



**HAL**  
open science

# Vers l'identification d'une loi de plasticité monocristalline par analyse topographique d'empreintes de nanoindentation Berkovich

Emile Renner

► **To cite this version:**

Emile Renner. Vers l'identification d'une loi de plasticité monocristalline par analyse topographique d'empreintes de nanoindentation Berkovich. Mécanique des matériaux [physics.class-ph]. Université de Franche-Comté, 2016. Français. NNT : 2016BESA2059 . tel-01652133v2

**HAL Id: tel-01652133**

**<https://theses.hal.science/tel-01652133v2>**

Submitted on 12 Jan 2018

**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.



SPIM

Thèse de Doctorat



UFC

école doctorale **sciences pour l'ingénieur et microtechniques**  
UNIVERSITÉ DE FRANCHE-COMTÉ

Vers l'identification d'une loi de plasticité  
monocristalline par analyse topographique  
d'empreintes de nanoindentation Berkovich

■ Emile RENNER



# SPIM

## Thèse de Doctorat



école doctorale **sciences pour l'ingénieur et microtechniques**  
UNIVERSITÉ DE FRANCHE-COMTÉ

Thèse présentée par

**EMILE RENNER**

pour obtenir le

Grade de Docteur de

l'Université de Franche-Comté

Spécialité : **Sciences pour l'Ingénieur**

### Vers l'identification d'une loi de plasticité monocristalline par analyse topographique d'empreintes de nanoindentation Berkovich

Unité de recherche : Institut FEMTO-ST, Département de Mécanique Appliquée

Soutenue le 20 juin 2016 devant le jury composé de :

|                   |                       |  |
|-------------------|-----------------------|--|
| JEAN-LUC LOUBET   | Président du jury     | Directeur de Recherche CNRS, LTDS, École centrale de Lyon                            |
| MARC FIVEL        | Rapporteur            | Directeur de Recherche CNRS, SIMaP-GPM2, Université Grenoble Alpes                   |
| PHILIPPE PILVIN   | Rapporteur            | Professeur, LIMATB, Université de Bretagne-Sud                                       |
| LUDOVIC CHARLEUX  | Examineur             | Maître de Conférences, SYMME, Université de Savoie                                   |
| SAMUEL FOREST     | Examineur             | Directeur de Recherche CNRS, Centre des Matériaux, MINES Paristech                   |
| PATRICK DELOBELLE | Directeur de thèse    | D.E., Ingénieur de Recherche CNRS, DMA, FEMTO-ST, Université Bourgogne Franche-Comté |
| YVES GAILLARD     | Co-Directeur de thèse | Maître de Conférences, DMA, FEMTO-ST, Université Bourgogne Franche-Comté             |
| FABRICE RICHARD   | Co-Directeur de thèse | Maître de Conférences, DMA, FEMTO-ST, Université Bourgogne Franche-Comté             |



# Remerciements

Beaucoup de chemin a été parcouru depuis mon arrivée au Département Mécanique Appliquée début 2012. Je n'étais alors qu'un petit jeunot insouciant ... mais qui en voulait. Bien que la route fût semée d'embûches, je suis arrivé à destination, et cela grâce à ceux que je tiens à remercier aujourd'hui, à savoir :

Mon directeur de thèse, Patrick Delobelle, et encadrants, Fabrice Richard, Yves Gaillard et Fabien Amiot qui m'ont permis de passer des moments mémorables au sein de l'équipe PMMCM.

Patrick, « Le vieux », a toujours su être disponible pour partager son savoir et son expérience (entre deux escapades sur le Mont Blanc, deux Ironmans ou deux bouteilles de vin de paille). Merci d'avoir porté un si vif intérêt à mes travaux. Patrick est pour moi un modèle de réussite professionnelle, bien-sûr, mais surtout quelqu'un de simple à la blagounette facile.

Merci à Fabrice, « Le pointilleux », qui a systématiquement dramatisé mes erreurs d'expression orale et écrite, scientifiques et littéraires. Après plus de 4 ans à le côtoyer, je suis devenu évidemment bien plus pointilleux que lui et me fais un malin plaisir à le reprendre invariablement (... diabolique). M'ayant proposé un stage au sein de l'équipe avant la thèse, je considère que tout cela est en partie de sa faute.

« Tout, tout, tout, vous saurez tout sur la nano ... ». Merci à Yves, « Le jeune », d'avoir partagé son large savoir sur le domaine. Merci de m'avoir accordé autant de temps pendant ma thèse. Énergique (dû à sa seconde profession, entraîneur des Nationales 1 féminines de Châtillon-Le-Duc), Yves est toujours prêt à vous indenter l'échantillon. Merci pour ton soutien et tes conseils au laboratoire comme à l'extérieur.

Merci à Fabien, « Le génie ». Pas besoin de frotter de lampe pour exaucer votre souhait, il a toujours une idée, une méthode, une solution à proposer (... qui peut prendre 40 pages de calcul, certes, mais une solution quand même). Merci d'avoir toujours pris le temps de m'expliquer clairement ce qui se tramait dans ton cerveau.

C'est pour moi un grand honneur d'avoir présenté mes travaux de thèse devant ce que je considère comme le « gratin » du domaine, à savoir, Jean-Luc Loubet, Marc Fivel, Philippe Pilvin, Ludovic Charleux et Samuel Forest. Un grand merci à eux pour leur travail de rapporteur et d'examineur.

Je tiens à remercier Arnaud Lejeune, Clément Diebold et tout le Service Commun Informatique d'avoir répondu au millier de tickets que j'ai pu créer pour mes diverses questions et requêtes. Merci également à Christine, Isabelle, Delphine et Alexandrine pour leur bonne humeur, leur dynamisme et leur patience. Un grand merci à Joseph Gavaille, « Le petit marseillais », de m'avoir soutenu, épaulé et de m'avoir permis de réaliser 3 années d'enseignement à l'ENSMM. Merci pour ta bonne humeur inébranlable, malgré le grand froid de Besançon.

Je tiens à exprimer ma reconnaissance à Vladislav Yastrebovn ainsi qu'à toute l'équipe valorisation ZéBuLon pour leur aide, leur disponibilité et leur invitation au club ZéBuLon.

En 3 ans de thèse, on a le temps de se faire des amis. Je tiens à tous les remercier : Pauloche, ma conseillère et psychiatre personnelle, merci pour ton énergie, ton franc parler, tes acrobaties et d'avoir partagé ta passion pour les vaches ; Titou, l'encyclopédie vivante AC/DC, le BFM TV bisontin, merci pour le suivi de l'info, les performances à l'Etoile et ton jeu de batterie arythmé au pied (j'ai senti un net progrès la 3<sup>ème</sup> année); Leandro, le plus bisontin des brésiliens, merci pour la joie, la bonne humeur et la cachaça que tu apportes ; Paul L., l'ami des « bêtes », le « titi » et Rémi, « le Grapinou », merci à vous deux pour les délires et les parties de coinche ; Paul T., « la pince », « le normand », merci d'avoir partagé ma passion pour la musique jeune padawan ; Thomas, « IronMan », « cœur de bœuf », « poumons d'acier », merci pour les escapades en vélo ou en rando ; Maxime, « Monsieur esclave », bon courage pour tes études ; Roméo, « l'homme élastique » ; Dimitri, « Mr. nostress » ; Xavier, mon partenaire de judo ; Fabien, « la danseuse » ; Gaël, « l'optimiste » ; Olivier, le « fffhhouu » (en aspirant) ; Romain, « Hannn ! », merci pour les impros avec Manu « CrazyHead » et Victor ; Edouard, « Edour », « le daron » ; Diala, merci pour nos yeux ; Ali ; Elisabeth P. ; Kahoula ; Franck, « Francky Vincent » ; Fatah, le nouveau souffre-douleur de l'équipe, bon courage à toi ; Kévin J., « l'ambulancier » ; Amélie, « l'ambulancière » ; Alessandra, notre italienne à nous ; Justine ; Ramzi ; Alexandre ; Ludovic ; Sifeng ; Huang, « Nicolas » ; Béranger ; Mohamed, « compèt Man » .

Je tiens à remercier du fond cœur Julien et Kévin. Bien plus que des collègues ou des colocataires, ce sont de véritables amis que j'ai rencontré, sur qui j'ai toujours pu et pourrai toujours compter. Merci à tous mes amis pour les moments passés ensemble.

Il ne me reste plus qu'à remercier papa, maman, Léon, mamie et toute ma famille pour m'avoir soutenu et poussé pendant toutes ces années d'études. Vous pouvez souffler à présent, c'est terminé.

# Table des matières

|   |      |
|---|------|
| Table des figures .....   | v    |
| Liste des tableaux.....   | xiii |
| Introduction générale .....   | 1    |
| 1. Déformation plastique à l'échelle granulaire .....                           | 7    |
| 1.1. Mécanismes de plasticité.....  | 8    |
| 1.1.1. Systèmes de glissement .....   | 8    |
| 1.1.2. Conditions d'écoulement .....  | 9    |
| 1.1.3. Ecrouissage et interaction entre dislocations .....                      | 10   |
| 1.2. Lois constitutives de l'élasto-viscoplasticité à l'échelle du grain.....   | 14   |
| 1.2.1. Cinématique de déformation cristalline .....                             | 14   |
| 1.2.2. Formalisme thermodynamique.....  | 17   |
| 1.2.3. Elasticité.....  | 18   |
| 1.2.4. Viscoplasticité.....   | 18   |
| 1.2.5. Matrices d'interaction des dislocations .....                            | 21   |
| 1.2.6. Lien avec les densités de dislocations .....                             | 22   |
| 1.3. Sur l'identification des paramètres de la loi de Méric-Cailletaud .....    | 23   |
| 1.3.1. Notion d'identifiabilité paramétrique.....                               | 23   |
| 1.3.2. Etudes récentes .....  | 24   |
| 1.4. Echantillons de nickel étudiés .....                                       | 27   |
| 1.4.1. Matériaux .....  | 27   |
| 1.4.2. « Matériaux virtuels » représentatifs.....                               | 29   |
| 1.5. Conclusions .....  | 40   |
| 2. Techniques et méthodes de caractérisation des matériaux monocristallins..... | 41   |
| 2.1. Indentation instrumentée .....   | 42   |
| 2.1.1. Nanoindenteur .....  | 43   |
| 2.1.2. Indenteur Berkovich .....  | 44   |
| 2.1.3. Détermination du module d'indentation et de la dureté.....               | 45   |

|        |  |     |
|--------|--|-----|
| 2.2.   | Microscopie à force atomique (AFM) .....   | 48  |
| 2.2.1. | Instrumentation .....  | 48  |
| 2.2.2. | Topographie d'empreinte d'indentation .....  | 49  |
| 2.3.   | Modèle éléments finis de l'essai de nanoindentation .....                          | 49  |
| 2.3.1. | Prise en compte de la plasticité cristalline dans les modèles .....                | 49  |
| 2.3.2. | Caractéristiques du modèle paramétré élaboré .....                                 | 51  |
| 2.3.3. | Etudes de convergence .....  | 53  |
| 2.4.   | Analyse inverse du modèle de l'essai d'indentation .....                           | 59  |
| 2.4.1. | Présentation des différentes méthodes d'extraction des propriétés plastiques ..... | 59  |
| 2.4.2. | Sur l'identifiabilité des paramètres plastiques du cristal.....                    | 67  |
| 2.5.   | Conclusions .....  | 75  |
| 3.     | Etude expérimentale par nanoindentation.....                                       | 77  |
| 3.1.   | Conditions expérimentales des essais.....  | 78  |
| 3.1.1. | Asservissement.....  | 79  |
| 3.1.2. | Orientations cristallographiques visées .....                                      | 81  |
| 3.1.3. | Orientation de l'indenteur Berkovich.....  | 87  |
| 3.1.4. | Traitement des mesures AFM : lecture des bourrelets .....                          | 92  |
| 3.2.   | Modèle de correction de bourrelets .....   | 94  |
| 3.2.1. | Modèles existants.....   | 94  |
| 3.2.2. | Modèle proposé.....  | 97  |
| 3.3.   | Effet de l'orientation relative indenteur/grain .....                              | 99  |
| 3.3.1. | Echantillon électro-déposé : cas quasi-isotrope .....                              | 100 |
| 3.3.2. | Echantillon recuit.....  | 101 |
| 3.3.3. | Echantillon écroui .....   | 108 |
| 3.4.   | Conclusions .....  | 113 |
| 4.     | Analyse d'identifiabilité des paramètres .....                                     | 115 |
| 4.1.   | Effet de la définition de la matrice d'interaction.....                            | 116 |
| 4.1.1. | Sur les courbes d'indentation.....   | 116 |
| 4.1.2. | Sur les topographies résiduelles .....   | 122 |
| 4.1.3. | Confrontation des topographies simulées et expérimentales .....                    | 127 |
| 4.2.   | Sensibilité locale aux paramètres de plasticité .....                              | 130 |
| 4.2.1. | Courbes d'indentation.....   | 131 |
| 4.2.2. | Topographies résiduelles .....   | 133 |
| 4.3.   | Identifiabilité des paramètres .....   | 137 |
| 4.3.1. | Courbe d'indentation seule.....  | 138 |
| 4.3.2. | Topographie résiduelle seule .....   | 139 |
| 4.3.3. | Deux topographies résiduelles.....   | 141 |
| 4.3.4. | Récapitulatif des résultats d'identifiabilité .....                                | 145 |
| 4.4.   | Conclusions .....  | 146 |
| 5.     | Conclusions et perspectives.....   | 149 |
|        | Bibliographie .....  | 153 |

# Table des figures

|   |    |
|---|----|
| Figure 1 - Différentes échelles d'étude des déformations mécaniques (Fivel and Forest, 2004; Saai, 2007).....   | 2  |
| Figure 2 - Courbes d'indentation conique ( $68^\circ$ ) identiques obtenues numériquement pour différents matériaux (Cheng and Cheng, 1999a) : (a) matériaux au comportement fortement élastique, (b) matériaux au comportement fortement plastique. $E$ est le module d'Young, $Y$ la limite d'élasticité et $n$ le coefficient d'écroutissement d'une loi élasto-plastique de type puissance..... | 3  |
| Figure 3 - Topographie expérimentale d'une empreinte d'indentation Berkovich sur un échantillon de nickel recuit polycristallin. Mise en évidence du phénomène de formation de bourrelets à l'échelle du grain.....   | 4  |
| Figure 1.1 - Ecroutissement de la forêt (Schwartz, 2011). .....   | 10 |
| Figure 1.2 - Schéma de la décomposition du gradient de transformation $F$ .....   | 15 |
| Figure 1.3 - Images EBSD des zones d'étude sur les trois échantillons de nickel polycristallins : (a) électro-déposé, (b) recuit et (c) écroui.....   | 28 |
| Figure 1.4 - Courbe d'écroutissement de l'échantillon de nickel recuit (contrainte de Cauchy-déformation logarithmique) (Haddou, 2003). .....   | 28 |
| Figure 1.5 - Protocole numérique définissant les « matériaux virtuels » à partir d'une courbe $\sigma - \varepsilon$ expérimentale sur l'échantillon de nickel recuit.....  | 29 |
| Figure 1.6 - Courbes d'écroutissement de l'échantillon de nickel recuit : expérimentale (pointillés noirs), loi isotrope exponentielle ( $R0 = 80$ MPa, $Q = 420$ MPa, $B = 8$ ) (bleue). .....   | 32 |
| Figure 1.7 - Modèle EF de l'essai de traction sur VER polycristallin composé de 91 grains orientés aléatoirement (13824 éléments C3D8). .....   | 36 |
| Figure 1.8 - Courbes d'écroutissement de l'échantillon de nickel recuit : expérimentale (pointillés noirs), loi isotrope exponentielle (bleue), modèle EF de l'essai de traction sur VER polycristallin avec le « matériau virtuel » (1) (Tableau 1.14) (orange). .....   | 37 |
| Figure 1.9 – Maillage des cinq agrégats polycristallins : (a) poly9, (b) poly35, (c) poly91, (d) poly189, (e) polyref. ....   | 37 |

|   |    |
|---|----|
| Figure 1.10 – (a) impact du nombre de grains considéré dans le VER polycristallin sur la réponse $\sigma - \varepsilon$ . (b) Ecart relatif entre la contrainte issue de la simulation et la référence pour chaque VER polycristallin.....  | 38 |
| Figure 1.11 - Courbes d'écrouissage de l'échantillon de nickel recuit : expérimentale (pointillés noirs), loi isotrope exponentielle (bleue), modèle EF de l'essai de traction sur VER polycristallin avec les « matériaux virtuels » (1)-(7) (Tableau 1.16). (a) $\varepsilon = 15\%$ , (b) $\varepsilon = 5\%$ .....      | 39 |
| Figure 2.1 - Schéma du nanoindenteur.....   | 44 |
| Figure 2.2 - Indenteur Berkovich.....   | 45 |
| Figure 2.3 - Courbes maîtresses d'indentation $P - h$ pour différents types de comportements matériau et de chargements.....  | 46 |
| Figure 2.4 - (a) Courbe d'indentation $P - h$ . (b) Nomenclature associée.....  | 47 |
| Figure 2.5 - Principe de fonctionnement du microscope à force atomique (Gaillard, 2004).....  | 48 |
| Figure 2.6 - Vue en coupe du modèle 3D EF de l'essai de nanoindentation.....  | 51 |
| Figure 2.7 - (a) Asservissement de l'indenteur pendant la simulation de l'essai de nanoindentation. (b) Courbe d'indentation type résultant d'une simulation.....   | 53 |
| Figure 2.8 - (a) Exemple de courbe d'indentation simulée (noire) et approximée par un polynôme d'ordre 3 (pointillés rouge). (b) Zoom.....  | 54 |
| Figure 2.9 - Etude de convergence de la courbe d'indentation. Ecart relatif entre l'effort issu de la simulation $i$ et la référence (bleue). Temps de calcul en fonction de la taille du maillage (verte).....   | 55 |
| Figure 2.10 - Exemples de topographies simulées et interpolées linéairement sur une matrice carrée de taille 256. (a) topographie entière, (b) topographie tronquée sur $125 \times 125$ px12 en son centre.....  | 56 |
| Figure 2.11 - Etude de convergence de la topographie résiduelle. Ecart relatif de la topographie entière issue de la simulation $i$ et la référence (bleue). Ecart relatif de la topographie tronquée issue de la simulation $i$ et la référence (rouge). Temps de calcul en fonction de la taille du maillage (verte)..... | 57 |
| Figure 2.12 - Glissement plastique issu d'une simulation de nanoindentation sur le « matériau virtuel » (4) dans la direction 100 (vue en coupe) : glissement plastique cumulé total (centre) et sur chaque système de glissement.....  | 58 |
| Figure 2.13 - Glissement plastique issu d'une simulation de nanoindentation sur le « matériau virtuel » (4) dans la direction 100 (vue du dessus) : glissement plastique cumulé total (centre) et sur chaque système de glissement.....   | 58 |
| Figure 2.14 - Courbe d'indentation $P - h$ et nomenclature associée (Casals and Alcalá, 2005).....  | 64 |
| Figure 2.15 - Courbes d'indentation conique ( $68^\circ$ ) identiques obtenues numériquement pour différents matériaux (Cheng and Cheng, 1999a). (a) Matériaux au comportement fortement élastique, (b) Matériaux au comportement fortement plastique.....  | 65 |
| Figure 2.16 - Définition de l'aire résiduelle $\Delta A$ due aux bourrelets et aux enoncements de la ligne de contact autour de l'empreinte (Z. S. Ma <i>et al.</i> , 2012).....  | 66 |
| Figure 2.17 - Réseau neuronal artificiel utilisé par Bolzon <i>et al.</i> (Bolzon <i>et al.</i> , 2011).....  | 67 |
| Figure 2.18 - (a) Evolution de la fonction $2\omega$ en fonction $\Delta\theta$ . (b) Projection de la fonction $2\omega$ en $\Delta\theta$ dans l'espace $\Delta\theta_1, \Delta\theta_2$ : c'est une ellipse dont les dimensions dépendent du conditionnement du problème inverse.....                                    | 73 |

|  |    |
|--|----|
| Figure 2.19 - Projections de la fonction $2\omega$ en $\Delta\theta$ dans l'espace $\Delta\theta_1, \Delta\theta_2$ lorsque le rapport entre $\lambda_{\max}$ et $\lambda_{\min}$ vaut : (a) 1 et $I = 0$ , (b) 100 et $I = 2$ , (c) 10000 et $I = 4$ .  | 74 |
| Figure 2.20 – Lignes de niveau de la fonction coût issue des travaux d'identification paramétrique de Bolzon <i>et al.</i> (Bolzon <i>et al.</i> , 2011). (a) Recalage du modèle de l'essai d'indentation à partir d'une courbe d'indentation seule, (b) d'une topographie et d'une courbe d'indentation, (c) d'une topographie seule.   | 75 |
| Figure 3.1 - Parc machines à disposition : chambre environnementale, module Peltier et nanoindenteur NHT <sup>2</sup> /UNHT.   | 78 |
| Figure 3.2 - (a) Asservissement de l'indenteur pendant l'essai de nanoindentation. (b) Courbe d'indentation type résultante de l'essai.  | 79 |
| Figure 3.3 - Hétérogénéités de densité de dislocation intergranulaires et intragranulaires sur l'échantillon écroui. (a) Mesure de l'hétérogénéité par nanoindentation le long d'une ligne traversant la zone d'étude. (b) Profil de la dureté en fonction du trajet linéaire. (c) Profil du module d'indentation en fonction du trajet linéaire.                                      | 80 |
| Figure 3.4 - Courbes d'indentation Berkovich types obtenues en fonction de l'asservissement en force et de l'échantillon.  | 81 |
| Figure 3.5 - Projection stéréographique selon l'axe [001] de directions caractéristiques d'un cristal de symétrie cubique (Allen and Thomas, 1999). Superposition du code couleur et du triangle standard.   | 82 |
| Figure 3.6 - Schéma de l'émergence de dislocations en surface d'un grain pendant un essai de nanoindentation (Nibur and Bahr, 2003).   | 82 |
| Figure 3.7 - Observation des lignes de glissement autour d'une empreinte de nanoindentation Berkovich par mesure AFM et application d'un filtre dérivateur. Echantillon recuit 100.  | 83 |
| Figure 3.8 - Insertion des plans de glissement dans un cristal CFC $\mathcal{C}$ .   | 83 |
| Figure 3.9 - Etude des lignes de glissement dans le cas d'un cristal orienté suivant 100. Elles présentent une symétrie d'ordre quatre.  | 84 |
| Figure 3.10 - Etude de lignes de glissement dans le cas d'un cristal orienté suivant 101. Elles présentent une symétrie d'ordre deux.  | 85 |
| Figure 3.11 - Etude des lignes de glissement dans le cas d'un cristal orienté suivant 111. Elles présentent une symétrie d'ordre six.  | 85 |
| Figure 3.12 - Etude des lignes de glissement dans le cas d'un cristal orienté suivant 312. Elles présentent une symétrie d'ordre deux.   | 86 |
| Figure 3.13 - Orientation des lignes de glissement sur mesure AFM : (a) grain 100, (b) grain 101, (c) grain 111 et (d) grain 312.  | 87 |
| Figure 3.14 - Topographies d'empreintes Berkovich réalisées dans le grain 100 avec différentes orientations d'indenteur : (a) position de référence $0^\circ$ , (b) rotation de $26^\circ$ , (c) rotation de $56^\circ$ et (d) rotation de $91^\circ$ . La topographie $Z$ est normée par la profondeur d'indentation résiduelle $hr$ .  | 88 |
| Figure 3.15 - Superposition de la symétrie des systèmes de glissement dans la direction 100 avec celle de l'indenteur Berkovich : (a) rotation de $-15^\circ$ de l'indenteur (pointillés) par rapport à une position de référence (blanc), (b) position de référence (blanc), (c) rotation de $+15^\circ$ de l'indenteur (pointillés) par rapport à une position de référence (blanc). | 89 |

|   |     |
|---|-----|
| Figure 3.16 - Superposition de la symétrie des systèmes de glissement dans la direction 101 avec celle de l'indenteur Berkovich : (a) rotation de $-90^\circ$ de l'indenteur (pointillés) par rapport à une position de référence (blanc), (b) position de référence (blanc), (c) rotation de $+90^\circ$ de l'indenteur (pointillés) par rapport à une position de référence (blanc). .....  | 89  |
| Figure 3.17 - Superposition de la symétrie des systèmes de glissement dans la direction 111 avec celle de l'indenteur Berkovich : (a) rotation de $-30^\circ$ de l'indenteur (pointillés) par rapport à une position de référence (blanc), (b) position de référence (blanc), (c) rotation de $+30^\circ$ de l'indenteur (pointillés) par rapport à une position de référence (blanc). .....  | 90  |
| Figure 3.18 - Superposition de la symétrie des systèmes de glissement dans la direction 312 avec celle de l'indenteur Berkovich : (a) rotation de $-90^\circ$ de l'indenteur (pointillés) par rapport à une position de référence (blanc), (b) position de référence (blanc), (c) rotation de $+90^\circ$ de l'indenteur (pointillés) par rapport à une position de référence (blanc). .....  | 90  |
| Figure 3.19 - Détermination de l'orientation de l'indenteur dans la direction d'indentation 100 sur mesure AFM : (a) position de référence $0^\circ$ , (b) rotation de $26^\circ$ , (c) rotation de $56^\circ$ et (d) rotation de $91^\circ$ . .....  | 91  |
| Figure 3.20 - Traitement de mesures AFM sous WSxM : (a) mesure brute, (b) opération de « plane fit ». .....   | 93  |
| Figure 3.21 - Topographie finale traitée sous WSxM. Mise en évidence des bourrelets autour de l'empreinte Berkovich. La topographie Z est normée par la profondeur d'indentation résiduelle $hr$ . .  | 93  |
| Figure 3.22 - Lecture de la topographie d'une empreinte Berkovich le long d'un parcours : (a) linéique, (b) triangulaire. ....  | 94  |
| Figure 3.23 - Schématisation de l'effet des bourrelets et l'enfoncement de la ligne de contact pendant indentation (McElhaney <i>et al.</i> , 1998). .....  | 95  |
| Figure 3.24 - Approximation de l'aire de contact projetée due aux bourrelets par des demi-ellipses (Kese <i>et al.</i> , 2005). .....   | 96  |
| Figure 3.25 - Approximation de l'aire de contact projetée due aux bourrelets par des triangles.....   | 96  |
| Figure 3.26 - Approximation de l'aire de contact projetée due aux bourrelets par des triangles.....   | 97  |
| Figure 3.27 - Somme des hauteurs maximales des bourrelets en fonction de la profondeur d'indentation dans différentes orientations cristallographiques (Ann.=recuit, Cold W.=écroui).....   | 98  |
| Figure 3.28 - Valeurs de module d'indentation et de dureté avec et sans correction de l'aire de contact projetée en fonction de l'orientation cristallographique pour les échantillons électro-déposé, recuit et écroui. [*] Résultats des modèles de correction proposés par Vlassak <i>et al.</i> (Vlassak and Nix, 1993, 1994) et Delobelle <i>et al.</i> (Delobelle <i>et al.</i> , 2009, 2011) (Ann.=recuit, Cold W.=écroui, pile-ups=bourrelets)..... | 99  |
| Figure 3.29 - Influence de l'orientation de l'indenteur Berkovich dans la direction d'indentation sur les courbes d'indentation. Cas de l'échantillon électro-déposé. Trois orientations d'indenteur examinées : $0^\circ$ , $64^\circ$ et $94^\circ$ . .....   | 100 |
| Figure 3.30 - Influence de l'orientation de l'indenteur Berkovich dans la direction d'indentation sur les mesures AFM. Cas de l'échantillon électro-déposé. (a), (b) et (c) sont les topographies des empreintes avec une orientation d'indentation Berkovich de $0^\circ$ , $64^\circ$ et $94^\circ$ , respectivement. (d), (e) et (f) sont les images dérivées correspondantes. ....  | 101 |

|  |     |
|--|-----|
| Figure 3.31 - Courbes d'indentation de l'ensemble des essais réalisés sur l'échantillon recuit.....  | 102 |
| Figure 3.32 - Influence de l'orientation cristallographique sur les courbes d'indentation. Cas de l'échantillon recuit. Trois orientations cristallographiques examinées : 100, 101 et 111, sans désorientation de l'indenteur. ....   | 102 |
| Figure 3.33 - Somme des hauteurs maximales des bourrelets en fonction de la profondeur d'indentation plus de la somme des hauteurs maximales des bourrelets dans différentes orientations cristallographiques (Ann.=recuit, Cold W.=écroui).....   | 103 |
| Figure 3.34 - Influence de l'orientation cristallographique sur les mesures AFM. Cas de l'échantillon recuit. (a) et (b) sont les topographies des indentations réalisées dans la direction 100, (c) et (d) dans les directions 101 et 111, respectivement et sans désorientation de l'indenteur. (e), (f), (g) et (h) sont les images dérivées correspondantes. Les lignes de glissement émergentes sont soulignées en traits pointillés rouges et leur direction indiquée en blanc. .... | 104 |
| Figure 3.35 - Influence de l'orientation de l'indenteur Berkovich dans la direction d'indentation 101 sur les courbes d'indentation. Cas de l'échantillon recuit. Quatre orientations d'indenteur examinées : 0°, 6°, 34° et 62°.....  | 105 |
| Figure 3.36 - Position des quatre indents étudiés dans le grain orienté suivant 101 de l'échantillon recuit. (a), (b), (c) et (d) correspondent respectivement aux orientations 0°, 6°, 34° et 62° de l'indenteur. (e) Image EBSD de la zone d'étude sur l'échantillon recuit.....   | 105 |
| Figure 3.37 - Influence de l'orientation de l'indenteur Berkovich dans la direction d'indentation 101 sur les mesures AFM. Cas de l'échantillon recuit. (a), (b), (c) et (d) sont les topographies des empreintes avec une orientation respective d'indentation Berkovich de 0°, 6°, 34° et 62°. (e), (f), (g) et (h) sont les images dérivées correspondantes. Les lignes de glissement émergentes sont soulignées en traits pointillés rouges et leur direction indiquée en blanc. ....  | 106 |
| Figure 3.38 - Influence de l'orientation de l'indenteur Berkovich dans la direction d'indentation 111 sur les courbes d'indentation. Cas de l'échantillon recuit. Quatre orientations d'indenteur examinées : 0°, 30°, 61° et 91°.....   | 107 |
| Figure 3.39 - Influence de l'orientation de l'indenteur Berkovich dans la direction d'indentation 111 sur les mesures AFM. Cas de l'échantillon recuit. (a), (b), (c) et (d) sont les topographies des empreintes avec une orientation respective d'indentation Berkovich de 0°, 30°, 61° et 91°. (e), (f), (g) et (h) sont les images dérivées correspondantes. Les lignes de glissement émergentes sont soulignées en traits pointillés rouges et leur direction indiquée en blanc. .... | 108 |
| Figure 3.40 - Influence de l'orientation cristallographique sur les courbes d'indentation. Cas de l'échantillon écroui. Trois orientations cristallographiques examinées : 100, 101 et 111, avec une rotation d'indenteur de 27°.....  | 109 |
| Figure 3.41 - Influence de l'orientation cristallographique sur les mesures AFM. Cas de l'échantillon écroui. (a), (b) et (c) sont les topographies des indentations respectivement réalisées dans les directions 100, 101 et 111 et avec une désorientation d'indenteur de 27°. (d), (e), et (f) sont les images dérivées correspondantes. Les lignes de glissement émergentes sont soulignées en traits pointillés rouges et leur direction est indiquée en blanc. ....                  | 110 |

Figure 3.42 - Influence de l'orientation de l'indenteur Berkovich dans la direction d'indentation 111 sur les mesures AFM. Cas de l'échantillon écroui. (a), (b), (c) et (d) sont les topographies des empreintes avec une orientation d'indentation Berkovich de  $0^\circ$ ,  $0^\circ$ ,  $27^\circ$  et  $89^\circ$ . (e), (f), (g) et (h) sont les images dérivées correspondantes. Les lignes de glissement émergentes sont soulignées en traits pointillés rouges et leur direction est indiquée en blanc..... 111

Figure 3.43 - Influence de l'orientation de l'indenteur Berkovich dans la direction d'indentation 111 sur les courbes d'indentation. Cas de l'échantillon écroui. Trois orientations d'indenteur examinées :  $0^\circ$ ,  $27^\circ$  et  $89^\circ$ . ..... 112

Figure 3.44 - Positions des quatre indents étudiés dans le grain orienté suivant 111 de l'échantillon écroui. (a), (b), (c) et (d) correspondent respectivement aux orientations  $0^\circ$ ,  $0^\circ$ ,  $27^\circ$  et  $89^\circ$  de l'indenteur. (e) Image EBSD de la zone d'étude sur l'échantillon écroui..... 112

Figure 4.1 - (a) Influence des composantes de la matrice d'interaction sur les courbes  $P - h$  numériques. Les résultats sont issus du modèle EF de l'essai de nanoindentation pour les sept « matériaux virtuels » dans la direction 101, sans rotation d'indenteur. Comparaison avec la courbe  $P - h$  expérimentale réalisée sur l'échantillon recuit dans la direction 101. (b) Courbes d'écrouissage des sept « matériaux virtuels » (Chapitre 1.4). ..... 117

Figure 4.2 - Influence de l'orientation cristallographique sur les courbes  $P - h$  numériques en fonction de la définition de la matrice d'interaction. Analyse suivant les directions 100 (tirets), 101 (ronds) et 111 (triangles), sans rotation de l'indenteur : (a) résultats expérimentaux, (b-h) résultats numériques correspondants aux sept « matériaux virtuels »..... 119

Figure 4.3 - Influence de l'orientation d'indenteur sur les courbes  $P - h$  numériques en fonction de la définition de la matrice d'interaction. Analyse dans la direction 101 pour deux orientations d'indenteur :  $0^\circ$  (tirets) et  $34^\circ$  (ronds). (a) résultats expérimentaux, (b-h) résultats numériques correspondants aux sept « matériaux virtuels »..... 121

Figure 4.4 - Influence de la définition de la matrice d'interaction sur les topographies résiduelles numériques : (a) profils des bourrelets obtenus le long d'un parcours triangulaire standard et (b-h) topographies dans la direction 100. Les résultats sont issus des simulations EF de l'essai de nanoindentation Berkovich pour sept « matériaux virtuels » sans rotation d'indenteur. .... 123

Figure 4.5 - Influence de la définition de la matrice d'interaction sur les topographies résiduelles numériques : (a) profils des bourrelets obtenus le long d'un parcours triangulaire standard et (b-h) topographies dans la direction 101. Les résultats sont issus des simulations EF de l'essai de nanoindentation Berkovich pour sept « matériaux virtuels » sans rotation d'indenteur. .... 124

Figure 4.6 - Influence de la définition de la matrice d'interaction sur les topographies résiduelles numériques : (a) profils des bourrelets obtenus le long d'un parcours triangulaire standard et (b-g) topographies dans la direction 111. Les résultats sont issus des simulations EF de l'essai de nanoindentation Berkovich pour sept « matériaux virtuels » sans rotation d'indenteur. .... 125

