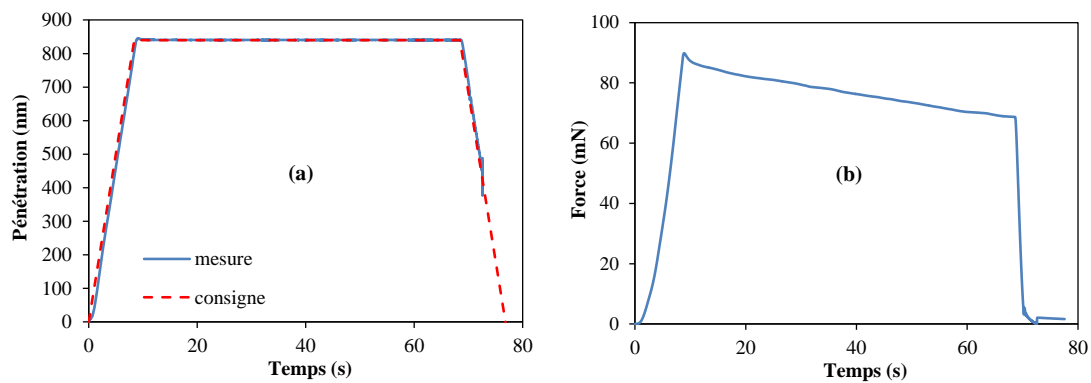


Figure 4.9 : Mesures lors d'un essai à pénétration contrôlée à la température ambiante :
(a) : pénétration ; (b) : force

4.4.2. Mesure de température

Pour le contrôle de la température, on utilise un thermocouple placé dans la pointe, un thermocouple placé dans la référence et un thermocouple placé à la surface de l'échantillon tel qu'illustré sur la Figure 4.9. La distance entre la pointe et la référence est de 9 mm et le thermocouple à la surface de l'échantillon est placé à mi-distance entre la pointe et la référence.

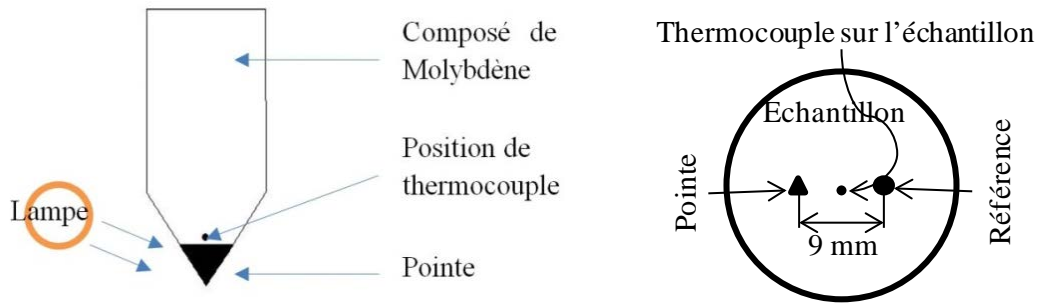


Figure 4.10 : Positions des thermocouples pour la mesure et la régulation de la température

En raison d'une instabilité du logiciel à ce stade de développement de l'appareil, les températures relevées par les trois thermocouples n'ont pas pu être enregistrées. Néanmoins, des relevés ont été effectués manuellement et les évolutions temporelles typiques des différentes températures sont représentées sur la Figure 4.10(a). Lors de la phase d'approche de la pointe de l'échantillon, la température de l'échantillon augmente d'environ 2 à 4 °C en raison de l'approche des lampes radiantes. En revanche, lorsque le contact s'établit la température de l'échantillon chute d'environ 3 à 5°C et celle de la pointe augmente d'environ 5 à 10°C. Pour minimiser cette dérive thermique, la pointe est amenée à une température supérieure à celle de l'essai. Par exemple, lors des tests effectués à 400°C, une surchauffe de la pointe de 70°C permet de maintenir des températures stables pendant la phase d'indentation (voir Figure 4.10(b)).

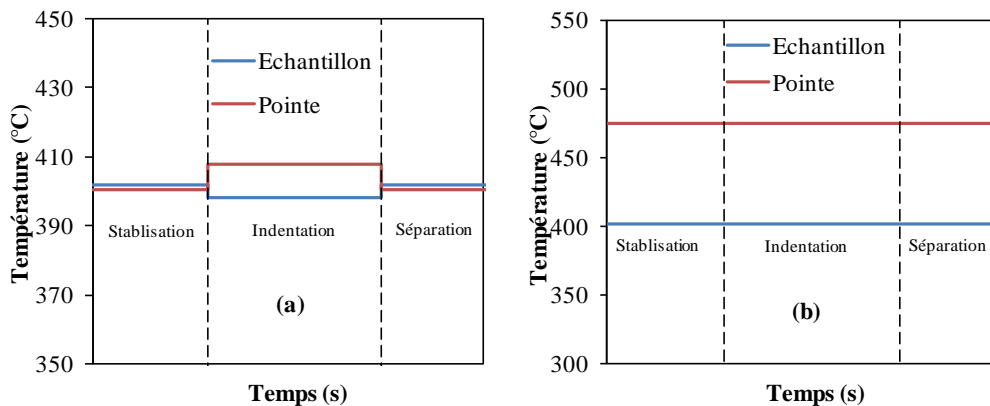


Figure 4.11 : Evolutions temporelles de la température de la pointe et celle de l'échantillon
(a) : dérive thermique ; (b) : surchauffe de la pointe

4.5. Essais sur l'Inconel 625

Des essais en force contrôlée et d'autres en pénétration contrôlée ont été menés sur l'Inconel 625. Les essais ont été effectués à la température ambiante, à 400 °C, à 500 °C et à 585 °C. Le temps de maintien du chargement varie de 10 s à 5 min selon la température et sur la base d'observations au cours de l'essai. Les temps de maintien utilisés sont reportés dans le Tableau 4.4 et le Tableau 4.5.

Température de l'essai	30°C	400°C	500°C	585°C
Temps de maintien	10 s	1 min	1 min et 3 min	3 min

Tableau 4.4 : Temps de maintien du chargement pour les essais en force contrôlée sur l'Inconel 625

Température de l'essai	30°C	500°C	585°C
Temps de maintien	10 s	5 min	3 min

Tableau 4.5 : Temps de maintien du chargement pour les essais en pénétration contrôlée sur l'Inconel 625

Pour les essais en force contrôlée, le cycle de chargement consiste à imposer une force avec des vitesses de chargement et de déchargement de 600 mN/min et une force maximale de 80 mN pour tous les essais (Figure 4.11a). En revanche, pour les essais en pénétration contrôlée, la pénétration maximale est ajustée en fonction de la température pour s'adapter à la capacité de la tête d'indentation (Figure 4.11b).

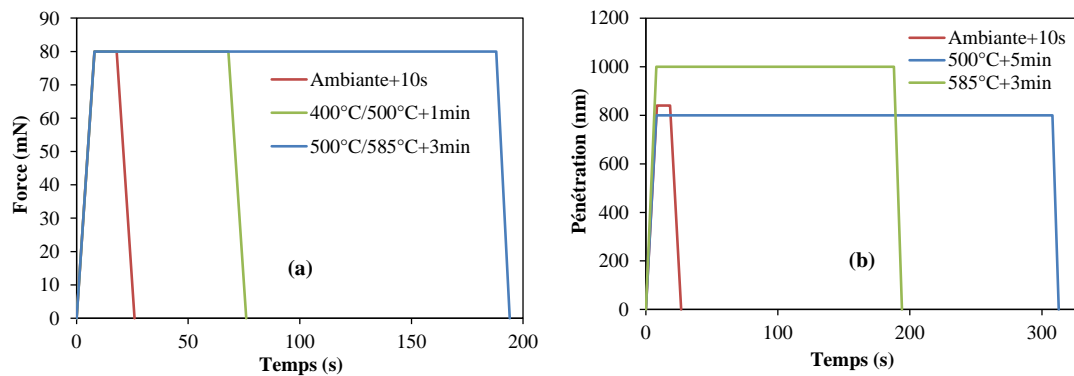


Figure 4.12 : Cycles de chargement (a) : force contrôlée; (b) : pénétration contrôlée

4.5.1. Résultats des essais de nano-indentation en force contrôlée

Tous les résultats des essais d'indentation en force contrôlée sont présentés sur les figures suivantes. Pour chaque combinaison de la température et du temps de maintien du chargement, on a choisi de présenter trois résultats afin de les comparer.

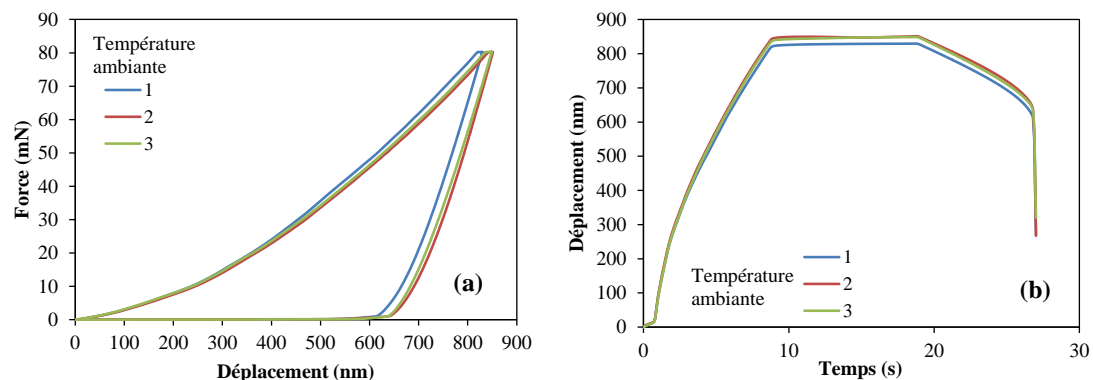


Figure 4.13 : Résultats à la température ambiante : (a) : Courbes d'indentation ; (b) : évolutions du déplacement

Comme présenté sur la Figure 4.12, à la température ambiante, il existe peu de différence entre les trois essais. On constate donc une bonne reproductibilité à la température ambiante. Il n'apparaît pas de dérive thermique. Par ailleurs, on constate que lors du maintien de la charge, la pénétration est quasi-constante ce qui signifie, comme attendu, que le comportement visqueux est négligeable à cette température pour l'Inconel 625.