Figure 4.7 - Influence de la définition de la matrice d'interaction sur les topographies résiduelles numériques : (a) profils des bourrelets obtenus le long d'un parcours triangulaire standard et (b-h) topographies dans la direction 101. Les résultats sont issus des simulations EF de l'essai de nanoindentation Berkovich pour sept « matériaux virtuels » avec une rotation d'indenteur de  $34^\circ$ ... 126

|  |     |
|--|-----|
| Figure 4.8 - Confrontation des topographies résiduelles numériques dans la direction 100 (« matériaux virtuels » (3)-(7)) et expérimentales (noire). (a) Profils des bourrelets obtenus le long d'un parcours triangulaire standard. (b) Topographie résiduelle expérimentale de l'indentation réalisée dans la direction 100 (Figure 3.34a). .....  | 127 |
| Figure 4.9 - Confrontation des topographies résiduelles numériques dans la direction 101 (« matériaux virtuels » (3)-(7)) et expérimentales (noire). (a) Profils des bourrelets obtenus le long d'un parcours triangulaire standard. (b) Topographie résiduelle expérimentale de l'indentation réalisée dans la direction 101 (Figure 3.34c). .....  | 128 |
| Figure 4.10 - Confrontation des topographies résiduelles numériques dans la direction 111 (« matériaux virtuels » (3)-(7)) et expérimentales (noire). (a) Profils des bourrelets obtenus le long d'un parcours triangulaire standard. (b) Topographie résiduelle expérimentale de l'indentation réalisée dans la direction 111 (Figure 3.34d). ..... | 128 |
| Figure 4.11 - (a) Confrontation des topographies résiduelles : (b) numériques dans la direction 100 (« matériaux virtuels » (Ecroui)), (c) expérimentale dans la direction 100 sur l'échantillon de nickel écroui, (d) expérimentale dans la direction 100 sur échantillon de nickel recuit.....   | 129 |
| Figure 4.12 - Confrontation des courbes d'indentation : numérique dans la direction 100 (« matériaux virtuels » (Ecroui)) (noire), expérimentale dans la direction 100 sur l'échantillon de nickel écroui (rouge). .....   | 130 |
| Figure 4.13 - Résultats de l'étude stabilité des données issues du modèle EF de l'essai de nanoindentation : (a) courbe d'indentation, (b) topographie résiduelle tronquée au centre. ....   | 131 |
| Figure 4.14 - Superposition des courbes $P1 - h$ résultantes du calcul nominal (noire) et des simulations où chaque paramètre $\theta_j$ a été respectivement perturbé.....  | 132 |
| Figure 4.15 - (a) Vecteurs de sensibilité de la courbe d'indentation $P1$ aux paramètres matériau $\theta_j$ . (b) Norme euclidienne des vecteurs de sensibilité.....  | 133 |
| Figure 4.16 - Redéfinition vectorielle d'une topographie. Les composantes de la matrice sont incluses dans un vecteur en suivant son contour par incrémentation jusqu'en son centre (trajet rouge). A, B et C sont trois points particuliers de la topographie.....  | 133 |
| Figure 4.17 – Définition du vecteur-réponses $Z1$ pour le calcul de sensibilité. Exemple sur le profil D-D de la Figure 4.16. ....   | 134 |
| Figure 4.18 - (a) Vecteurs de sensibilité de la topographie $Z1$ aux paramètres $\theta_j$ . (b) Norme euclidienne des vecteurs de sensibilité. Les points A, B et C sont définis en Figure 4.16.....  | 135 |
| Figure 4.19 - Norme euclidienne des vecteurs de sensibilité de la topographie $Z1$ aux paramètres $\theta_j$ lorsque la topographie est entière puis tronquée au centre de $25 \times 25$ pxl2, $50 \times 50$ pxl2, $75 \times 75$ pxl2, $100 \times 100$ pxl2, $125 \times 125$ pxl2 et $150 \times 150$ pxl2.....                                 | 136 |
| Figure 4.20 - (a) Vecteurs de sensibilité aux paramètres $\theta_j$ de la topographie $Z1$ tronquée de $125 \times 125$ pxl2. (b) Norme euclidienne des vecteurs de sensibilité. Les points A et B sont définis en Figure 4.16.....  | 137 |
| Figure 4.21 - Evolution de l'indice d'identifiabilité $IZ1$ en fonction des mesures de la topographie $Z1$ : calcul d'identifiabilité de tous les paramètres (bleue), des paramètres d'écroutissage isotrope $r0, q, b$ (verte) et des coefficients $h1, h2, h3, h4, h5, h6$ de la matrice d'interaction (rouge). .....                              | 140 |

Figure 4.22 - Résultats numériques des topographies non perturbées  $Z1$  : (a) sans troncature et (c) avec troncature de  $125 \times 125$  pxl2 en son centre ;  $Z2$  : (b) sans troncature et (d) avec troncature de  $125 \times 125$  pxl2 en son centre.  $A_1, B_1, A_2$  et  $B_2$  sont quatre points particuliers sur les topographies. 141

Figure 4.23 - Vecteurs de sensibilité aux paramètres  $\theta_j$  des deux topographies  $Z1$  et  $Z2$  tronquées de  $125 \times 125$  pxl2. Les points  $A_1, B_1, A_2$  et  $B_2$  sont définis en Figure 4.22. .... 142

Figure 4.24 - Norme euclidienne des sensibilités du vecteur-réponses  $yr$  aux paramètres  $\theta_j$  :  $yr = Z1$  (bleues) et  $yr = Z1, Z2$  (vertes). .... 143

Figure 4.25 - Evolution de l'indice d'identifiabilité en fonction des mesures des deux topographies  $Z1$  et  $Z2$  : calcul d'identifiabilité de tous les paramètres (bleue), des paramètres d'écroutissage isotrope  $r_0, q, b$  (verte) et des termes de la matrice d'interaction (rouge). .... 145

Figure 5.1 – Criblage de l'espace des orientations relatives indenteur/grain pour le calcul de l'indice d'identifiabilité à partir d'une topographie, à l'image des travaux de Zambaldi *et al.* (Zambaldi and Raabe, 2010)..... 152

# Liste des tableaux

|   |    |
|---|----|
| Tableau 1.1 - Définition des systèmes de glissement des structures CFC. Notation de Schmid et Boas (Schmid and Boas, 1935). .....   | 9  |
| Tableau 1.2 - Les six types d'interaction au sein de la structure CFC. Détails des propriétés géométriques entre normale au plan $ns$ et direction de glissement $ls$ .....   | 11 |
| Tableau 1.3 - Matrice d'interaction entre les 12 systèmes de glissement d'une structure CFC. ....   | 11 |
| Tableau 1.4 - Exemples de coefficients de plusieurs matrices d'interaction pour plusieurs études. ....  | 13 |
| Tableau 1.5 - Variables thermodynamiques intervenant dans les équations constitutives de la loi de M-C $s = 1; \dots 12$ . .....  | 20 |
| Tableau 1.6 - Paramètres associés à la loi de M-C.....  | 20 |
| Tableau 1.7 - Equations régissant la viscoplasticité de la loi de M-C $s = 1; \dots 12$ .....   | 20 |
| Tableau 1.8 - Identification des paramètres associés à la loi de M-C par Gérard <i>et al.</i> et Guery. ....  | 26 |
| Tableau 1.9 - Définitions des sept « matériaux virtuels » issues du protocole numérique. Choix des paramètres d'élasticité $C_{11}, C_{12}$ et $C_{44}$ . .....   | 30 |
| Tableau 1.10 - Analogies entre nos conditions matérielles et expérimentales et celles de Rao et Varma pour l'étude de la viscosité sur échantillons de nickel polycristallins (Rao and Varma, 1993). .....              | 31 |
| Tableau 1.11 - Définitions des sept « matériaux virtuels » issues du protocole numérique. Choix des paramètres de viscosité $K$ et $n$ .....  | 31 |
| Tableau 1.12 - Définitions des sept « matériaux virtuels » issues du protocole numérique. Choix des paramètres $r_0$ et $b$ . .....   | 33 |
| Tableau 1.13 - Définitions des sept « matériaux virtuels » issues du protocole numérique. Choix des paramètres $h_1, h_2, h_3, h_4, h_5, h_6$ . Chaque « matériau virtuel » favorise une des six interactions $hi$ . .. | 34 |
| Tableau 1.14 - Définitions des sept « matériaux virtuels » issues du protocole numérique. Définition d'un intervalle solution $\Delta q$ . .....  | 35 |
| Tableau 1.15 – Nombre de grains $i$ considéré dans le modèle EF de l'essai de traction sur l'agrégat polycristallin $polyi$ . .....   | 37 |
| Tableau 1.16 - Définitions des sept « matériaux virtuels » issues du protocole numérique. Résultats de recalage $q$ du modèle de l'essai de traction sur VER polycristallin. ....                                       | 39 |
| Tableau 2.1 - Tailles des éléments finis de la zone raffinée des neuf maillages utilisées pour l'étude de   |    |

|   |     |
|---|-----|
| convergence à profondeur d'indentation $hm = 900$ nm. ....  | 52  |
| Tableau 3.1 - Performances des têtes de nanoindentation NHT <sup>2</sup> et UNHT. ....  | 78  |
| Tableau 3.2 - Indentation Berkovich : gammes de force d'asservissement retenues par échantillon. ....   | 81  |
| Tableau 4.1 - Définition du « matériau virtuel » représentatif du comportement de l'échantillon de nickel écroui issue du protocole numérique. ....   | 130 |
| Tableau 4.2 - Calcul de l'identifiabilité $IP1$ des couples de paramètres de plasticité à partir de la courbe d'indentation $P1$ . $IP1 \leq 2$ (vert), $IP1 > 2$ (orange). ....  | 139 |
| Tableau 4.3 - Calcul de l'identifiabilité $IZ1$ des couples de paramètres de plasticité à partir de la topographie $Z1$ . $IZ1 \leq 2$ (vert), $IZ1 > 2$ (orange). ....   | 141 |
| Tableau 4.4 - Calcul de l'identifiabilité des couples de paramètres de plasticité : $IZ1$ à partir de la topographie $Z1$ (bleue), $IZ1 + Z2$ à partir des deux topographies $Z1$ et $Z2$ (vert). $I \leq 2$ (vert), $I > 2$ (orange). ....   | 143 |
| Tableau 4.5 – Récapitulatif des valeurs minimales et maximales d'identifiabilité pour toutes les combinaisons de paramètres de plasticité de la loi de M-C en tenant compte : d'une courbe d'indentation seule $IP1$ , d'une topographie seule $IZ1$ et de deux topographies $IZ1 + Z2$ . $I \leq 2$ (vert), $2 < I \leq 3$ (orange) et $I > 3$ (rouge). .... | 146 |
| Tableau 5.1 - Tableau exhaustif des conditions expérimentales des essais de nanoindentation réalisés et des mesures AFM sur les trois échantillons de nickel polycristallins testés. Les simulations présentées ont été réalisées dans les conditions proches de celles soulignées. ....  | 150 |

# Introduction générale

La miniaturisation des systèmes amène les technologies actuelles à solliciter des objets de types membranes, films minces, micro ou nano structurés dont les dimensions tendent à coïncider avec la microstructure même du matériau. Dans la majorité des cas, les propriétés mécaniques de ces matériaux ne peuvent pas être extraites des techniques et des méthodes de caractérisation à l'échelle macroscopique (Figure 1a). La transition d'échelle tend à s'éloigner d'une certaine homogénéité matérielle et se complexifie à mesure que l'échelle d'étude s'affine. L'accès aux valeurs des paramètres associés aux lois de comportement du matériau devient alors très difficile.

Dans le cas des matériaux métalliques, la description de l'écoulement de la matière diffère en fonction du volume élémentaire représentatif considéré. Elle s'inscrit dans le cadre de la mécanique des milieux continus pour des fractions de volume polycristallin (Figure 1b) ou monocristallin (Figure 1d). Aux échelles inférieures, la modélisation des déformations mécaniques est discrétisée dans le temps et l'espace à l'aide de modèles de dynamique des dislocations (Figure 1e), ou moléculaires (Figure 1f).

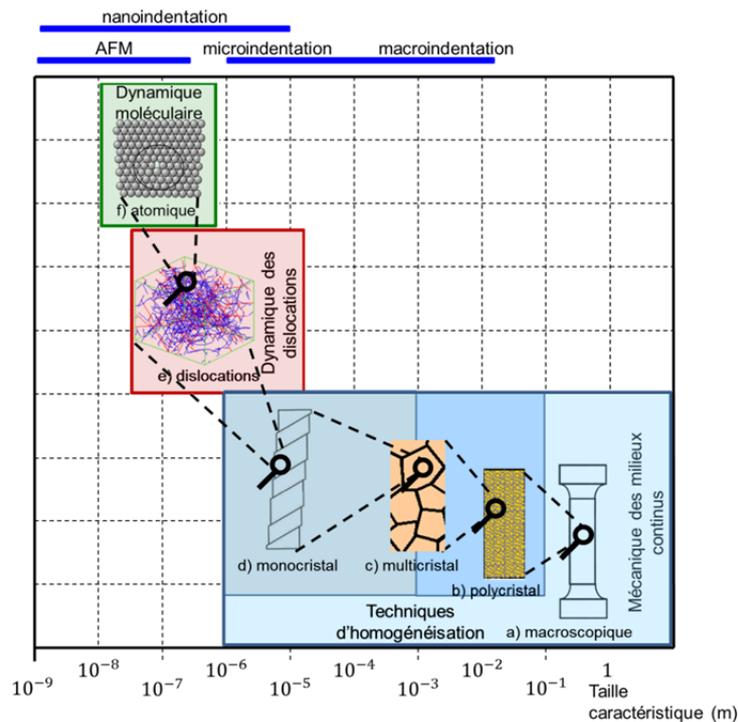


Figure 1 - Différentes échelles d'étude des déformations mécaniques (Fivel and Forest, 2004; Saai, 2007).

Cette thèse vise à étudier le comportement des matériaux métalliques à l'échelle monocristalline dans le cas particulier des structures cubiques à faces centrées (CFC). A ce niveau, le monocristal est vu comme une collection de systèmes de glissement sur lesquels s'opère la déformation plastique. Adaptée à la microstructure du monocristal, la loi de Méric-Cailletaud (Cailletaud, 1987; Méric *et al.*, 1991; Méric and Cailletaud, 1991) est choisie pour régir l'écoulement de la matière. Simple à mettre en œuvre sous le code éléments finis ZéBuLon, elle permet un compromis judicieux entre complexité et temps de calcul. Elle fait intervenir une dizaine de paramètres afin de retranscrire le phénomène d'écrouissage. Six d'entre eux forment une matrice  $12 \times 12$  représentant le pouvoir durcissant associé aux interactions de dislocations entre les 12 systèmes de glissement. Les fortes non-linéarités de cette loi sont un obstacle de taille à la détermination des paramètres associés et en particulier des six termes de la matrice d'interaction. L'identification paramétrique par recalage de modèles EF d'essais sur polycristaux est toujours un sujet d'actualité (Gérard, 2008; Gérard *et al.*, 2009; Guery, 2014).

Les travaux présentés dans ce mémoire exploitent des échantillons de nickel polycristallins. La taille caractéristique des grains les composant ( $10^{-4}$  m) limite le choix des outils de mesure. L'indentation instrumentée, ou nanoindentation, se trouve être une technique expérimentale bien adaptée à ce type d'étude. Basée sur le principe de l'essai de dureté, elle permet, entre autres, de solliciter des volumes de matière de quelques micromètres cubes tout en conservant une très grande précision de mesure. Durant l'essai de nanoindentation, l'instrument mesure en continu la force appliquée  $P$  sur l'indenteur et la profondeur d'indentation  $h$ . Basé sur les travaux de Sneddon *et al.* (Harding and Sneddon, 1945; Sneddon, 1965), puis d'Oliver et Pharr (Oliver and Pharr, 1992) et de Vlassak et Nix (Vlassak and Nix, 1993, 1994), la courbe d'indentation ( $P - h$ ) peut être exploitée afin de déterminer localement des modules d'élasticité et des duretés.

A l'échelle macroscopique, de nombreuses études ont tenté d'exploiter la courbe d'indentation afin d'identifier les paramètres associés à des lois élasto-plastiques « simples » (de type puissance, par exemple) ne comportant parfois pas plus de trois paramètres. La conclusion générale qui en ressort est qu'il est généralement impossible d'identifier correctement les paramètres à partir de la courbe ( $P - h$ ) seule, que l'indenteur soit de forme conique, pyramidale ou même sphérique. Les solutions obtenues sont la plupart du temps instables et résultent plus d'un travail de « recalage » que « d'identification ». En 1999, Cheng et Cheng (Cheng and Cheng, 1999a) sont les premiers à mettre en doute la possibilité d'identifier de façon unique les paramètres d'une loi d'érouissage de type puissance à partir de la charge et de la décharge de la courbe d'indentation obtenue par indentation conique ou pyramidale. Ils montrent numériquement que des matériaux très différents peuvent engendrer des courbes d'indentation quasiment indistinguables (Figure 2).

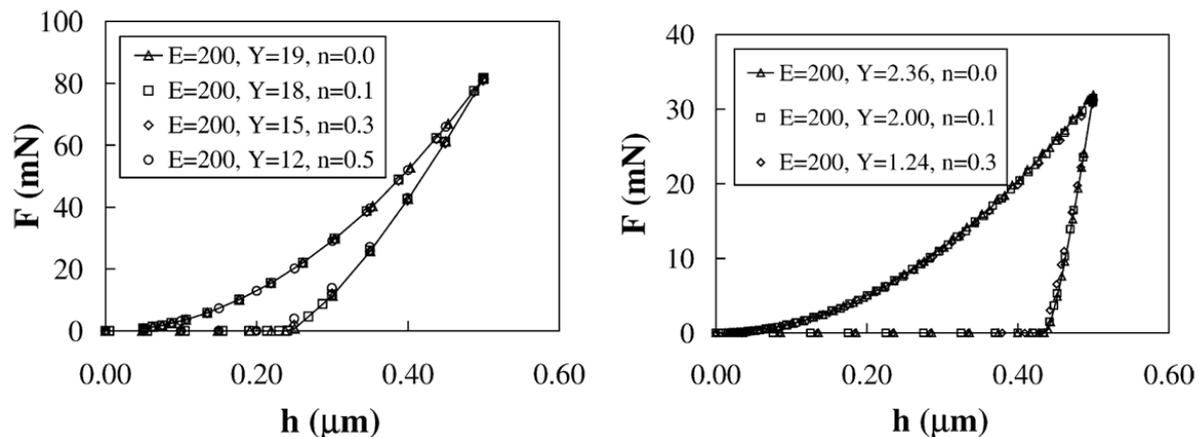


Figure 2 - Courbes d'indentation conique ( $68^\circ$ ) identiques obtenues numériquement pour différents matériaux (Cheng and Cheng, 1999a) : (a) matériaux au comportement fortement élastique, (b) matériaux au comportement fortement plastique.  $E$  est le module d'Young,  $Y$  la limite d'élasticité et  $n$  le coefficient d'érouissage d'une loi élasto-plastique de type puissance.

Puisque c'est a priori très compliqué dans le cas de lois « simples » à l'échelle macroscopique, il est difficilement envisageable d'identifier tous les paramètres associés à la loi de Méric-Cailletaud à partir de la courbe d'indentation seule.

Ces travaux de thèse tentent de remédier à ce problème en exploitant non seulement la courbe ( $P - h$ ) mais également la topographie résiduelle de l'empreinte Berkovich (indenteur pyramidal à base triangulaire). Bolzon *et al.* (Bolzon *et al.*, 2004) et Bocciarelli *et al.* (Bocciarelli *et al.*, 2005) sont les premiers à utiliser les topographies pour identifier les paramètres de lois de plasticité macroscopiques par recalage de modèle EF de l'essai d'indentation. Zambaldi et Raabe affirment que « la surface libre autour de l'indentation, la topographie des bourrelets, peuvent être utilisées comme une empreinte digitale du processus de déformation du cristal » (Zambaldi and Raabe, 2010). En effet, dans ces études, les bourrelets formés autour de l'empreinte pendant l'indentation (Figure 3), contiennent de précieuses informations pour l'identification paramétrique. Qu'en est-il pour la loi de plasticité monocristalline de Méric-Cailletaud ? Les courbes de nanoindentation Berkovich et les topographies d'empreinte en particulier peuvent-elles apporter assez d'information pour identifier ces paramètres par méthode inverse ?

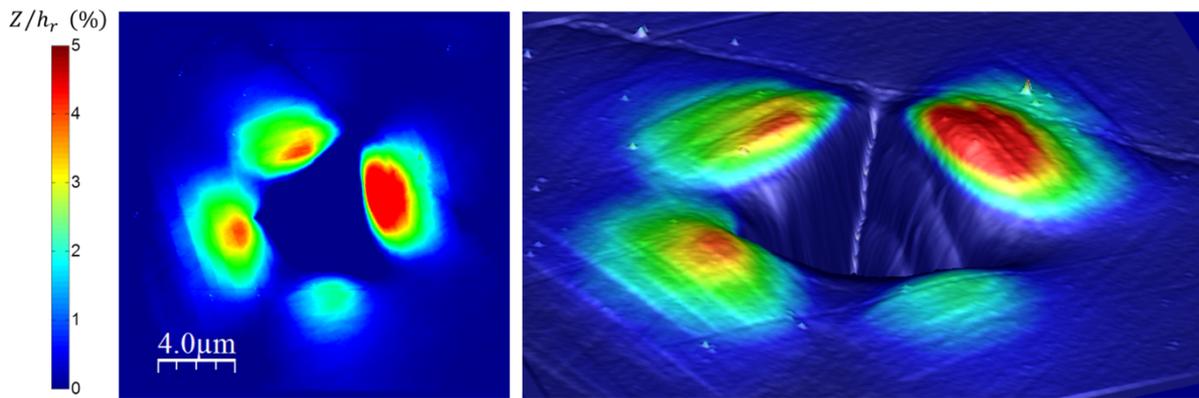


Figure 3 - Topographie expérimentale d'une empreinte d'indentation Berkovich sur un échantillon de nickel recuit polycristallin. Mise en évidence du phénomène de formation de bourrelets à l'échelle du grain.

**L'objectif final de cette thèse est de proposer une méthode permettant de quantifier l'identifiabilité de tout ou partie des paramètres associés à la loi de Méric-Cailletaud, notamment les termes de la matrice d'interaction, à l'échelle du grain à partir des courbes d'indentation et des topographies d'empreinte Berkovich.**

Le travail s'articule autour de quatre chapitres :

- Le chapitre 1 introduit les mécanismes physiques de déformation plastique à l'échelle du monocristal et la loi de Méric-Cailletaud. Le rôle et l'expression de la matrice d'interaction des dislocations y sont décrits en détail. Une loi de plasticité monocristalline quasi-physique, basée sur les densités de dislocations, est présentée et mise en parallèle. Deux récentes méthodes d'identification des paramètres associés à la loi de Méric-Cailletaud sont présentées et commentées afin de situer les travaux de cette thèse sur ce sujet. Les trois échantillons de nickel polycristallin, sur lesquels se base l'étude, sont introduits. Un protocole numérique est proposé pour choisir des jeux de paramètres associés à la loi de Méric-Cailletaud. Ils définissent des « matériaux virtuels » monocristallins représentatifs du comportement des échantillons de nickel en traction à l'échelle polycristalline. C'est autour de la définition de ces « matériaux virtuels » que l'on va étudier l'identifiabilité des paramètres à partir des courbes d'indentation et des topographies issues des simulations de l'essai de nanoindentation.
- Le chapitre 2 fait un inventaire bibliographique des techniques et méthodes adaptées à la caractérisation des métaux à l'échelle intragranulaire, à savoir l'indentation instrumentée, la microscopie à force atomique (AFM), la modélisation éléments finis (EF) de l'essai de nanoindentation sous le code ZéBuLon et l'analyse inverse de l'essai. La méthode de recalage de modèle EF de l'essai de nanoindentation, prévue pour l'identification paramétrique, est décrite. Un indice d'identifiabilité est proposé afin d'analyser le caractère plus ou moins bien posé du problème inverse. Cet indice permet de quantifier la richesse de l'information contenue dans les topographies résiduelles et les courbes d'indentation.
- Le chapitre 3 présente la campagne expérimentale réalisée sur les échantillons de nickel polycristallins dont on souhaite caractériser le comportement à l'échelle du monocristal. Les

conditions expérimentales des essais de nanoindentation Berkovich réalisés y sont décrites, à savoir l'orientation cristallographique du grain indenté et l'orientation de l'indenteur dans la direction d'indentation. Cette campagne a pour but d'élaborer une base de données expérimentale de courbes d'indentation et de topographies par mesures AFM sur laquelle s'appuyer pour l'identification paramétrique. Une étude théorique sur un cristal de structure CFC analyse en détail l'influence de l'orientation relative indenteur/grain sur la formation de bourrelets autour des empreintes d'indentation et sur l'activité des dislocations au niveau des systèmes de glissement. Elle est confrontée aux mesures expérimentales réalisées.

- Dans le chapitre 4, l'impact de la définition de la matrice d'interaction sur la courbe d'indentation et la topographie est examiné. Une analyse numérique de la sensibilité locale de ces deux réponses aux paramètres de plasticité associés à la loi de Méric-Cailletaud est présentée. Enfin, les résultats d'identifiabilité de ces paramètres à partir d'une courbe d'indentation seule, d'une topographie seule et à partir de deux topographies viennent clore ce chapitre.



$$\dot{\gamma}^s = \left\langle \frac{|\tau^s| - r^s - r_0}{K} \right\rangle^n \text{signe}(\tau^s)$$

$$r^s = q \sum_{r=1}^{12} h^{sr} (1 - \exp(-bv^s))$$

$$\dot{v}^s = |\dot{\gamma}^s|$$

## Chapitre 1

# Déformation plastique à l'échelle granulaire

*Ce chapitre est consacré à la plasticité monocristalline : les mécanismes physiques de déformation, les interactions entre systèmes de glissement, la modélisation de l'écoulement local de la matière selon Méric-Cailletaud et des méthodes récentes d'identification paramétrique y sont présentés.*

*On introduit les trois échantillons de nickel polycristallins sur lesquels se basent ces travaux de thèse. Un protocole numérique est établi afin d'estimer des jeux de paramètres associés à la loi Méric-Cailletaud. Il permet de définir des « matériaux virtuels » monocristallins représentatifs du comportement des échantillons de nickel en traction à l'échelle polycristalline.*

|        |  |    |
|--------|--|----|
| 1.1.   | Mécanismes de plasticité.....  | 8  |
| 1.1.1. | Systèmes de glissement.....  | 8  |
| 1.1.2. | Conditions d'écoulement.....   | 9  |
| 1.1.3. | Ecrouissage et interaction entre dislocations.....                       | 10 |
| 1.2.   | Lois constitutives de l'élasto-viscoplasticité à l'échelle du grain..... | 14 |
| 1.2.1. | Cinématique de déformation cristalline.....                              | 14 |
| 1.2.2. | Formalisme thermodynamique.....  | 17 |
| 1.2.3. | Elasticité.....  | 18 |
| 1.2.4. | Viscoplasticité.....   | 18 |
| 1.2.5. | Matrices d'interaction des dislocations.....                             | 21 |
| 1.2.6. | Lien avec les densités de dislocations.....                              | 22 |
| 1.3.   | Sur l'identification des paramètres de la loi de Méric-Cailletaud.....   | 23 |
| 1.3.1. | Notion d'identifiabilité paramétrique.....                               | 23 |
| 1.3.2. | Etudes récentes.....   | 24 |
| 1.4.   | Echantillons de nickel étudiés.....                                      | 27 |
| 1.4.1. | Matériaux.....   | 27 |
| 1.4.2. | « Matériaux virtuels » représentatifs.....                               | 29 |
| 1.5.   | Conclusions.....   | 40 |

## 1.1. Mécanismes de plasticité

Cette section introduit les mécanismes de déformation, élastique et inélastique, au niveau du grain. A cette échelle, l'interaction des grains voisins n'intervient pas. Sous sollicitation mécanique, la structure peut en premier lieu se déformer de manière élastique puis inélastique. La composante élastique provient de la déformation réversible du réseau cristallin et intervient pour des déformations très faibles. L'origine de la déformation inélastique, à cette échelle et à température ambiante, est principalement associée au mécanisme de glissement plastique des dislocations au sein du réseau atomique. Ces défauts linéaires peuvent être naturellement très présents dans la matière. Leur densité peut varier entre  $10$  et  $10^7$  km/cm<sup>3</sup> selon l'état d'écroutissage du matériau (Lemaitre *et al.*, 2009), soit supérieure à la distance Terre-Lune si les lignes de dislocation sont mises bout à bout. Leur propagation dans le cristal s'effectue au niveau des systèmes de glissement, propres à la structure cristalline de la phase considérée. On se limite à l'étude du glissement plastique au sein de la structure cubique à faces centrées (CFC), qui est la structure cristallographique du nickel.

### 1.1.1. Systèmes de glissement

La propagation des dislocations par glissement plastique s'effectue sur les plans et suivant les directions cristallographiques les plus denses en atomes. Le monocristal est vu alors comme une collection de systèmes de glissement. La structure CFC en dénombre douze, définis par la famille de plans  $\{111\}$  et de directions  $\langle 110 \rangle$ , selon les indices de Miller. Un système de glissement  $s$  est alors caractérisé par sa normale au plan  $\mathbf{n}^s$  et sa direction  $\mathbf{l}^s$  de glissement. Les 12 systèmes de glissement présents dans une structure CFC sont énumérés dans le Tableau 1.1 avec la convention de Schmid et Boas (Schmid and Boas, 1935).

Les dislocations sont initialement présentes dans la matière ou peuvent être formées par nucléation et multiplication (ex : sources de Frank-Read). Selon la contrainte appliquée, les dislocations d'un ou plusieurs systèmes de glissement peuvent se mouvoir. Il existe ainsi une condition de glissement de celles-ci sur chacun des systèmes. Une fois mises en mouvement, les dislocations peuvent être : éliminées en débouchant en surface libre du matériau, annihilées par la rencontre de dislocations de signe opposé ou stockées par blocage en présence d'obstacles ou en interagissant avec d'autres dislocations.

| Plans               | Directions          | Systèmes $s$ |
|---------------------|---------------------|--------------|
| B : (111)           | $[\bar{1}01]$       | 1 : B4       |
|                     | $[0\bar{1}1]$       | 2 : B2       |
|                     | $[\bar{1}\bar{1}0]$ | 3 : B5       |
| D : (1 $\bar{1}$ 1) | $[\bar{1}01]$       | 4 : D4       |
|                     | $[011]$             | 5 : D1       |
|                     | $[110]$             | 6 : D6       |
| A : ( $\bar{1}$ 11) | $[0\bar{1}1]$       | 7 : A2       |
|                     | $[110]$             | 8 : A6       |
|                     | $[101]$             | 9 : A3       |
| C : (11 $\bar{1}$ ) | $[\bar{1}\bar{1}0]$ | 10 : C5      |
|                     | $[101]$             | 11 : C3      |
|                     | $[011]$             | 12 : C1      |

Tableau 1.1 - Définition des systèmes de glissement des structures CFC.  
Notation de Schmid et Boas (Schmid and Boas, 1935).

### 1.1.2. Conditions d'écoulement

L'amorçage du glissement des dislocations, sur un système  $s$  donné, est lié au champ de contrainte  $\bar{\sigma}$  exercé sur le monocristal. La projection du tenseur des contraintes de Cauchy  $\bar{\sigma}$  sur le système de glissement  $s$  définit la cission projetée  $\tau^s$  :

$$\tau^s = \bar{\sigma} : \bar{\mathbf{m}}^s \quad (1.1)$$

où  $\bar{\mathbf{m}}^s$  est la partie symétrique du tenseur d'orientation du système de glissement  $s$ , ou tenseur de Schmid, définie par :

$$\bar{\mathbf{m}}^s = \frac{1}{2}(\mathbf{l}^s \otimes \mathbf{n}^s + \mathbf{n}^s \otimes \mathbf{l}^s) \quad (1.2)$$

Les dislocations présentes sur le système  $s$  deviennent alors mobiles si la cission projetée  $\tau^s$  atteint une valeur seuil, la cission critique  $\tau_c^s$ . C'est la condition générale d'écoulement établie par la loi de Schmid :

$$|\tau^s| - \tau_c^s = 0 \quad (1.3)$$

D'après Schmid, la cission critique  $\tau_c^s$  est donnée par la valeur de cission projetée  $\tau^s$  la plus importante parmi tous les systèmes. Cette définition de la forme de la surface de charge dans l'espace des contraintes de Cauchy exclusivement géométrique et ne tient pas compte des phénomènes d'écrouissage au sein du cristal et donc de l'évolution de la cission critique  $\tau_c^s$ .

### 1.1.3. Ecrouissage et interaction entre dislocations

L'écrouissage est le durcissement du matériau par déformation plastique. A l'échelle du grain, ce durcissement est lié aux obstacles que rencontrent les dislocations potentiellement en mouvement. A température ambiante, la cause principale contribuant à l'écrouissage est la présence des dislocations de la forêt au sein du cristal. Au cours de son glissement, une dislocation active peut en rencontrer d'autres sur des systèmes de glissement différents, appelées arbres de la forêt. Cette ligne de dislocation vient alors s'épingler sur ces dislocations. Il y a donc interaction entre ces défauts appartenant à différents systèmes de glissement (Figure 1.1). Le mécanisme de Frank-Read génère la multiplication des dislocations de la forêt pendant la déformation plastique, augmentant la probabilité d'interaction entre dislocations. On parle alors d'écrouissage latent, qui s'oppose à l'auto-écrouissage et qui concerne l'interaction de dislocations appartenant au même système de glissement. Hirth (Hirth, 1961) établit l'inventaire de ces interactions pour les structures CFC.

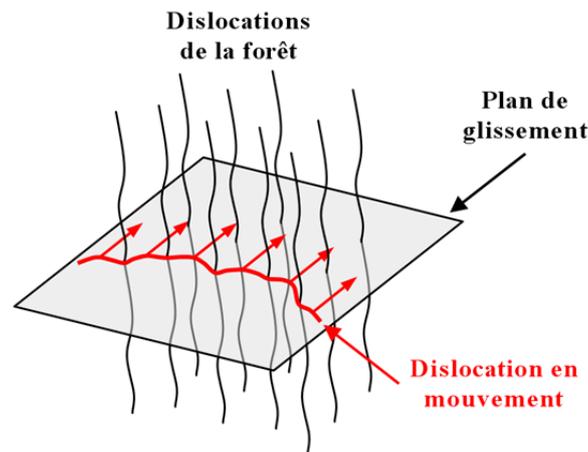


Figure 1.1 - Ecrouissage de la forêt (Schwartz, 2011).