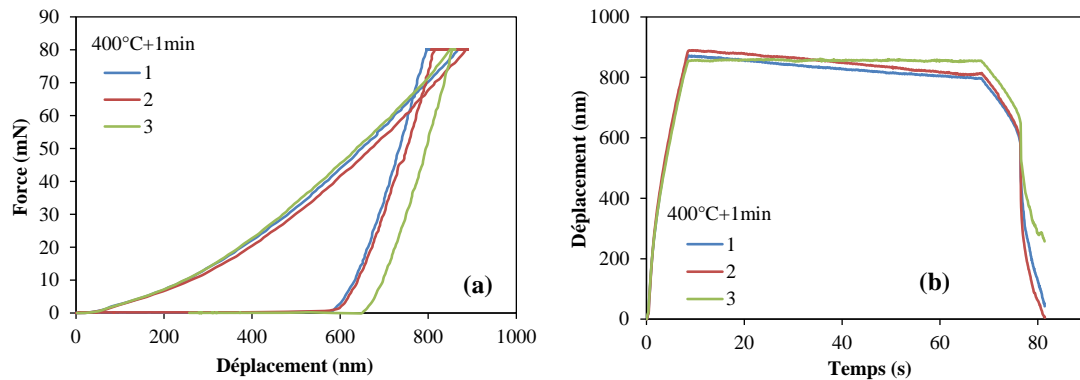


Figure 4.14 : Résultats à 400°C avec un temps de maintien de 1 minute:
(a) : Courbes d'indentation ; (b) : évolutions du déplacement

A 400°C, pour les essais 1 et 2 (Figure 4.13), la valeur de contrôle de la température nominale de pointe a été mise strictement à 400°C. Ces deux essais montrent un déplacement négatif au cours du maintien du chargement signe que la pointe était moins chaude que l'échantillon. Ce phénomène était lié à la dérive thermique comme annoncé dans la bibliographie.

Pour ces essais d'indentation, le problème de dérive thermique est provoqué par le fait que les températures rapportées par les thermocouples ne sont pas les températures exactes dans la zone d'indentation. Cette différence entre les températures mesurées et les températures réelles dépend de la distance entre les thermocouples et la zone d'indentation, ainsi que des conductivités thermiques des matériaux.

Pour minimiser la dérive thermique, il est obligatoire d'augmenter la température nominale de pointe jusqu'à ce que la température réelle de la pointe corresponde bien à celle d'échantillon, et ceci afin d'éviter le transfert thermique entre la pointe et l'échantillon. En effet, le critère à retenir pour minimiser la dérive thermique est que les températures de pointe et d'échantillon ne doivent pas varier au cours de l'indentation.

Pour l'essai 3, la consigne sur la température nominale de pointe a été montée d'environ 70°C que celle affectée à l'échantillon. Lors de l'indentation, les températures de pointe et d'échantillon sont restées constantes et la pénétration n'a ni augmenté ni diminué pendant le maintien de la charge, ce qui démontre qu'il n'y avait presque pas de dérive thermique. Par ailleurs, compte-tenu du temps de maintien cours, il n'a pas été observé de fluage de l'Inconel.

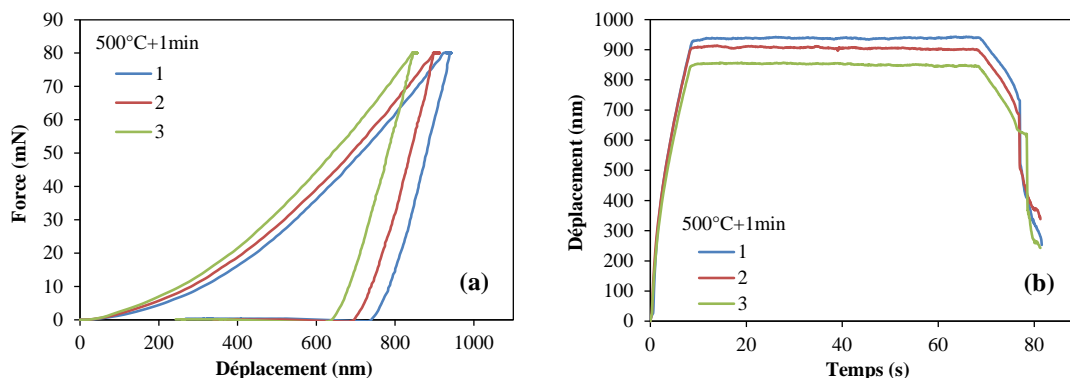


Figure 4.15 : Résultats à 500°C avec un temps de maintien de 1 minute:
(a) : Courbes d'indentation ; (b) : évolutions du déplacement

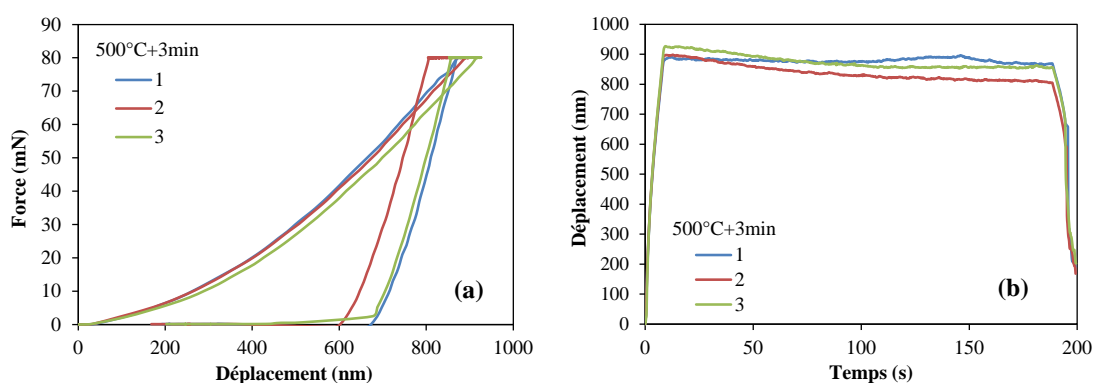


Figure 4.16 : Résultats à 500°C avec un temps de maintien de 3 minutes:
(a) : Courbes d'indentation ; (b) : évolutions du déplacement

Ensuite, la température a été fixée à 500°C, proche de la température à laquelle le fluage de l'inconel devrait être observé. Le temps de maintien en charge a été fixé à une minute dans un premier temps. La température nominale de l'échantillon était constante à 506°C au cours de l'indentation et celle de pointe était 75°C plus élevée. Ces températures n'ont pas changé pendant l'indentation. Les trois résultats montrent que les pénétrations sont restées presque constantes pendant le maintien de la charge (voir Figure 4.14).

Puis, la durée de maintien du chargement a été portée à 3 minutes (Figure 4.15). Les paramètres de température ont été maintenus identiques puisqu'ils avaient permis d'éviter la dérive thermique lors des essais avec temps de maintien de 1 minute. Cependant, le prolongement du temps de maintien introduit une dérive thermique comme le montrent les courbes de la Figure 4.15. On constate en particulier une diminution de la pénétration au cours du maintien du chargement, ce qui tend à montrer qu'il y a une augmentation de la température de la pointe au cours du maintien de la charge. On constate également que la baisse de pénétration est de plus en plus faible au cours du temps. Ceci pourrait être lié au fait que le fluage de l'inconel compense partiellement la dérive thermique.

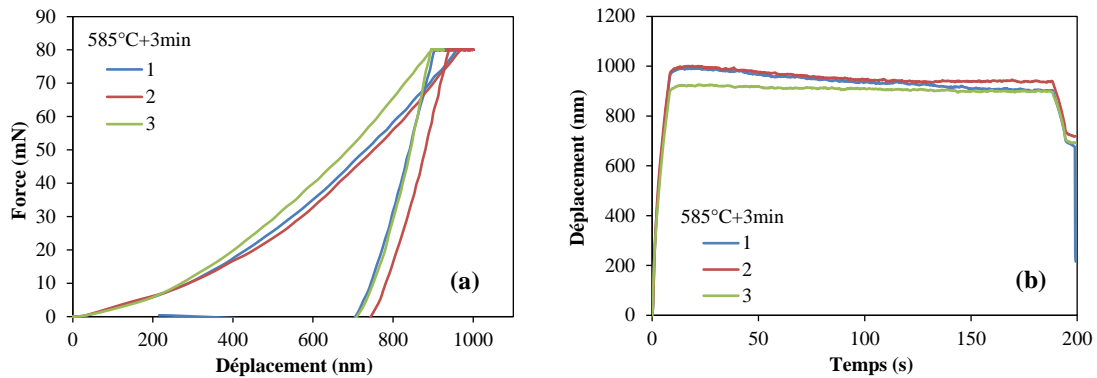


Figure 4.17 : Résultats à 585°C avec un temps de maintien de 3 minutes:
(a) : Courbes d'indentation ; (b) : évolutions du déplacement

Le système de chauffage de l'échantillon peut atteindre une température maximale de 780°C. En imposant cette température, la surface supérieure de l'échantillon atteint une température de 585°C. Cette limitation de la température sur la surface supérieure de l'échantillon est liée à la faible conductivité thermique de l'Inconel. Les courbes d'indentation (Figure 4.16) montrent de nouveau une dérive thermique (essais 1 et 2), même si le suivi des températures montre qu'elles restent constantes au cours des essais.