La prise en compte des interactions entre systèmes de glissement dans la définition de la cission critique  $\tau_c^s$  est donc primordiale. Cependant, leur description et la quantification de leur pouvoir durcissant restent peu documentées. Leur étude est possible au travers d'essais de durcissement latent (Kocks and Brown, 1966; Jackson and Basinski, 1967; Franciosi *et al.*, 1980; Franciosi and Zaoui, 1982). La procédure expérimentale consiste à réaliser des combinaisons d'essais de traction en glissement simple sur un échantillon monocristallin. Un système primaire est activé par un premier essai de traction. Des éprouvettes sont ensuite découpées sur l'échantillon primaire suivant différents angles afin que les systèmes de glissement sécants soient soumis à un second essai de traction en glissement simple. En procédant ainsi sur des échantillons de cuivre et d'aluminium, Franciosi *et al.* (Franciosi *et al.*, 1980) mesurent le pouvoir durcissant associé aux interactions entre un système primaire  $s$  et un système secondaire  $r$  par le rapport d'écrouissage  $h^{sr}$  :

$$h^{sr} = \frac{\tau^r}{\tau^s} \quad (1.4)$$

De par les symétries de la structure CFC, certaines interactions sont de même nature, donnant six types d'interactions différentes ( $h_1, h_2, h_3, h_4, h_5, h_6$ ) répertoriés dans le Tableau 1.2 :

|       | Interactions      | Propriétés géométriques<br>entre systèmes de glissement  |
|-------|-------------------|--|
| $h_1$ | Auto-écrouissage  | $\mathbf{n}^s = \mathbf{n}^r, \quad \mathbf{l}^s = \mathbf{l}^r$   |
| $h_2$ | Coplanaire        | $\mathbf{n}^s = \mathbf{n}^r, \quad \mathbf{l}^s \neq \mathbf{l}^r$  |
| $h_3$ | Verrou de Hirth   | $\mathbf{n}^s \neq \mathbf{n}^r, \quad \mathbf{l}^s \cdot \mathbf{l}^r = 0$  |
| $h_4$ | Colinéaire        | $\mathbf{n}^s \neq \mathbf{n}^r, \quad \mathbf{l}^s = \mathbf{l}^r$  |
| $h_5$ | Jonction glissile | $\mathbf{n}^s \neq \mathbf{n}^r, \quad \mathbf{l}^s \cdot \mathbf{l}^r \neq 0, \quad \mathbf{l}^s \wedge \mathbf{l}^r = \begin{cases} \pm \mathbf{n}^s \\ \text{ou} \\ \pm \mathbf{n}^r \end{cases}$ |
| $h_6$ | Verrou de Lomer   | $\mathbf{n}^s \neq \mathbf{n}^r, \quad \mathbf{l}^s \neq \mathbf{l}^r, \quad \mathbf{l}^s \wedge \mathbf{l}^r \neq \begin{cases} \pm \mathbf{n}^s \\ \text{et} \\ \pm \mathbf{n}^r \end{cases}$      |

Tableau 1.2 - Les six types d'interaction au sein de la structure CFC.  
Détails des propriétés géométriques entre normale au plan  $\mathbf{n}^s$  et direction de glissement  $\mathbf{l}^s$ .

Les six coefficients définissent les interactions entre systèmes : de même plan et de même direction ( $h_1$ ) ; de même plan mais de directions différentes ( $h_2$ ) ; de plans différents et de directions orthogonales ( $h_3$ ) ; de plans différents mais de même direction ( $h_4$ ) ; de plans différents, de directions non-coplanaires et non-orthogonales ( $h_5$ ) ; de plans différents, de directions différentes mais coplanaires ( $h_6$ ). Dans le cadre de la plasticité monocristalline, Franciosi (Franciosi, 1985) introduit une matrice d'interaction  $12 \times 12$  représentative des interactions entre les 12 systèmes de glissement d'un cristal CFC (Tableau 1.3) :

| $\begin{matrix} s \\ r \end{matrix}$ | 1     | 2     | 3     | 4          | 5     | 6     | 7     | 8     | 9     | 10    | 11    | 12    |
|--------------------------------------|-------|-------|-------|------------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
| 1                                    | $h_1$ | $h_2$ | $h_2$ | $h_4$      | $h_5$ | $h_5$ | $h_5$ | $h_6$ | $h_3$ | $h_5$ | $h_3$ | $h_6$ |
| 2                                    |       | $h_1$ | $h_2$ | $h_5$      | $h_3$ | $h_6$ | $h_4$ | $h_5$ | $h_5$ | $h_5$ | $h_6$ | $h_3$ |
| 3                                    |       |       | $h_1$ | $h_5$      | $h_6$ | $h_3$ | $h_5$ | $h_3$ | $h_6$ | $h_4$ | $h_5$ | $h_5$ |
| 4                                    |       |       |       | $h_1$      | $h_2$ | $h_2$ | $h_6$ | $h_5$ | $h_3$ | $h_6$ | $h_3$ | $h_5$ |
| 5                                    |       |       |       |            | $h_1$ | $h_2$ | $h_3$ | $h_5$ | $h_6$ | $h_5$ | $h_5$ | $h_4$ |
| 6                                    |       |       |       |            |       | $h_1$ | $h_5$ | $h_4$ | $h_5$ | $h_3$ | $h_6$ | $h_5$ |
| 7                                    |       |       |       |            |       |       | $h_1$ | $h_2$ | $h_2$ | $h_6$ | $h_5$ | $h_3$ |
| 8                                    |       |       |       | Symétrique |       |       |       | $h_1$ | $h_2$ | $h_3$ | $h_5$ | $h_6$ |
| 9                                    |       |       |       |            |       |       |       |       | $h_1$ | $h_5$ | $h_4$ | $h_5$ |
| 10                                   |       |       |       |            |       |       |       |       |       | $h_1$ | $h_2$ | $h_2$ |
| 11                                   |       |       |       |            |       |       |       |       |       |       | $h_1$ | $h_2$ |
| 12                                   |       |       |       |            |       |       |       |       |       |       |       | $h_1$ |

Tableau 1.3 - Matrice d'interaction entre les 12 systèmes de glissement d'une structure CFC.

Cette formulation matricielle des interactions entre systèmes de glissement est depuis utilisée pour des lois de plasticité monocristallines, qu'elles soient quasi-physiques, c'est-à-dire basées sur les densités de dislocations (Teodosiu *et al.*, 1993; Tabourot *et al.*, 1997) ou phénoménologiques, dont les

variables d'écroissage sont fonction du glissement plastique cumulé (Cailletaud, 1987; Méric *et al.*, 1991; Méric and Cailletaud, 1991). Cependant, les lois quasi-physiques font intervenir 2 matrices  $12 \times 12$  : l'une pilotant l'accumulation de dislocations (écroissage)  $a^{sr}$ , et l'autre le mouvement des dislocations (la contrainte d'écoulement)  $d^{sr}$ . La matrice  $h^{sr}$  quant à elle pilote ces deux grandeurs de façon indissociable dans les lois phénoménologiques. La déduction des coefficients  $h^{sr}$  à partir des  $a^{sr}$  et  $d^{sr}$  n'est donc pas triviale.

Les mesures expérimentales sur le cuivre et l'aluminium, permettent à Franciosi *et al.* (Franciosi *et al.*, 1980) de classer les interactions selon leur pouvoir durcissant :

$$h_1 < h_4 = h_3 = h_2 < h_5 < h_6 \quad (1.5)$$

Wu et Bassani (Wu *et al.*, 1991; Bassani and Wu, 1991) réalisent aussi des essais de durcissement latent sur des échantillons monocristallins de cuivre mais en compression. Leur classement général des interactions est proche :

$$h_1 < h_4 < h_3 < h_2 < h_5 < h_6 \quad (1.6)$$

Parmi les travaux les plus récents, les composantes  $h^{sr}$  de la matrice d'interaction sont souvent identifiées par recalage de modèle EF de l'essai de traction ou traction-compression sur des échantillons bi ou polycristallins (Méric *et al.*, 1994; Gérard, 2008; Gérard *et al.*, 2009, 2013; Guery, 2014). D'autres décident d'utiliser des jeux de paramètres « consensuels » au vu des résultats présents dans la littérature (Guilhem, 2011).

Concernant les lois quasi-physiques, les composantes des deux matrices d'interaction  $d^{sr}$  et  $a^{sr}$  sont souvent considérées comme égales. Les travaux en dynamique des dislocations permettent une estimation des coefficients  $d^{sr}$  (Fivel, 1997; Fivel *et al.*, 1998b; Delaire *et al.*, 2000; Madec, 2001; Madec *et al.*, 2003; Devincere *et al.*, 2006; Monnet, 2009). De par les symétries de la structure CFC, la matrice se résume à six coefficients ( $d_1, d_2, d_3, d_4, d_5, d_6$ ) et  $d_1$  et  $d_2$  ne sont pas souvent reportées dans les études car elles représentent des interactions faibles. D'autres auteurs utilisent les résultats existants de la littérature (Tabourot *et al.*, 1997; Tabourot, 2001) ou des méthodes de recalage de modèle (Dumoulin, 2001; Gérard *et al.*, 2013). Les coefficients des matrices d'interaction utilisés pour ces différentes études sont présentés dans le Tableau 1.4.

| Modèle phénoménologique de Méric-Cailletaud       |       |       |        |       |       |       |                            |
|---|-------|-------|--------|-------|-------|-------|----------------------------|
| Références  | $h_1$ | $h_2$ | $h_3$  | $h_4$ | $h_5$ | $h_6$ | Matériau                   |
| (Méric <i>et al.</i> , 1994)                      | 1     | 4,4   | 4,75   | 4,75  | 4,75  | 5     | Cuivre bicristallin        |
| (Gérard, 2008; Gérard <i>et al.</i> , 2009, 2013) | 1     | 1     | 0,2    | 90    | 3     | 2,5   | Cuivre polycristallin      |
| (Guilhem, 2011)                                   | 1     | 1     | 0,6    | 12,3  | 1,6   | 1,3   | Acier 316L polycristallin  |
| (Guery, 2014)                                     | 1     | 1,64  | 0,1    | 12,5  | 0,87  | 2,6   | Acier 316LN polycristallin |
| Modèle physique de Teodosiu-Tabourot              |       |       |        |       |       |       |                            |
| Références  | $d_1$ | $d_2$ | $d_3$  | $d_4$ | $d_5$ | $d_6$ | Matériau                   |
| (Tabourot <i>et al.</i> , 1997)                   |       |       | 1      |       |       |       | Cuivre monocristallin      |
| (Fivel, 1997; Tabourot, 2001)                     |       |       | 0,09   |       |       |       |                            |
| (Fivel <i>et al.</i> , 1998b)                     | -     | -     | 0,16   | 0,27  | 0,15  | 0,27  | -                          |
|   | -     | -     | 0,16   | 0,21  | 0,14  | 0,21  |                            |
| (Dumoulin, 2001)                                  | 0,026 | 0,012 | 0,012  | 0,012 | 0,012 | 0,012 | Aluminium monocristallin   |
| (Madec, 2001)                                     | 0,023 | 0,009 | 0,05   | 0,55  | 0,095 | 0,069 | -                          |
| (Madec <i>et al.</i> , 2003)                      | -     | -     | 0,051  | 1,265 | 0,075 | 0,084 | -                          |
| (Devincre <i>et al.</i> , 2006)                   | -     | -     | 0,0454 | 0,625 | 0,137 | 0,122 | Cuivre                     |
| (Monnet, 2009)                                    | 0,124 | 0,124 | 0,07   | 0,625 | 0,137 | 0,122 | Acier 316L                 |
| (Gérard <i>et al.</i> , 2013)                     | 0,025 | 0,01  | 0,04   | 14,3  | 0,6   | 0,5   | Cuivre polycristallin      |
| Références  | $a_1$ | $a_2$ | $a_3$  | $a_4$ | $a_5$ | $a_6$ | Matériau                   |
| (Tabourot <i>et al.</i> , 1997)                   | 0,2   | 0,3   | 0,3    | 0,3   | 0,4   | 1     | Cuivre monocristallin      |
| (Fivel, 1997)                                     | -     | -     | 0,6    | 1     | 0,77  | 0,96  |                            |
| (Tabourot, 2001)                                  | 0,003 | 0,4   | 0,4    | 0,4   | 0,75  | 1     |                            |
| (Dumoulin, 2001)                                  | -     | -     | 0,96   | 1     | 0,96  | 0,96  | Aluminium monocristallin   |

Tableau 1.4 - Exemples de coefficients de plusieurs matrices d'interaction pour plusieurs études.

Les valeurs obtenues par Méric *et al.* pour les coefficients  $h^{sr}$  (Méric *et al.*, 1994), et Tabourot *et al.* pour les coefficients  $a^{sr}$  (Tabourot *et al.*, 1997; Tabourot, 2001), sont en accord avec le classement des interactions fait par Franciosi *et al.* (Franciosi *et al.*, 1980) et Wu et Bassani (Wu *et al.*, 1991; Bassani and Wu, 1991). Cependant, depuis les années 2000, le développement des simulations par dynamique des dislocations a permis de mettre en avant des phénomènes d'écrouissage qui n'étaient pas accessibles expérimentalement. Ces simulations établissent un nouveau classement des coefficients d'interaction  $d^{sr}$  sans passer par l'étape d'identification paramétrique :

$$d_2 < d_1 < d_3 < d_6 < d_5 < d_4 \quad (1.7)$$

Les études apparues dans les années suivantes faisant intervenir la loi de Méric-Cailletaud, ne respectent pas tout à fait ce dernier classement (Gérard, 2008; Gérard *et al.*, 2009; Guilhem, 2011; Guery, 2014). L'accès aux composantes de la matrice d'interaction reste un des verrous scientifiques toujours d'actualité.

## 1.2. Lois constitutives de l'élasto-viscoplasticité à l'échelle du grain

Dans cette partie, la cinématique du monocristal est décrite tout d'abord en grandes transformations. L'objectif principal est d'intégrer les lois régissant la plasticité monocristalline dans un modèle EF représentatif de l'essai de nanoindentation. Cet essai peut générer des taux de déformation très importants dans la zone de contact située directement sous la pointe de l'indenteur. Dans un souci de clarté, on restreint ensuite le problème aux petites déformations et petites rotations pour décrire les équations constitutives de la loi de Méric-Cailletaud par une approche thermodynamique. Un état de l'art sur la modélisation de l'écrouissage à cette échelle est présenté. Une loi de plasticité monocristalline quasi-physique, basée sur les densités de dislocation, est détaillée à titre de comparaison.

### 1.2.1. Cinématique de déformation cristalline

#### 1.2.1.1. En grandes transformations

L'objectif est de donner une formulation en vitesse de la transformation plastique due au mécanisme de glissement plastique des dislocations sur les systèmes de glissement, afin de l'intégrer temporellement pendant toute la durée de la sollicitation.

Considérons un monocristal libre de contrainte dans un milieu continu dans sa configuration initiale  $\mathcal{C}_0$  à l'instant  $t_0$ , et dans sa configuration courante  $\mathcal{C}_t$  à l'instant  $t$ . Pour décrire le mouvement d'un point matériel  $M_0(\mathbf{x}_0, t)$  de  $\mathcal{C}_0$  vers  $\mathcal{C}_t$ , on introduit la fonction de mouvement  $\chi$  :

$$\begin{aligned} \chi: \mathcal{C}_0 &\rightarrow \mathcal{C}_t \\ \mathbf{x}_0 &\mapsto \mathbf{x} = \chi(\mathbf{x}_0, t) \end{aligned} \quad (1.8)$$

$\mathbf{x}_0$  est le vecteur position du point matériel  $M_0$  appartenant au monocristal dans sa configuration initiale  $\mathcal{C}_0$ .  $\chi$  est supposée être un homéomorphisme admettant  $\chi^{-1}$  comme inverse quels que soient  $\mathbf{x}_0$  et  $t$ . Pour caractériser les déformations au voisinage de  $M_0$  à l'instant  $t$ , le tenseur gradient de transformation  $\bar{\mathbf{F}}$ , ayant pour inverse  $\bar{\mathbf{F}}^{-1}$ , est introduit :

$$\bar{\mathbf{F}} = \frac{\partial \mathbf{x}}{\partial \mathbf{x}_0}, \text{ avec } \det(\bar{\mathbf{F}}) > 0 \quad (1.9)$$

La cinématique des milieux continus en grandes transformations se base sur la décomposition multiplicative du gradient de transformation  $\bar{\mathbf{F}}$  en une partie élastique  $\bar{\mathbf{F}}^e$  et une partie plastique  $\bar{\mathbf{F}}^p$  (Lee, 1969) :

$$\bar{\mathbf{F}} = \bar{\mathbf{F}}^e \cdot \bar{\mathbf{F}}^p \quad (1.10)$$

Cette décomposition permet le passage de l'état de référence  $\mathcal{C}_0$  à une configuration intermédiaire relâchée  $\mathcal{C}_r$  (isocline) par transformation plastique puis de l'état intermédiaire  $\mathcal{C}_r$  à la configuration courante  $\mathcal{C}_t$  par transformation élastique (Figure 1.2). Les vecteurs directeurs représentatifs de la structure interne du matériau, à savoir la normale au plan  $\mathbf{n}_r^s$  et la direction de glissement  $\mathbf{l}_r^s$  associées au système de glissement  $s$ , sont introduits dans la configuration isocline  $\mathcal{C}_r$  (Mandel, 1972). Le repère de cette configuration reste identique au repère de la configuration initiale  $\mathcal{C}_0$  car il est invariant pendant la transformation plastique.

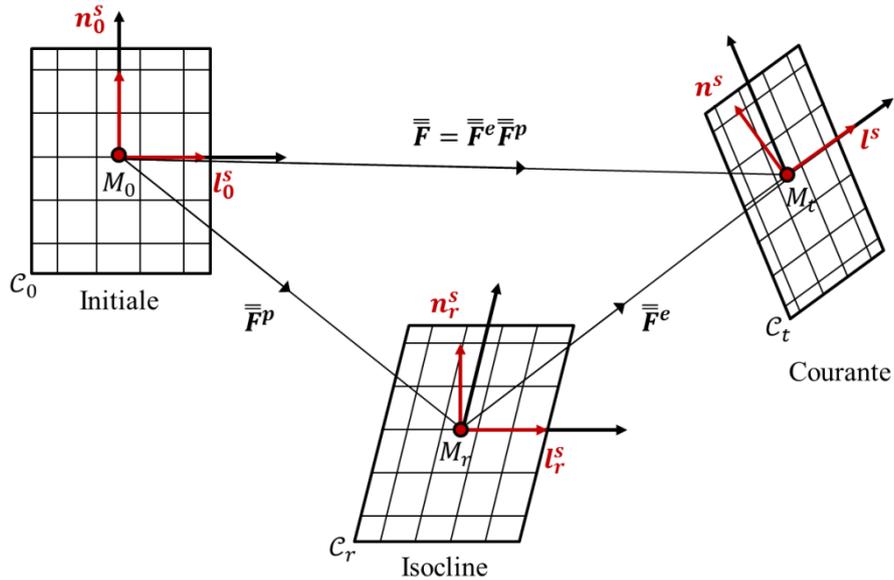


Figure 1.2 - Schéma de la décomposition du gradient de transformation  $\bar{\mathbf{F}}$ .

$\bar{\mathbf{F}}^e$  et  $\bar{\mathbf{F}}^p$  admettent respectivement  $\bar{\mathbf{F}}^{e-1}$  et  $\bar{\mathbf{F}}^{p-1}$  comme inverse. L'hypothèse d'inversibilité du tenseur de transformation élastique  $\bar{\mathbf{F}}^e$  permet d'écrire la décomposition polaire :

$$\bar{\mathbf{F}}^e = \bar{\mathbf{V}} \bar{\mathbf{R}} \quad (1.11)$$

$\bar{\mathbf{V}}$  est l'unique tenseur symétrique défini positif tel que  $\bar{\mathbf{V}}^2 = \bar{\mathbf{F}}^e \bar{\mathbf{F}}^e$ , nommé tenseur de dilatation gauche.  $\bar{\mathbf{R}}$  est le tenseur rotation du réseau cristallin par rapport au repère initial. Le gradient de transformation élastique  $\bar{\mathbf{F}}^e$  représente donc la déformation élastique et la rotation de réseau subie par le monocristal. Les vecteurs directeurs  $\mathbf{n}_r^s$  et  $\mathbf{l}_r^s$  sont ainsi transportés dans la configuration courante  $\mathcal{C}_t$  :

$$\mathbf{n}^s = \bar{\mathbf{F}}^e \cdot \mathbf{n}_r^s \text{ et } \mathbf{l}^s = \bar{\mathbf{F}}^e \cdot \mathbf{l}_r^s \quad (1.12)$$

Le gradient de transformation plastique  $\bar{\mathbf{F}}^p$  représente le glissement plastique. Le gradient de vitesse de transformation plastique  $\bar{\mathbf{L}}^p$  dans la configuration courante  $\mathcal{C}_t$  s'écrit :

$$\bar{\mathbf{L}}^p = \dot{\bar{\mathbf{F}}}^p \cdot \bar{\mathbf{F}}^p{}^{-1} = \sum_{s=1}^{12} \dot{\gamma}^s \mathbf{l}^s \otimes \mathbf{n}^s \quad (1.13)$$

où  $\dot{\gamma}^s$  est le glissement plastique sur le système  $s$ .

### 1.2.1.2. Hypothèse des petites déformations

Dans le cadre des petites déformations et petites rotations, on simplifie la définition de la cinématique du cristal. Pour cela, les parties symétriques  $\bar{\boldsymbol{\varepsilon}}^e$ ,  $\bar{\boldsymbol{\varepsilon}}^p$  et antisymétriques  $\bar{\boldsymbol{\omega}}^e$ ,  $\bar{\boldsymbol{\omega}}^p$  des tenseurs  $\bar{\mathbf{V}}$ ,  $\bar{\mathbf{R}}$  et  $\bar{\mathbf{F}}^p$  sont introduites :

$$\bar{\mathbf{F}} = \bar{\mathbf{V}} \bar{\mathbf{R}} \bar{\mathbf{F}}^p = (\bar{\mathbb{I}} + \bar{\boldsymbol{\varepsilon}}^e)(\bar{\mathbb{I}} + \bar{\boldsymbol{\omega}}^e)(\bar{\mathbb{I}} + \bar{\boldsymbol{\varepsilon}}^p + \bar{\boldsymbol{\omega}}^p) \approx \bar{\mathbb{I}} + \bar{\boldsymbol{\varepsilon}}^e + \bar{\boldsymbol{\omega}}^e + \bar{\boldsymbol{\varepsilon}}^p + \bar{\boldsymbol{\omega}}^p \quad (1.14)$$

On a alors :

$$\dot{\bar{\mathbf{F}}} \cdot \bar{\mathbf{F}}^{-1} \approx \dot{\bar{\boldsymbol{\varepsilon}}}^e + \dot{\bar{\boldsymbol{\omega}}}^e + \dot{\bar{\boldsymbol{\varepsilon}}}^p + \dot{\bar{\boldsymbol{\omega}}}^p \quad (1.15)$$

Les tenseurs de vitesse de déformation plastique  $\dot{\bar{\boldsymbol{\varepsilon}}}^p$  et de vitesse rotation plastique  $\dot{\bar{\boldsymbol{\omega}}}^p$  dépendent du taux de glissement plastique  $\dot{\gamma}^s$  sur chaque système  $s$  :

$$\begin{cases} \dot{\bar{\boldsymbol{\varepsilon}}}^p = \frac{1}{2} \sum_{s=1}^{12} \dot{\gamma}^s (\mathbf{l}^s \otimes \mathbf{n}^s + \mathbf{n}^s \otimes \mathbf{l}^s) = \sum_{s=1}^{12} \dot{\gamma}^s \bar{\mathbf{m}}^s \\ \dot{\bar{\boldsymbol{\omega}}}^p = \frac{1}{2} \sum_{s=1}^{12} \dot{\gamma}^s (\mathbf{l}^s \otimes \mathbf{n}^s - \mathbf{n}^s \otimes \mathbf{l}^s) = \sum_{s=1}^{12} \dot{\gamma}^s \bar{\mathbf{w}}^s \end{cases} \quad (1.16)$$

$\bar{\mathbf{w}}^s$  est la partie antisymétrique du tenseur de Schmid. L'orientation du cristal évolue de la façon suivante :

$$\begin{cases} \dot{\mathbf{l}}^s = \dot{\bar{\boldsymbol{\omega}}}^e \mathbf{l}^s \\ \dot{\mathbf{n}}^s = \dot{\bar{\boldsymbol{\omega}}}^e \mathbf{n}^s \end{cases} \quad (1.17)$$

### 1.2.2. Formalisme thermodynamique

L'approche thermodynamique des processus irréversibles pendant la déformation mécanique d'un volume de matière permet de gérer la nature et la forme des lois d'évolution des variables qui définissent le comportement de la matière, tout en respectant les principes thermodynamiques. Dans la suite, on considère le problème sans dissipation thermique et on adapte le formalisme thermodynamique à la microstructure granulaire CFC.

La méthode de l'état local suppose que l'état d'un point matériel à un instant donné est représenté par un ensemble de variables internes  $\alpha_I$  ( $I \geq 1$ ) contenu dans le potentiel d'énergie libre massique de Helmholtz  $\psi$ . Les premier et second principes définissent l'inégalité de Clausius-Duhem et assurent la positivité de la dissipation intrinsèque  $\phi$  pendant la déformation :

$$\phi = \bar{\sigma} : \dot{\bar{\epsilon}} - \rho \frac{\partial \psi}{\partial \alpha_I} \dot{\alpha}_I \geq 0 \quad (I \geq 1) \quad (1.18)$$

$\rho$  est la masse volumique et  $\bar{\epsilon}$  est le tenseur des déformations, qui se partitionne en partie élastique  $\bar{\epsilon}^e$  et plastique  $\bar{\epsilon}^p$ . Les composantes du tenseur  $\bar{\epsilon}$  sont les variables observables. Leurs variables associées sont les composantes du tenseur des contraintes de Cauchy  $\bar{\sigma}$ . L'élasticité, étant un processus non dissipatif, implique que :

$$\bar{\sigma} : \dot{\bar{\epsilon}}^e - \rho \frac{\partial \psi}{\partial \bar{\epsilon}^e} : \dot{\bar{\epsilon}}^e = 0 \quad (1.19)$$

Cette équation introduit alors les premières variables internes : les composantes du tenseur des déformations élastiques  $\bar{\epsilon}^e$  ; et leurs variables associées : les composantes de  $\bar{\sigma}$ . En tenant compte des équations (1.1), (1.16), (1.18) et (1.19), l'expression de la dissipation  $\phi$  devient :

$$\phi = \bar{\sigma} : \dot{\bar{\epsilon}}^p - \rho \frac{\partial \psi}{\partial \alpha_I} \dot{\alpha}_I = \sum_{s=1}^{12} \tau^s \dot{\gamma}^s - \rho \frac{\partial \psi}{\partial \alpha_I} \dot{\alpha}_I \geq 0 \quad (I \geq 1) \quad (1.20)$$

On définit alors  $A_I = \rho \frac{\partial \psi}{\partial \alpha_I}$  comme étant les variables associées aux variables internes  $\alpha_I$  et caractérisent l'écroutissage du matériau. Comme le tenseur des déformations  $\bar{\epsilon}$ ,  $\psi$  peut se décomposer en une partie élastique  $\psi^e$  et plastique  $\psi^p$  :

$$\psi(\bar{\epsilon}, \alpha_I) = \psi^e(\bar{\epsilon}^e) + \psi^p(\alpha_I) \quad (I \geq 1) \quad (1.21)$$

Ainsi, le potentiel de Helmholtz définit une relation entre les variables d'état et associées. On verra dans la suite que l'élasticité peut être entièrement définie à partir de ce potentiel. Concernant l'écroutissage, l'introduction d'un second potentiel est souvent commode afin de définir sa nature et son évolution temporelle. L'existence d'un tel potentiel  $\Omega$ , dit de dissipation, est postulée dans le cadre de la thermodynamique des matériaux standard généralisés. Les évolutions temporelles des variables  $\gamma^s$  et  $\alpha_I$  dérivent alors de ce dernier :

$$\begin{cases} \dot{\gamma}^s = \frac{\partial \Omega}{\partial \tau^s} \\ \dot{\alpha}_I = \frac{\partial \Omega}{\partial A_I} \end{cases} \quad (1.22)$$

Dans ce cas  $\Omega$  doit être un potentiel convexe par rapport à  $\gamma^s$  et  $\alpha_I$  pour assurer l'inégalité de Clausius-Duhem. Cependant, on verra dans la suite que Méric et Cailletaud utilisent un modèle non standard généralisé pour définir l'évolution de l'érouissage.

### 1.2.3. Elasticité

En présence de déformation élastique uniquement, le comportement est complètement défini par :

$$\psi^e(\bar{\boldsymbol{\varepsilon}}^e) = \frac{1}{2\rho} \bar{\boldsymbol{\varepsilon}}^e : \bar{\mathbf{C}} : \bar{\boldsymbol{\varepsilon}}^e \quad (1.23)$$

$\bar{\mathbf{C}}$  est le tenseur des rigidités élastiques. En combinant les équations (1.19) et (1.23), on retrouve la loi de Hooke.

### 1.2.4. Viscoplasticité

Les équations constitutives de la loi de Méric-Cailletaud sont choisies pour régir les déformations viscoplastiques à l'échelle du grain (Cailletaud, 1987; Méric *et al.*, 1991; Méric and Cailletaud, 1991). C'est une loi phénoménologique qui utilise des variables internes associées à des lois d'érouissage macroscopiques couramment utilisées en plasticité et adaptées à la microstructure du monocristal. Simple à mettre en œuvre sous le code éléments finis ZéBuLon, cette loi permet un compromis judicieux entre complexité et temps de calcul. La loi tient compte de deux variables internes : l'érouissage cinématique  $\alpha^s$  et l'érouissage isotrope  $\zeta^s$ , définis sur chaque système de glissement  $s$ . La variable d'érouissage cinématique  $\alpha^s$  permet de prendre en compte les effets de type Bauschinger, lors de chargements cycliques par exemple. Cependant, durant les essais d'indentation réalisés, le chargement étant essentiellement monotone, l'érouissage peut être considéré comme purement isotrope ou cinématique. Dans la suite, il est considéré comme purement isotrope :

$$\zeta^s = \alpha_I \text{ et } r^s = A_I, \text{ avec } s = I = \{1; \dots; 12\} \quad (1.24)$$

$r^s$  est la variable d'érouissage isotrope associée à  $\zeta^s$  sur chaque système de glissement. La partie plastique du potentiel de Helmholtz, définie sous forme quadratique, s'écrit:

$$\psi^p(\zeta^s) = \frac{1}{2\rho} q \sum_{s=1}^{12} \sum_{r=1}^{12} h^{sr} \zeta^s \zeta^r \quad (1.25)$$

$q$  est un paramètre matériau et  $h^{sr}$  sont les composantes de la matrice d'interaction introduites dans le Tableau 1.3, se résumant aux six coefficients  $(h_1, h_2, h_3, h_4, h_5, h_6)$ .

#### 1.2.4.1. Fonction de charge

Le comportement du système est basé sur une fonction de charge qui dépend de la cission projetée  $\tau^s$  et de l'écroutissage isotrope  $r^s$ . La fonction de charge est définie sur chaque système de glissement  $s$  :

$$f^s = |\tau^s| - r^s - r_0 \quad (1.26)$$

où  $r_0$  est la cission critique initiale.

#### 1.2.4.2. Définition d'un potentiel de dissipation

Méric et Cailletaud choisissent d'exprimer le potentiel viscoplastique  $\Omega$  sous la forme d'une fonction puissance de type Norton :

$$\Omega = \sum_{r=1}^{12} \Omega^r = \frac{K}{n+1} \sum_{r=1}^{12} \left\langle \frac{f^r}{K} \right\rangle^{n+1}, \text{ avec } \langle \cdot \rangle = \max(0, \cdot) \quad (1.27)$$

$K$  et  $n$  sont des paramètres caractérisant la viscosité du matériau.

#### 1.2.4.3. Vitesse de glissement plastique

La vitesse de glissement plastique  $\dot{\gamma}^s$  du système  $s$  dérive du potentiel  $\Omega$  :

$$\dot{\gamma}^s = \frac{\partial \Omega}{\partial \tau^s} = \frac{\partial \Omega}{\partial f^s} \frac{\partial f^s}{\partial \tau^s} = \left\langle \frac{f^s}{K} \right\rangle^n \text{ signe}(\tau^s) \quad (1.28)$$

$\frac{\partial \Omega}{\partial f^s}$  définit alors l'intensité de l'écoulement, appelé vitesse de glissement cumulé  $\dot{\nu}^s$  et  $\frac{\partial f^s}{\partial \tau^s}$  est la direction de l'écoulement.

#### 1.2.4.4. Lois d'écroutissage

Pour compléter les équations constitutives de la loi de Méric-Cailletaud, l'évolution de la variable d'écroutissage  $\zeta^s$  est définie dans le cadre des matériaux non standard généralisés :

$$\dot{\zeta}^s = b(1 - \zeta^s)\dot{\nu}^s \quad (1.29)$$

dont une solution est :

$$\zeta^s = 1 - \exp(-b\nu^s) \quad (1.30)$$

avec  $\zeta^s(0) = 0$ .  $b$  est un paramètre matériau. En dérivant l'expression (1.25) par rapport à  $\zeta^s$  et en utilisant (1.30), on obtient l'expression de l'écroutissage isotrope  $r^s$  :

$$r^s = q \sum_{r=1}^{12} h^{sr} (1 - \exp(-bv^s)) \quad (1.31)$$

#### 1.2.4.5. Récapitulatif du modèle

Le Tableau 1.5 récapitule les variables thermodynamiques intervenant dans les équations constitutives de la loi de Méric-Cailletaud.

| Variables d'état |                    | Variables associées |
|------------------|--------------------|---------------------|
| Observables      | Internes           |                     |
| $\bar{\epsilon}$ |                    | $\bar{\sigma}$      |
|                  | $\bar{\epsilon}^e$ | $\bar{\sigma}$      |
|                  | $\zeta^s$          | $r^s$               |

Tableau 1.5 - Variables thermodynamiques intervenant dans les équations constitutives de la loi de M-C ( $s = \{1; \dots 12\}$ ).

Le Tableau 1.6 reprend l'ensemble des 14 paramètres associés à la loi de M-C.

| Elasticité     |                |                | Viscosité                   |     | Ecrouissage |     |       |       |       |       |       |       |           |
|----------------|----------------|----------------|-----------------------------|-----|-------------|-----|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-----------|
| $C_{11}$ (MPa) | $C_{12}$ (MPa) | $C_{44}$ (MPa) | $K$ (MPa.s <sup>1/n</sup> ) | $n$ | $r_0$ (MPa) | $b$ | $h_1$ | $h_2$ | $h_3$ | $h_4$ | $h_5$ | $h_6$ | $q$ (MPa) |

Tableau 1.6 - Paramètres associés à la loi de M-C.

Le Tableau 1.7 présente les équations régissant la viscoplasticité de la loi de M-C.

$$\dot{\gamma}^s = \left\langle \frac{|\tau^s| - r^s - r_0}{K} \right\rangle^n \text{signe}(\tau^s)$$

$$r^s = q \sum_{r=1}^{12} h^{sr} (1 - \exp(-bv^s))$$

$$\dot{v}^s = |\dot{\gamma}^s|$$

Tableau 1.7 - Equations régissant la viscoplasticité de la loi de M-C ( $s = \{1; \dots 12\}$ ).

### 1.2.5. Matrices d'interaction des dislocations

Depuis les premiers travaux de modélisation du comportement des matériaux à l'échelle du grain, plusieurs hypothèses sur les coefficients de la matrice d'interaction ont été proposées. Cette partie fait un historique des différentes représentations analytiques de la matrice d'interaction qui ont découlé de ces hypothèses.

En 1938, Taylor suppose un écrouissage identique sur tous les systèmes de glissement (Taylor, 1938a). Cette hypothèse très forte implique l'égalité entre les six coefficients de la matrice d'interaction, *i.e.*  $h^{sr} = h$ .  $h$  peut être une constante ou une fonction croissante du glissement plastique  $\gamma^s$ . On a alors  $h_1 = h_2 = h_3 = h_4 = h_5 = h_6 = h$ .

Koiter *et al.* proposent de ne pas considérer les écrouissages latents (Koiter, 1953), *i.e.*  $h^{sr} = h\delta^{sr}$ , où  $\delta^{sr}$  est l'indice de Kronecker. On a alors  $h_1 = h$  et  $h_2 = h_3 = h_4 = h_5 = h_6 = 0$ .

Budiansky *et al.* donnent une définition purement géométrique de ces coefficients (Budiansky and Wu, 1961) :  $h^{sr} = h \bar{\mathbf{m}}^s : \bar{\mathbf{m}}^r$ , où l'opérateur « : » est le produit doublement contracté.

Une loi d'interaction assez simple a été proposée par Hutchinson *et al.* (Hutchinson, 1970), souvent reprise pour la modélisation des interactions des dislocations. Les coefficients d'écrouissage latent sont tous égaux mais différent de celui représentant l'auto-écrouissage  $h_1$  :  $h^{sr} = h(k + (1 - k\delta^{sr}))$ , ce qui donne  $h_1 = h$  et  $h_2 = h_3 = h_4 = h_5 = h_6 = hk$ .

Asaro *et al.* ont une vision assez similaire mais considèrent les interactions coplanaires  $h_2$  identiques à l'auto-écrouissage  $h_1$  (Asaro and Needleman, 1985) :  $h^{sr} = hk^{sr}$  avec  $k^{sr}$  défini à l'équation (1.32), d'où  $h_1 = h_2 = h$  et  $h_3 = h_4 = h_5 = h_6 = hk$ .

$$[k^{sr}] = \begin{bmatrix} \mathbb{I}_3 & k\mathbb{I}_3 & k\mathbb{I}_3 & k\mathbb{I}_3 \\ k\mathbb{I}_3 & \mathbb{I}_3 & k\mathbb{I}_3 & k\mathbb{I}_3 \\ k\mathbb{I}_3 & k\mathbb{I}_3 & \mathbb{I}_3 & k\mathbb{I}_3 \\ k\mathbb{I}_3 & k\mathbb{I}_3 & k\mathbb{I}_3 & \mathbb{I}_3 \end{bmatrix} \quad (1.32)$$

Havner *et al.* prennent en compte les contraintes liées à la rotation du réseau cristallin pour la définition de l'écrouissage (Havner and Shalaby, 1977) :  $h^{sr} = H^{sr} + \bar{\mathbf{m}}^s : (\bar{\mathbf{w}}^r \cdot \bar{\boldsymbol{\sigma}} - \bar{\boldsymbol{\sigma}} \cdot \bar{\mathbf{w}}^r)$ .

Peirce *et al.* reprennent cette dernière représentation en apportant quelques modifications afin d'être en meilleur accord avec les résultats expérimentaux (Peirce *et al.*, 1982) :  $h^{sr} = H^{sr} + \frac{1}{2}((\bar{\mathbf{w}}^r \cdot \bar{\boldsymbol{\sigma}} - \bar{\boldsymbol{\sigma}} \cdot \bar{\mathbf{w}}^r) : \bar{\mathbf{m}}^s - (\bar{\mathbf{w}}^s \cdot \bar{\boldsymbol{\sigma}} - \bar{\boldsymbol{\sigma}} \cdot \bar{\mathbf{w}}^s) : \bar{\mathbf{m}}^r)$  où  $H^{sr}$  est la définition des composantes  $h^{sr}$  de la matrice d'interaction faite par Hutchinson (Hutchinson, 1970).

Le travail numérique de cette thèse tente de démontrer la sensibilité de la réponse en indentation aux composantes de la matrice d'interaction. Pour cela aucune hypothèse n'est faite a priori sur cette matrice.

### 1.2.6. Lien avec les densités de dislocations

Bien que les variables internes associées à l'écroutissage isotrope dans la loi de M-C n'aient pas d'origine physique, elles décrivent l'écroutissage dû aux interactions de dislocations avec les arbres de la forêt.

Les lois de plasticité monocristallines quasi-physiques considèrent la densité de dislocations  $\rho^s$  sur chaque système de glissement comme variables internes. Les équations de la loi de Tabourot-Teodosiu (Tabourot *et al.*, 1997) sont décrites ci-dessous à titre de comparaison. Elle donne une définition multiplicative, contrairement à la loi de Méric-Cailletaud, où la viscosité est additive :

$$\dot{\gamma}^s = \dot{\gamma}_0 \left( \frac{\tau^s}{\tau_c^s} \right)^n \quad (1.33)$$

$\dot{\gamma}_0$  est la vitesse d'écoulement de référence et  $n$  est un paramètre de viscosité. La condition d'écoulement reste la même (1.3).  $\tau_c^s$  définit l'écroutissage sur chaque système de glissement  $s$ , dépendant de la densité de dislocations  $\rho^s$  :

$$\tau_c^s = \alpha \mu b \sqrt{\sum_{r=1}^{12} d^{sr} \rho^r} \quad (1.34)$$

$b$  est ici la norme du vecteur de Burgers,  $\mu$  le module élastique de cisaillement et  $\alpha$  une constante adimensionnelle inférieure à l'unité. Dans le cas d'un cristal CFC,  $d^{sr}$  est la matrice 12x12 qui pilote l'écroutissage dû aux dislocations (la contrainte d'écoulement) sur chaque système de glissement. L'évolution de la densité de dislocations  $\rho^s$  est décrite en fonction du taux de glissement  $\dot{\gamma}^s$  :

$$\dot{\rho}^s = \frac{1}{bK} \left( \sqrt{\sum_{r=1}^{12} a^{sr} \rho^r} - 2K\gamma_c \rho^s \right) |\dot{\gamma}^s| \quad (1.35)$$

$K$  est le nombre moyen d'obstacles franchis par les dislocations mobiles avant arrêt. La matrice 12x12  $a^{sr}$  décrit l'accumulation de dislocations (écroutissage) sur chaque système de glissement  $s$ .  $\gamma_c$  définit la distance moyenne d'annihilation lorsque deux dislocations d'un même système et de signe opposé se croisent. Comme le remarquent Fivel et Forest (Fivel and Forest, 2004), l'expression de l'évolution de la densité de dislocations  $\dot{\rho}^s$  (1.35) s'apparente à la description de l'évolution de la variable d'écroutissage isotrope  $\zeta^s$  de la loi de M-C (1.29). En effet, en posant  $q = \alpha \mu b$ ,  $\sum_{r=1}^{12} h^{sr} = \sqrt{\sum_{r=1}^{12} d^{sr}}$  et  $\zeta^r = \sqrt{\rho^r}$ , on retrouve l'équation (1.31) :

$$\tau_c^s = q \sum_{r=1}^{12} h^{sr} \zeta^r \quad (1.36)$$

### 1.3. Sur l'identification des paramètres de la loi de Méric-Cailletaud

Depuis le développement des lois de plasticité monocristallines, des études d'identification paramétriques ont été menées afin de mieux appréhender le comportement des matériaux à l'échelle du grain (Méric *et al.*, 1994; Fivel *et al.*, 1998b; Gérard, 2008; Gérard *et al.*, 2009, 2013; Guilhem, 2011; Schwartz, 2011; Zambaldi *et al.*, 2012, 2015; Guery, 2014; Tasan *et al.*, 2014b, 2014a). Mais la détermination expérimentale des coefficients d'interaction reste toujours un défi.

Certains paramètres matériau peuvent être a priori estimés en se référant à la littérature (matrice de rigidité), par observation de la microstructure (densité de dislocation) ou par des essais mécaniques simples (viscosité). L'accès à d'autres paramètres peut être difficile expérimentalement et/ou trop coûteux. Dans le cas de la plasticité monocristalline, les difficultés d'identification résultent de la complexité des mécanismes lors de l'écoulement de la matière à l'échelle du grain et du nombre de paramètres constituant les lois de comportement. L'identification paramétrique par méthode inverse peut permettre de pallier ces problèmes.

Ce paragraphe donne tout d'abord les notions de base de l'analyse d'identifiabilité et établit une notation généralisée du problème. Par la suite, deux techniques d'identification paramétrique de la loi de M-C, développées par Gérard *et al.* (Gérard, 2008 ; Gérard *et al.*, 2009) et Guery *et al.* (Guery, 2014), sont détaillées.

#### 1.3.1. Notion d'identifiabilité paramétrique

Les paramètres matériau ne sont pas toujours directement accessibles par des mesures expérimentales. L'élaboration d'un modèle  $\mathcal{M}$  de l'expérience, intégrant les lois de comportement du matériau, devient nécessaire. Il permet de reproduire par simulation les tendances des observations expérimentales, c'est le problème direct qui s'écrit formellement :

$$\mathbf{y} = \mathcal{M}(\boldsymbol{\theta}) \tag{1.37}$$

$\mathbf{y} = \langle \mathbf{y}^r; \mathbf{y}^s \rangle$  est le vecteur-observations. Il résulte de la concaténation des vecteurs  $\mathbf{y}^r$  et  $\mathbf{y}^s$  qui sont respectivement la réponse du modèle et la sollicitation imposée.  $\mathbf{y}^r = \langle y_i^o \rangle$  est composé de  $N_y$  réponses observées ( $o = [1; N_{y^r}]$ ), chacune de taille  $N_o$  ( $i = [1; N_o]$ ). Le vecteur  $\boldsymbol{\theta} = \langle \boldsymbol{\theta}^m; \mathbf{y}^s; \dots \rangle$  est composé de toutes les données du problème direct, entre autres des  $N_{\theta^m}$  composantes du vecteur-paramètres  $\boldsymbol{\theta}^m$  de la loi matériau considérée.

Le problème direct sous-entend la connaissance de  $\boldsymbol{\theta}$ . La confrontation directe de données expérimentales et numériques peut permettre d'apprécier le vecteur choisi. Si on suppose qu'il existe au moins une solution  $\hat{\boldsymbol{\theta}}$  du problème inverse, on peut alors imaginer ajuster les réponses numériques  $\mathbf{y}$  sur celles expérimentales en modifiant les composantes de  $\boldsymbol{\theta}$ . Mais cette méthode peut vite devenir chronophage suivant le nombre  $N_{\theta^m}$  de paramètres matériau et l'approche utilisée pour choisir les jeux de paramètres candidats afin d'adapter la réponse  $\mathbf{y}$  aux données expérimentales.

L'analyse inverse prend alors tout son sens. L'identification paramétrique est un problème inverse : pour une observation  $\mathbf{y}$ , il faut inverser le modèle expérience  $\mathcal{M}$  pour remonter à  $\boldsymbol{\theta}$  :

$$\boldsymbol{\theta} = \mathcal{M}^{-1}(\mathbf{y}) \quad (1.38)$$

### 1.3.2. Etudes récentes

Les récents travaux de Gérard *et al.* (Gérard, 2008 ; Gérard *et al.*, 2009) et Guery *et al.* (Guery, 2014) présentent deux techniques d'identification des paramètres du modèle de Méric-Cailletaud, dont les composantes de la matrice d'interaction  $h^{sr}$ . Celles-ci sont commentées afin de se rendre compte de leurs limites et de situer les contributions que cette thèse apporte sur le sujet.

Tout d'abord, ces deux études se basent sur la méthode de recalage de modèle EF de l'essai de traction sur éprouvette polycristalline. Pour estimer les paramètres de la loi de M-C, le modèle inverse  $\mathcal{M}^{-1}$  est reformulé à l'aide d'une fonction coût à minimiser représentant l'écart entre un vecteur-observations  $\mathbf{y}$  et les mesures expérimentales  $\mathbf{y}^{exp}$  (cette méthode est détaillée dans le chapitre suivant).

Durant leurs essais de traction, Gérard *et al.* (Gérard, 2008 ; Gérard *et al.*, 2009) relèvent les courbes  $(\sigma - \varepsilon)$  macroscopiques dans différentes conditions : traction simple, précontrainte en cisaillement puis traction. L'intérêt de pré-contraindre ou non les échantillons se porte sur l'activation des différents systèmes de glissement et leurs interactions. Guery *et al.* (Guery, 2014), quant à eux, relèvent les efforts macroscopiques et les champs de déplacement à l'échelle de la microstructure, mesurés par corrélation d'images, subis par l'éprouvette polycristalline durant les essais de traction *in-situ*. Le Tableau 1.8 récapitule en détail les processus d'identification de ces deux études.

Un point important est à souligner : bien que ces essais soient simples à mettre en œuvre, ils ne fournissent généralement pas assez d'informations pour la bonne identification de tous les paramètres de la loi de M-C. Même si Gérard *et al.* ont accès à la majorité des paramètres de la loi d'écrouissage isotrope, certains termes de la matrice d'interaction ne sont pas identifiables. La démonstration de l'identifiabilité du vecteur-paramètres  $\boldsymbol{\theta}$  à partir du vecteur-observations  $\mathbf{y}$  semble donc être un passage important avant de valider l'identification. Cependant, cette notion est trop souvent inexistante dans les études.

Guery *et al.* identifient un jeu de coefficients  $(h_1, h_2, h_3, h_4, h_5, h_6)$  après le calcul de leur identifiabilité. La précision de la méthode inverse utilisée est donc quantifiée dans ce cas. Malgré ce travail minutieux, les écarts entre mesures expérimentales  $\mathbf{y}^{exp}$  et numériques  $\mathbf{y}$  persistent. Plusieurs voies sont alors envisageables : améliorer la modélisation du problème avec d'autres hypothèses, modifier les lois de comportement (perspectives de Guery) ou complexifier les essais expérimentaux.

L'essai de nanoindentation présente des points forts pour l'identification paramétrique. Tout d'abord, comme l'essai de traction, il est très simple à mettre en œuvre. De plus, le champ de contraintes généré lors de la pénétration de l'indenteur dans le matériau fait de lui un essai plus complexe et assimilable à un essai monotone à chargement multiaxial. On peut supposer sans trop

prendre de risque que l'essai de nanoindentation active un grand nombre de systèmes de glissement simultanément. Enfin, il permet une mesure mécanique directe à l'échelle intragranulaire sans interaction des grains voisins. Ce qui n'est pas le cas pour les deux études mises en avant, dans lesquelles la transition d'échelle du monocristal vers le polycristal doit être prise en compte par des lois d'homogénéisation. L'indentation instrumentée offre donc des perspectives séduisantes pour l'identification des paramètres des lois régissant la plasticité à l'échelle intragranulaire.

|                                      |  |  |  |
|--------------------------------------|--|--|--|
| <b>Lois monocristallines</b>         | M-C (Cailletaud, 1987; Méric <i>et al.</i> , 1991; Méric and Cailletaud, 1991) |  |  |
| <b>Variables d'état ou associées</b> | Ecrouissage isotrope $r^s$ et écrouissage cinématique $x^s$                    | Ecrouissage isotrope $r^s$   |  |
| <b>Paramètres fixés</b>              | $(C_{11}, C_{12}, C_{44})^1$<br>$(n, K)^2$ (cinématique: $C, D$ ) <sup>2</sup> | $(b, n)^3$<br>$\mu, \nu$ fixés   |  |
| <b>Identification paramétrique</b>   | <b>Paramètres à identifier</b>   | $(r_0, b, q, h^{sr})$  | $(K, r_0, q, h^{sr})$  |
|                                      | <b>Mesures expérimentales</b>  | Courbe $(\sigma - \varepsilon)$ de traction <i>in situ</i> macroscopique à $\dot{\varepsilon} = 5.10^{-3} s^{-1}$<br><br>Mesure de champs de déplacement par corrélation d'images numériques | Courbe $(\sigma - \varepsilon)$ de traction macroscopique à $\dot{\varepsilon} = 10^{-1} s^{-1}$ (traction simple, cisaillement puis traction à 45°, cisaillement puis traction à 0°)  |
|                                      | <b>Mesures numériques</b>  | Mesure de champs par EF 2D   | <div style="display: flex; justify-content: space-between;"> <div style="writing-mode: vertical-rl; transform: rotate(180deg);"><b>Validation et ajustement</b></div> <div>                     Courbe <math>(\sigma - \varepsilon)</math> issue de la règle en <math>\beta</math> (Cailletaud et Pilvin, 1994) et du modèle de Berveiller-Zaoui (Berveiller et Zaoui, 1978)<br/><br/>                     Courbe <math>(\sigma - \varepsilon)</math> de traction EF sur agrégat de 200 grains                 </div> </div> |
|                                      | <b>Méthode inverse</b>   | Recalage de modèle EF à partir des mesures de champs   | <div style="display: flex; justify-content: space-between;"> <div style="writing-mode: vertical-rl; transform: rotate(180deg);"><b>Validation et ajustement</b></div> <div>                     Pré-identification<br/>                     Recalage de modèle analytique à partir des courbes <math>(\sigma - \varepsilon)</math><br/><br/>                     Pré-identification<br/>                     Recalage de modèle EF à partir des courbes <math>(\sigma - \varepsilon)</math> </div> </div>                    |
| <b>Références</b>                    | (Guery, 2014)  | (Gérard, 2008 ; Gérard <i>et al.</i> , 2009)   |  |

 Tableau 1.8 - Identification des paramètres associés à la loi de M-C par Gérard *et al.* et Guery.

## 1.4. Echantillons de nickel étudiés

Historiquement, le cuivre est le matériau de référence pour l'étude de la plasticité monocristalline. Le nickel reste un matériau beaucoup moins abordé bien qu'il présente quelques similitudes : ce sont tous les deux des matériaux élastiques à symétrie cubique, de structure CFC. Trois échantillons de nickel polycristallins ont été sélectionnés pour ces travaux : un échantillon (a) obtenu par électrodéposition, un échantillon (b) obtenu après une opération de recuit et un échantillon (c) obtenu après écrouissage en traction de l'échantillon (b). Trois zones d'études ont été imagées par EBSD (Electron Back Scattering Diffraction) sur chacun d'entre eux, donnant accès à la cartographie de l'orientation cristallographique des grains présents (Figure 1.3). Avant d'entreprendre la campagne d'essais de nanoindentation, les échantillons ont subi une attaque chimique avec du sulfate de cuivre dans une solution d'acide chlorhydrique et un polissage avec une suspension d'alumine colloïdale neutre. Avec ce traitement de surface, les conditions sont optimales pour observer les grains et les empreintes résiduelles d'indentation par microscopie à force atomique (AFM).

Un protocole numérique est proposé pour définir des « matériaux virtuels » monocristallins représentatifs du comportement des échantillons de nickel, recuit et écroui, en traction à l'échelle polycristalline. Le protocole numérique estime un jeu de paramètres associés à la loi de M-C pour chaque « matériau virtuel ». C'est autour de la définition de ces « matériaux virtuels » que l'étude numérique est menée dans le dernier chapitre.

### 1.4.1. Matériaux

#### 1.4.1.1. Electro-déposé

L'échantillon électro-déposé (a) a été élaboré par électrolyse à partir d'une solution de sulfamate de nickel (900 g/L), de chlorure de nickel (20 g/L), d'acide borique (40 g/L) et d'agent mouillant sur un substrat de silicium avec une densité de courant  $J = 0,24 \text{ Ad. cm}^{-2}$ . La solution a été maintenue à une température de  $55 \pm 0,5 \text{ }^\circ\text{C}$  et un pH de 4,0. Le dépôt présente au final une épaisseur de  $300 \text{ }\mu\text{m}$  et des grains d'un diamètre moyen très faible  $\varnothing_g \approx 0,36 \text{ }\mu\text{m}$ . Les profondeurs d'indentation, pouvant atteindre  $0,9 \text{ }\mu\text{m}$ , sont très supérieures au diamètre moyen des grains  $\varnothing_g$ . Les mécanismes de plasticité cristalline ne peuvent donc pas être examinés à l'échelle intragranulaire sur cet échantillon car l'indenteur exerce un champ de contrainte sur toute une colonie de nanocristaux. La réponse au contact est moyennée sur un grand nombre de grains et le comportement du matériau à l'échelle de l'essai est donc considéré comme isotrope, puisque l'échantillon ne présente aucune texture particulière. Cet échantillon servira d'échantillon témoin « isotrope » pour la suite. La Figure 1.3a donne une cartographie des orientations cristallographiques des grains présents dans la zone d'étude.

#### 1.4.1.2. Recuit

L'échantillon recuit (b) a été obtenu par une opération de recuit de 3h à  $900^\circ\text{C}$  sur un lingot de nickel élaboré par la société Goodfellow. Il est pur à 99,9% et présente de gros grains avec un diamètre moyen  $\varnothing_g \approx 140 \text{ }\mu\text{m}$  (Delobelle *et al.*, 2009, 2011). Il est alors envisageable d'analyser le comportement d'un grain sous nanoindentation en s'affranchissant des interactions des voisins car tous

les essais de l'étude présentent des profondeurs d'indentation  $h_m$  inférieures au micromètre. Ce même échantillon a servi auparavant à Haddou *et al.* pour leur étude sur l'« Influence de la taille de grain et de l'énergie de défaut d'empilement sur l'état de contraintes internes développé au cours de la déformation plastique » (Haddou, 2003). Les orientations cristallographiques des grains présents dans la zone d'étude sont indiquées sur la Figure 1.3b.

### 1.4.1.3. Ecroui

Le dernier échantillon (c) a été obtenu après une déformation de 30% en traction à une vitesse de  $4.10^{-4} \text{ s}^{-1}$  de l'échantillon recuit. L'opération a été réalisée par Haddou *et al.* (Haddou, 2003) qui ont mesuré l'allongement avec un extensomètre. La courbe d'écrouissage est représentée en Figure 1.4. Cet échantillon présente des grains avec un diamètre moyen  $\phi_g \approx 168 \mu\text{m}$  (Figure 1.3c). Comme pour l'échantillon recuit (b), la taille des grains est très grande devant celle des indentations réalisées.

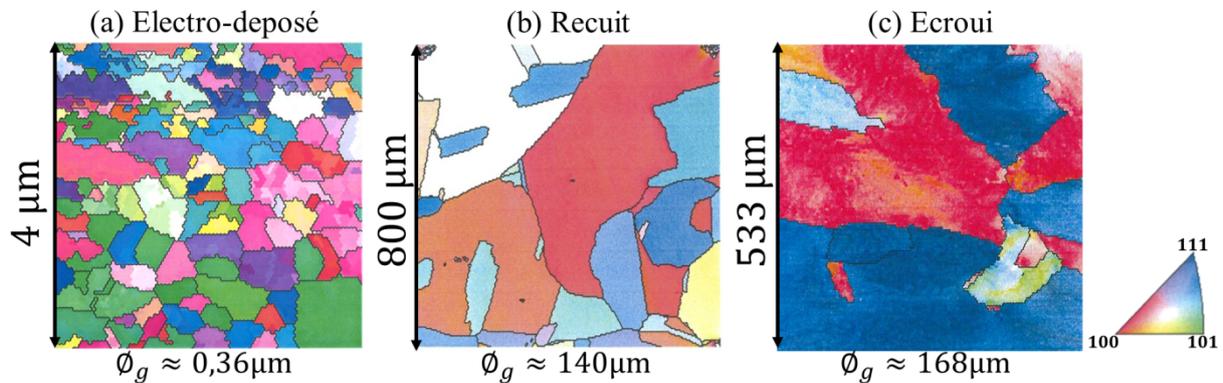


Figure 1.3 - Images EBSD des zones d'étude sur les trois échantillons de nickel polycristallins : (a) électro-déposé, (b) recuit et (c) écroui.

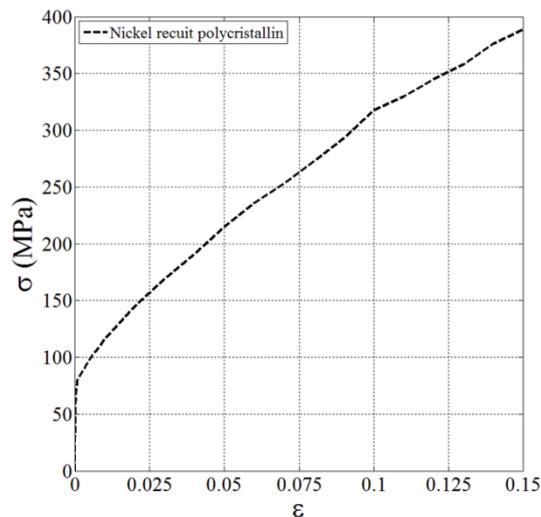


Figure 1.4 - Courbe d'écrouissage de l'échantillon de nickel recuit (contrainte de Cauchy-déformation logarithmique) (Haddou, 2003).

### 1.4.2. « Matériaux virtuels » représentatifs

Au total, sept « matériaux virtuels » sont définis, correspondant à sept configurations de matrice d'interaction différentes. Pour y parvenir, un protocole numérique (Figure 1.5) est établi se basant sur : les données de la littérature, la courbe macroscopique expérimentale ( $\sigma - \varepsilon$ ) de l'échantillon de nickel recuit polycristallin (Figure 1.4), un modèle numérique de l'essai de traction sur VER monocristallin et un modèle EF de l'essai de traction sur VER polycristallin. Les paragraphes suivants décrivent les étapes du protocole numérique permettant d'estimer les « matériaux virtuels ». C'est le point de départ de notre analyse d'identifiabilité des paramètres associés à la loi de M-C à partir du modèle EF de l'essai de nanoindentation.

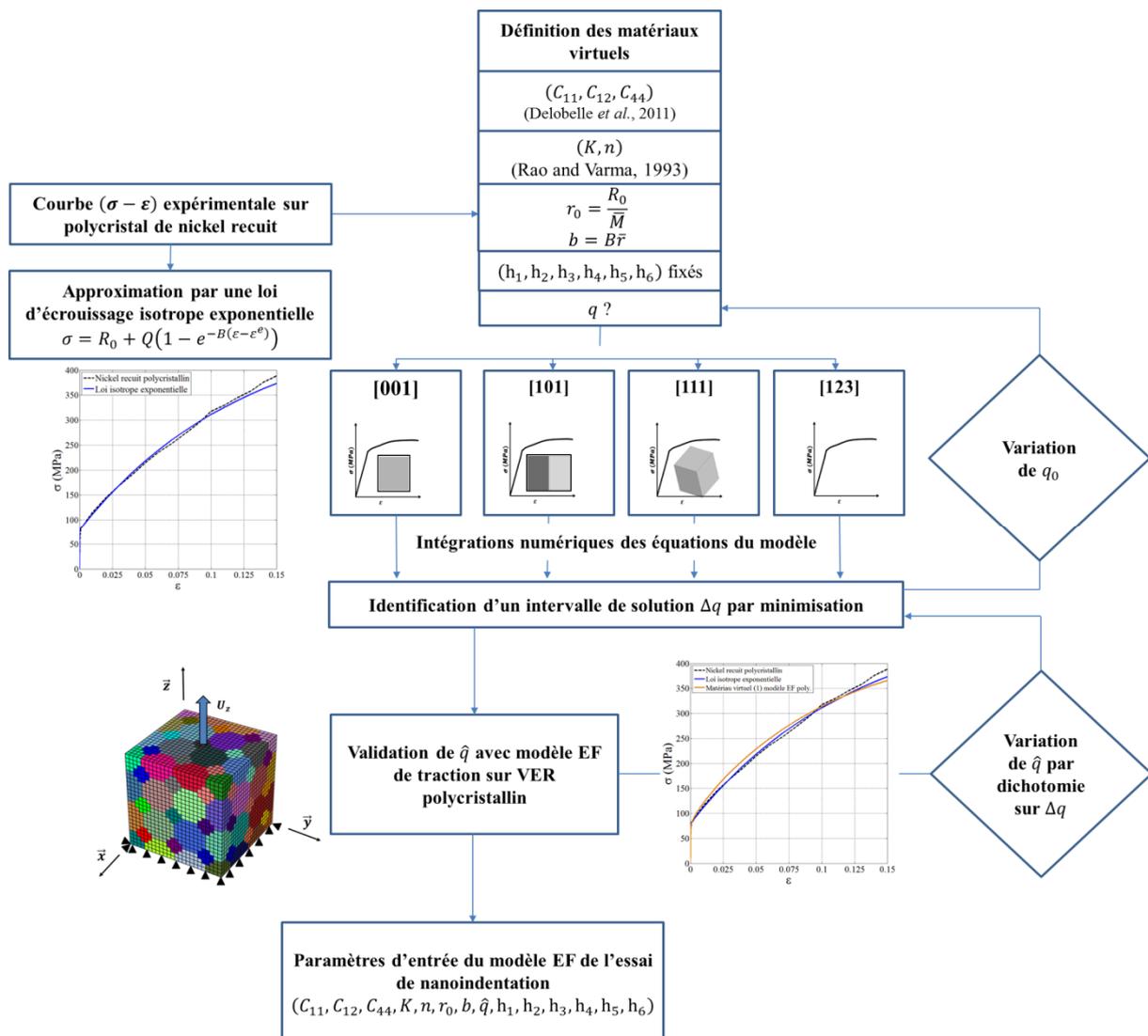


Figure 1.5 - Protocole numérique définissant les « matériaux virtuels » à partir d'une courbe ( $\sigma - \varepsilon$ ) expérimentale sur l'échantillon de nickel recuit.

### 1.4.2.1. Elasticité

Le comportement élastique du monocristal de nickel est modélisé par le tenseur des rigidités  $\bar{\mathbf{C}}$ , qui, dans notre cas, se résume aux trois termes indépendants  $C_{11}$ ,  $C_{12}$  et  $C_{44}$ .  $\bar{\mathbf{C}}$  s'écrit sous forme matricielle selon la notation de Voigt dans le repère du cristal :

$$\bar{\mathbf{C}} = \begin{bmatrix} C_{11} & C_{12} & C_{12} & 0 & 0 & 0 \\ C_{12} & C_{11} & C_{12} & 0 & 0 & 0 \\ C_{12} & C_{12} & C_{11} & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & C_{44} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & C_{44} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & C_{44} \end{bmatrix} \quad (1.39)$$

Les valeurs choisies des trois coefficients  $C_{11}$ ,  $C_{12}$  et  $C_{44}$  sont reprises des travaux de Delobelle *et al.* (Delobelle *et al.*, 2011) et valent respectivement : 248 GPa, 153 GPa et 116 GPa (Tableau 1.9). Elles sont en très bon accord avec celles de Vlassak et Nix (Vlassak and Nix, 1994). Le nickel présente ainsi un facteur d'anisotropie  $f_{ani}$  assez faible mais non négligeable :

$$f_{ani} = \frac{2C_{44}}{C_{11} - C_{12}} = 2,44 \quad (1.40)$$

| Elasticité         | Viscosité                   |     | Ecrouissage |     |       |       |       |       |       |       | Matériau virtuel |           |
|--------------------|-----------------------------|-----|-------------|-----|-------|-------|-------|-------|-------|-------|------------------|-----------|
|                    | $K$ (MPa.s <sup>1/n</sup> ) | $n$ | $r_0$ (MPa) | $b$ | $h_1$ | $h_2$ | $h_3$ | $h_4$ | $h_5$ | $h_6$ |                  | $q$ (MPa) |
| $C_{11} = 248$ GPa |                             |     |             |     | -     | -     | -     | -     | -     | -     | -                | (1)       |
|                    |                             |     |             |     | -     | -     | -     | -     | -     | -     | -                | (2)       |
|                    |                             |     |             |     | -     | -     | -     | -     | -     | -     | -                | (3)       |
| $C_{12} = 153$ GPa | -                           | -   | -           | -   | -     | -     | -     | -     | -     | -     | -                | (4)       |
|                    |                             |     |             |     | -     | -     | -     | -     | -     | -     | -                | (5)       |
| $C_{44} = 116$ GPa |                             |     |             |     | -     | -     | -     | -     | -     | -     | -                | (6)       |
|                    |                             |     |             |     | -     | -     | -     | -     | -     | -     | -                | (7)       |

Tableau 1.9 - Définitions des sept « matériaux virtuels » issues du protocole numérique. Choix des paramètres d'élasticité  $C_{11}$ ,  $C_{12}$  et  $C_{44}$ .

### 1.4.2.2. Viscosité

Le couple  $(K, n)$  pilote la composante visqueuse de l'écoulement plastique sur chaque système de glissement  $s$  (1.28). En combinant les équations (1.26), (1.28) et (1.31), on fait apparaître la définition de la valeur absolue de la cission projetée  $\tau^s$  comme étant la somme d'un terme d'écrouissage  $r^s$  et d'un terme de viscosité  $\sigma_{visco}^s$  :

$$|\tau^s| = r_0 + q \underbrace{\sum_{r=1}^{12} h^{sr} (1 - \exp(-bv^r))}_{r^s} + \underbrace{K(\dot{v}^s)^{1/n}}_{\sigma_{visco}^s} = r_0 + r^s + \sigma_{visco}^s \quad (1.41)$$

Focalisons-nous tout d'abord sur le terme de viscosité  $\sigma_{visco}^s$ . On rappelle que l'échantillon recuit dont le diamètre moyen de grains est d'environ 140  $\mu\text{m}$  a été écroui à une vitesse de déformation de  $5.10^{-4} \text{ s}^{-1}$ . Rao et Varma (Rao and Varma, 1993) font une étude de la viscosité sur des échantillons polycristallins de nickel présentant différents diamètres moyens de grains, en particulier  $\phi_g = 141 \mu\text{m}$ . Il montre qu'une variation de la vitesse de déformation en traction d'environ  $10^3 \text{ s}^{-1}$  (de  $1,7.10^{-4} \text{ s}^{-1}$  à  $0,8.10^{-1} \text{ s}^{-1}$ ) entraîne une très faible variation de la contrainte d'environ 3 MPa. Ce qui traduit le caractère très peu visqueux de leur matériau. Nos conditions matérielles et expérimentales s'apparentent à celles de cette étude (Tableau 1.10). Les valeurs de paramètres de viscosité pour le nickel dans les conditions ambiantes ont donc été imposées afin de vérifier la propriété de Rao et Varma :  $K = 8 \text{ MPa} \cdot \text{s}^{1/n}$  et  $n = 7$  (Tableau 1.11). De plus, on montrera dans le chapitre suivant que la vitesse de chargement des essais de nanoindentation respecte ces conditions.

|                             | $\phi_g$ ( $\mu\text{m}$ ) | Vitesse de déformation ( $\text{s}^{-1}$ ) |
|-----------------------------|----------------------------|--|
| Ni200 (Rao and Varma, 1993) | 141                        | $[1,7.10^{-4}; 0,8.10^{-1}]$               |
| Ni recuit (Haddou, 2003)    | 140                        | $5.10^{-4}$                                |

Tableau 1.10 - Analogies entre nos conditions matérielles et expérimentales et celles de Rao et Varma pour l'étude de la viscosité sur échantillons de nickel polycristallins (Rao and Varma, 1993).

| Elasticité                 | Viscosité                                 |     | Ecrouissage |     |       |       |       |       |       |       | Matériau virtuel |           |
|----------------------------|---|-----|-------------|-----|-------|-------|-------|-------|-------|-------|------------------|-----------|
|                            | $K$ ( $\text{MPa} \cdot \text{s}^{1/n}$ ) | $n$ | $r_0$ (MPa) | $b$ | $h_1$ | $h_2$ | $h_3$ | $h_4$ | $h_5$ | $h_6$ |                  | $q$ (MPa) |
| $C_{11} = 248 \text{ GPa}$ | 8   | 7   | -           | -   | -     | -     | -     | -     | -     | -     | -                | (1)       |
|                            |   |     |             |     | -     | -     | -     | -     | -     | -     | -                | (2)       |
|                            |   |     |             |     | -     | -     | -     | -     | -     | -     | -                | (3)       |
| -                          |   |     |             |     | -     | -     | -     | -     | -     | -     | (4)              |           |
| -                          |   |     |             |     | -     | -     | -     | -     | -     | -     | (5)              |           |
| -                          |   |     |             |     | -     | -     | -     | -     | -     | -     | (6)              |           |
| -                          |   |     |             |     | -     | -     | -     | -     | -     | -     | (7)              |           |

Tableau 1.11 - Définitions des sept « matériaux virtuels » issues du protocole numérique. Choix des paramètres de viscosité  $K$  et  $n$ .