4.5.2. Résultats des essais de nano-indentation en pénétration contrôlée

Pour les essais d'indentation à pénétration imposée réalisés, les consignes de température utilisées ont été identiques à celles qui ont été appliquées pour les essais à charge imposée.

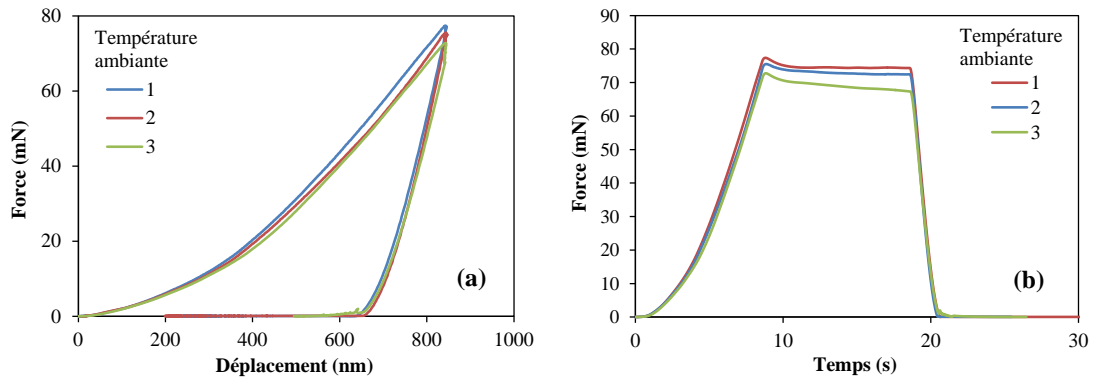


Figure 4.18 : Résultats à la température ambiante : (a) : Courbes d'indentation ; (b) : évolutions de la force

A température ambiante, d'après les courbes présentées sur la Figure 4.17, la force diminue légèrement au début du maintien de la pénétration, puis se stabilise.

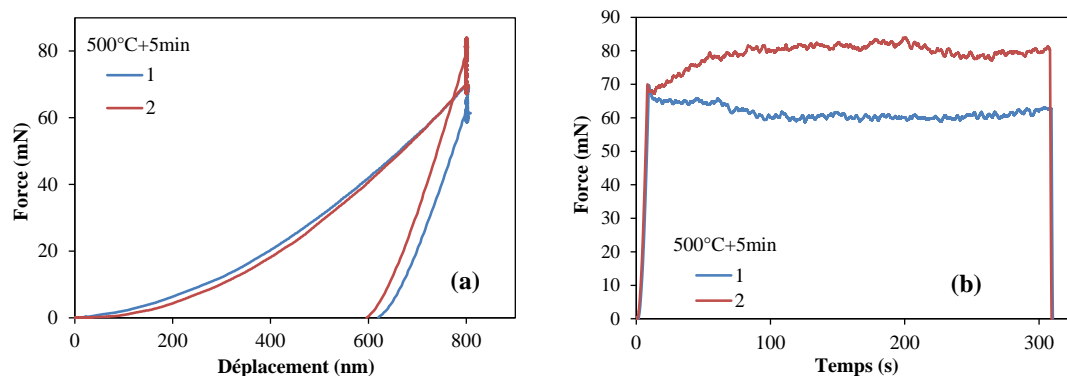


Figure 4.19 : Résultats à 500°C avec un temps de maintien de 5 minutes:
(a) : Courbes d'indentation ; (b) : évolutions de la force

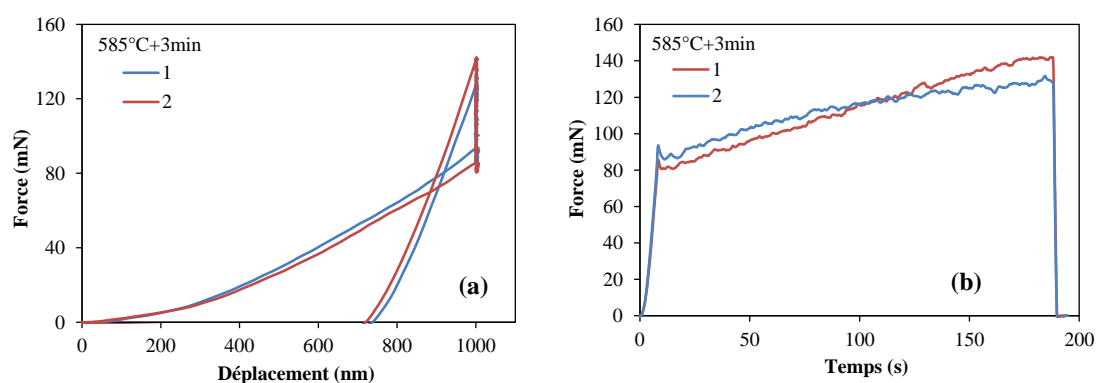


Figure 4.20 : Résultats à 585°C avec un temps de maintien de 3 minutes:
(a) : Courbes d'indentation ; (b) : évolutions de la force

En température, lorsque le caractère visqueux du matériau est suffisamment important, lors du maintien de la pénétration de la pointe, la force devrait diminuer au cours du temps (ou rester constante si le caractère visqueux n'est pas suffisamment prononcé). Cependant, les courbes obtenus à 500°C et 585°C (Figure 4.18 et Figure 4.19) présentent essentiellement des augmentations de la force avec le temps, ce qui montre, comme précédemment, une dérive thermique lors des essais.

4.5.3. Analyse

Par rapport à tous les résultats des essais en force contrôlée et en pénétration contrôlée aux différentes températures, le problème de la dérive thermique intervient fréquemment. Cela signifie qu'il y a des transferts thermiques entre la pointe et l'échantillon. Pourtant le choix des consignes a été réalisé pour minimiser ce problème de dérive, permettant d'avoir une stabilité des températures fournies par les thermocouples lors des essais (ce qui devrait normalement correspondre au fait que l'équilibre thermique est maintenu au cours des essais). Il est alors possible que la dérive thermique soit induite par le gradient thermique qui existe à travers l'épaisseur de l'échantillon d'Inconel (ce gradient étant lié à la faible conductivité thermique du matériau), ou alors, il est possible que la résolution des thermocouples ne soit pas suffisante pour s'assurer que les températures restent bien constantes. Il est également possible que la constance des températures au niveau des thermocouples ne garantisse pas une

constance de la température dans la zone de contact matériau/pointe.

Quoiqu'il en soit, il apparaît que le contrôle des températures de thermocouple n'est pas un critère suffisant pour s'assurer des conditions d'essai convenables, non polluées par les dérives thermiques. Pour cette raison, en plus du critère de constance des températures de contrôle, un deuxième critère a été ajouté, critère qui doit également être respecté avant le lancement d'essais d'indentation : la vitesse de dérive thermique (exprimée par la vitesse de pénétration en fonction du temps à charge imposée) doit être inférieure à une certaine valeur (normalement 1 nm/min, règle générale).

Pour pouvoir appliquer ce critère, il faut être en mesure de déterminer la dérive thermique. Pour cela, on utilise les courbes de pénétration en fonction du temps obtenues à charge imposée. Cependant, il est nécessaire de s'affranchir de la contribution du fluage.

On sait que la vitesse de déformation en fluage augmente avec la charge imposée. Donc, pour pouvoir s'affranchir au mieux du fluage, il faut déterminer la dérive thermique en imposant une charge très faible. Donc, il est proposé d'ajouter une phase de maintien d'effort fixé à 5% de la charge maximale de l'essai, cette phase intervenant au moment de la décharge comme le montre la Figure 4.20. La dérive thermique sera donc déterminée à ce moment-là.

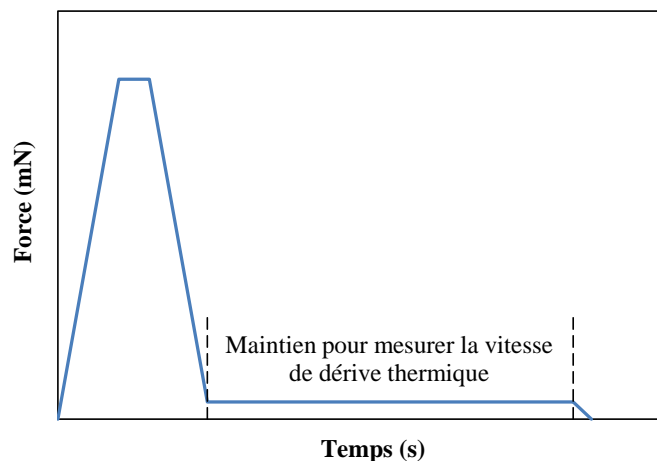


Figure 4.21 : Cycle de chargement avec un maintien de dérive

En résumé, le protocole de réglage de la température de la pointe d'indentation, préalable à la conduite d'un essai, procédera en deux étapes :

1. Pour une certaine température d'échantillon, on effectue quelques essais d'indentation en changeant la consigne de la température nominale de pointe, pour trouver une consigne qui permette d'obtenir une constance des températures sur les thermocouples de contrôle au cours d'un essai d'indentation.

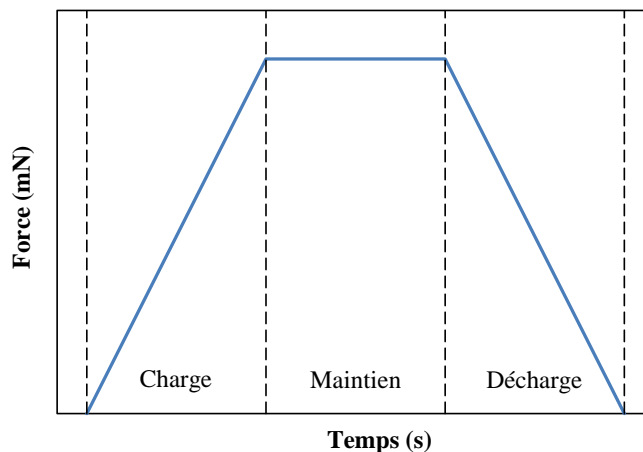


Figure 4.22 : Essai normal d'indentation en force contrôlée

2. On réalise quelques essais d'indentation supplémentaires avec une période de maintien à 5% de la force maximale (pour une durée d'au moins une minute) lors de la décharge, afin de mesurer la vitesse de dérive thermique. Si la dérive mesurée est supérieure à la limite fixée de 1 nm/min, la consigne de température de la pointe est changée. Cette opération est répétée jusqu'à ce que la dérive thermique devienne inférieure à 1 nm/min.

4.6. Essais sur le Cu OFHC

La dérive thermique est influencée par la conductivité thermique du matériau. Pour un matériau avec une grande conductivité thermique (cuivre), dans les mêmes conditions, le transfert thermique entre la pointe et le matériau est plus grand que celui pour un matériau ayant une faible conductivité thermique (silice fondue, Inconel par exemple). Cela signifie que dans le cas du cuivre, la dérive thermique est plus importante. Pour cette raison, nous avons décidé de travailler avec du cuivre, afin de se trouver dans un des pires cas. La conductivité thermique du cuivre OFHC est élevée puisque égale à 391,1 W/(m·K) à 20°C. Pour comparaison, la conductivité thermique de l'alliage Inconel 625 à 21°C est de 9,8 W/(m·K).

Les essais d'indentation pour le Cuivre OFHC ont été tout menés en force imposée à température ambiante (~30°C), à 200°C, à 300°C, à 400°C, à 500°C, et à 600°C.

Le chargement mécanique est réalisé à une vitesse constante de 600 mN/mn pour atteindre la valeur maximale de 100 mN. Un plateau de maintien de 5 secondes est réalisé, suivi d'une phase de décharge avec une vitesse égale à celle utilisée lors de chargement (600 mN/mn). Cette décharge est réalisée jusqu'à une force de 5 mN et une autre période de maintien de 60 secondes est réalisée. A la fin, la force diminue avec une vitesse de 100 mN/min jusqu'à décharge complète.

Le résultat obtenu à température ambiante est présenté sur la Figure 4.22.

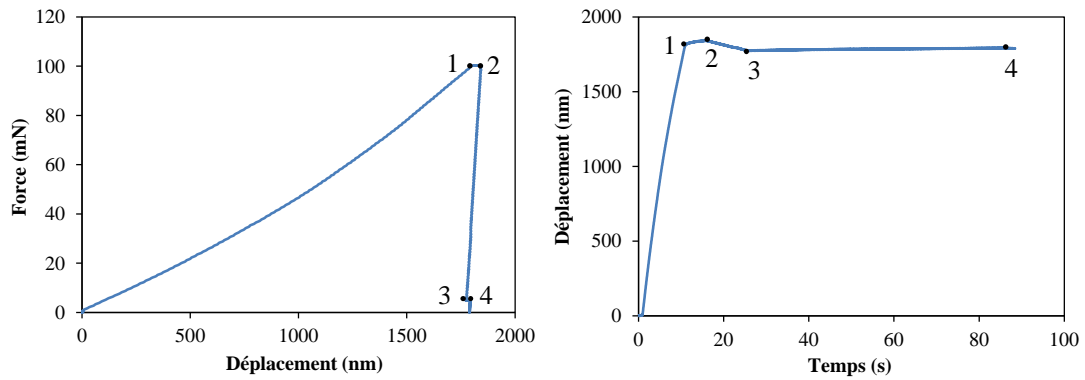


Figure 4.23 : Courbe d'indentation et l'évolution de pénétration à la température ambiante

Pour les essais en température, le protocole de réglage de la consigne de température pour la pointe a été appliqué. Une fois la consigne réglée pour avoir une dérive thermique inférieure à 0,1 nm/s, des courbes d'indentation ont été enregistrées. Pour ces enregistrements, la mesure de la dérive thermique a de nouveau été réalisée au moment de la décharge.

La Figure 4.23 présente tous les résultats d'indentation obtenus à différentes température une fois le problème de dérive thermique minimisé. Ces résultats montrent que les pénétrations de pointe restent constantes lors du maintien de la charge à 100 mN.

Température	Courbe d'indentation	Evolution de pénétration
200°C		
300°C		

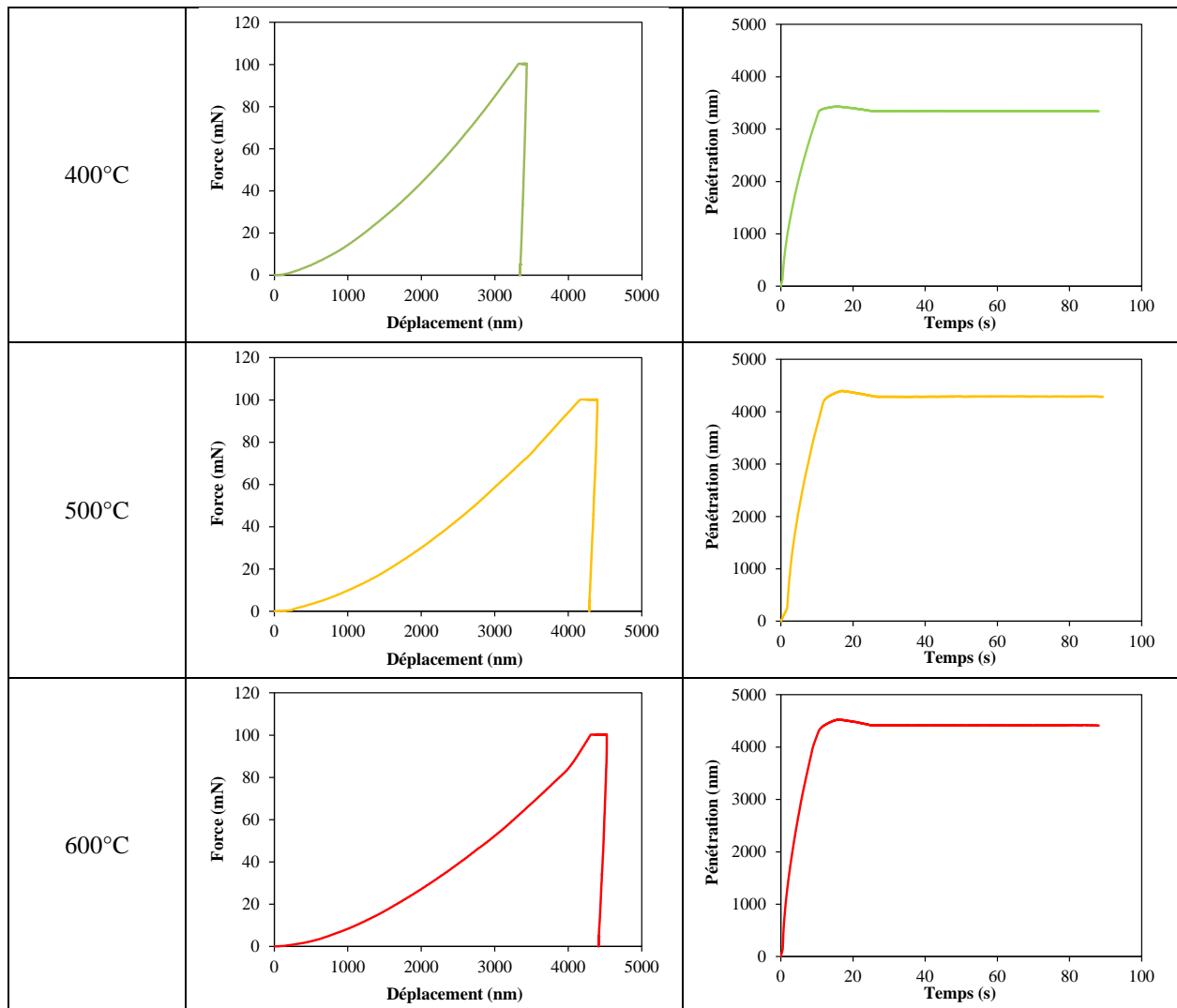


Figure 4.24 : Courbes d'indentation et les évolutions de pénétration des essais à hautes températures

La Figure 4.24 présente une comparaison des résultats de tous les essais. Les valeurs de dérive thermique déterminées en fin d'essai sont également fournies et sont toutes inférieures ou égales à 1 nm/min. Ces essais ont permis de valider le protocole de réglage de la consigne de la température de pointe. Les modules de Young et les duretés obtenues à partir de ces courbes ont été calculés en s'appuyant sur la méthode proposée par Oliver et Pharr [74] (Figure 4.25). Les modules de Young calculés sont comparés avec les valeurs de la littérature. Les modules calculés diminuent beaucoup plus rapidement significativement