### 1.4.2.3. Paramètres $r_0$ et $b$

On rappelle que  $r_0$  est la cission critique initiale et  $b$  est une constante pilotant la vitesse de saturation de l'écroutissage et sont identiques sur chaque système de glissement  $s$ .

Le comportement plastique des métaux sous forme polycristalline à l'échelle macroscopique peut souvent être approximé par une loi d'écroutissage isotrope exponentielle (loi de Voce). Elle peut s'écrire en traction monotone comme suit :

$$\sigma = R_0 + Q \left( 1 - \exp(-B(\varepsilon - \varepsilon^e)) \right) \quad (1.42)$$

$\varepsilon$  est la déformation,  $\varepsilon^e$  la partie élastique et  $\sigma$  la contrainte de Cauchy.  $R_0$  est la limite d'élasticité initiale,  $R_0 + Q$  la valeur asymptotique vers laquelle  $\sigma$  tend pour de grandes déformations et  $B$  une constante pilotant la vitesse de saturation de l'écroutissage. La courbe d'écroutissage de l'échantillon recuit (Figure 1.6) est ainsi approchée par ce type de loi avec les valeurs de paramètres suivantes :  $R_0 = 80$  MPa,  $Q = 420$  MPa et  $B = 8$ .

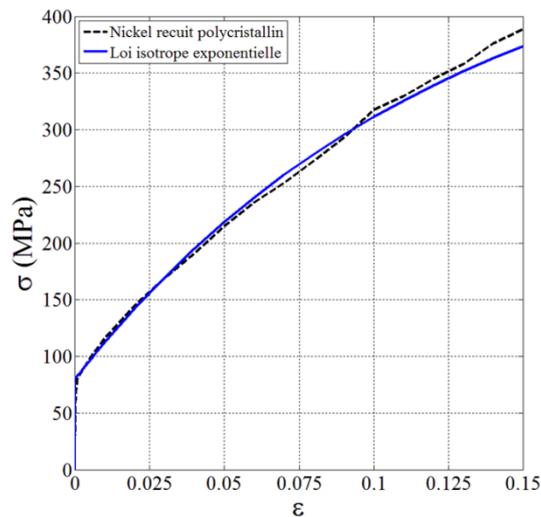


Figure 1.6 - Courbes d'écroutissage de l'échantillon de nickel recuit : expérimentale (pointillés noirs), loi isotrope exponentielle ( $R_0 = 80$  MPa,  $Q = 420$  MPa,  $B = 8$ ) (bleue).

Suite aux observations expérimentales de Taylor (Taylor, 1938a, 1938b) et aux travaux de Bishop *et al.* (Bishop and Hill, 1951a, 1951b), une relation entre la limite d'élasticité initiale  $R_0$  et la cission critique initiale  $r_0$  a été établie. Ils montrent que pour un polycristal statistiquement homogène (sans texture) dans lequel la localisation des grains n'est pas prise en compte (polycristal déformé uniformément) et où l'effet Bauschinger est négligé, la limite d'élasticité initiale  $R_0$  en traction peut être géométriquement reliée à la cission critique initiale  $r_0$  par :

$$r_0 = \frac{R_0}{\bar{M}} \quad (1.43)$$

$\bar{M}$  est communément appelé facteur de Taylor et vaut 3,07 d'après Bishop *et al.* (Bishop and Hill, 1951a), en bon accord avec la valeur obtenue par Taylor (Taylor, 1938a). Ce facteur donne une interprétation isotrope de l'anisotropie inhérente du cristal.

Par analogie, on suppose l'existence d'une relation géométrique reliant les paramètres micro  $b$  et macro  $B$  :

$$b = B \bar{r} \quad (1.44)$$

où  $\bar{r}$  est un facteur accommodant le glissement plastique locale à l'échelle du grain. Il permet de tenir compte des incompatibilités entre cinématiques de glissement et courbures locales engendrées par la nature des grains. En posant  $\bar{r} = 2$  (hypothèse forte), on suppose alors que le glissement plastique cumulé locale entraîne une déformation plastique deux fois moins importante à l'échelle du polycristal.

Les équations (1.43) et (1.44) donnent les valeurs des paramètres micro  $r_0 = 26.7$  MPa et  $b = 16$  (Tableau 1.12).

| Elasticité         | Viscosité                   |     | Ecrouissage |     |       |       |       |       |       |       | Matériau virtuel |           |
|--------------------|-----------------------------|-----|-------------|-----|-------|-------|-------|-------|-------|-------|------------------|-----------|
|                    | $K$ (MPa.s <sup>1/n</sup> ) | $n$ | $r_0$ (MPa) | $b$ | $h_1$ | $h_2$ | $h_3$ | $h_4$ | $h_5$ | $h_6$ |                  | $q$ (MPa) |
| $C_{11} = 248$ GPa | 8                           | 7   | 26,7        | 16  | -     | -     | -     | -     | -     | -     | -                | (1)       |
|                    |                             |     |             |     | -     | -     | -     | -     | -     | -     | -                | (2)       |
|                    |                             |     |             |     | -     | -     | -     | -     | -     | -     | -                | (3)       |
| -                  |                             |     |             |     | -     | -     | -     | -     | -     | -     | (4)              |           |
| -                  |                             |     |             |     | -     | -     | -     | -     | -     | -     | (5)              |           |
| -                  |                             |     |             |     | -     | -     | -     | -     | -     | -     | (6)              |           |
| -                  |                             |     |             |     | -     | -     | -     | -     | -     | -     | (7)              |           |
| $C_{12} = 153$ GPa |                             |     |             |     |       |       |       |       |       |       |                  |           |
| $C_{44} = 116$ GPa |                             |     |             |     |       |       |       |       |       |       |                  |           |

Tableau 1.12 - Définitions des sept « matériaux virtuels » issues du protocole numérique.  
Choix des paramètres  $r_0$  et  $b$ .

#### 1.4.2.4. Matrice d'interaction

La matrice d'interaction est le point central dans la définition des « matériaux virtuels ». Comme annoncé, sept « matériaux virtuels » sont définis à partir de sept matrices d'interaction différentes autour desquelles va s'appliquer l'analyse numérique. Voici la stratégie adoptée pour choisir les sept jeux de  $(h_1, h_2, h_3, h_4, h_5, h_6)$ .

On remarque que pour de grandes déformations, le terme exponentiel de l'équation (1.41) tend vers zéro, ce qui donne :

$$|\tau^s| = r_0 + q \sum_{r=1}^{12} h^{sr} + K(\dot{v}^s)^{1/n} \quad (1.45)$$

On définit alors l'ensemble  $\mathcal{H}_z$  tel que :

$$\mathcal{H}_z = \left\{ (h_1, h_2, h_3, h_4, h_5, h_6), \sum_{r=1}^{12} h^{sr} = z, \forall s \in \{1; \dots; 12\} \text{ et } z \in \mathbb{Z}^* \right\} \quad (1.46)$$

Quel que soit le jeu de  $(h_1, h_2, h_3, h_4, h_5, h_6)$  de  $\mathcal{H}_z$  sélectionné, (1.45) rend la même valeur de cission projetée  $|\tau^s|$ , grâce à la symétrie de la matrice d'interaction. En fixant la valeur de la constante  $z$ , l'ensemble  $\mathcal{H}_z$  définit une logique dans le choix des composantes de la matrice d'interaction. Dans la suite, on choisit une valeur de  $z = 100$  et sept jeux de  $(h_1, h_2, h_3, h_4, h_5, h_6)$  différents sont considérés (Tableau 1.13). Chacun d'entre eux favorise une des six interactions  $h_i$ .

| Elasticité         | Viscosité                   |     | Ecroissage  |     |       |       |       |       |       |       | Matériau virtuel |           |
|--------------------|-----------------------------|-----|-------------|-----|-------|-------|-------|-------|-------|-------|------------------|-----------|
|                    | $K$ (MPa.s <sup>1/n</sup> ) | $n$ | $r_0$ (MPa) | $b$ | $h_1$ | $h_2$ | $h_3$ | $h_4$ | $h_5$ | $h_6$ |                  | $q$ (MPa) |
| $C_{11} = 248$ GPa | 8                           | 7   | 26,7        | 16  | 100   | 0     | 0     | 0     | 0     | 0     | -                | (1)       |
|                    |                             |     |             |     | 89    | 1     | 1     | 1     | 1     | 1     | -                | (2)       |
|                    |                             |     |             |     | 1     | 45    | 1     | 1     | 1     | 1     | -                | (3)       |
| 1                  |                             |     |             |     | 1     | 45    | 1     | 1     | 1     | -     | (4)              |           |
| 1                  |                             |     |             |     | 1     | 1     | 89    | 1     | 1     | -     | (5)              |           |
| 1                  |                             |     |             |     | 1     | 1     | 1     | 23    | 1     | -     | (6)              |           |
| 1                  |                             |     |             |     | 1     | 1     | 1     | 1     | 45    | -     | (7)              |           |
| $C_{12} = 153$ GPa |                             |     |             |     |       |       |       |       |       |       |                  |           |
| $C_{44} = 116$ GPa |                             |     |             |     |       |       |       |       |       |       |                  |           |

Tableau 1.13 - Définitions des sept « matériaux virtuels » issues du protocole numérique. Choix des paramètres  $(h_1, h_2, h_3, h_4, h_5, h_6)$ . Chaque « matériau virtuel » favorise une des six interactions  $h_i$ .

#### 1.4.2.5. Paramètre $q$

Le paramètre  $q$  est le dernier à être défini. Il est très lié à la définition de la matrice d'interaction. On rappelle que la définition de  $r^s$  (1.31), implique une saturation de l'écroissage isotrope vers  $q \sum_{r=1}^{12} h^{sr}$  sur chaque système de glissement. Maintenant que tous les autres paramètres de la loi de M-C sont choisis, une valeur de  $q$  va être déterminée pour chaque « matériau virtuel » afin que le comportement polycristallin soit proche de celui de l'échantillon de nickel polycristallin en termes de contraintes et de déformations. Pour y parvenir, deux étapes sont nécessaires :

- estimation d'un intervalle solution de  $q$  pour chaque « matériau virtuel » à partir du recalage d'un modèle numérique de l'essai de traction sur Volume Élémentaire Représentatif (VER) monocristallin,
- estimation d'une valeur finale  $\hat{q}$  pour chaque « matériau virtuel » à partir du recalage d'un modèle EF de l'essai de traction sur VER polycristallin.

#### Recalage du modèle numérique de l'essai de traction sur VER monocristallin

Ce modèle numérique est codé sous le logiciel MIC2M (Modélisation et Identification du Comportement Mécanique non linéaire des Matériaux) développée au Département Mécanique Appliquée de l'Institut FEMTO-ST (Richard, 1999) [<http://mic2m.univ-fcomte.fr>]. Une fois les lois constitutives de la loi de M-C programmées en petites déformations, le logiciel permet d'intégrer le

système d'équations différentielles régissant le comportement du VER suivant la sollicitation imposée. Il permet de déterminer la sensibilité du vecteur-observations  $\mathbf{y}$  au vecteur-paramètres  $\boldsymbol{\theta}$  ; mais aussi de calculer l'identifiabilité de  $\boldsymbol{\theta}$  à partir de  $\mathbf{y}$  ainsi que d'estimer  $\boldsymbol{\theta}$  par recalage.

Ici, on souhaite reproduire l'essai de traction sur VER monocristallin. La déformation  $\varepsilon$  est donc imposée et le vecteur-réponses se résume à la contrainte  $\sigma$ . L'intégration temporelle des lois matériaux par MIC2M permet d'obtenir la courbe  $(\sigma - \varepsilon)$  d'un VER monocristallin en traction dans la direction cristallographique souhaitée.

Le but est alors de recalcer le modèle dans quatre orientations cristallographiques simultanément sur la loi isotrope exponentielle approximant la courbe d'écrouissage du nickel polycristallin (Figure 1.6). Les quatre orientations cristallographiques en question sont les directions [100], [101], [111] et [312]. La réponse moyenne de ces quatre orientations en traction est supposée représentative du comportement d'un échantillon polycristallin en petites déformations. Le vecteur-paramètres  $\langle C_{11}, C_{12}, C_{44}, K, n, r_0, b, h_1, h_2, h_3, h_4, h_5, h_6 \rangle$  d'un « matériau virtuel » (Tableau 1.13) est alors utilisé comme paramètres d'entrée des simulations avec une valeur initiale  $q_0$  de  $q$ . Le résultat du recalage donne une estimation du paramètre  $\hat{q}$ .

Cependant, le résultat de recalage  $\hat{q}$  peut être très instable, dû au mauvais conditionnement du problème inverse. La variation de la valeur initiale  $q_0$  définit parfois un intervalle solution  $\Delta q$  (Tableau 1.14).

| Elasticité         | Viscosité                   |     | Ecrouissage |     |       |       |       |       |       |         | Matériau virtuel |                  |
|--------------------|-----------------------------|-----|-------------|-----|-------|-------|-------|-------|-------|---------|------------------|------------------|
|                    | $K$ (MPa.s <sup>1/n</sup> ) | $n$ | $r_0$ (MPa) | $b$ | $h_1$ | $h_2$ | $h_3$ | $h_4$ | $h_5$ | $h_6$   |                  | $\Delta q$ (MPa) |
| $C_{11} = 248$ GPa | 8                           | 7   | 26,7        | 16  | 100   | 0     | 0     | 0     | 0     | 0       | 1,3              | (1)              |
|                    |                             |     |             |     | 89    | 1     | 1     | 1     | 1     | 1       | 1,4              | (2)              |
|                    |                             |     |             |     | 1     | 45    | 1     | 1     | 1     | 1       | [1; 50]          | (3)              |
| 1                  |                             |     |             |     | 1     | 45    | 1     | 1     | 1     | [1; 50] | (4)              |                  |
| 1                  |                             |     |             |     | 1     | 1     | 89    | 1     | 1     | [1; 50] | (5)              |                  |
| 1                  |                             |     |             |     | 1     | 1     | 1     | 23    | 1     | [1; 50] | (6)              |                  |
| 1                  |                             |     |             |     | 1     | 1     | 1     | 1     | 45    | [1; 50] | (7)              |                  |

Tableau 1.14 - Définitions des sept « matériaux virtuels » issues du protocole numérique. Définition d'un intervalle solution  $\Delta q$ .

### Recalage du modèle EF de l'essai de traction sur VER polycristallin

Ce modèle EF consiste en un agglomérat cubique de 91 grains octaédriques dont le maillage et les orientations aléatoires ont été générés par le logiciel NEPER. La distribution uniforme des orientations granulaires est assurée par la fonction « rand() ANSI C ». La notion de localisation décrivant les incompatibilités entre les grains est absente du modèle. De plus, aucune loi d'homogénéisation n'est introduite. L'échantillon est un cube unitaire (1x1x1 $\mu\text{m}^3$ ) composé de 13824 éléments 3D linéaires

(C3D8). Comme l'illustre la Figure 1.7, la face inférieure du polycristal est bloquée suivant l'axe  $\vec{z}$ , un des coins de cette face est encastré et le coin opposé sur cette même surface est bloqué suivant l'axe  $\vec{y}$ . On impose un déplacement uniforme  $U_z$  sur la face supérieure du polycristal jusqu'à atteindre une déformation totale selon l'axe  $\vec{z}$  de 15%.

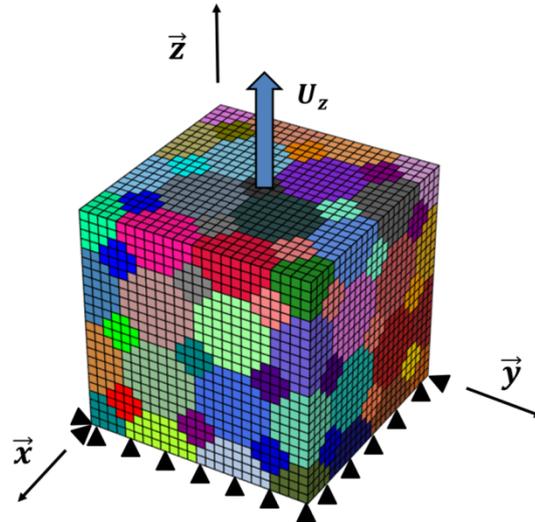


Figure 1.7 - Modèle EF de l'essai de traction sur VER polycristallin composé de 91 grains orientés aléatoirement (13824 éléments C3D8).

Afin d'obtenir la courbe  $(\sigma - \varepsilon)$  de l'essai de traction simulé, on relève la réaction  $F_z$  sur la face inférieure de l'échantillon en fonction du déplacement  $U_z$ . On détermine alors la déformation et la contrainte à partir des formules suivantes :

$$\varepsilon = \ln \left( 1 + \frac{U_z}{L_0} \right) \quad (1.47)$$

$$\sigma = \frac{F_z}{S_0} (1 + \varepsilon) \quad (1.48)$$

où  $L_0$  est la longueur initiale du côté du cube (ici,  $L_0 = 1 \mu\text{m}$ ) et  $S_0$  l'aire de la section initiale du cube (ici,  $S_0 = 1 \mu\text{m}^2$ ). La Figure 1.8 montre la courbe expérimentale, la loi isotrope et la courbe de traction simulée à partir du modèle EF avec le vecteur-paramètres du « matériau virtuel » (1) défini au Tableau 1.14. On a ainsi une évaluation graphique du jeu de paramètres matériau.

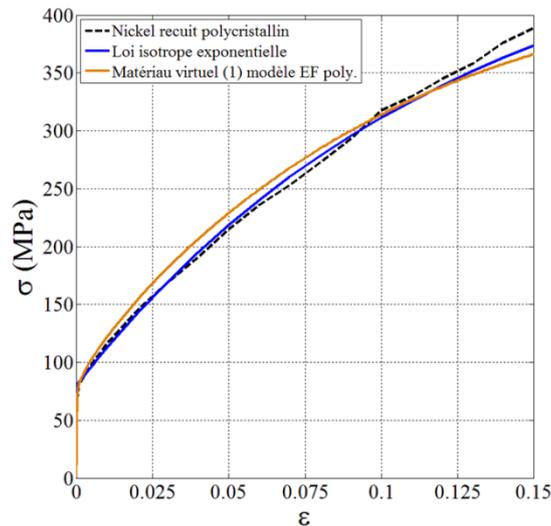


Figure 1.8 - Courbes d'écouissage de l'échantillon de nickel recuit : expérimentale (pointillés noirs), loi isotrope exponentielle (bleue), modèle EF de l'essai de traction sur VER polycristallin avec le « matériau virtuel » (1) (Tableau 1.14) (orange).

La question du nombre de grains à intégrer dans un tel modèle EF censé être représentatif du comportement d'un matériau polycristallin s'est posée. L'impact du nombre de grains considéré dans l'agrégat polycristallin sur la réponse ( $\sigma - \varepsilon$ ) est donc étudié. Pour cela, cinq modèles EF de l'essai de traction sur agrégat polycristallin sont définis, composés respectivement de 9, 35, 91, 189 et 341 grains orientés aléatoirement (Tableau 1.15). L'indice  $i$  indique le nombre de grains considéré dans l'agrégat polycristallin  $\text{poly}_i$ . Le nombre d'éléments par grain est constant d'un modèle à l'autre (256 éléments/grain). Les maillages des cinq agrégats polycristallins sont représentés en Figure 1.9. Les conditions aux limites appliquées aux cinq modèles sont identiques à celles présentées Figure 1.7.  $\text{poly}_{\text{ref}}$  est l'agrégat polycristallin composé de 341 grains et est considéré comme celui de référence.

|                      | Agrégat polycristallin |                    |                    |                     |                            |
|----------------------|------------------------|--------------------|--------------------|---------------------|----------------------------|
|                      | $\text{poly}_9$        | $\text{poly}_{35}$ | $\text{poly}_{91}$ | $\text{poly}_{189}$ | $\text{poly}_{\text{ref}}$ |
| Nombre de grains $i$ | 9                      | 35                 | 91                 | 189                 | 341                        |

Tableau 1.15 – Nombre de grains  $i$  considéré dans le modèle EF de l'essai de traction sur l'agrégat polycristallin  $\text{poly}_i$ .

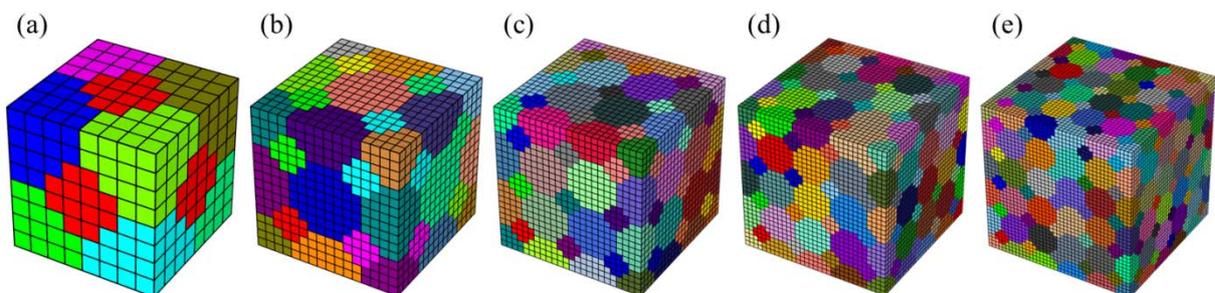


Figure 1.9 – Maillage des cinq agrégats polycristallins : (a)  $\text{poly}_9$ , (b)  $\text{poly}_{35}$ , (c)  $\text{poly}_{91}$ , (d)  $\text{poly}_{189}$ , (e)  $\text{poly}_{\text{ref}}$ .

La simulation de l'essai de traction est réalisée sur les cinq agrégats polycristallins, où l'évolution de la contrainte est extraite (Figure 1.10a). Le vecteur-paramètres utilisé est celui définissant le « matériau virtuel » (1) (Tableau 1.14). L'erreur relative entre la contrainte  $\sigma^i$  (issu de la simulation avec le VER  $\text{poly}_i$ ) et la contrainte de référence  $\sigma^{\text{ref}} = \sigma^{341}$  est calculée en tout point  $\varepsilon_k$  et normée par rapport à la contrainte maximale atteinte pour la simulation de référence. La valeur absolue de la moyenne de l'erreur relative en fonction du nombre de grains des VER polycristallins  $\text{poly}_i$  (1.49) est reportée en Figure 1.10b. L'écart type  $S$  est défini à l'équation (1.50). Bien que le VER  $\text{poly}_9$  présente une erreur très faible, un VER polycristallin contenant 9 grains ne peut pas être représentatif du comportement macroscopique de notre échantillon recuit. On remarque que la réponse du VER  $\text{poly}_{91}$  présente une erreur qui n'excède pas 5% pour 15% de déformation totale. Le VER  $\text{poly}_{91}$  permet donc un bon compromis entre temps de calcul et qualité de résultats, en gardant à l'esprit que le modèle est basé sur une hypothèse forte (notion de localisation et d'homogénéisation absentes du modèle).

$$\Delta\sigma_i = \frac{|\overline{\sigma^i} - \overline{\sigma^{341}}|}{\max(\overline{\sigma^{341}})} = \frac{1}{N_{\sigma^{341}} \times \max(\overline{\sigma^{341}})} \sum_{k=1}^{N_{\sigma^{341}}} |\sigma^i(\varepsilon_k) - \sigma^{341}(\varepsilon_k)| \quad (1.49)$$

$$S = \left( \frac{1}{4} \sum_i (\Delta\sigma_i - \overline{\Delta\sigma})^2 \right)^{\frac{1}{2}} \quad i = \{9; 35; 91; 189; 341\} \quad (1.50)$$

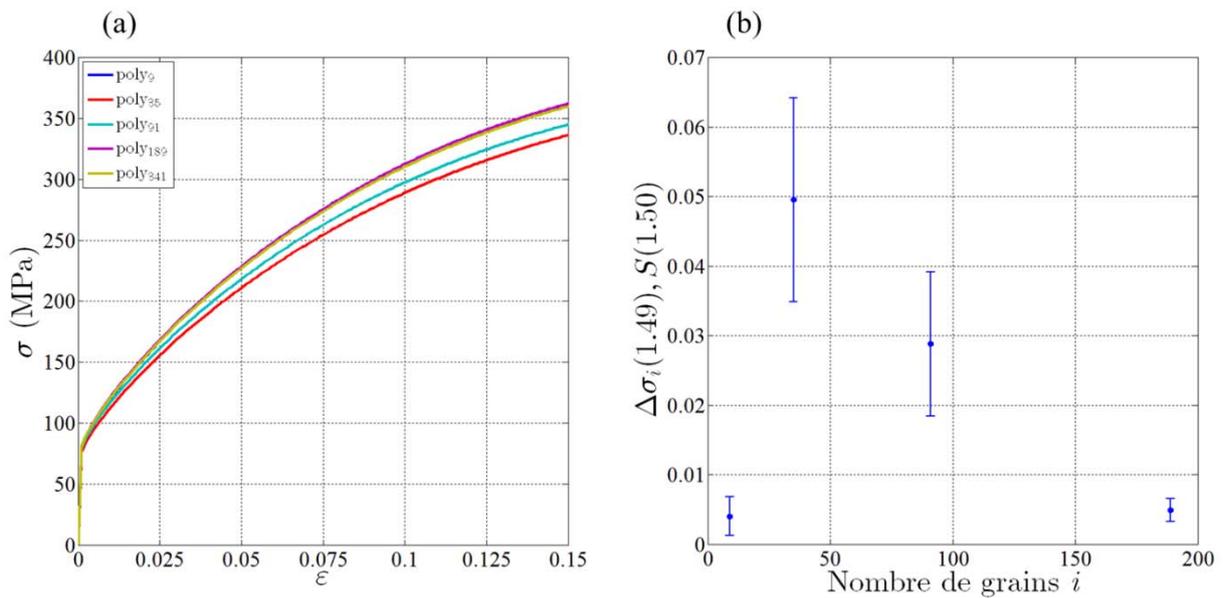


Figure 1.10 – (a) impact du nombre de grains considéré dans le VER polycristallin sur la réponse ( $\sigma - \varepsilon$ ).  
(b) Écart relatif entre la contrainte issue de la simulation et la référence pour chaque VER polycristallin.

Le recalage du modèle EF est utilisé pour finaliser l'estimation du paramètre  $\hat{q}$ . La valeur optimale  $\hat{q}$  minimisant l'écart entre la loi isotrope exponentielle et le résultat du modèle EF est alors recherchée par dichotomie sur l'intervalle déterminé  $\Delta q$  (Tableau 1.14) pour chaque « matériau virtuel ». Les résultats sont présentés dans le Tableau 1.16.

| Elasticité         | Viscosité                   |     | Ecroûissage |     |       |       |       |       |       | Matériau virtuel |       |                 |
|--------------------|-----------------------------|-----|-------------|-----|-------|-------|-------|-------|-------|------------------|-------|-----------------|
|                    | $K$ (MPa.s <sup>1/n</sup> ) | $n$ | $r_0$ (MPa) | $b$ | $h_1$ | $h_2$ | $h_3$ | $h_4$ | $h_5$ |                  | $h_6$ | $\hat{q}$ (MPa) |
| $C_{11} = 248$ GPa | 8                           | 7   | 26,7        | 16  | 100   | 0     | 0     | 0     | 0     | 0                | 1,3   | (1)             |
|                    |                             |     |             |     | 89    | 1     | 1     | 1     | 1     | 1                | 1,4   | (2)             |
|                    |                             |     |             |     | 1     | 45    | 1     | 1     | 1     | 1                | 20    | (3)             |
| 1                  |                             |     |             |     | 1     | 45    | 1     | 1     | 1     | 20,5             | (4)   |                 |
| 1                  |                             |     |             |     | 1     | 1     | 89    | 1     | 1     | 20               | (5)   |                 |
| 1                  |                             |     |             |     | 1     | 1     | 1     | 23    | 1     | 10               | (6)   |                 |
| 1                  |                             |     |             |     | 1     | 1     | 1     | 1     | 45    | 20               | (7)   |                 |
| $C_{12} = 153$ GPa |                             |     |             |     |       |       |       |       |       |                  |       |                 |
| $C_{44} = 116$ GPa |                             |     |             |     |       |       |       |       |       |                  |       |                 |

Tableau 1.16 - Définitions des sept « matériaux virtuels » issues du protocole numérique. Résultats de recalage  $\hat{q}$  du modèle de l'essai de traction sur VER polycristallin.

Il est important de comprendre qu'avec cette stratégie, chaque « matériau virtuel » a été défini au travers des paramètres matériau ( $C_{11}, C_{12}, C_{44}, K, n, r_0, b, h_1, h_2, h_3, h_4, h_5, h_6, \hat{q}$ ), dans le but d'obtenir une réponse du modèle EF de l'essai de traction sur VER polycristallin proche de celui de l'écroûissage de l'échantillon de nickel recuit. Les résultats du modèle EF sont superposés en Figure 1.11 afin de juger la qualité de l'estimation faite des paramètres matériau choisis.

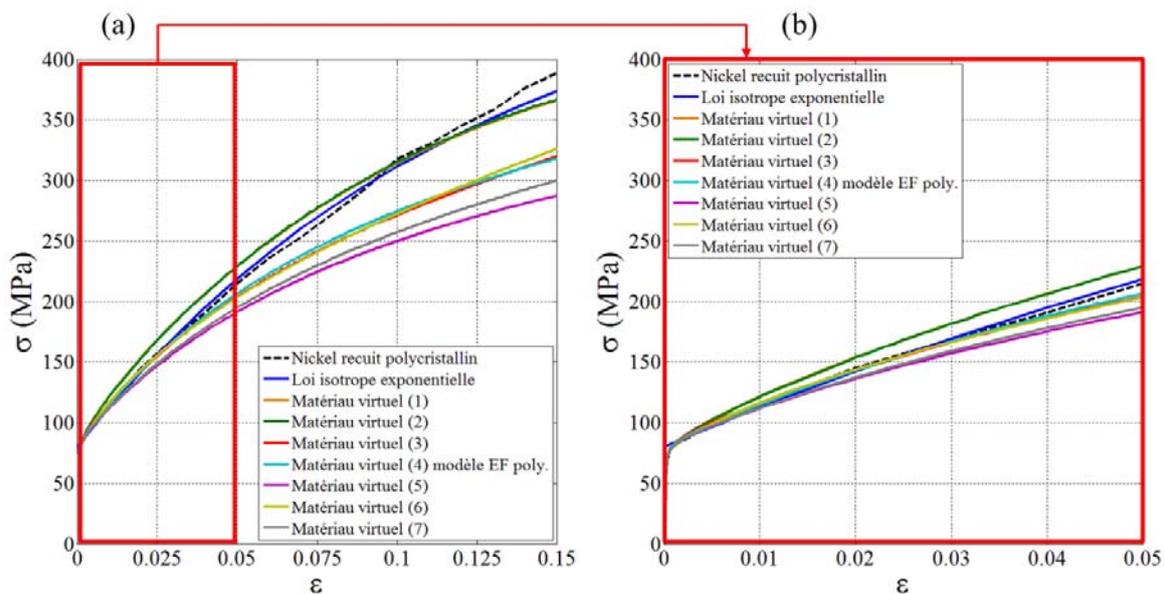


Figure 1.11 - Courbes d'écroûissage de l'échantillon de nickel recuit : expérimentale (pointillés noirs), loi isotrope exponentielle (bleue), modèle EF de l'essai de traction sur VER polycristallin avec les « matériaux virtuels » (1)-(7) (Tableau 1.16). (a)  $\varepsilon = 15\%$ , (b)  $\varepsilon = 5\%$ .

On remarque que les résultats du modèle EF sont en accords avec la réponse expérimentale jusqu'à 5% de déformation, puis commencent à diverger. Ceci est supposé provenir de l'absence totale des notions d'homogénéisation et d'interaction entre grains voisins dans le modèle EF de l'essai de traction sur VER polycristallin. En conséquence, les réponses numériques sont sous-estimées en grandes transformations. Mais d'un point de vue macroscopique, la déformation plastique représentative en indentation Berkovich est très souvent évaluée autour de 3,3% de déformation plastique (Dao *et al.*, 2001).

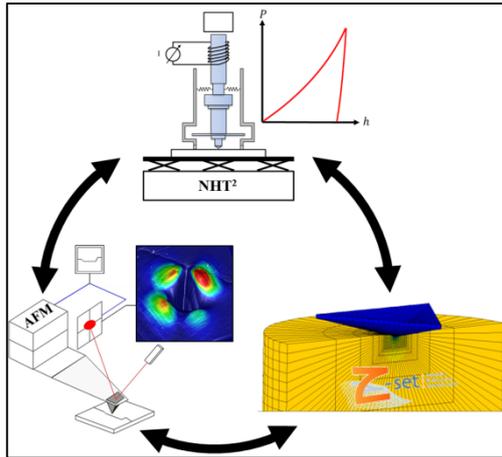
## 1.5. Conclusions

La description des interactions des dislocations de la forêt présente la complexité de l'écroutissage de la matière à l'échelle du grain.

La modélisation de la plasticité monocristalline proposée par Méric-Cailletaud est adoptée et détaillée. Les difficultés d'identification des paramètres de cette loi, et des termes de la matrice d'interaction en particulier, sont présentées.

Un protocole d'estimation des paramètres associés à la loi de Méric-Cailletaud est établi. Il permet de définir des « matériaux virtuels » monocristallins dont le comportement macroscopique est proche des échantillons d'études en termes de contraintes et de déformations macroscopiques.

Pour aborder le problème d'identification des paramètres associés à la loi de Méric-Cailletaud, on propose d'enrichir l'information expérimentale par des essais de nanoindentation. L'analyse d'identifiabilité des paramètres basée sur l'exploitation des résultats des essais de nanoindentation est inédite. Cette technique présente des atouts intéressants : une sollicitation directe de la matière à l'échelle du grain et une activation simultanée d'un grand nombre de systèmes de glissement.