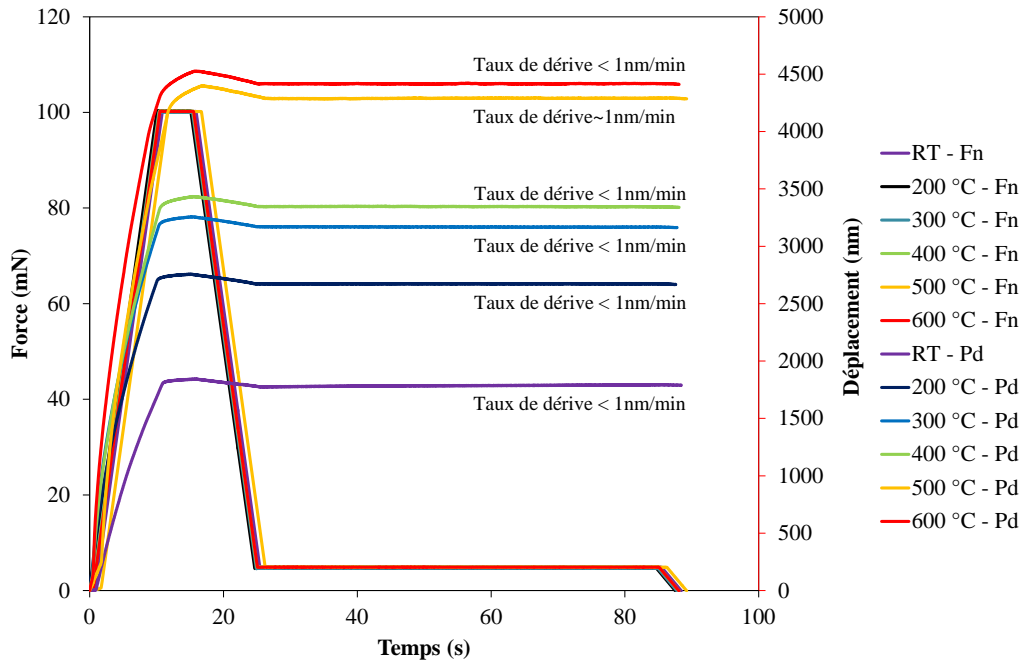


Figure 4.25 : Comparaison de l'évolution de la pénétration et de la force

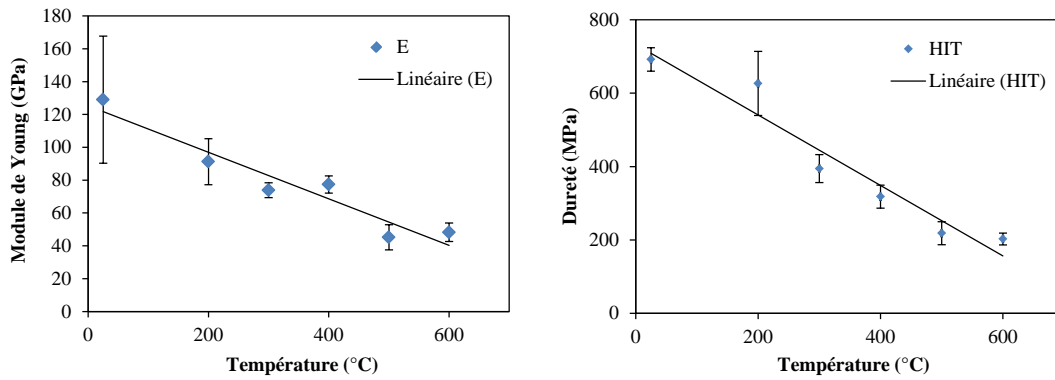


Figure 4.26 : Calculs du Module de Young et de la Dureté

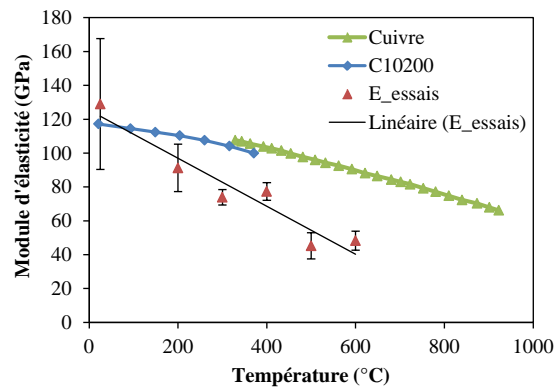


Figure 4.27 : Comparaison des modules de Young calculées avec les valeurs de la littérature [148, 150]

4.7. Conclusion

Les essais d'indentation à chaud ont été réalisés pour deux matériaux : Inconel 625 et Cu OFHC, à l'aide du nano-indenteur développé par Anton Paar. La stabilité thermique de la zone d'indentation s'est avérée être un problème majeur à régler pour obtenir des résultats propres. En effet, les problèmes de dérive thermique constituent la source principale d'erreur sur les résultats obtenus en température. Il est obligatoire de minimiser au mieux cette dérive afin de caractériser correctement les matériaux à chaud par l'indentation. Pour les essais sur l'Inconel 625, nous avons obtenu quelques bons résultats mais la dérive thermique n'a pas été éliminée pour toutes les mesures réalisées. Ceci nous a conduits à construire un protocole particulier pour régler la consigne de température de la pointe d'indentation. Ce protocole a été testé et validé en réalisant des essais d'indentation sur du cuivre à haute conductivité thermique, Cu OFHC. En effet, la forte conductivité de ce matériau nous a placés dans un cas très défavorable pour les problèmes de dérive thermique. Le protocole mis en place nous a permis d'affiner suffisamment les températures de consigne de la pointe afin de minimiser la dérive thermique pour différentes températures d'essai. Selon les résultats obtenus, la dérive thermique a été limitée à des valeurs inférieures ou égales à 1 nm/min, un niveau suffisamment faible pour ne pas polluer les résultats de nanoindentation. Le protocole proposé a ainsi pu être validé. Pour chaque échantillon à tester, la situation de dérive thermique est différente selon la géométrie et la conductivité thermique de l'échantillon. Il faudra toujours minimiser la dérive thermique en appliquant au préalable le protocole proposé.

Conclusions

L'essai d'indentation instrumenté, traditionnellement utilisé pour mesurer le module de Young et la dureté, devient un moyen pratique et efficace pour la caractérisation des propriétés mécaniques des matériaux. En effet, les développements récents de la micro-indentation et de la nano-indentation permettent d'envisager l'utilisation de l'essai d'indentation pour la caractérisation en température. Cependant, la réalisation d'essais d'indentation en température rencontre des difficultés liées aux défauts de pointe et à sa stabilité géométrique et chimique en température ainsi qu'aux pollutions de la pointe lors de son utilisation prolongée. L'état de surface de l'échantillon, les dérives thermiques, le contrôle de la température, le bruit du système de vide et les imprécisions de mesure dans un environnement chaud constituent des difficultés supplémentaires. Toutes ces difficultés doivent être considérées lors de la conception de l'appareil et du développement du protocole d'essai.

Des analyses éléments finis ont été mises à contribution pour identifier les matériaux candidats pour la pointe. Ces analyses ont permis, d'une part, de déterminer les plages de force et de pénétration utiles à la conception de l'indenteur, d'autre part, de mener des études de sensibilité pour déterminer l'influence de la présence d'un film d'oxyde sur le contre matériau ou celle d'un défaut d'alignement. Les résultats des analyses éléments finis montrent que la présence d'un film d'oxyde, celle d'un écrouissage de surface du contre matériau ou celle d'un défaut d'alignement affectent de manière sensible les résultats de l'essai. Ils ont également permis de déterminer la plage de tolérance des défauts d'alignement pour limiter l'augmentation de l'effort d'indentation. Ils ont notamment révélé que le défaut perpendicularité de la pointe et de la surface de l'échantillon doit être limité à 4 degrés pour contrôler l'augmentation de la force à 5%. Pour obtenir un bien meilleur résultat, il est préférable que l'angle soit inférieur à 1 degré.

Le carbure de bore et le carbure de tungstène sont les candidats les plus prometteurs pour remplacer le diamant pour la réalisation de pointes d'indentation à haute température. Ces deux matériaux ont en effet montré une bonne stabilité géométrique puisqu'on obtient une bonne conservation de la forme initiale ainsi qu'une bonne stabilité chimique puisqu'on n'observe aucune dissolution lors de l'indentation d'un acier ou d'un alliage base nickel même après une utilisation prolongée à une température de 600°C. Il est à noter que seule la pointe en carbure de tungstène a perdu quelques grains au sommet probablement car elle se présente comme un agrégat de petits grains. Nous avons cependant observé un problème systématique de collage et de résidu de contre-matériau sur la pointe. Pour remédier à ce problème d'adhérence, des techniques de nettoyage mécanique et par ultrason ont été évaluées. Ce traitement par ultrason ne semble pas efficace pour nettoyer les pointes en carbure de bore et en diamant parce que le collage n'a été éliminé que partiellement. Mais les particules collées sur les pointes en carbure de tungstène ont été nettoyées plus facilement et complètement par ultrason. Les trois faces et le sommet de la pointe Berkovich étaient assez propres après nettoyage. L'ajout d'un nettoyage mécanique a conduit à altérer l'arête de la pointe. Les pointes en céramique démontrant une fragilité par rapport à ce type de nettoyage. Ces deux carbures présentent très bonnes stabilités et pouvons être choisis comme le matériau de pointe pour remplacer le diamant. La résolution universelle du problème de collage n'a pas été

trouvée pour toutes les pointes. Le traitement par ultrason a éliminé la totalité de pollution sur les pointes en carbure de tungstène. Cependant, d'autre méthode de nettoyage plus effective devrait être cherchée pour les pointes en carbure de bore et en diamant.

A l'aide du nouvel appareil développé par Anton Paar, la réalisation des essais de nanoindentation en haute température a révélé des problèmes de dérive thermique. Pour limiter cette dérive thermique, on impose une stabilité parfaite de la température de la pointe et celle de l'échantillon au cours de l'essai ainsi qu'une variation de pénétration limitée à 1 nm/min. Les essais effectués sur le cuivre à haute conductivité thermique qui élargit la dérive thermique au maximum confirment la validité de ce processus, qui permet de trouver des bons points de fonctionnement où la dérive thermique est minimisée aux différentes températures. Il est à noter que les difficultés liées à la dérive thermique varient avec les propriétés du matériau indenté et notamment avec sa conductivité thermique. Il faudra toujours minimiser la dérive thermique d'abord. Parce que la relation entre la pointe et le thermocouple correspondant est constante, la température réelle de pointe est une fonction de la température nominale. Donc, il est possible de construire un manuel de température correspondante pour chaque matériau de pointe.

Perspectives

Deux modèles éléments finis ont été créés pour évaluer l'influence des différents matériaux de pointe et celle de certains facteurs sur les résultats de l'essai d'indentation en utilisant une loi de comportement élastoplastique. Pour mieux estimer les plages de force et de pénétration et couvrir le domaine des températures élevées, il serait avantageux d'utiliser une loi élasto-viscoplastique et prendre en compte du phénomène de fluage. Au vu des adhérences de matière observées sur les pointes après l'essai d'indentation, l'hypothèse du contact parfaitement glissant pourrait être améliorée. Il serait favorable d'optimiser les conditions de contact.

La vérification de la stabilité géométrique et chimique des différents matériaux de pointe montre que les pointes conservent leur intégrité mécanique et pas de phénomène de dissolution chimique. Trois contre-matériaux ont été utilisés : l'acier inoxydable, l'alliage base nickel et l'alliage d'aluminium. Il serait intéressant de tester les pointes en carbures et en diamant sur d'autres types des matériaux à haute température, par exemple, les métaux nobles, les métaux alcalino-terreux, les métaux alcalins, les métalloïdes, etc. Cette étude supplémentaire pourrait permettre de connaître la stabilité des pointes plus complètement et étendre le champ d'utilisation et éviter l'endommagement inattendu. Une autre attention devrait être mise à envisager le problème du collage sur la pointe ainsi que trouver une bonne solution de nettoyage. La formation de débris sur la pointe nécessite une certaine énergie (de rupture) qui devrait se retrouver dans l'aire sous la courbe force-pénétration. Il aurait été intéressant d'évaluer l'ordre de grandeur de cette énergie pour comprendre si ce phénomène peut avoir une influence sur l'interprétation des essais d'indentation. Le nettoyage mécanique n'est pas conseillé et la façon par ultrason n'est qu'efficace pour les pointes en carbure de tungstène. Il serait nécessaire de trouver une méthode propre et puissante à éliminer la

pollution sur la pointe après une utilisation de longue durée.

Le nouvel appareil de nanoindentation présente une bonne stabilité systématique. Le protocole proposé à minimiser la dérive thermique nous permet d'obtenir les résultats de haute précision. Certains facteurs pourraient influencer l'essai d'indentation de manière différente à haute température. Donc, il serait intéressant de poursuivre cette étude d'étudier ces facteurs influents tel que l'effet de taille en indentation et vérifier le modèle d'analyse proposé par Oliver et Pharr. La caractérisation de plus de matériaux pourrait également être réalisée afin de connaître leurs propriétés mécaniques à température élevée.

Références

- [1] R. FORTUNIER, Comportement Mécanique des Matériaux, Ecole Nationale Supérieure des Mines.
- [2] J.-M. Collin, Identifiabilité des paramètres de lois de comportement de matériaux par essais d'indentation continue, 2008, pp. 1 vol. (168 p.).
- [3] B. Jaoul, Etude de la plasticité et application aux métaux, Presses des MINES2008.
- [4] W. Hosford, A generalized isotropic yield criterion, Journal of Applied Mechanics, 39 (1972) 607-609.
- [5] D. FRANÇOIS, A. PINEAU, A. ZAOUI, Comportement mécanique des matériaux, Hermès1994.
- [6] J. Mandel, Contribution théorique à l'étude de l'écroutissage et des lois de l'écoulement plastique, Applied Mechanics, Springer1966, pp. 502-509.
- [7] R. Milligan, W. Koo, T. Davidson, The Bauschinger effect in a high-strength steel, Journal of Basic Engineering, 88 (1966) 480-488.
- [8] O.B. Pedersen, L. Brown, W. Stobbs, The Bauschinger effect in copper, Acta Metallurgica, 29 (1981) 1843-1850.
- [9] J.H. Hollomon, Tensile deformation, AIME TRANS, 162 (1945) 268-290.
- [10] P. Ludwik, Elemente der technologischen mechanik, Springer -Verlag OHG, Berlin, 1909.
- [11] R. Hardt, D. Kinderlehrer, Elastic plastic deformation, Applied Mathematics and Optimization, 10 (1983) 203-246.
- [12] É. Charkaluk, Dimensionnement des structures à la fatigue thermomécanique, École Polytechnique, 1999.
- [13] J. Chaboche, G. Rousselier, On the plastic and viscoplastic constitutive equations—Part I: Rules developed with internal variable concept, Journal of Pressure Vessel Technology, 105 (1983) 153-158.
- [14] J.-L. Chaboche, G. Rousselier, On the plastic and viscoplastic constitutive equations—Part II: application of internal variable concepts to the 316 stainless steel, Journal of Pressure Vessel Technology, 105 (1983) 159-164.
- [15] N. Hoff, Approximate analysis of structures in the presence of moderately large creep deformations, Quarterly of Applied Mathematics, 12 (1954) 49-55.
- [16] F.H. Norton, The Creep of Steel at High Temperatures, McGraw-Hill Book Company, Incorporated1929.
- [17] D. Roylance, Stress-strain curves, MIT OpenCourseWare, (2001).
- [18] P. Laval, Etude théorique et expérimentale de l'indentation des matériaux élastoplastiques homogènes ou revêtus. Application à la mesure de la rhéologie et à l'adhérence des films minces, 1995.
- [19] C. Pradille, Vers une meilleure compréhension et caractérisation du comportement des aciers à très haute température, École Nationale Supérieure des Mines de Paris, 2011.
- [20] A.P. Bores, R.J. Schmidt, Advanced mechanics of materials, John Wiley & Sons, Inc., New York2003.
- [21] X. Carbonneau, Etude des propriétés thermomécaniques de mullite zircon et de zircon, (1998).

- [22] F. SAINT-ANTONIN, Essais de fluage, Techniques de l'ingénieur. Matériaux métalliques, (1995) M140. 141-M140. 113.
- [23] J. Lemaitre, J.-L. Chaboche, A. Benallal, R. Desmorat, Mécanique des matériaux solides-3eme édition, Dunod2009.
- [24] F. Saint-Antonin, Essais de relaxation isotherme, Ed. Techniques Ingénieur1997.
- [25] J.-M. Collin, G. Mauvoisin, P. Pilvin, Identification des paramètres de lois de comportement des métaux par test d'indentation sphérique, Matériaux & Techniques, 96 (2008) 105-113.
- [26] Nanoindentation Testing, Introduction to Contact Mechanics, Springer New York, New York, NY, 2000, pp. 20-35.
- [27] D. FRANÇOIS, Essais mécaniques des métaux, Essais de dureté, Techniques de l'ingénieur, Matériaux métalliques, MB2 (M123) M, 123 (2004).
- [28] E. Meyer, Untersuchen über Härteprüfung und Härte, Zeitschrift des Vereins Deutschen Ingenieure, 52 (1908) 645-654.
- [29] Matériaux métalliques, Essai de dureté Vickers , Partie 1: Méthode d'essai, Norme ISO 6507-1, 1998.
- [30] Matériaux métalliques, Essai de dureté Rockwell et superficiel Rockwell, Norme ISO 6508-1, 1994.
- [31] A. Atkins, Topics in indentation hardness, Metal science, 16 (1982) 127-137.
- [32] F. Cleymand, O. Ferry, R. Kouitat, A. Billard, J. Von Stebut, Influence of indentation depth on the determination of the apparent Young's modulus of bi-layer material: Experiments and numerical simulation, Surface and Coatings Technology, 200 (2005) 890-893.
- [33] M. Drissi-Habti, K. Nakano, K. Suzuki, Microindentation tests as a tool for the estimate of mechanical properties and the modeling of the interfacial behavior of ceramic matrix composites, Composites Part A: Applied Science and Manufacturing, 30 (1999) 471-475.
- [34] E.C. Yu, J. Li, Impression creep of LiF single crystals, Philosophical Magazine, 36 (1977) 811-825.
- [35] H.M. Chan, High Temperature Microhardness Tester, DTIC Document, 1990.
- [36] G. Sharma, R. Ramanujan, T. Kutty, G. Tiwari, Hot hardness and indentation creep studies of a Fe-28Al-3Cr-0.2 C alloy, Materials Science and Engineering: A, 278 (2000) 106-112.
- [37] M. Fujiwara, Characterization of mechanical properties in materials through instrumented indentation, Journal of the Japan Institute of Metals, 52 (2002) 282-290.
- [38] H. Takagi, M. Fujiwara, K. Kakehi, Measuring Young's modulus of Ni-based superalloy single crystals at elevated temperatures through microindentation, Materials Science and Engineering: A, 387 (2004) 348-351.
- [39] C.A. Schuh, C.E. Packard, A.C. Lund, Nanoindentation and contact-mode imaging at high temperatures, Journal of materials research, 21 (2006) 725-736.
- [40] J. Steinmetz, J. Loubet, J. Guédou, J. Bauer, R. Kouitat, B. Passilly, R. Mévrel, P. Chéreau, Analyse du comportement mécanique d'alliages pour couches de liaison de barrière thermique par microindentation instrumentée à haute température, ONERA, 2008.
- [41] R. Euler, U. Memmert, U. Hartmann, Fiber interferometer-based variable temperature scanning force microscope, Review of scientific instruments, 68 (1997) 1776-1778.
- [42] S. Prilliman, A. Kavanagh, E. Scher, S. Robertson, K. Hwang, V. Colvin, An in-situ hot

stage for temperature-dependent tapping-mode™ atomic force microscopy, *Review of scientific instruments*, 69 (1998) 3245-3250.

[43] M. DiBattista, S.V. Patel, J.F. Mansfield, J.W. Schwank, In-situ elevated temperature imaging of thin films with a microfabricated hot stage for scanning probe microscopes, *Applied surface science*, 141 (1999) 119-128.