## Chapitre 2

# Techniques et méthodes de caractérisation des matériaux monocristallins

*Ce chapitre présente les techniques et méthodes utilisées pour la caractérisation des métaux à l'échelle du grain : indentation instrumentée, microscopie à force atomique, modélisation éléments finis de l'essai de nanoindentation et analyse inverse. La notion de conditionnement du problème inverse est introduite. Un indice d'identifiabilité est proposé pour quantifier la richesse des données prises en compte pour l'estimation de la loi de Méric-Cailletaud par recalage du modèle EF de l'essai de nanoindentation.*

|        |   |    |
|--------|---|----|
| 2.1.   | Indentation instrumentée .....  | 42 |
| 2.1.1. | Nanoindenteur.....  | 43 |
| 2.1.2. | Indenteur Berkovich .....   | 44 |
| 2.1.3. | Détermination du module d'indentation et de la dureté.....                        | 45 |
| 2.2.   | Microscopie à force atomique (AFM).....   | 48 |
| 2.2.1. | Instrumentation .....   | 48 |
| 2.2.2. | Topographie d'empreinte d'indentation.....  | 49 |
| 2.3.   | Modèle éléments finis de l'essai de nanoindentation .....                         | 49 |
| 2.3.1. | Prise en compte de la plasticité cristalline dans les modèles .....               | 49 |
| 2.3.2. | Caractéristiques du modèle paramétré élaboré .....                                | 51 |
| 2.3.3. | Etudes de convergence.....  | 53 |
| 2.4.   | Analyse inverse du modèle de l'essai d'indentation .....                          | 59 |
| 2.4.1. | Présentation des différentes méthodes d'extraction des propriétés plastiques..... | 59 |
| 2.4.2. | Sur l'identifiabilité des paramètres plastiques du cristal.....                   | 67 |
| 2.5.   | Conclusions .....   | 75 |

## 2.1. Indentation instrumentée

L'essai d'indentation consiste à faire pénétrer à la surface d'un matériau un poinçon, ou indenteur, d'une géométrie définie et d'une grande dureté par rapport au matériau indenté. C'est la phase de charge. On extrait ensuite l'indenteur du matériau. C'est la phase de décharge. Après indentation d'un matériau présentant des propriétés inélastiques, une empreinte est susceptible d'être visible. Ses dimensions et sa géométrie dépendent du type d'indenteur utilisé, de l'effort exercé et des propriétés du matériau testé.

Cet essai a été popularisé dans l'industrie de la métallurgie afin de comparer la dureté des métaux et d'étudier l'effet des traitements thermiques. La dureté  $H$  peut être définie comme le rapport entre l'effort maximal  $P$  exercé par l'indenteur sur le matériau et l'aire de la surface projetée de l'empreinte  $A$  sur le plan d'indentation :

$$H = \frac{P}{A} \quad (2.1)$$

C'est une grandeur liée à l'écoulement plastique de la matière sous l'indenteur. Suivant la gamme de force appliquée, il sera question d'essai de :

- macrodureté ( $P > 20 N$ ),
- dureté à faible charge ( $2 N < P \leq 20 N$ ),
- microdureté ( $10 mN < P \leq 2 N$ ),
- nanodureté ( $P \leq 10 mN$ ) (Gaillard, 2004).

Pour des essais d'indentation classiques, l'évaluation de  $H$  se fait optiquement en mesurant directement les dimensions de la surface projetée  $A$  de l'empreinte au moyen d'un microscope. Les premières études de microdureté à l'échelle du grain apparaissent dès la fin des années 40 (Daniels and Dunn, 1949 ; Palmqvist, 1957 ; Keh, 1960 ; Armstrong and Wu, 1978). En micro et nanodureté, la faible taille des empreintes (micrométrique ou inférieure au micron) peut être un frein à la détermination de la dureté. Un autre problème provient du retour élastique susceptible de se produire pendant la phase de décharge et qui est souvent négligée. La surface projetée  $A$  de l'empreinte peut alors être modifiée et donner des valeurs de dureté très différentes à charge maximale et après décharge de l'indenteur.

Les différents obstacles empêchant l'accès aux propriétés mécaniques locales à des échelles toujours plus fines avec une grande précision (exemples des films minces) ont motivé le développement d'instruments plus performants et de méthodes d'analyse qui ne nécessitent pas de mesure d'empreinte. C'est dans cette optique que l'indentation instrumentée, aussi nommée nanoindentation, a vu le jour. De nombreux travaux suivront sur :

- les propriétés élastiques et inélastiques des monocristaux (Fröhlich *et al.*, 1977; Pethica *et al.*, 1983; Loubet *et al.*, 1984; Doerner and Nix, 1986; Oliver and Pharr, 1992; Vlassak and Nix, 1994; Pharr, 1998; Oliver and Pharr, 2004; Delobelle *et al.*, 2009, 2011; Zamanzade *et al.*, 2013),

- l'influence de l'orientation cristallographique et de l'écroutissage sur l'empreinte d'indentation (Keh, 1960; Armstrong and Wu, 1978; Pethica *et al.*, 1983; Loubet *et al.*, 1984; Van Groenou and Kadijk, 1989; Holmes *et al.*, 1993; Harvey *et al.*, 1993; Stelmashenko *et al.*, 1993; Farber *et al.*, 1994; Hollatz *et al.*, 1996; Tromas *et al.*, 1999; Nibur and Bahr, 2003; Liu *et al.*, 2005, 2008; Zaafarani *et al.*, 2006; Eidel and Gruttmann, 2007; Zambaldi and Raabe, 2010; Eidel, 2011; Zamanzade *et al.*, 2013; Kucharski *et al.*, 2014; Kucharski and Jarzabek, 2014; Yao *et al.*, 2014),
- l'influence de l'orientation cristallographique et de l'écroutissage sur les mesures de dureté et de module d'indentation (Vlassak and Nix, 1993, 1994; McElhaney *et al.*, 1998; Pharr, 1998; Oliver and Pharr, 2004; Delobelle *et al.*, 2009, 2011; Zamanzade *et al.*, 2013).

On peut citer ici quelques articles de revue autour de l'essai d'indentation instrumenté (Hay and Pharr, 2000; VanLandingham, 2003; Fischer-Cripps, 2004; Oliver and Pharr, 2004; Golovin, 2008; Hay, 2009).

Tout le travail de thèse prend place à l'échelle intragranulaire. La gamme de force visée pour les essais d'indentation est alors pilotée par la taille caractéristique des grains  $\phi_g$  des échantillons polycristallins considérés. En effet, les empreintes d'indentation ne doivent pas excéder une taille limite, auquel cas on ne peut plus s'affranchir des interactions des grains voisins.

### 2.1.1. Nanoindenteur

L'indentation classique permet la mesure ponctuelle d'UNE déformation (par l'intermédiaire de la mesure de l'empreinte résiduelle) à UN effort maximal  $P_m$ . La nanoindentation est dite « instrumentée », en raison de sa capacité à mesurer, continûment et avec une grande sensibilité, l'évolution de l'effort  $P$  appliqué sur le matériau et la profondeur d'indentation  $h$  tout au long de l'essai. L'instrument fait alors l'acquisition systématique de  $\langle P, h \rangle$  au cours du temps. On peut alors tracer par exemple la courbe force-déplacement ( $P - h$ ) ou courbe d'indentation. L'analyse de cette courbe est abordée dans la suite et permet de remonter à certaines propriétés mécaniques du matériau.

L'instrument comporte au minimum une tête d'indentation, un microscope optique et un ordinateur couplé à l'électronique de l'instrument contrôlant l'asservissement et l'acquisition des données. L'échantillon étudié (1) est fixé sur une table motorisée (2) selon trois axes XYZ. La tête d'indentation est composée d'un indenteur (3) solidaire d'une colonne de chargement (4). Un système de bobine-aimant (ou piézoélectrique) (5) est localisé en partie supérieure de cette colonne. Elle permet son contrôle en force selon l'axe vertical lorsque la bobine est parcourue par un courant  $I$ . Des capteurs capacitifs (6) permettent une mesure du déplacement de la colonne. La liaison colonne-bâti est assurée par des lamelles flexibles (7) (Figure 2.1).

La distance entre l'axe optique du microscope et l'axe d'indentation étant calibrée, on peut résumer le déroulement d'un essai d'indentation de la manière suivante. Après avoir localisé la zone à indenter de l'échantillon sous le microscope, la table motorisée l'amène sous la tête d'indentation afin de procéder au test. Une fois l'essai effectué, l'échantillon peut être ramené sous le microscope pour visualiser l'empreinte. Durant l'essai, la tête d'indentation est abaissée jusqu'à ce que la bague de

référence (8) soit en contact avec l'échantillon. Cette bague permet de protéger la pointe des chocs mécaniques et du bruit extérieur. Elle sert surtout de référence au déplacement. Le système amorce ensuite la descente lente de l'indenteur jusqu'à son arrivée en contact en surface du matériau. Le système détecte le contact à partir de la rupture de pente de la courbe déplacement-temps : le cycle d'indentation débute alors. L'indenteur pénètre le matériau à la vitesse de charge imposée  $v_c$  jusqu'à atteindre l'effort maximal d'asservissement  $P_m$ . Une fois  $P_m$  atteint, l'indenteur est dégagé à la vitesse de décharge  $v_d$ . On a alors accès aux données acquises au cours de l'essai, en particulier la courbe d'indentation ( $P - h$ ).

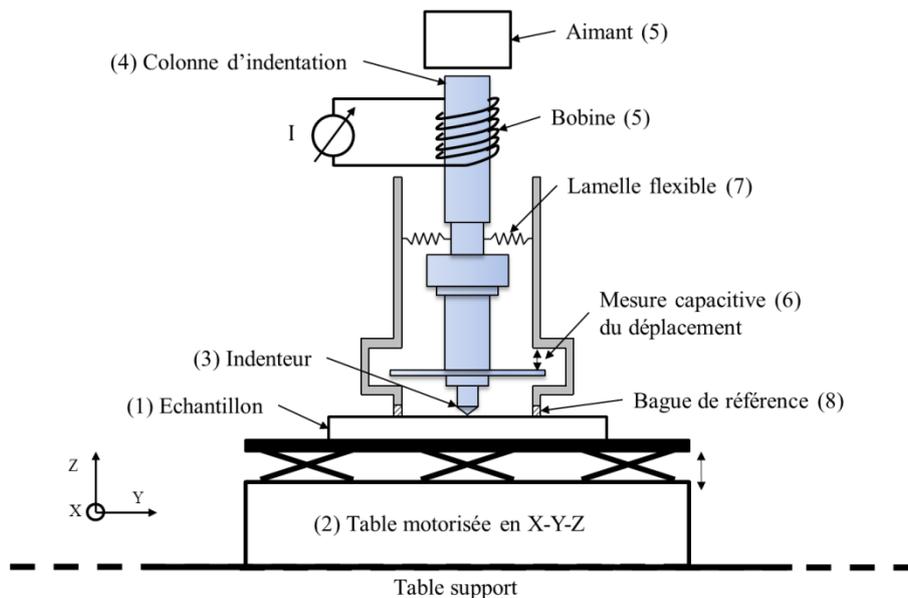


Figure 2.1 - Schéma du nanoindenteur.

### 2.1.2. Indenteur Berkovich

Les indenteurs les plus classiques sont de type sphérique, conique, Vickers (pyramide à base carrée), Berkovich (pyramide à base triangulaire), Knoop (pyramidale à base losange). Ils sont plus ou moins adaptés aux conditions d'indentation et aux phénomènes physiques à observer (indentation de massif, film mince, observation de la réponse anisotrope sous indentation). Ils n'exercent pas les mêmes pressions moyennes de contact. Ainsi ils possèdent chacun leur propre échelle de dureté et soumettent le matériau à un champ de contraintes propre. D'où l'importance du choix de l'indenteur pour l'étude de la dureté et des mécanismes de déformations sous indentation.

Un indenteur Berkovich en diamant a été utilisé pour cette étude (Figure 2.2). Il possède une géométrie pyramidale à base triangulaire avec un demi-angle d'ouverture  $\theta = 65,3^\circ$  (Berkovich, 1950). Il permet aussi bien d'indenter et de caractériser des matériaux massifs, des films minces (épaisseur  $< 1 \mu\text{m}$ ) et des membranes (épaisseur  $< 100 \text{ nm}$ ). Il présente une symétrie d'ordre six et le point résultant de l'intersection des trois faces donne une meilleure définition du point de contact entre l'indenteur et le matériau lors de l'essai. C'est pour cette raison qu'il est le plus fréquemment utilisé en nanoindentation : à très faible charge, le point de contact doit être déterminé avec précision pour obtenir des résultats d'autant plus précis. Son usinage en est d'autant plus facile. Sa symétrie d'ordre six impose un champ de contraintes complexe. Les déformations de la matière sous indentation sont

alors influencées par la nature du matériau (anisotropie, écrouissage) mais aussi par l'orientation de l'indenteur dans la direction d'indentation. La réponse du matériau est susceptible d'être différente pour chaque variation d'orientation de l'indenteur dans la direction d'indentation. L'essai d'indentation est alors beaucoup plus riche sur le comportement du matériau étudié qu'avec un indenteur axisymétrique, par exemple.

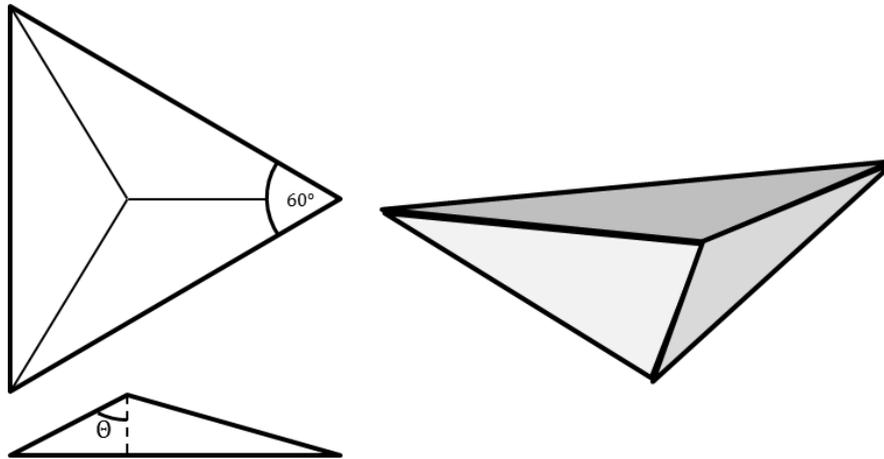


Figure 2.2 - Indenteur Berkovich.

### 2.1.3. Détermination du module d'indentation et de la dureté

La courbe d'indentation contient de l'information sur le comportement élastique et inélastique du matériau testé. Le module d'indentation et la dureté en sont deux grandeurs mécaniques classiquement extraites.

Les premiers travaux menés autour des courbes d'indentation concernent le cas des contacts purement élastiques, c'est-à-dire les cas où les courbes de charge et de décharge sont superposées (Figure 2.3a). On peut alors citer les travaux de Sneddon *et al.* (Harding and Sneddon, 1945; Sneddon, 1965) autour du poinçon plat qui établissent deux relations très importantes. La première permet de relier la raideur de contact au module d'élasticité par l'intermédiaire de l'aire de contact. La seconde, permet de décrire l'enfoncement de la ligne de contact autour de l'indenteur par rapport à la surface initiale. Ces relations sont basées sur la théorie du contact élastique or la plupart des courbes d'indentation obtenues correspondent à des contacts élasto-plastiques (Figure 2.3c). Une des observations fondatrices des méthodes d'analyse des courbes d'indentation réside dans les courbes réalisées avec des chargements cycliques (Figure 2.3d). Ces essais montrent que sur un très grand nombre de matériaux, si la charge de l'indenteur est effectivement élasto-plastique, la décharge, elle, est purement élastique (Bulychev *et al.*, 1975). On peut alors espérer analyser cette courbe de décharge à partir des travaux de Sneddon.

C'est dans cet esprit qu'Oliver et Pharr proposent une estimation de la courbe de décharge (Oliver and Pharr, 1992) :

$$P = d(h - h_r)^m \quad (2.2)$$

$d$  et  $m$  sont deux constantes approchées par régression linéaire et  $h_r$  est la profondeur résiduelle d'indentation. Trois cas se profilent pendant la décharge si le comportement du matériau testé est :

- purement élastique :  $h_r = 0$  l'ensemble de la déformation est recouvrée, il y a superposition de la courbe de charge et décharge (Figure 2.3a),
- purement plastique :  $h_r = h_m$  la courbe de décharge est verticale (Figure 2.3b),
- élasto-plastique :  $0 < h_r < h_m$  (Figure 2.3c).

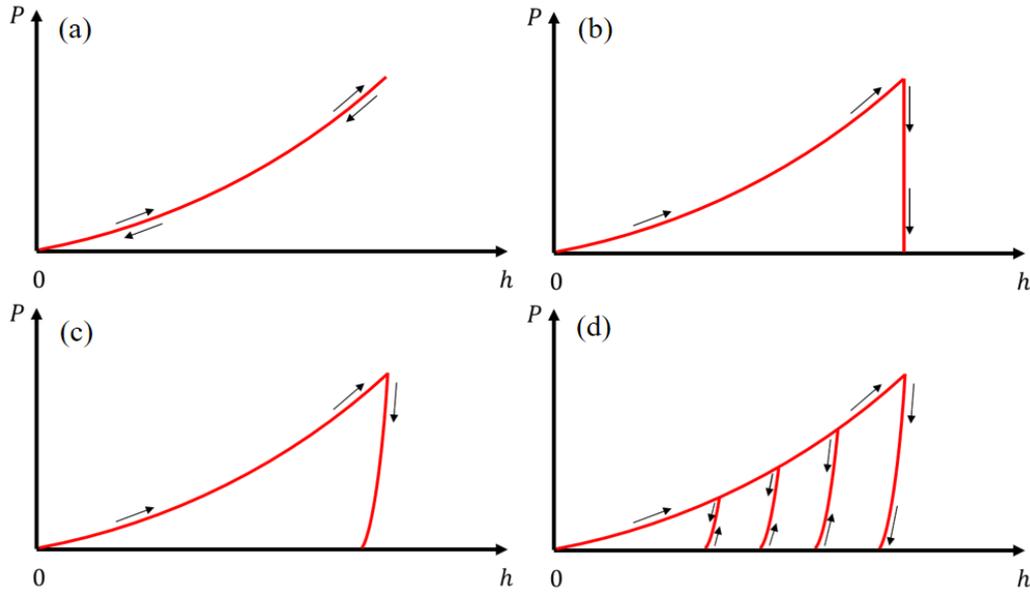


Figure 2.3 - Courbes maîtresses d'indentation ( $P - h$ ) pour différents types de comportements matériau et de chargements.

Oliver et Pharr estiment ensuite  $h_c$ , la profondeur d'indentation vraie, à partir des travaux de Sneddon *et al.* sur l'enfoncement de la ligne de contact autour de l'indenteur (Figure 2.4b) (Oliver and Pharr, 1992, 2004).  $h_c$  est l'estimation de la profondeur d'indentation à charge maximale  $P_m$  en tenant compte de la déflexion de la ligne de contact par rapport à la surface initiale :

$$h_c = h - \varepsilon \frac{P_m}{\left. \frac{dP}{dh} \right|_{h_m}} \quad (2.3)$$

$S = \left. \frac{dP}{dh} \right|_{h_m}$  est la raideur de contact à la décharge (Figure 2.4a) et  $\varepsilon$  dépend de la forme de la courbe de décharge :

$$\varepsilon = m(1 - \gamma) \text{ avec } \gamma = \frac{1}{\sqrt{\pi}} \frac{\Gamma\left(\frac{m}{2(m-1)}\right)}{\Gamma\left(\frac{2m-1}{2(m-1)}\right)} \quad (2.4)$$

$\Gamma$  est la fonction gamma (Woigard and Dargenton, 1997).

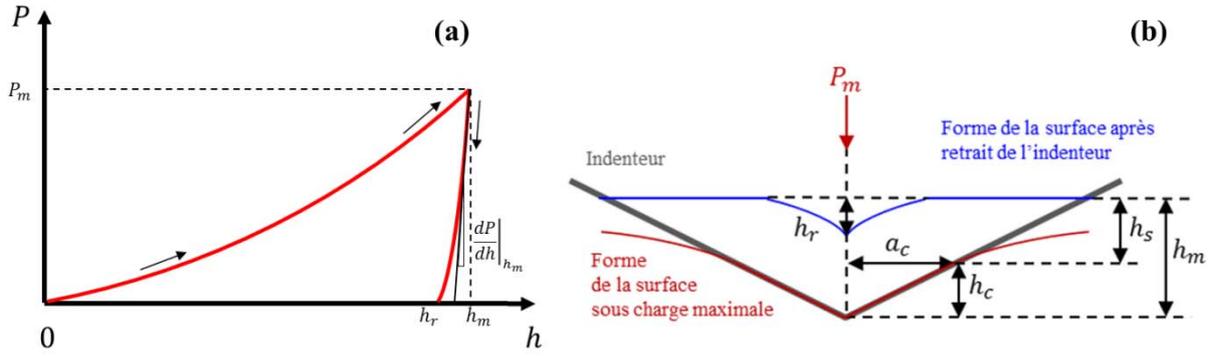


Figure 2.4 - (a) Courbe d'indentation ( $P - h$ ). (b) Nomenclature associée.

A l'échelle d'un grain dont la normale à la surface a pour cosinus directeur  $\alpha = \langle \alpha_i \rangle_{i \in [1;3]}$ , le module d'indentation dans la direction cristallographie  $\langle hkl \rangle$ , est mesuré par nanoindentation et est défini, selon Oliver et Pharr, et Vlassak et Nix (Oliver and Pharr, 1992; Vlassak and Nix, 1993, 1994), par :

$$M_{\langle hkl \rangle} = 16\pi^2 \left[ \int_0^{2\pi} \alpha_m B_{km}^{-1}(C_{ij}, \delta) \alpha_k d\delta \right]^{-1} \quad (2.5)$$

$$\text{avec } M_{\langle hkl \rangle} = \left[ \frac{1}{M_r} - \left( \frac{1 - \nu_{ind}^2}{E_{ind}} \right) \right]^{-1} \text{ et } M_r = \frac{\sqrt{\pi}}{2\beta \sqrt{A(h_c)}} \left. \frac{dP}{dh} \right|_{h_m} \quad (2.6)$$

$$A(h_c) = 24,56h_c^2 + \sum_{i=1}^8 a_i (h_c)^{1/i^2} \quad (2.7)$$

$M_r$  est le module effectif. Si l'indenteur est considéré comme indéformable, le module d'indentation d'un matériau isotrope est simplement le module réduit :

$$M = \frac{E}{1 - \nu^2} \quad (2.8)$$

où  $E$  et  $\nu$  sont respectivement le module d'Young et le coefficient de Poisson du matériau.  $B_{km}(C_{ij}, \delta)$  est une matrice qui dépend des constantes élastiques  $C_{ij}$  du grain considéré et de l'angle  $\delta$  orientant le cristal par rapport à la direction d'indentation.  $E_{ind}$  et  $\nu_{ind}$  sont respectivement le module d'Young et le coefficient de Poisson de l'indenteur.  $\beta$  est une constante géométrique qui dépend de la forme de l'indenteur. Pour une pointe Berkovich, King (King, 1987) trouve une valeur de  $\beta = 1,034$ . La majorité des auteurs se réfèrent à ces travaux. Il en sera fait de même pour cette étude. Cette définition de  $\beta$  peut néanmoins être remise en question. En effet, contrairement aux hypothèses de King,  $\beta$  ne dépend pas que de la géométrie de l'indenteur. De manière générale, la ligne d'enfoncement pour un indenteur pyramidal n'est pas la même suivant l'arête et la face.  $\beta$  dépend donc aussi de la loi de comportement. L'aire de la surface projetée de l'empreinte  $A$  est déterminée à partir de  $h_c$  et de la fonction de calibration de la forme de l'indenteur (réalisée sur un matériau ayant un module d'indentation connu, généralement de la silice fondue pour éviter les effets de taille). À faible profondeur d'indentation, les valeurs de dureté  $H$  et du module d'indentation  $M$  sont très

sensibles à la précision de la géométrie de pointe. La surface de contact au niveau du rayon de courbure de la pointe est alors approximée par un polynôme d'ordre 8.

Il faut noter ici que la présence de bourrelets autour de l'empreinte n'est pas prise en compte par ces méthodes d'analyse. Les bourrelets influent sur l'aire de contact projetée  $A$  et conduisent systématiquement à la surestimation de la dureté  $H_{(hkl)}$  et du module d'indentation  $M_{(hkl)}$ .

## 2.2. Microscopie à force atomique (AFM)

La microscopie à force atomique ou AFM (pour Atomic Force Microscopy) a vu le jour dans les années 80 (Binnig *et al.*, 1986). Cette technique consiste à obtenir la topographie de la surface d'un échantillon en la scannant localement à l'aide d'une pointe dont le rayon de courbure est nanométrique. Contrairement à d'autres techniques, telle la microscopie à effet tunnel, l'AFM ne demande pas à ce que les échantillons soient métalliques ou semi-conducteurs. Elle exploite le principe des forces d'interactions atomiques entre le matériau et la pointe pour reconstruire point par point la surface scannée. Elle est très bien adaptée pour l'observation des empreintes d'indentation de tailles micrométriques ou plus petites encore.

### 2.2.1. Instrumentation

La Figure 2.5 illustre le fonctionnement de l'AFM. La pointe balayant la surface de l'échantillon est positionnée à l'extrémité d'un cantilever (1). Le tout repose sur une platine piézoélectrique (4) permettant son mouvement selon la direction Z. Un faisceau laser (2) est projeté sur le cantilever. Toute aspérité en surface du matériau est détectée en captant les variations d'état du cantilever grâce à la réflexion du laser sur un quadrant de photodiodes (3). La topographie de la surface de l'échantillon est alors estimée par l'intégration du signal de sortie des photodiodes (signal d'erreur).

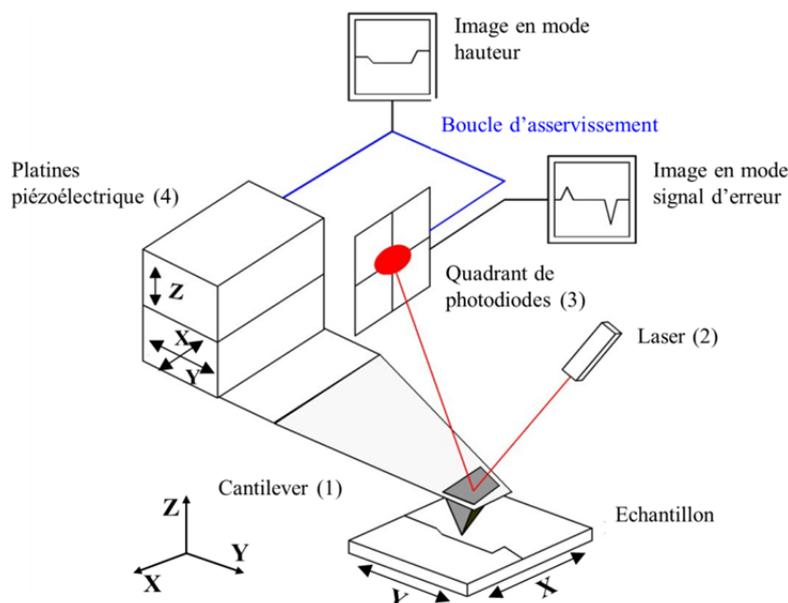


Figure 2.5 - Principe de fonctionnement du microscope à force atomique (Gaillard, 2004).

L'AFM compte deux principaux modes opératoires. Le mode contact consiste à balayer l'échantillon avec la pointe en appui permanent sur la surface. Les forces d'interaction (forces de répulsion) font alors fléchir le cantilever et la topographie est récupérée par le traitement du signal d'erreur. L'asservissement s'opère sur la direction de réflexion du laser. L'endommagement rapide des pointes en mode contact est un problème non négligeable. Pour cette raison, dans notre étude l'AFM est pratiquée en mode non-contact. Pour cela, le cantilever est excité à sa fréquence propre. Les forces d'interaction entre le matériau et la pointe modifient la fréquence propre du système. L'asservissement dans ce cas s'opère sur l'amplitude d'oscillation du cantilever.

Les images de topographie mesurées par AFM sont post-traitables par l'intermédiaire de logiciels spécialisés. Des filtres peuvent être appliqués aux mesures afin d'accéder aux informations, en prenant les précautions nécessaires à l'interprétation des résultats. On verra en détail dans la suite que des filtres couleur et dérivateur sont appliqués sur les mesures afin de révéler au mieux la distribution des bourrelets et des lignes de glissement, respectivement, autour de l'empreinte d'indentation.

### 2.2.2. Topographie d'empreinte d'indentation

Différentes techniques de microscopie sont associées à l'indentation instrumentée afin d'accéder à l'image de l'empreinte à l'échelle du grain. La microscopie optique est la plus ancienne d'entre elles (Farber *et al.*, 1994; Holmes *et al.*, 1993; Keh, 1960; Loubet *et al.*, 1984; Van Groenou and Kadijk, 1989). Mais la microscopie électronique est la plus répandue dans le domaine de la mécanique des matériaux (Armstrong and Wu, 1978; Pethica *et al.*, 1983; Stelmashenko *et al.*, 1993; Hollatz *et al.*, 1996; McElhaney *et al.*, 1998; Pharr, 1998; Eidel, 2011). L'arrivée de l'AFM, en 1986, ouvre les portes à l'imagerie en 3D et devient très populaire autour des années 2000 pour l'observation de la formation des bourrelets et des lignes de glissement autour de l'empreinte d'indentation (Harvey *et al.*, 1993; Tromas *et al.*, 1999; Nibur and Bahr, 2003; Wang *et al.*, 2004; Liu *et al.*, 2005, 2008; Zafarani *et al.*, 2006; Zambaldi and Raabe, 2010; Zamanzade *et al.*, 2013; Kucharski *et al.*, 2014; Kucharski and Jarzabek, 2014).

## 2.3. Modèle éléments finis de l'essai de nanoindentation

Depuis 50 ans, la modélisation par la méthode des éléments finis (EF) est devenue omniprésente dans les domaines de la mécanique. Les performances des calculateurs sans cesse améliorées, permettent de réaliser de véritables expérimentations numériques. La simulation du comportement d'un matériau, d'une structure ou d'un essai mécanique est envisageable dans un grand nombre de situations. Les conditions d'expérimentation numériques ou les nuances matérielles (ex : écrouissage, distribution granulaire) deviennent alors infinies. Après un état de l'art sur la modélisation EF de l'essai de nanoindentation dans le cadre de la plasticité cristalline, le modèle 3D EF de l'essai de nanoindentation, élaboré pour ces travaux de thèse, est détaillé.

### 2.3.1. Prise en compte de la plasticité cristalline dans les modèles

L'étude expérimentale de la plasticité monocristalline peut nécessiter la fabrication d'échantillons mono/polycristallins nuancés en termes d'écrouissage, de tailles de grains ou d'orientations cristallographiques. Les sollicitations à imposer sur ces échantillons sont susceptibles d'être difficiles à

mettre en place. La prévision de la microstructure ou des propriétés mécaniques dans de telles conditions est alors envisageable de façon déterministe par modélisation EF. Peirce *et al.* (Peirce *et al.*, 1982, 1983) sont considérés comme les pionniers de la modélisation EF du comportement de matériaux monocristallins. Depuis, les lois classiques de la plasticité monocristalline, de type Méric-Cailletaud ou Tabourot-Teodosiu, ont été intégrées dans différents codes EF.

La modélisation EF de l'essai d'indentation et de nanoindentation est utilisée depuis plusieurs décennies pour l'étude de matériaux au comportement élasto-plastique (Hardy *et al.*, 1971 ; Lee *et al.*, 1972 ; Follansbee and Sinclair, 1984 ; Bourcier *et al.*, 1985 ; Bhattacharya and Nix, 1988 ; Bolshakov *et al.*, 1996). Fivel *et al.* sont les premiers à modéliser l'essai de nanoindentation en plasticité monocristalline, en couplant un code EF avec un code décrivant la dynamique des dislocations (Fivel *et al.*, 1998a). Mais il faut attendre 2004 pour voir apparaître la première étude numérique de la topographie en bord d'empreinte à l'échelle du grain (Wang *et al.*, 2004).

L'influence de l'orientation cristallographique sur les propriétés mécaniques et sur la topographie d'empreinte a été le premier point abordé. Par confrontation des mesures AFM avec les résultats de simulation, Wang *et al.* démontrent la forte dépendance de la distribution des bourrelets à l'orientation cristallographique par indentation conique. La réponse au contact par différents indenteurs est souvent analysée dans les directions cristallographiques [100], [101] et [111] (Wang *et al.*, 2004; Liu *et al.*, 2005, 2008; Zaafarani *et al.*, 2006; Casals *et al.*, 2007; Casals and Forest, 2009; Kucharski and Jarzabek, 2014). Les grains étant rarement orientés dans ces trois directions spécifiques, Kucharski *et al.* réalisent cette étude dans des directions qui ne sont pas alignées avec ces directions principales (Kucharski *et al.*, 2014). Quant à Zambaldi *et al.*, ils vont plus loin en reliant directement la distribution des bourrelets à la projection stéréographique d'un cristal de  $\gamma - TiAl$  (Zambaldi and Raabe, 2010).

La sensibilité des mesures de dureté, de modules d'indentation ou de courbes d'indentation à l'orientation cristallographique a été étudiée numériquement sur différents matériaux : cuivre, tungstène, zinc, nickel, superalliage de nickel, alliages d'aluminium (Casals *et al.*, 2007; Eidel and Gruttmann, 2007; Alcalá *et al.*, 2008; Casals and Forest, 2009; Delobelle *et al.*, 2009, 2011; Eidel, 2011; Zamanzade *et al.*, 2013; Yao *et al.*, 2014). Alcalá *et al.* (Alcalá *et al.*, 2008) sont les premiers à observer numériquement les effets de l'écrouissage à travers la définition de la matrice d'interaction sur la formation des bourrelets.

Nombre d'équipes de recherche sont d'accord sur le fait que le phénomène de « bourrelets est probablement le plus grand problème non résolu en nanoindentation » (Fischer-Cripps, 2006) et que « la surface libre autour de l'indentation, la topographie des bourrelets, peuvent être utilisés comme une empreinte digitale du processus de déformation du cristal » (Zambaldi and Raabe, 2010). Cependant, très peu d'études ont porté leur intérêt sur l'identification des paramètres matériau des lois de plasticité cristalline à partir de la topographie, et de la distribution des bourrelets en particulier. A l'échelle macroscopique, d'intéressantes procédures d'identification paramétrique ont été développées. Les plus innovantes sont basées sur le recalage de modèle EF de l'essai d'indentation utilisant les courbes d'indentation et les topographies (Bolzon *et al.*, 2004, 2009, 2012 ; Bocciarelli *et al.*, 2005, 2008 ; Bocciarelli and Bolzon, 2009 ; Rauchs and Bardon, 2011 ; Moy *et al.*, 2011). Des procédures similaires ont d'ailleurs été mises au point à l'échelle du grain dans le but d'accéder aux valeurs de cissions critiques projetées dans les travaux de Zambaldi *et al.* (Zambaldi *et al.*, 2012, 2015) et Tasan

*et al.* (Tasan *et al.*, 2014a, 2014b). Mais ces dernières ne s'intéressent pas à l'identification des coefficients de la matrice d'interaction.

La présente étude prétend donc aller plus loin en s'inspirant des procédures basées sur le recalage de modèle EF de l'essai d'indentation, en utilisant les courbes d'indentation et les topographies résiduelles, afin d'étudier l'identifiabilité des paramètres matériau de la loi de plasticité monocristalline de Méric-Cailletaud.

### 2.3.2. Caractéristiques du modèle paramétré élaboré

On décrit dans cette section les caractéristiques du modèle 3D EF de l'essai de nanoindentation élaboré pour l'analyse de l'identifiabilité des paramètres associés à la loi de Méric-Cailletaud.

La modélisation EF de l'essai de nanoindentation est réalisée sous le code ZéBuLon (Burlet and Cailletaud, 1991) [<http://www.zset-software.com>] développé par l'ONERA, le Centre des Matériaux (Mines ParisTech) et la société NW Numerics. C'est un ensemble de modules consacré au calcul de structure et à la mécanique des matériaux comprenant un solveur EF, une bibliothèque de lois matériaux très riche où la loi de M-C est disponible.