[44] M.L. Trawick, D.E. Angelescu, P.M. Chaikin, M.J. Valenti, R.A. Register, A replaceable, low thermal mass hot stage for scanning probe microscopy, *Review of scientific instruments*, 74 (2003) 1390-1392.

[45] J. Broekmaat, A. Brinkman, D.H. Blank, G. Rijnders, High temperature surface imaging using atomic force microscopy, *Applied Physics Letters*, 92 (2008) 043102.

[46] J. Wheeler, P. Brodard, J. Michler, Elevated temperature, in situ indentation with calibrated contact temperatures, *Philosophical Magazine*, 92 (2012) 3128-3141.

[47] J. Wheeler, J. Michler, Elevated temperature, nano-mechanical testing in situ in the scanning electron microscope, *Review of Scientific Instruments*, 84 (2013) 045103.

[48] J. Wheeler, R. Oliver, T. Clyne, AFM observation of diamond indenters after oxidation at elevated temperatures, *Diamond and Related Materials*, 19 (2010) 1348-1353.

[49] J. Wheeler, J. Michler, Invited Article: Indenter materials for high temperature nanoindentation, *Review of Scientific Instruments*, 84 (2013) 101301.

[50] E. Berkovich, Three-faceted diamond pyramid for studying microhardness by indentation, *Zavodskaya Laboratoria*, 13 (1950) 345-347.

[51] M. Khrushchov, E. Berkovich, Methods of determining the hardness of very hard materials: the hardness of diamond, *Industrial diamond review*, 11 (1951) 42-49.

[52] E.R. Caley, J.C. Richards, *Theophrastus on Stones*, Ohio State University Press 2015.

[53] G. Guillonau, *Nouvelles techniques de nano-indentation pour des conditions expérimentales difficiles: très faibles enfoncements, surfaces rugueuses, température*, Ecully, Ecole centrale de Lyon, 2012.

[54] N. Randall, *Applications Bulletin CSM Instruments Advanced Mechanical Surface Testing N° 18*, September 2002.

[55] H. Bei, E.P. George, J. Hay, G.M. Pharr, Influence of indenter tip geometry on elastic deformation during nanoindentation, *Physical review letters*, 95 (2005) 045501.

[56] F. Bowden, D. Tabor, *The Friction and Lubrication of Solids* (Clarendon, Oxford), (1954).

[57] D. Tabor, The physical meaning of indentation and scratch hardness, *British Journal of Applied Physics*, 7 (1956) 159.

[58] J.C. Trenkle, C.E. Packard, C.A. Schuh, Hot nanoindentation in inert environments, *Review of Scientific Instruments*, 81 (2010) 073901.

[59] J. Chen, S. Deng, J. Chen, Z. Yu, N. Xu, Graphitization of nanodiamond powder annealed in argon ambient, *Applied physics letters*, 74 (1999) 3651.

[60] S. Lotfian, M. Rodríguez, K. Yazzie, N. Chawla, J. Llorca, J.M. Molina-Aldareguía, High temperature micropillar compression of Al/SiC nanolaminates, *Acta Materialia*, 61 (2013) 4439-4451.

[61] S. Lotfian, J.M. Molina-Aldareguia, K. Yazzie, J. Llorca, N. Chawla, High-temperature nanoindentation behavior of Al/SiC multilayers, *Philosophical Magazine Letters*, 92 (2012) 362-367.

[62] J. Qian, C. Pantea, J. Huang, T. Zerda, Y. Zhao, Graphitization of diamond powders of

different sizes at high pressure–high temperature, *Carbon*, 42 (2004) 2691-2697.

[63] S. Otani, M. Korsukova, T. Aizawa, High-temperature hardness of ReB₂ single crystals, *Journal of Alloys and Compounds*, 477 (2009) L28-L29.

[64] N. Novikov, Y.V. Sirota, V. Mal'nev, I. Petrusha, Mechanical properties of diamond and cubic BN at different temperatures and deformation rates, *Diamond and Related Materials*, 2 (1993) 1253-1256.

[65] M. Lee, High temperature hardness of tungsten carbide, *Metallurgical Transactions A*, 14 (1983) 1625-1629.

[66] R. Koester, D. Moak, Hot hardness of selected borides, oxides, and carbides to 1900 C, *Journal of the American Ceramic Society*, 50 (1967) 290-296.

[67] T. Hirai, K. Niihara, Hot hardness of SiC single crystal, *Journal of Materials Science*, 14 (1979) 2253-2255.

[68] V. Mukhanov, O. Kurakevych, V. Solozhenko, Thermodynamic model of hardness: particular case of boron-rich solids, *Journal of Superhard Materials*, 32 (2010) 167-176.

[69] K. Wahl, L. Seitzman, R. Bolster, I. Singer, M. Peterson, Ion-beam deposited Cu-Mo coatings as high temperature solid lubricants, *Surface and Coatings Technology*, 89 (1997) 245-251.

[70] L.M. Litz, R. Mercuri, Oxidation of Boron Carbide by Air, Water, and Air - Water Mixtures at Elevated Temperatures, *Journal of The Electrochemical Society*, 110 (1963) 921-925.

[71] A. Kurlov, A. Gusev, Oxidation of tungsten carbide powders in air, *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials*, 41 (2013) 300-307.

[72] A.W. Weimer, Thermochemistry and kinetics, Carbide, nitride and boride materials synthesis and processing, Springer 1997, pp. 79-113.

[73] J. Quanli, Z. Haijun, L. Suping, J. Xiaolin, Effect of particle size on oxidation of silicon carbide powders, *Ceramics international*, 33 (2007) 309-313.

[74] W.C. Oliver, G.M. Pharr, An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments, *Journal of materials research*, 7 (1992) 1564-1583.

[75] W.C. Oliver, G.M. Pharr, Measurement of hardness and elastic modulus by instrumented indentation: Advances in understanding and refinements to methodology, *Journal of materials research*, 19 (2004) 3-20.

[76] M.R. VanLandingham, Review of instrumented indentation, DTIC Document, 2003.

[77] S. Roy, Mesure de l'adhérence et des propriétés mécaniques de couches minces par des essais dérivés de la nanoindentation: application à la microélectronique et au biomédical, *École Nationale Supérieure des Mines de Paris*, 2008.

[78] M.F. Doerner, W.D. Nix, A method for interpreting the data from depth-sensing indentation instruments, *Journal of Materials Research*, 1 (1986) 601-609.

[79] I.N. Sneddon, The relation between load and penetration in the axisymmetric Boussinesq problem for a punch of arbitrary profile, *International journal of engineering science*, 3 (1965) 47-57.

[80] J. Field, M. Swain, A simple predictive model for spherical indentation, *Journal of Materials Research*, 8 (1993) 297-306.

[81] C. Ramond Angelelis, Analyse mécanique des essais d'indentation sur matériaux élasto-

plastiques homogènes ou multi-couches- Application à la caractérisation de la rhéologie et de la tenue mécanique des films minces, 1998.

[82] C.Q. Sun, H. Xie, W. Zhang, H. Ye, P. Hing, Preferential oxidation of diamond {111}, *Journal of Physics D: Applied Physics*, 33 (2000) 2196.

[83] O. Şahin, O. Uzun, U. Kölemen, N. Uçar, Analysis of ISE in dynamic hardness measurements of β -Sn single crystals using a depth-sensing indentation technique, *Materials Characterization*, 59 (2008) 729-736.

[84] J. Loubet, J. Georges, O. Marchesini, G. Meille, Vickers indentation curves of magnesium oxide (MgO), *Journal of tribology*, 106 (1984) 43-48.

[85] A.C. Fischer-Cripps, Critical review of analysis and interpretation of nanoindentation test data, *Surface and coatings technology*, 200 (2006) 4153-4165.

[86] G. Pharr, Measurement of mechanical properties by ultra-low load indentation, *Materials Science and Engineering: A*, 253 (1998) 151-159.

[87] B. Lucas, W. Oliver, G. Pharr, J. Loubet, Time dependent deformation during indentation testing, *MRS Proceedings*, Cambridge Univ Press, 1996, pp. 233.

[88] Z. Ma, S. Long, Y. Pan, Y. Zhou, Loading rate sensitivity of nanoindentation creep in polycrystalline Ni films, *Journal of Materials Science*, 43 (2008) 5952-5955.

[89] J.A. Mendoza Delgado, Détermination des propriétés mécaniques et des lois de comportement en fluage par indentation instrumentée, Lille 1, 2009.

[90] M. Ashby, Indentation creep, *Materials science and technology*, 8 (1992) 594-601.

[91] E.J. Koay, A.C. Shieh, K.A. Athanasiou, Creep indentation of single cells, *Journal of biomechanical engineering*, 125 (2003) 334-341.

[92] G.B. Ghorbal, Caractérisation mécanique et adhérence de revêtement PVD en carbure de tungstène, Université de tunis, département génie mécanique, 2012.

[93] A.C. Fischer-Cripps, *Factors Affecting Nanoindentation Test Data*, Springer2000.

[94] A.C. Fischer-Cripps, *Nanoindentation*, Springer New York2013.

[95] G. De Souza, C. Foerster, S. Da Silva, F. Serbena, C. Lepienski, C. Dos Santos, Hardness and elastic modulus of ion-nitrided titanium obtained by nanoindentation, *Surface and Coatings Technology*, 191 (2005) 76-82.

[96] H.S. Ho, Y. Xia, J. Marteau, M. Bigerelle, Influence de l'amplitude de la rugosité de surfaces sablées sur la mesure de dureté par nanoindentation, *Matériaux & Techniques*, 101 (2013) 305.

[97] J. Marteau, Caractérisation multi-échelle et analyse par essai d'indentation instrumentée de matériaux à gradient générés par procédés mécaniques et thermo-chimiques de traitement de surface, Université de Technologie de Compiègne, 2013.