Pour tenir compte de l'anisotropie du matériau et de la géométrie de l'indenteur, le modèle EF est réalisé en 3D avec des éléments 3D linéaires (C3D8). Le monocristal est représenté par un cylindre dont le rayon et la hauteur sont 40 fois plus grands que la profondeur d'indentation maximale  $h_m = 900$  nm afin de s'affranchir des effets de bords (soit  $36 \mu\text{m}$ ). La face inférieure du cylindre est encastrée alors que toutes les autres sont libres. La pointe Berkovich, considérée comme indéformable, est asservie en déplacement selon l'axe d'indentation  $\vec{z}$ . La Figure 2.6 présente une vue en coupe du maillage du modèle EF de l'essai de nanoindentation élaboré.

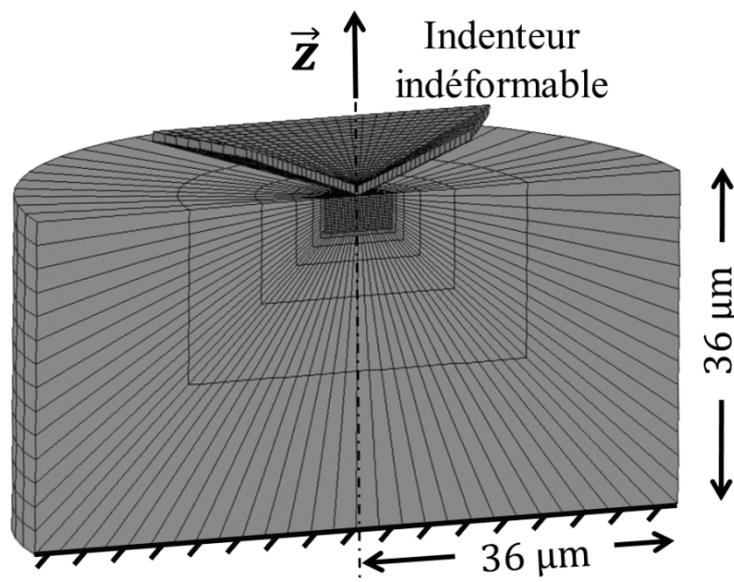


Figure 2.6 - Vue en coupe du modèle 3D EF de l'essai de nanoindentation.

Le maillage est raffiné autour de la zone de contact entre indenteur et massif sur une hauteur et un rayon 4 fois plus grands que la profondeur d'indentation (soit  $3,6 \mu\text{m}$ ). Le raffinement de cette zone est important pour modéliser au mieux le contact. La taille des éléments finis de cette zone est donc à déterminer en considérant aussi le facteur temps de simulation. Pour cela une étude de convergence de maillage doit être menée, qui dépend des données observées du modèle EF. Dans notre cas, l'observation porte sur la courbe d'indentation et la topographie résiduelle. Deux études de convergence sont donc nécessaires et sont présentées dans la suite. Pour les mener à bien, neuf maillages du massif sont réalisés avec différentes tailles d'éléments  $m$  de la zone raffinée (Tableau 2.1).  $i$  indique le nombre d'éléments finis contenus dans la hauteur de la zone raffinée ( $3,6 \mu\text{m}$ ). Le maillage  $m_{\text{ref}}$  est le plus fin et est défini comme celui de référence.

|          | Maillage |          |          |          |          |          |          |          |                  |
|----------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|------------------|
|          | $m_8$    | $m_{10}$ | $m_{12}$ | $m_{14}$ | $m_{16}$ | $m_{18}$ | $m_{20}$ | $m_{22}$ | $m_{\text{ref}}$ |
| $i$      | 8        | 10       | 12       | 14       | 16       | 18       | 20       | 22       | 24               |
| $m$ (nm) | 450      | 360      | 300      | 257      | 225      | 200      | 180      | 163      | 150              |

Tableau 2.1 - Tailles des éléments finis de la zone raffinée des neuf maillages utilisées pour l'étude de convergence à profondeur d'indentation  $h_m = 900 \text{ nm}$ .

Concernant les conditions de calcul du problème, le fort taux de déformation des éléments sous l'indenteur impose de considérer le problème en grande transformation. Ainsi, les lois constitutives de la loi de M-C sont intégrées par la méthode de Runge-Kutta d'ordre 2. La résolution du problème global est assurée par l'algorithme de Newton-Raphson.

Le problème du contact est résolu par méthode directe dite de flexibilité (Francavilla and Zienkiewicz, 1975; Sachdeva and Ramakrishnan, 1981; Wronski, 1994; Jean, 1995). La loi de Coulomb est utilisée pour assurer le contact sans frottement entre la face supérieure du cylindre et l'indenteur Berkovich.

L'indenteur Berkovich est équivalent à un indenteur conique ayant un angle d'ouverture de  $\theta = 70,3^\circ$ . A travers un modèle 2D-axisymétrique EF, Bucaille *et al.* montrent que l'impact du coefficient de frottement sur la courbe d'indentation reste inférieur à 3% avec cet indenteur conique (Bucaille *et al.*, 2003). Ils montrent aussi que le rapport entre la hauteur maximale de bourrelet/enfoncement et la profondeur d'indentation peut varier entre  $[0,95; 1,13]$  suivant la valeur du coefficient de frottement. La définition du contact sans frottement maximise la formation de bourrelets. C'est un point sur lequel il serait intéressant de s'attarder afin de s'en assurer.

Une simulation consiste en un cycle de charge-maintien-décharge (Figure 2.7a). L'indenteur, au départ situé à  $100 \text{ nm}$  du massif, effectue la phase de charge linéairement pendant  $30 \text{ s}$  jusqu'à atteindre la profondeur d'indentation  $h_m = 900 \text{ nm}$ .  $h_m$  est maintenue pendant  $90 \text{ s}$  et l'indenteur effectue la phase de décharge linéairement pendant  $30 \text{ s}$ . L'échantillonnage de la courbe d'indentation (Figure 2.7b) est réalisé avec un pas de temps  $\Delta t = 0,3 \text{ s}$ .

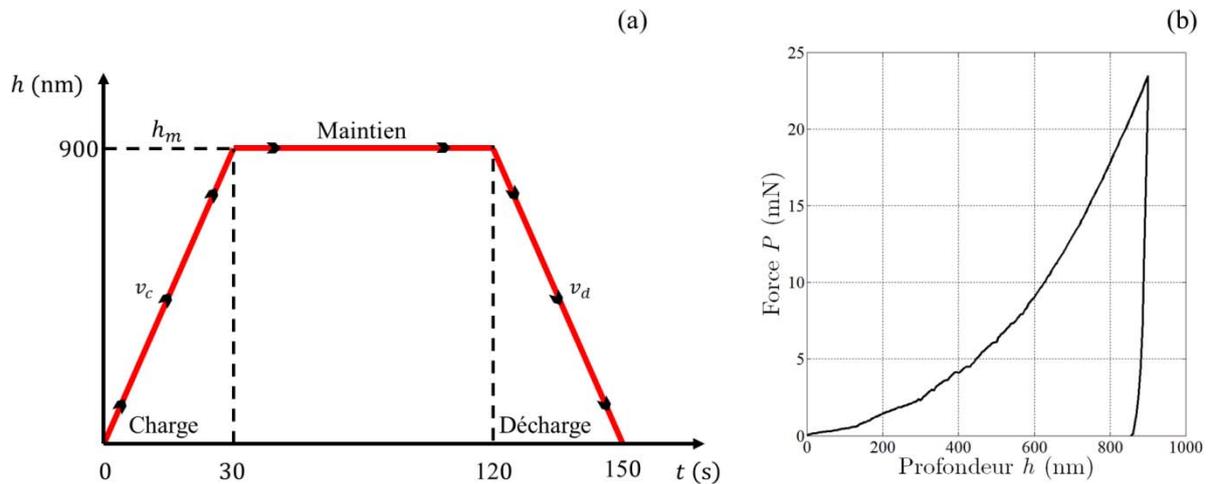


Figure 2.7 - (a) Asservissement de l'indenteur pendant la simulation de l'essai de nanoindentation.  
(b) Courbe d'indentation type résultant d'une simulation.

Le temps de simulation dépend intrinsèquement des moyens de calcul utilisés. Les calculs numériques sont réalisés sur le cluster local du DMA (Département Mécanique Appliquée). Ce cluster possède 12 nœuds de calcul : 7 bi-processeurs 4 cœurs (36 Go RAM), 1 bi-processeur 6 cœurs (64 Go RAM), 2 bi-processeurs 8 cœurs (64 Go RAM) et 2 bi-processeurs 10 cœurs (96 Go RAM). Les simulations sont exécutées en parallélisant 8 processeurs d'une machine (multi-threading).

### 2.3.3. Etudes de convergence

#### 2.3.3.1. Courbe d'indentation

On tente ici de déterminer la taille des éléments finis de la zone raffinée qui permet un bon compromis entre temps de calcul et précision des résultats de courbe d'indentation.

Le vecteur-observations est défini à partir de : la réaction au déplacement  $P$  selon l'axe d'indentation enregistrée au niveau de la face inférieure du massif et du déplacement de la pointe de l'indenteur  $h$  imposé. La courbe d'indentation est utilisée pour le calcul de l'identifiabilité des paramètres associés à la loi de M-C. La décharge étant considérée comme purement élastique, seule la charge est analysée. Un exemple de la courbe d'indentation simulée est montré Figure 2.8. On remarque dans cet exemple que la courbe est perturbée durant la charge (Figure 2.8b). Ces perturbations apparaissent dans les cas où le maillage est trop grossier dans la zone de contact raffinée. Suivant la sensibilité de ces perturbations aux paramètres matériau, le calcul d'identifiabilité risque d'être impacté. Pour cela, la charge des courbes d'indentation est systématiquement approximée par un polynôme d'ordre 3 (Figure 2.8) définissant le vecteur-observations :

$$\mathbf{y} = \langle \mathbf{P}(t), \mathbf{h}(t) \rangle \quad (2.9)$$

$\mathbf{P}$  est le vecteur-réponses et  $\mathbf{h}$  le vecteur-sollicitations.

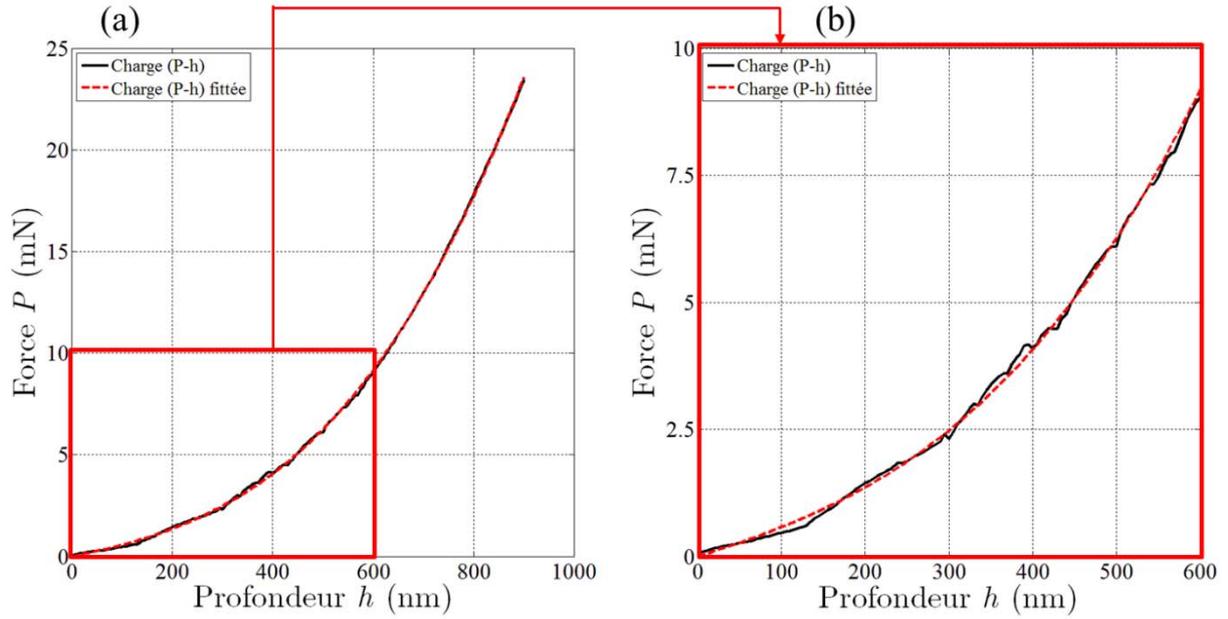


Figure 2.8 - (a) Exemple de courbe d'indentation simulée (noire) et approximée par un polynôme d'ordre 3 (pointillés rouge). (b) Zoom.

La simulation est réalisée avec les neuf maillages (Tableau 2.1). Le vecteur-paramètres utilisé est défini par le « matériau virtuel » (4) (Tableau 1.16). L'erreur relative entre l'effort  $\mathbf{P}_i$  (issu de la simulation avec le maillage  $m_i$ ) et l'effort de référence  $\mathbf{P}_{ref} = \mathbf{P}_{24}$  est calculée en tout point  $h_k$  et normée par rapport à l'effort maximal atteint pour la simulation de référence. La valeur absolue de la moyenne de l'erreur relative en fonction du nombre d'éléments dans la zone de contact (2.10) est reportée en Figure 2.9. L'écart type  $S$  est défini à l'équation (2.11). On remarque que même si la moyenne des écarts reste inférieure à 11% quel que soit le maillage, l'écart type reste très important. On conclut que la convergence ne peut pas être considérée comme atteinte pour les maillages les plus grossiers  $m_{8-18}$ . Les maillages les plus fins impliquent des temps de simulation trop importants et ne sont pas envisageables pour nos travaux d'identifiabilité.

$$\Delta P_i = \frac{|\overline{\mathbf{P}_i - \mathbf{P}_{24}}|}{\max(\mathbf{P}_{24})} = \frac{1}{N_{P_{24}} \times \max(\mathbf{P}_{24})} \sum_{k=1}^{N_{P_{24}}} |\mathbf{P}_i(h_k) - \mathbf{P}_{24}(h_k)| \quad (2.10)$$

$$S = \left( \frac{1}{8} \sum_{i=4}^{12} (\Delta P_{2i} - \overline{\Delta P})^2 \right)^{\frac{1}{2}} \quad (2.11)$$

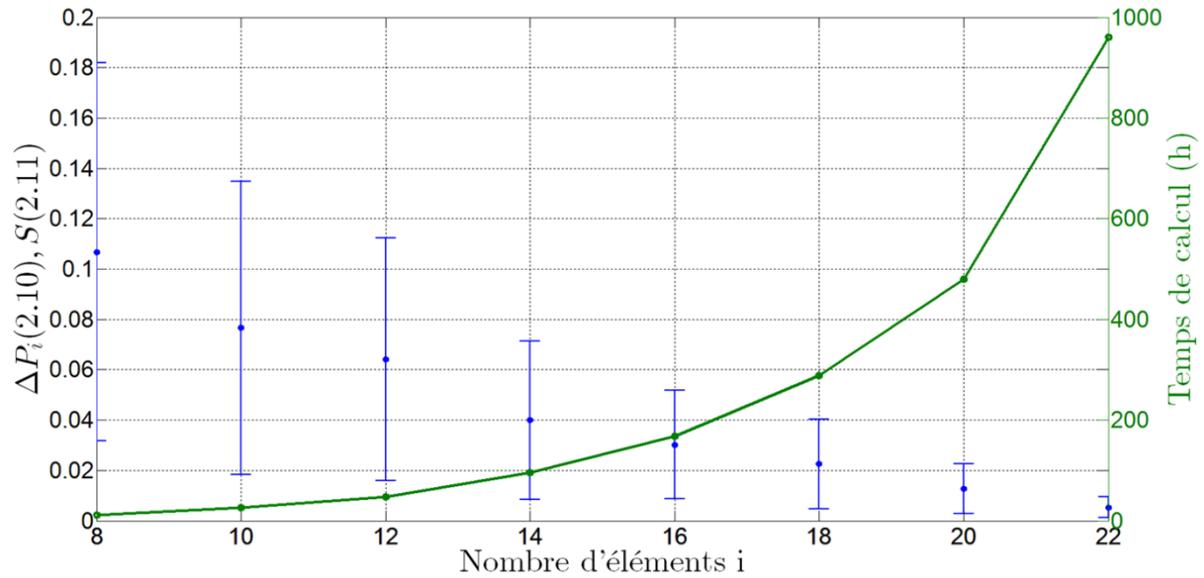


Figure 2.9 - Etude de convergence de la courbe d'indentation. Ecart relatif entre l'effort issu de la simulation  $i$  et la référence (bleue). Temps de calcul en fonction de la taille du maillage (verte).

Cette étude montre clairement que l'interprétation des courbes d'indentation simulées est à entreprendre avec beaucoup de prudence si on considère des maillages grossiers (ex :  $m_{14}$ ).

### 2.3.3.2. Topographie résiduelle

On tente ici de déterminer la taille des éléments finis de la zone raffinée permettant d'être à la convergence sur les résultats de topographie.

Le vecteur-observations est défini à partir de la topographie de la face supérieure du massif enregistrée en chaque nœud du maillage déformé après décharge complète de l'indenteur. Le résultat est alors interpolé linéairement sur une matrice carrée  $\mathbf{Z}(XY)$  de taille 256 qui correspond à la résolution des mesures AFM expérimentales, et définit le vecteur-observations :

$$\mathbf{y} = \langle \mathbf{Z}(XY), \mathbf{h}(t) \rangle \quad (2.12)$$

$\mathbf{Z}(XY)$  est le vecteur-réponses et  $\mathbf{h}$  le vecteur-sollicitations. La confrontation des topographies numériques et expérimentales est alors directe. La Figure 2.10 montre un exemple de topographie simulée : dans un cas la topographie est entière (Figure 2.10a), dans l'autre elle est tronquée sur  $125 \times 125 \text{ pxl}^2$  en son centre (Figure 2.10b). Cette troncature permet de s'affranchir des données du centre des topographies numériques. En effet, si le maillage est trop grossier dans la zone de contact, on peut imaginer que les données topographiques au niveau du centre de l'empreinte sont sensibles aux paramètres matériau. Comme pour la courbe d'indentation, le calcul d'identifiabilité risque d'être impacté.

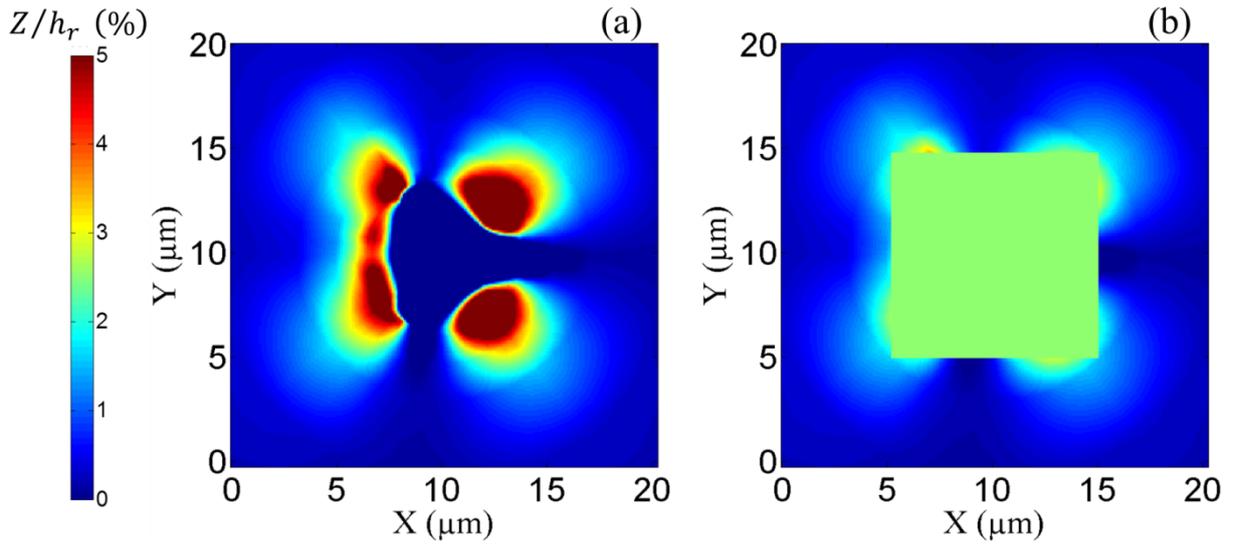


Figure 2.10 - Exemples de topographies simulées et interpolées linéairement sur une matrice carrée de taille 256. (a) topographie entière, (b) topographie tronquée sur  $125 \times 125 \text{ pxl}^2$  en son centre.

La même simulation est réalisée avec les neuf maillages (Tableau 2.1). Le vecteur-paramètres utilisé est celui définissant le « matériau virtuel » (4) (Tableau 1.16). L'erreur relative entre la topographie  $Z_i$  et la topographie de référence  $Z_{ref} = Z_{24}$  est calculée en tout point  $XY_k$  et normée par rapport à la hauteur maximale atteinte pour la simulation de référence. La valeur absolue de la moyenne de l'erreur relative dans la zone de contact (2.13) est reporté en Figure 2.11 dans les cas où la topographie : entière et où elle est tronquée sur  $125 \times 125 \text{ pxl}^2$  en son centre. L'écart type  $S$  est défini à l'équation (2.14).

$$\Delta Z_i = \frac{|\overline{Z_i - Z_{24}}|}{\max(Z_{24})} = \frac{1}{N_{Z_{24}} \times \max(Z_{24})} \sum_{k=1}^{N_{Z_{24}}} |Z_i(XY_k) - Z_{24}(XY_k)| \quad (2.13)$$

$$S = \left( \frac{1}{8} \sum_{i=4}^{12} (\Delta Z_{2i} - \overline{\Delta Z})^2 \right)^{\frac{1}{2}} \quad (2.14)$$

On remarque que la moyenne des écarts reste très inférieure à 1% quels que soient le maillage et la troncature. Cependant, le fait de tronquer la topographie diminue drastiquement l'écart type autour de la moyenne. On peut conclure que la convergence est atteinte à partir d'un maillage  $m_{14}$ . Pour ce maillage, le temps de calcul est de 4 jours, ce qui permet d'obtenir un bon compromis entre temps de calcul et précision des données topographiques.

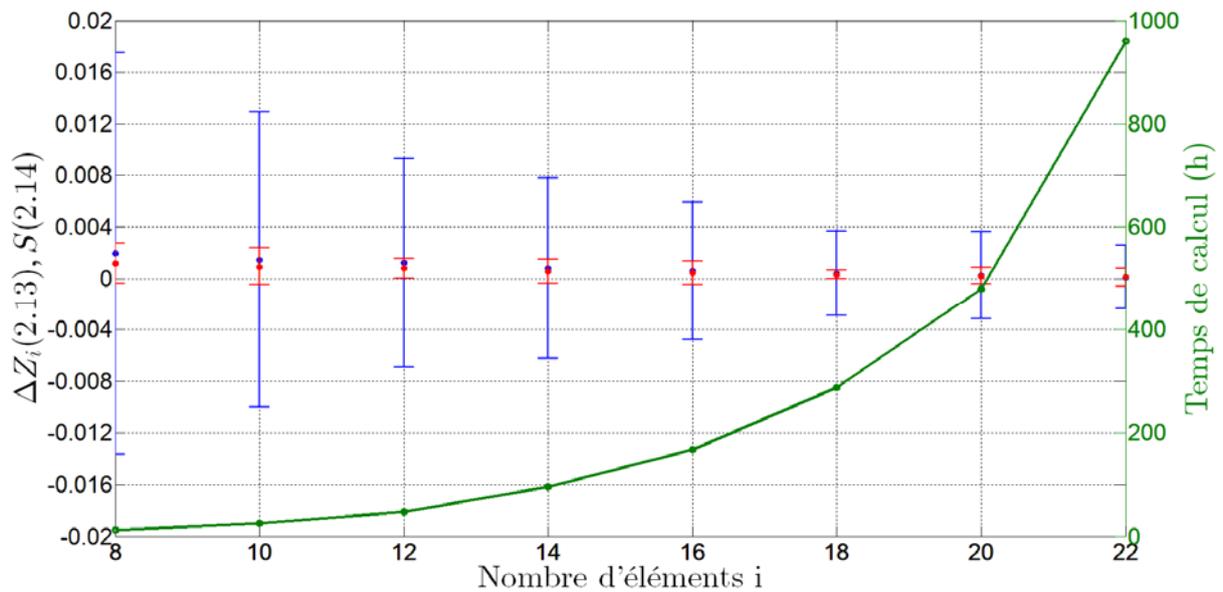


Figure 2.11 - Etude de convergence de la topographie résiduelle. Ecart relatif de la topographie entière issue de la simulation  $i$  et la référence (bleue). Ecart relatif de la topographie tronquée issue de la simulation  $i$  et la référence (rouge). Temps de calcul en fonction de la taille du maillage (verte).

Le maillage retenu  $m_{14}$  contient 19564 éléments 3D linéaires. La zone de contact raffinée est un cylindre de hauteur et de rayon  $3,6 \mu\text{m}$ . La taille d'élément dans cette zone est de  $257 \text{ nm}$ . A profondeur d'indentation maximale  $h_m = 900 \text{ nm}$ , l'indenteur pénètre un peu plus de 3 éléments.

### 2.3.3.3. Possibilités d'analyses à l'échelle des systèmes de glissement

La simulation de l'essai de nanoindentation permet également d'analyser et d'interpréter l'évolution des variables d'état sur chaque système de glissement  $s$ , comme par exemple le glissement plastique cumulé  $v^s$ . La Figure 2.12 montre une vue en coupe du résultat de simulation d'indentation sur le « matériau virtuel » (4) dans la direction  $[001]$  avec une profondeur d'indentation maximale  $h_m = 900 \text{ nm}$ . Le glissement plastique cumulé total est présenté au centre de la Figure 2.12 et le glissement plastique cumulé sur chaque système de glissement autour de cette figure. La Figure 2.13 présente les mêmes grandeurs en surface du massif, vues du dessus. Bien que très intéressantes, ces informations ne peuvent pas être directement confrontées aux données expérimentales mais peuvent servir à l'interprétation des mécanismes de la plasticité en indentation.

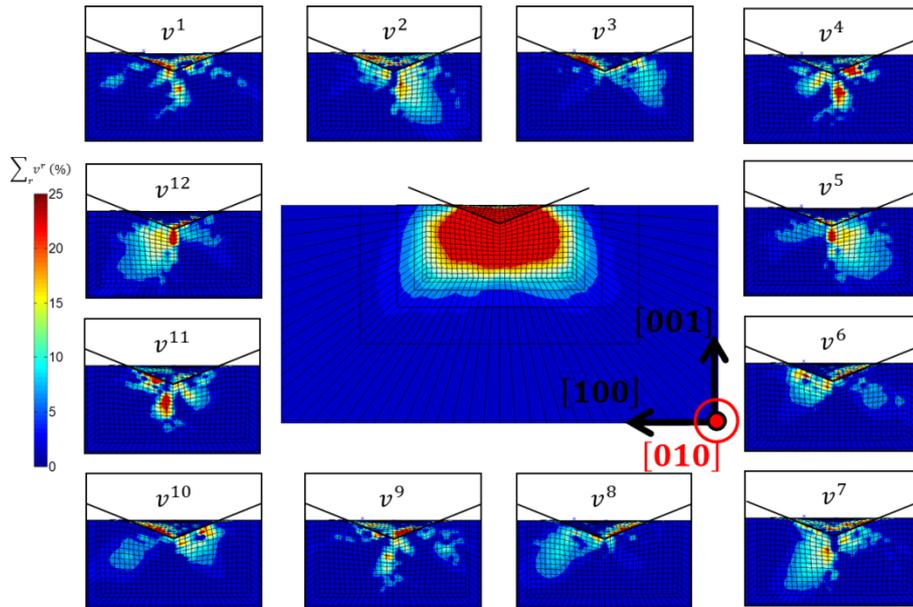


Figure 2.12 - Glissement plastique issu d'une simulation de nanoindentation sur le « matériau virtuel » (4) dans la direction [100] (vue en coupe) : glissement plastique cumulé total (centre) et sur chaque système de glissement.

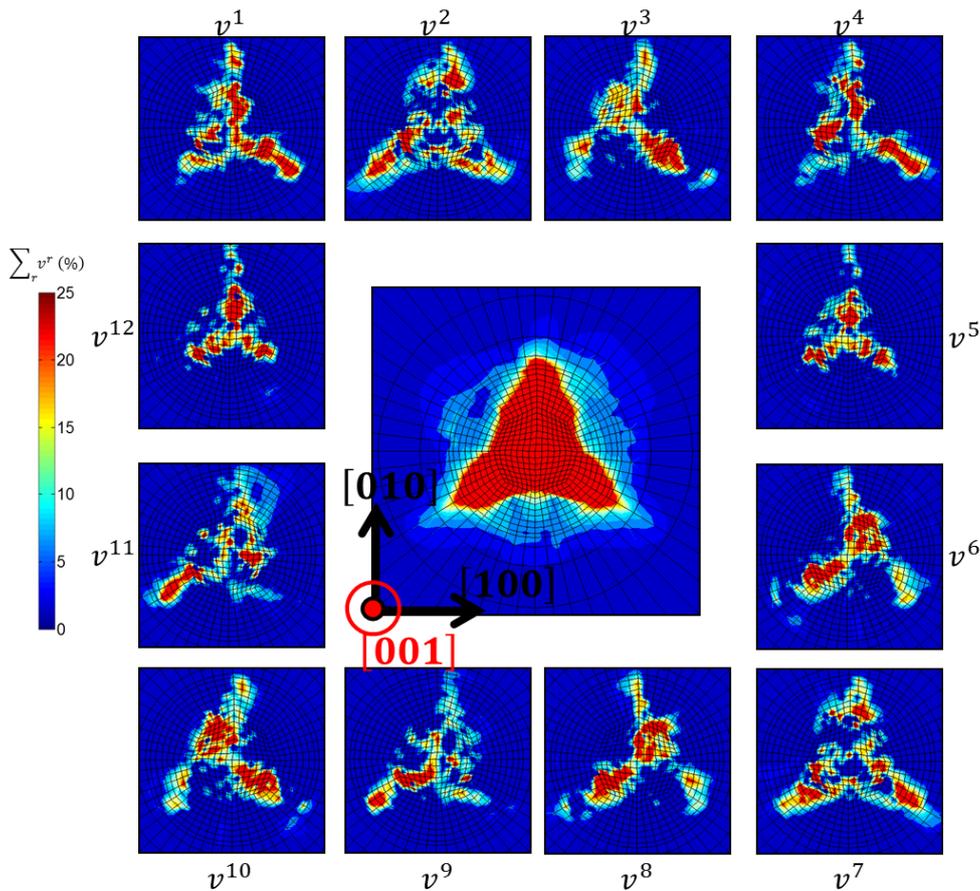


Figure 2.13 - Glissement plastique issu d'une simulation de nanoindentation sur le « matériau virtuel » (4) dans la direction [100] (vue du dessus) : glissement plastique cumulé total (centre) et sur chaque système de glissement.

## 2.4. Analyse inverse du modèle de l'essai d'indentation

Maintenant le modèle EF 3D de l'essai de nanoindentation construit, il faut se pencher sur la méthode inverse à adopter pour analyser l'identifiabilité et envisager l'identification des paramètres associés à la loi de M-C. Comment utiliser ce modèle EF mais aussi les données expérimentales collectées à partir des techniques présentées pour atteindre nos objectifs ?

Cette section décrit quatre méthodes inverses pour l'identification des paramètres de lois élasto-plastiques par indentation instrumentée. Un indicateur du conditionnement du problème inverse est proposé servant de guide à la construction d'une procédure d'identification des paramètres associés à la loi de M-C.

### 2.4.1. Présentation des différentes méthodes d'extraction des propriétés plastiques

En indentation instrumentée, la notion de méthode inverse englobe deux approches, analytique et numérique :

- la première consiste à définir un modèle expérience  $\mathcal{M}$  simple basé sur la théorie du contact permettant de calculer analytiquement son inverse  $\mathcal{M}^{-1}$  et d'en déduire le vecteur-paramètres  $\boldsymbol{\theta}$  (méthode 1),
- la seconde repose sur l'inversion du modèle numérique  $\mathcal{M}$  représentant l'expérience, généralement par éléments finis. Certaines méthodes conduisent à inverser le modèle expérience  $\mathcal{M}$  en un vecteur de données particulier  $\mathbf{y}^{exp}$  (par exemple issu d'une expérience réelle  $\mathcal{M}^{-1}(\mathbf{y}^{exp})$ ). Le modèle inverse  $\mathcal{M}^{-1}$  est reformulé pour permettre une estimation  $\hat{\boldsymbol{\theta}}$  d'un vecteur-paramètres à l'aide d'une fonction coût à minimiser représentant l'écart entre un vecteur-observations  $\mathbf{y}(\boldsymbol{\theta})$  et  $\mathbf{y}^{exp}$ . C'est la méthode de recalage de modèle (méthode 2). D'autres méthodes consistent à balayer l'espace des possibles du vecteur-paramètres  $\boldsymbol{\theta}$  numériquement (criblage) pour obtenir une base de données de vecteur-observations  $\mathbf{y}$ . Deux cas se retrouvent dans la littérature : le modèle  $\mathcal{M}$  est approximé analytiquement par un modèle  $\widehat{\mathcal{M}}$  plus simple à inverser (méthode 3) ; le modèle inverse  $\mathcal{M}^{-1}$  est approximé numériquement par construction d'une surface de réponse  $\widehat{\mathcal{M}}^{-1}$  (méthode 4).

Ces quatre méthodes inverses sont présentées dans la suite à l'aide de la notation générale introduite au chapitre précédent. On rappelle les écritures formelles du problème direct (2.15) et inverse (2.16), respectivement :

$$\mathbf{y} = \langle \mathbf{y}^r; \mathbf{y}^s \rangle = \mathcal{M}(\boldsymbol{\theta}) \quad (2.15)$$

$$\boldsymbol{\theta} = \langle \boldsymbol{\theta}^m; \mathbf{y}^s \rangle = \mathcal{M}^{-1}(\mathbf{y}) \quad (2.16)$$

### 2.4.1.1. Méthode 1 : point par point

Pour illustrer la méthode et introduire la notation, on peut prendre l'exemple très simple de l'identification du module d'Young  $E$  de la loi de Hooke à partir de l'essai de traction uniaxiale. Le vecteur-observations  $\mathbf{y}$  est alors composé de l'évolution de la contrainte  $\boldsymbol{\sigma}$  (vecteur-réponses) et de la déformation  $\boldsymbol{\varepsilon}$ . La sollicitation imposée  $\mathbf{y}^s$  est l'évolution de la déformation  $\boldsymbol{\varepsilon}$ . Le vecteur-paramètres  $\boldsymbol{\theta}^m$  est ici un scalaire composé du module d'Young  $E$ . Le problème direct s'écrit alors :

$$\mathbf{y} = \langle \boldsymbol{\sigma}; \boldsymbol{\varepsilon} \rangle = \mathcal{M}(E; \boldsymbol{\varepsilon}) = \langle E\boldsymbol{\varepsilon}; \boldsymbol{\varepsilon} \rangle \quad (2.17)$$

L'inversion de  $\mathcal{M}$  est alors triviale et permet d'obtenir le module d'Young  $E$  par la méthode des moindres carrés.