[98] B. RAPHET, États de surface: Caractérisation, *Techniques de l'ingénieur. Mesures et contrôle*, (2005).

[99] B. ISO, 14577-1: 2002, *Metallic materials-Instrumented indentation test for hardness and materials parameters-Part, 1* (2002).

[100] P. Grau, C. Ullner, H.-H. Behncke, Uncertainty of depth sensing hardness: effect of roughness, *Materialprüfung*, 39 (1997) 362-367.

[101] M. Qasmi, P. Delobelle, F. Richard, A. Bosseboeuf, Effect of the residual stress on the determination through nanoindentation technique of the Young's modulus of W thin film deposit on SiO₂/Si substrate, *Surface and coatings technology*, 200 (2006) 4185-4194.

- [102] D. HERTZ, Caractérisation mécanique de systèmes film-substrat par indentation instrumentée (nanoindentation) en géométrie sphère-plan, (2009).
- [103] W. Gerberich, N. Tymiak, J. Grunlan, M. Horstemeyer, M. Baskes, Interpretations of indentation size effects, *Journal of applied mechanics*, 69 (2002) 433-442.
- [104] M.S. De Guzman, G. Neubauer, P. Flinn, W.D. Nix, The role of indentation depth on the measured hardness of materials, *MRS proceedings*, Cambridge Univ Press, 1993, pp. 613.
- [105] S. Bull, T.F. Page, E. Yoffe, An explanation of the indentation size effect in ceramics, *Philosophical Magazine Letters*, 59 (1989) 281-288.
- [106] Y.Y. Lim, M.M. Chaudhri, The effect of the indenter load on the nanohardness of ductile metals: an experimental study on polycrystalline work-hardened and annealed oxygen-free copper, *Philosophical Magazine A*, 79 (1999) 2979-3000.
- [107] A. Elmustafa, D. Stone, Indentation size effect in polycrystalline FCC metals, *Acta Materialia*, 50 (2002) 3641-3650.
- [108] G.I. Taylor, The mechanism of plastic deformation of crystals. Part I. Theoretical, *Proceedings of the Royal Society of London. Series A, Containing Papers of a Mathematical and Physical Character*, 145 (1934) 362-387.
- [109] M. Ashby, *The Deformation of Plastically Non-homogenous Alloys. Strengthening Methods in Crystals*, edited by A. Kelly and RB Nicholson, Elsevier, Amsterdam, 1971.
- [110] A. Arsenlis, D. Parks, Crystallographic aspects of geometrically-necessary and statistically-stored dislocation density, *Acta materialia*, 47 (1999) 1597-1611.
- [111] W.D. Nix, H. Gao, Indentation size effects in crystalline materials: a law for strain gradient plasticity, *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 46 (1998) 411-425.
- [112] K. McElhaney, J. Vlassak, W. Nix, Determination of indenter tip geometry and indentation contact area for depth-sensing indentation experiments, *Journal of Materials Research*, 13 (1998) 1300-1306.
- [113] Q. Ma, D.R. Clarke, Size dependent hardness of silver single crystals, *Journal of Materials Research*, 10 (1995) 853-863.
- [114] Y. Huang, F. Zhang, K. Hwang, W. Nix, G. Pharr, G. Feng, A model of size effects in nano-indentation, *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 54 (2006) 1668-1686.
- [115] J. Swadener, E. George, G. Pharr, The correlation of the indentation size effect measured with indenters of various shapes, *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 50 (2002) 681-694.
- [116] G.M. Pharr, E.G. Herbert, Y. Gao, The indentation size effect: a critical examination of experimental observations and mechanistic interpretations, *Annual Review of Materials Research*, 40 (2010) 271-292.
- [117] A. Elmustafa, A. Ananda, W. Elmahboub, Dislocation mechanics simulations of the bilinear behavior in micro-and nanoindentation, *Journal of materials research*, 19 (2004) 768-779.
- [118] Y. Liu, A. Ngan, Depth dependence of hardness in copper single crystals measured by nanoindentation, *Scripta Materialia*, 44 (2001) 237-241.
- [119] A. Elmustafa, D. Stone, Nanoindentation and the indentation size effect: Kinetics of deformation and strain gradient plasticity, *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 51 (2003) 357-381.
- [120] G. Feng, W.D. Nix, Indentation size effect in MgO, *Scripta materialia*, 51 (2004) 599-603.

- [121] K. Durst, B. Backes, M. Göken, Indentation size effect in metallic materials: correcting for the size of the plastic zone, *Scripta Materialia*, 52 (2005) 1093-1097.
- [122] J.-Y. Kim, B.-W. Lee, D.T. Read, D. Kwon, Influence of tip bluntness on the size-dependent nanoindentation hardness, *Scripta materialia*, 52 (2005) 353-358.
- [123] D. Chicot, Hardness length-scale factor to model nano-and micro-indentation size effects, *Materials Science and Engineering: A*, 499 (2009) 454-461.
- [124] R.K. Abu Al-Rub, A.N. Faruk, Prediction of micro and nano indentation size effects from spherical indenters, *Mechanics of Advanced Materials and Structures*, 19 (2012) 119-128.
- [125] X. Qiu, Y. Huang, W. Nix, K. Hwang, H. Gao, Effect of intrinsic lattice resistance in strain gradient plasticity, *Acta Materialia*, 49 (2001) 3949-3958.
- [126] T.-Y. Zhang, W.-H. Xu, M.-H. Zhao, The role of plastic deformation of rough surfaces in the size-dependent hardness, *Acta materialia*, 52 (2004) 57-68.
- [127] A. Bolshakov, G. Pharr, Influences of pileup on the measurement of mechanical properties by load and depth sensing indentation techniques, *Journal of materials research*, 13 (1998) 1049-1058.
- [128] S. Qu, Y. Huang, W. Nix, H. Jiang, F. Zhang, K. Hwang, Indenter tip radius effect on the Nix–Gao relation in micro-and nanoindentation hardness experiments, *Journal of materials research*, 19 (2004) 3423-3434.
- [129] Y. Sun, S. Zheng, T. Bell, J. Smith, Indenter tip radius and load frame compliance calibration using nanoindentation loading curves, *Philosophical Magazine Letters*, 79 (1999) 649-658.
- [130] Z. Xue, Y. Huang, K. Hwang, M. Li, The influence of indenter tip radius on the micro-indentation hardness, *Journal of Engineering Materials and Technology*, 124 (2002) 371-379.
- [131] J. Thurn, R.F. Cook, Simplified area function for sharp indenter tips in depth-sensing indentation, *Journal of Materials Research*, 17 (2002) 1143-1146.
- [132] X. Li, B. Bhushan, A review of nanoindentation continuous stiffness measurement technique and its applications, *Materials characterization*, 48 (2002) 11-36.
- [133] M. Troyon, L. Huang, Correction factor for contact area in nanoindentation measurements, *Journal of materials research*, 20 (2005) 610-617.
- [134] A. Krell, S. Schädlich, Nanoindentation hardness of submicrometer alumina ceramics, *Materials Science and Engineering: A*, 307 (2001) 172-181.
- [135] D. Umbrello, R. M'saoubi, J. Outeiro, The influence of Johnson–Cook material constants on finite element simulation of machining of AISI 316L steel, *International Journal of Machine Tools and Manufacture*, 47 (2007) 462-470.
- [136] O. Muránsky, M. Smith, P. Bendeich, L. Edwards, Validated numerical analysis of residual stresses in Safety Relief Valve (SRV) nozzle mock-ups, *Computational Materials Science*, 50 (2011) 2203-2215.
- [137] E. Voce, The relationship between stress and strain for homogeneous deformation, *J Inst Met*, 74 (1948) 537-562.
- [138] H.O. Pierson, *Handbook of carbon, graphite, diamonds and fullerenes: processing, properties and applications*, William Andrew 2012.
- [139] A.W. Weimer, *Carbide, nitride and boride materials synthesis and processing*, Springer Science & Business Media 2012.

- [140] H.O. Pierson, Handbook of Refractory Carbides & Nitrides: Properties, Characteristics, Processing and Apps, William Andrew 1996.
- [141] B.A. Lerch, N. Jayaraman, S.D. Antolovich, A study of fatigue damage mechanisms in Waspaloy from 25 to 800 C, Materials Science and Engineering, 66 (1984) 151-166.
- [142] H.S. Ho, Mécanismes fondamentaux de l'endommagement surfacique associés à la localisation de la déformation plastique en fatigue, Compiègne, 2011.
- [143] M. da Cunha Belo, M. Walls, N. Hakiki, J. Corset, E. Picquenard, G. Sagon, D. Noël, Composition, structure and properties of the oxide films formed on the stainless steel 316L in a primary type PWR environment, Corrosion science, 40 (1998) 447-463.
- [144] J. Montagne, T. Sarnet, C. Prat, G. Inglesakis, M. Autric, High-intensity KrF excimer laser processing of metal surfaces, Applied surface science, 69 (1993) 108-114.
- [145] I. Joseph, E. Dale, E. Patrick, C. David, E. Charles, L. Eric, S. Linda, R. Joseph, Scanning electron microscopy and x-ray microanalysis, Springer, USA, (2003).
- [146] B. Lucas, W. Oliver, Indentation power-law creep of high-purity indium, Metallurgical and Materials Transactions A, 30 (1999) 601-610.
- [147] Special Metals, Inconel alloy 625, Publication number SMC-063, (2006).
- [148] J.R. Davis, Copper and copper alloys, ASM international 2001.
- [149] C. Bernard, Indentation et rhéologie de verres inorganiques de 20 à 700° C, Université Rennes 1, 2006.
- [150] H. Ledbetter, Temperature behaviour of Young's moduli of forty engineering alloys, Cryogenics, 22 (1982) 653-656.