Cette méthode peut être adaptée en indentation. Lors d'un essai d'indentation  $k$ , une déformation représentative  $\varepsilon_k$  et une contrainte représentative  $\sigma_k$  sont mesurées. En réalisant assez d'indentations de façon adaptée au problème (à l'indenteur utilisé surtout), une courbe  $(\sigma_k - \varepsilon_k)$  peut être définie. La loi matériau dont on souhaite identifier les paramètres doit être recalée sur la courbe  $(\sigma_k - \varepsilon_k)$  et bien souvent les paramètres sont estimés par méthode des moindres carrés à partir de ces points.

Cette notion de contrainte et de déformation représentatives a été établie par Tabor (Tabor, 1951). Bien que le champ de déformation plastique dans et hors d'une empreinte d'indentation soit hétérogène, il suppose l'existence d'une contrainte d'écoulement représentative  $\sigma_k$ , et d'une déformation plastique représentative  $\varepsilon_k$  de la zone plastifiée qui dépendent des conditions d'indentation et de l'indenteur. Tabor observe qu'en général dans une région représentative de l'indentation, la déformation évolue de façon constante pour des indentations sphériques de même rapport  $\frac{a}{R}$  :

$$\begin{cases} \varepsilon_k = f\left(\frac{a}{R}\right) = 0,2 \frac{a}{R} \\ \sigma_k = \phi\left(\frac{a}{R}\right) = \frac{P_{m_k}}{C} \end{cases} \quad (2.18)$$

où  $a$  est le rayon de contact et  $R$  le rayon de l'indenteur sphérique.  $P_{m_k}$  est l'effort maximal atteint pendant l'essai  $k$ .  $C$  est le facteur de confinement, supposé connu et égal à 3. L'existence d'une déformation représentative proportionnelle au rapport  $\frac{a}{R}$  et d'un facteur de confinement  $C = 3$  restent des hypothèses fortes, surtout dans la région située sur les bords de l'empreinte d'indentation.

La loi élasto-plastique de type puissance est la plus fréquemment identifiée par cette méthode en indentation. Elle est définie comme suit dans le domaine plastique :

$$\sigma = \sigma_y \left(\frac{E}{\sigma_y}\right)^n \varepsilon^n \text{ si } \varepsilon \geq \frac{\sigma_y}{E} \quad (2.19)$$

$E$  est le module d'Young,  $\sigma_y$  la limite d'élasticité et  $n$  le coefficient d'écrouissage. Les études suivantes ont utilisé la méthode point par point pour identifier cette loi à partir d'essais d'indentations

sphériques (Sundararajan and Tirupataiah, 1994; Chaudhri, 1996, 2000; Taljat *et al.*, 1998; Haušild *et al.*, 2012; Moussa *et al.*, 2014).

Atkins & Tabor (Atkins and Tabor, 1965) ont mené une étude similaire avec des indenteurs coniques avec différents angles d'ouverture  $\Theta$ . Les indenteurs coniques sont homothétiques. Ils présentent donc une déformation plastique représentative  $\varepsilon_k$  indépendante de la taille de l'empreinte d'indentation et de l'effort appliqué. Cependant,  $\varepsilon_k$  varie avec l'angle d'ouverture  $\Theta$  de l'indenteur conique utilisé. Cette méthode présente l'inconvénient de devoir effectuer autant d'essais de dureté que de points nécessaires pour la construction de la courbe  $(\sigma_k - \varepsilon_k)$ . On peut également citer les travaux de Kermouche *et al.* (Kermouche, 2005; Kermouche *et al.*, 2005).

#### 2.4.1.2. Méthode 2 : recalage de modèle EF

Cette méthode, largement utilisée en mécanique (dynamique des structures, vibro-acoustique, matériau, conception, ...), permet d'estimer, un ou des vecteur-paramètres  $\hat{\boldsymbol{\theta}}$  qui minimisent l'écart entre le vecteur-observations  $\mathbf{y}$  (issu du modèle EF  $\mathcal{M}$  de l'essai) et les données  $\mathbf{y}^{exp}$  (issues de l'expérimental). Le problème inverse peut s'écrire formellement :

$$\hat{\boldsymbol{\theta}} = \langle \hat{\boldsymbol{\theta}}^m; \mathbf{y}^s \rangle = \mathcal{M}^{-1}(\mathbf{y}^{exp}) = \underset{\boldsymbol{\theta}^m}{\operatorname{argmin}} \omega \left( \frac{\mathcal{M}(\boldsymbol{\theta}^m; \mathbf{y}^s)}{\mathbf{y}(\boldsymbol{\theta})}; \mathbf{y}^{exp} \right) \quad (2.20)$$

La fonction coût  $\omega$  est alors minimisée par des techniques d'optimisation locales et/ou globales.

Une question fondamentale se pose : de quelle nature doit-être le vecteur-observations  $\mathbf{y}$  pour obtenir la meilleure estimation  $\hat{\boldsymbol{\theta}}$  possible du vecteur-paramètres matériau (s'il existe) ? Autrement dit, de quelle nature doit-être  $\mathbf{y}$  pour qu'il soit sensible aux composantes de  $\boldsymbol{\theta}^m$  et que les fonctions de sensibilité soient linéairement indépendantes ? Une définition de la fonction coût  $\omega$  et un choix judicieux de  $\mathbf{y}^{exp}$  sont donc nécessaires. Dans le cas où il existe une solution, la minimisation de la fonction coût va permettre de converger vers un vecteur  $\hat{\boldsymbol{\theta}}$  solution.

En indentation, les études utilisant cette méthode exploitent généralement deux types de réponses : la courbe d'indentation  $(P(t) - h(t))$  (entière ou partielle) et/ou la topographie résiduelle de l'empreinte  $\mathbf{Z}(XY)$ . Un vecteur-observations  $\mathbf{y}$  peut alors s'écrire comme suit :

$$\mathbf{y} = \langle \mathbf{P}(t), \mathbf{Z}(XY); \mathbf{h}(t) \rangle \quad (2.21)$$

$\mathbf{h}$  est l'évolution de la profondeur d'indentation et définit le vecteur-sollicitations. Les mêmes données  $\mathbf{P}^{exp}$ ,  $\mathbf{Z}^{exp}$  et  $\mathbf{h}^{exp}$  sont observées à travers l'expérience, définissant  $\mathbf{y}^{exp}$  :

$$\mathbf{y}^{exp} = \langle \mathbf{P}^{exp}(t), \mathbf{Z}^{exp}(XY); \mathbf{h}^{exp}(t) \rangle \quad (2.22)$$

Les courbes d'indentation sont alors discrétisées en  $T$  instants. A chaque instant  $t$ , les efforts  $P_t = P(t)$ ,  $P_t^{exp} = P^{exp}(t)$  et les profondeurs d'indentation correspondantes  $h_t = h(t)$ ,  $h_t^{exp} = h^{exp}(t)$  sont relevés. Les topographies  $Z_n = Z(XY_n)$ ,  $Z_n^{exp} = Z^{exp}(XY_n)$  sont relevées en  $N$  points  $XY_n$  de la

surface de l'échantillon après retrait de l'indenteur. La fonction coût  $\omega$  est alors définie comme une norme des écarts entre  $\mathbf{y}$  et  $\mathbf{y}^{exp}$ . La norme la plus utilisée est la norme ( $L_2$ ), comme l'a définie par exemple Bolzon *et al.* (Bolzon *et al.*, 2004). Dans le cas où le déplacement de l'indenteur  $\mathbf{h}^{exp}$  est imposé au cours du temps, la fonction coût peut être définie à partir de la réponse en force et de la topographie de l'empreinte de la manière suivante :

$$\omega(\mathcal{M}(\boldsymbol{\theta}^m; \mathbf{h}^{exp}); \mathbf{y}^{exp}) = \frac{1}{T} \sum_{t=1}^T \left( \frac{P_t - P_t^{exp}}{\max(\mathbf{P}^{exp})} \right)^2 + \frac{1}{N} \sum_{n=1}^N \left( \frac{Z_n - Z_n^{exp}}{\max(\mathbf{Z}^{exp})} \right)^2 \quad (2.23)$$

Les pondérations par  $\max(\mathbf{P}^{exp})$  et  $\max(\mathbf{Z}^{exp})$  permettent de considérer pour chaque type de réponse (courbe d'indentation et topographie) une incertitude absolue et un rapport signal/bruit identique à la valeur maximale. La sollicitation  $\mathbf{h}^{exp}$  pilote le calcul, l'erreur modèle/expérience sur celle-ci est donc négligée.

Cette méthode de recalage du modèle EF de l'essai d'indentation a déjà été utilisée pour caractériser un large panel de matériaux et lois de comportement plastiques, utilisant ce type de fonction coût  $\omega$  :

- lois élasto-plastiques : aciers (Bolzon *et al.*, 2004; Collin *et al.*, 2007, 2010, Bolzon *et al.*, 2011, 2012; Moussa *et al.*, 2012), aluminium (Bocciarelli *et al.*, 2005; Moy *et al.*, 2011; Buljak *et al.*, 2014), Céramique-métallique (Bocciarelli *et al.*, 2008; Bolzon *et al.*, 2009), film mince TiAlN (Pac *et al.*, 2014),
- lois élasto-viscoplastiques : aluminium, cuivre (Constantinescu and Tardieu, 2001; Rauchs and Bardon, 2011),
- propriétés de fissuration : systèmes film-substrat (Au-Si) (Bocciarelli and Bolzon, 2009).

La confrontation des résultats de recalage de modèle EF, à partir de la courbe d'indentation seule, la topographie seule ou les deux, permet de déterminer l'information la plus riche pour l'identification paramétrique (Bolzon *et al.*, 2004, 2009, 2011 ; Bocciarelli *et al.*, 2005, 2008 ; Bocciarelli and Bolzon, 2009 ; Moy *et al.*, 2011 ; Rauchs and Bardon, 2011). L'importance de la topographie résiduelle est souvent soulignée. Les études citées ont le mérite d'étudier la stabilité des solutions du recalage, trop souvent omise. Pour cela, elles procèdent au recalage en perturbant le vecteur-réponses suivant la plupart du temps une densité de probabilité uniforme. L'analyse de la stabilité de cette façon reste lourde à mettre en place, demandant de nombreuses opérations de recalage, coûteuses en temps de calcul.

Le problème majeur de cette méthode est qu'elle n'aboutit pas systématiquement à une solution unique et stable. Il s'avère d'ailleurs que c'est le caractère instable des solutions (la grande sensibilité des solutions à la perturbation) qui provoque la non-unicité. Bien que cette notion soit un point critique, rares sont les études qui présentent une quantification rigoureuse de la stabilité des solutions. C'est vraiment à partir de 2004, que des auteurs comme Tho *et al.* (Tho *et al.*, 2004) et Alkorta *et al.* (Alkorta *et al.*, 2005) affirment la nécessité de cette étape. Dans le cas où le problème inverse amène à plusieurs solutions, il faut définir un moyen de choisir l'une d'entre elles. Il est possible aussi de ne pas obtenir de solution acceptable auquel cas il faut modifier la (ou les) loi(s) de comportement. Ces notions d'existence, d'unicité et surtout de stabilité sont précisées dans la suite.

Dans cette thèse, cette méthode est celle envisagée pour effectuer le recalage du modèle de l'essai de nanoindentation et identifier les paramètres matériau associés à la loi de M-C (équations (2.20) à (2.23)). Cependant, comme mentionné précédemment, pour réaliser une simulation de l'essai de nanoindentation, le temps de calcul est de 4 jours. La puissance de calcul actuelle ne permet pas d'entreprendre l'identification des paramètres matériau. Par contre, il est possible de quantifier la richesse de l'information contenue dans les réponses du modèle de l'essai de nanoindentation (topographies résiduelles et courbes d'indentation). A cette fin, on propose dans la suite un indice d'identifiabilité permettant de savoir si le recalage envisagé permettra ou non l'identification de tout ou partie des paramètres matériau.

### 2.4.1.3. Méthode 3 : fonctions adimensionnelles

Depuis la fin des années 90, cette méthode est largement utilisée afin de tenter d'identifier les paramètres matériau de lois de comportement élasto-plastique en indentation. La méthode consiste dans un premier temps à établir une base de vecteur-observations  $\mathbf{y}$  à l'aide d'un modèle EF  $\mathcal{M}$  de l'essai en faisant varier le vecteur-paramètres  $\boldsymbol{\theta}$ . C'est ce qu'on appelle le criblage : on sonde l'espace des possibles de  $\boldsymbol{\theta}$  numériquement. Par la suite, le modèle  $\mathcal{M}$  de l'expérience est approché analytiquement par un modèle  $\widehat{\mathcal{M}}$  constitué d'autant d'équations que de paramètres matériau à identifier. La méthode est souvent utilisée sous le nom de méthode des fonctions adimensionnelles.

C'est en commençant à mieux comprendre et décrire l'allure des courbes d'indentation à l'aide de grandeurs physiques (module d'Young, dureté) et d'approches énergétiques (travail élastique et plastique) que l'idée de faire une analyse dimensionnelle de la courbe d'indentation est venue en 1998 à Cheng et Cheng (Cheng and Cheng, 1998a). Cette analyse permet de s'interroger sur la nature des informations contenues dans les mesures d'indentation instrumentée. Peut-on remonter à une relation contrainte-déformation ( $\sigma - \varepsilon$ ) à partir de la courbe d'indentation ( $P - h$ ) ? Si oui, comment opérer pour obtenir les paramètres matériau à partir de cet essai ? Que vaut une telle identification paramétrique en termes d'unicité et de stabilité ?

Cheng et Cheng (Cheng and Cheng, 1998a) suggèrent d'introduire des fonctions dépendantes des propriétés matériaux afin de caractériser la forme de la courbe d'indentation conique. La charge de la courbe ( $P - h$ ) d'un matériau élastique-parfaitement plastique étant dépendante des paramètres  $\langle E, \sigma_y, \nu; h \rangle$ , ils la décrivent à l'aide d'une fonctionnelle adimensionnelle  $\Pi\left(\frac{\sigma_y}{E}, \nu\right)$ .  $E$  est le module d'Young du matériau,  $\sigma_y$  sa limite d'élasticité,  $\nu$  son coefficient de Poisson et  $h$  la profondeur d'indentation. Pour identifier cette fonction  $\Pi$ , de nombreuses simulations EF de l'essai sont menées en faisant varier les trois paramètres matériau  $\langle E, \sigma_y, \nu \rangle$ . Ils concluent alors qu'il est possible de déduire l'un des trois paramètres à partir de la charge de la courbe ( $P - h$ ) si les deux autres sont connus. Mais les trois paramètres  $\langle E, \sigma_y, \nu \rangle$  ne sont pas tous accessibles simultanément à partir de la charge seule. Cet exemple montre les prémices du problème d'unicité et de stabilité du vecteur-paramètres obtenu.

Par la suite de nombreuses études ont été menées afin d'améliorer la méthode. La plupart des matériaux d'étude furent des métaux et alliages (acier, alliage de zinc et d'aluminium, cuivre, or, plomb, argent, tungstène, titane, fer, nickel, zinc, aluminium), dont le comportement en sollicitation monotone peut être correctement modélisé par une loi de type puissance (2.19) paramétrée par

$\langle E, \sigma_y, n \rangle$ . Dans ces études, la valeur de  $\nu$  est en général comprise entre 0,25 et 0,35 et la plupart du temps fixée à 0,3 car considéré peu influant. Au fur et à mesure des travaux, quatre principales fonctions adimensionnelles ont été établies et approchées à l'aide de simulations EF afin de déterminer quatre fonctions de forme de la courbe d'indentation : la charge ( $\Pi_1$ ), la décharge ( $\Pi_2$ ), le rapport entre profondeurs résiduelle  $h_r$  et maximale  $h_m$  ( $\Pi_3$ ) et le rapport entre travail plastique  $W_p$  et total  $W_t$  ( $\Pi_4$ ) (Z. S. Ma *et al.*, 2012) :

$$\Pi_1 \left( \frac{\sigma_y}{E}, n \right) = \frac{P}{Eh^2} = \frac{P_m}{Eh_m^2} = \frac{C}{E} \quad (2.24)$$

$$\Pi_2 \left( \frac{\sigma_y}{E}, n \right) = \frac{S}{Eh} = \frac{bC}{E} \left( 1 - \frac{h_r}{h} \right)^{-1} \quad (2.25)$$

$$\Pi_3 \left( \frac{\sigma_y}{E}, n \right) = \frac{h_r}{h} \quad (2.26)$$

$$\Pi_4 \left( \frac{\sigma_y}{E}, n \right) = \frac{W_p}{W_t} = 1 - \frac{3}{1+b} \left( 1 - \frac{h_r}{h} \right) \quad (2.27)$$

$E$  est le module d'Young,  $b$  l'exposant de la loi puissance dans la définition de la décharge de la courbe d'indentation :  $P = Ch_m^2 \left( \frac{h-h_r}{h_m-h_r} \right)^b$ ,  $C = \frac{P}{h^2}$  est la courbure de charge et  $S = \left. \frac{dP}{dh} \right|_{h_m}^{\text{décharge}}$  la raideur de contact à profondeur d'indentation maximale  $h_m$ . Les différents paramètres intervenant dans la définition des fonctionnelles sont représentés sur la Figure 2.14.

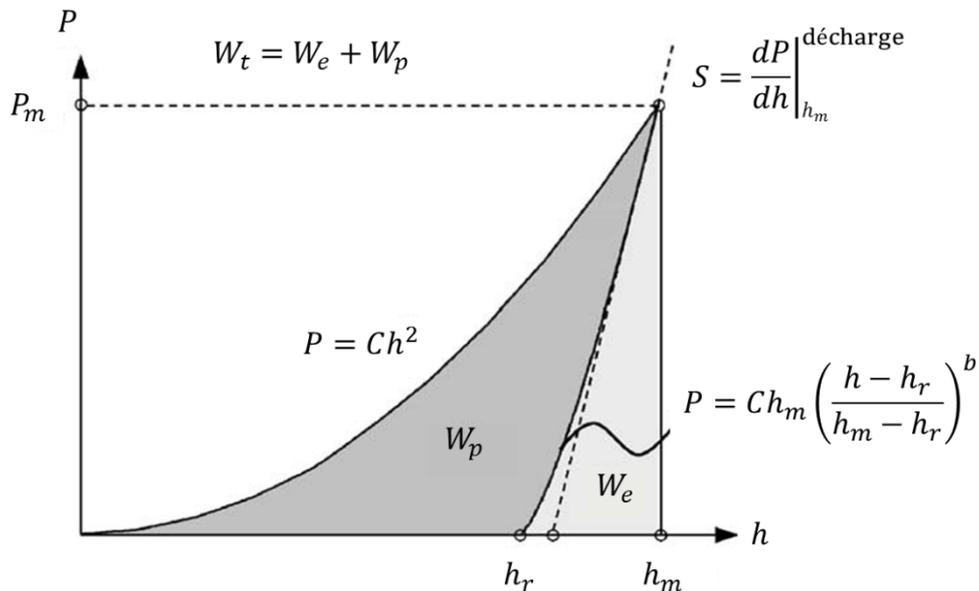


Figure 2.14 - Courbe d'indentation ( $P - h$ ) et nomenclature associée (Casals and Alcalá, 2005).

Ces fonctions ont été utilisées dans de nombreuses études en indentation conique, Berkovich et sphérique sur ce type de matériau (Cheng and Cheng, 1998a, 1998b, 1999a, 1999b, 2004;

Giannakopoulos and Suresh, 1999; Venkatesh *et al.*, 2000; Dao *et al.*, 2001; Kucharski and Mròz, 2001; Tunvisut *et al.*, 2002; Capehart and Cheng, 2003; Tho *et al.*, 2004; Alkorta *et al.*, 2005; Casals and Alcalá, 2005; Collin *et al.*, 2007, 2010; Z. S. Ma *et al.*, 2012). Cependant, il s'avère que ces quatre fonctions (2.24) à (2.27) ne sont pas indépendantes. En conséquence, l'unicité du jeu de paramètres solution  $\langle E, \sigma_y, n \rangle$  est remise en question par Cheng et Cheng (Cheng and Cheng, 1999a), malgré la simplicité de la loi et le faible nombre de paramètres. L'utilisation de plusieurs indenteurs coniques avec différents angles d'ouverture  $\Theta$  permet parfois de remédier au problème dans les études suivantes (Futakawa *et al.*, 2001; Bucaille *et al.*, 2003; DiCarlo *et al.*, 2003; Chollacoop *et al.*, 2003; Cao, 2004; Swaddiwudhipong *et al.*, 2005; Wang *et al.*, 2005; Luo and Lin, 2007; Lan and Venkatesh, 2007; Yan *et al.*, 2007; Le, 2008, 2009; Heinrich *et al.*, 2009; Phadikar *et al.*, 2013). En n'utilisant qu'un seul indenteur conique, Cheng et Cheng (Cheng and Cheng, 1999a) montrent numériquement que des jeux de paramètres  $\langle E, \sigma_y, n \rangle$  différents peuvent produire des courbes d'indentation indistiguables (Figure 2.15). Les courbes  $(\sigma - \varepsilon)$  correspondant sont toutes différentes mais passent toutes par un même point de fonctionnement  $(\varepsilon_r, \sigma_r)$ , dépendant de l'indenteur utilisé.

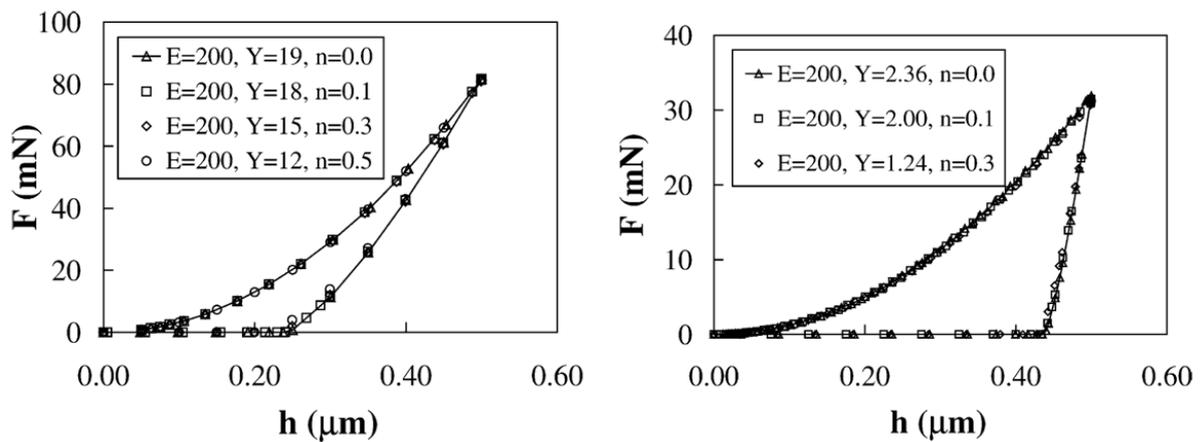


Figure 2.15 - Courbes d'indentation conique ( $68^\circ$ ) identiques obtenues numériquement pour différents matériaux (Cheng and Cheng, 1999a). (a) Matériaux au comportement fortement élastique, (b) Matériaux au comportement fortement plastique.

Pour remédier au problème d'unicité et de la stabilité de la solution, Ma *et al.* (Z. Ma *et al.*, 2012) suggèrent de prendre en compte la courbe d'indentation mais aussi la topographie résiduelle. Ils introduisent une nouvelle fonction indépendante de celles déjà établies prenant en compte l'effet de bourrelet et d'enfoncement de la ligne de contact autour de l'empreinte d'indentation (Figure 2.16). Elle est définie comme étant le rapport entre l'aire résiduelle  $\Delta A$ , due aux bourrelets et à l'enfoncement de la ligne de contact, et l'aire résiduelle totale  $A$  (ou comme un taux de production de bourrelets) :

$$\Pi_5 \left( \frac{\sigma_y}{E}, n \right) = \frac{\Delta A}{A} \quad (2.28)$$

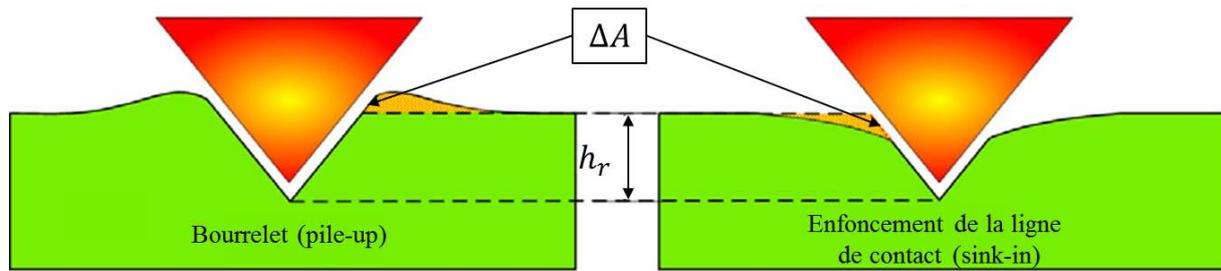


Figure 2.16 - Définition de l'aire résiduelle  $\Delta A$  due aux bourrelets et aux enfoncements de la ligne de contact autour de l'empreinte (Z. S. Ma *et al.*, 2012).

Ils utilisent trois fonctions indépendantes  $(\Pi_1)$  (2.24),  $(\Pi_4)$  (2.27),  $(\Pi_5)$  (2.28) pour identifier les trois paramètres  $\langle E, \sigma_y, n \rangle$ . Le problème direct s'écrit :

$$\mathbf{y} = \left\langle \frac{P_m}{h_m^2}, \frac{W_p}{W_t}, \frac{\Delta A}{A} \right\rangle = \widehat{\mathcal{M}}(E, \sigma_y, n) \quad (2.29)$$

La loi matériau identifiée reste simple avec peu de paramètres. Pour des lois plus complexes, on peut imaginer utiliser les mêmes fonctions  $(\Pi_1), (\Pi_4), (\Pi_5)$  en faisant varier également l'angle d'ouverture  $\Theta$  de l'indenteur conique utilisé.

#### 2.4.1.4. Méthode 4 : réseau de neurones

Cette méthode reprend l'étape initiale de criblage par discrétisation de l'espace des possibles du vecteur-paramètres  $\theta$ . Par la suite, c'est le modèle inverse  $\mathcal{M}^{-1}$  qui est approché numériquement par le réseau neuronal artificiel pour donner une surface de réponse  $\widehat{\mathcal{M}}^{-1}$ . L'intérêt par rapport à la méthode précédente est qu'on obtient directement un pseudo-modèle expérience inverse. Le réseau neuronal est une méthode utilisée dans différents domaines de la mécanique numérique (Yoshimura *et al.*, 1992 ; Okuda *et al.*, 1994 ; Yagawa and Okuda, 1996). Inspirés du système neuronal biologique, les réseaux neuronaux artificiels ont été développés afin de reproduire leurs capacités d'apprentissage, de mémorisation et de traitement de l'information.

Une des topologies les plus simples est celle issue du réseau neuronal hiérarchisé multicouche (Rumelhart *et al.*, 1986). Bolzon *et al.* (Bolzon *et al.*, 2011) se servent de ce type de réseau pour identifier les trois paramètres  $\langle E, \sigma_y, n \rangle$  de la loi de type puissance (2.19) à partir d'essais d'indentation sphérico-coniques. Le criblage par discrétisation de l'espace des possibles de  $\theta$  est réalisé au travers de 5740 simulations axisymétriques EF de l'essai d'indentation. L'observation se concentre sur la courbe d'indentation et la topographie résiduelle. Trois identifications de  $\theta$  sont alors menées avec cette méthode correspondant à trois définitions du vecteur-observations  $\mathbf{y}$  composé :

- d'une courbe d'indentation seule,
- d'une topographie résiduelle seule,
- d'une courbe d'indentation et d'une topographie résiduelle.

Dans le dernier cas, l'architecture du réseau neuronal permettant une bonne identification de  $\theta$  est présentée en Figure 2.17. Le problème inverse peut s'écrire :

$$\theta = \widehat{\mathcal{M}}^{-1}(\mathbf{P}(h), \mathbf{Z}(XY)) \quad (2.30)$$

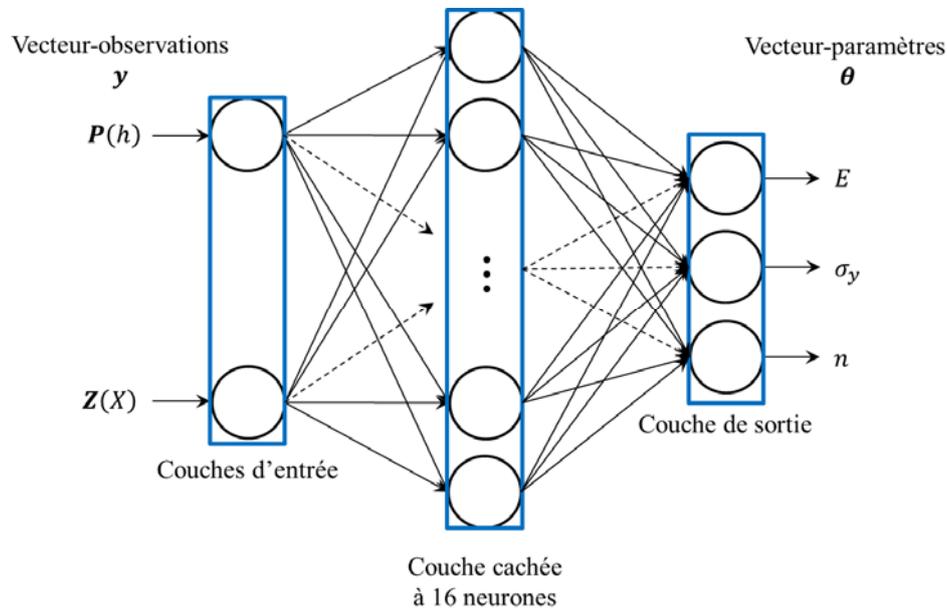


Figure 2.17 - Réseau neuronal artificiel utilisé par Bolzon *et al.* (Bolzon *et al.*, 2011).

La stabilité de la solution est analysée en perturbant  $\mathbf{y}$  avec une densité de probabilité uniforme. Ils en concluent que la prise en compte de la topographie résiduelle donne de meilleurs résultats d'identification qu'avec la simple courbe d'indentation. Cette méthode demande une base de vecteur-réponses d'autant plus importante que le vecteur-paramètres  $\theta$  est grand. Le temps de calcul peut alors vite devenir prohibitif.

#### 2.4.2. Sur l'identifiabilité des paramètres plastiques du cristal

Les difficultés de l'analyse inverse dans le cadre de lois élasto-plastiques en indentation sont bien connues. A l'heure actuelle, aucune méthode inverse n'existe permettant l'identification des paramètres de la loi de plasticité cristalline de M-C à l'aide de l'essai de nanoindentation. Et pour cause, c'est déjà très compliqué à l'échelle macroscopique pour identifier les trois paramètres d'une loi de type puissance.

Cette thèse aborde différents aspects concernant cette gageure. On propose une procédure de recalage de modèle EF de l'essai de nanoindentation pour l'identification des paramètres de la loi de plasticité cristalline de M-C. Cependant, on l'aura bien compris, l'étude du conditionnement du problème inverse est primordiale. Les notions de problème mal posé et de conditionnement sont donc exposées. Et on se propose d'établir un indicateur du conditionnement du problème inverse.

### 2.4.2.1. Notion du problème mal posé

C'est au sens de Hadamard (Hadamard, 1902) que la notion de problème bien ou mal posé est définie, c'est-à-dire en termes d'existence, d'unicité et de stabilité de la solution :

- Existence ( $\forall \mathbf{y}, \exists \boldsymbol{\theta} \mid \boldsymbol{\theta} = \mathcal{M}^{-1}(\mathbf{y})$  est calculable). Un problème inverse présentant une ou plusieurs solutions indique l'existence d'un ou plusieurs vecteur-paramètres  $\boldsymbol{\theta}$  permettant d'obtenir les vecteur-observations  $\mathbf{y}$  issus du modèle  $\mathcal{M}$ . S'il n'existe pas de solution au problème inverse, il faut modifier le modèle de l'expérience et/ou la loi de comportement.
- Unicité ( $\forall \mathbf{y}, \exists ! \boldsymbol{\theta} \mid \boldsymbol{\theta} = \mathcal{M}^{-1}(\mathbf{y})$  est calculable). Lorsqu'il y a non-unicité de la solution, il faut être capable de faire un choix (si le besoin existe) parmi les solutions obtenues. Le vecteur-observations  $\mathbf{y}$  doit être enrichi.
- Stabilité ( $\forall \mathbf{y}, \mathbf{y}$  continu  $\Rightarrow \boldsymbol{\theta}$  continu (donc  $\mathcal{M}^{-1}$  continu)). Un problème stable signifie qu'une petite perturbation du vecteur-observations  $\mathbf{y}$  n'entraîne pas de grande variation du vecteur-paramètres solution  $\hat{\boldsymbol{\theta}}$ .

Si le problème inverse possède ces trois propriétés alors il est bien posé. En supposant qu'une solution existe, en indentation, c'est souvent l'instabilité de la solution du problème qui provoque la non-unicité.

### 2.4.2.2. Conditionnement du problème inverse

Le conditionnement indique la stabilité de la solution de l'inversion. Bien qu'il soit clair qu'un problème inverse mal posé peut difficilement offrir une solution exploitable, peu d'études sur le sujet sont menées en indentation. Cao *et al.* (Cao, 2004) et Phadikar *et al.* (Phadikar *et al.*, 2013) font partis des rares auteurs à introduire un indice afin de démontrer le bon conditionnement du problème inverse. Dans leurs travaux, Cao *et al.* (Cao, 2004) étudient des matériaux dont le comportement est régi par une loi de type puissance (2.19). La méthode des fonctions adimensionnelles est utilisée pour identifier la contrainte représentative  $\sigma_r$  induite par une indentation conique avec un indenteur présentant un angle d'ouverture  $\Theta$ . Le problème direct est formulé comme suit :

$$y = \langle \Pi_{\Theta} \left( \frac{E^*}{\sigma_r} \right) \rangle = \widehat{\mathcal{M}}(\sigma_r) \quad (2.31)$$

$y$  est ici un scalaire où  $E^*$  est le module réduit et  $(\Pi_{\Theta})$  est la fonction adimensionnelle décrivant la courbure de la charge. Ils introduisent alors un nombre de conditionnement :

$$Cond = \frac{y \partial \theta}{\theta \partial y} \quad (2.32)$$

Dans ce cas, plus le nombre  $Cond$  est petit, meilleur est le conditionnement du problème inverse, plus  $Cond$  est grand, moins la solution est stable, donc plus le problème est mal posé.

Phadikar *et al.* (Phadikar *et al.*, 2013) travaillent sur l'identification des trois paramètres  $\langle E, \sigma_y, n \rangle$  de la loi de type puissance (2.19). Pour cela, ils utilisent une méthode inverse similaire avec des simulations EF de l'essai d'indentation conique :

$$\mathbf{y} = \langle \Psi_{1\theta}, \Psi_{2\theta}, \Psi_{3\theta} \rangle = \widehat{\mathcal{M}}(E, \sigma_y, n) \quad (2.33)$$

$\mathbf{y}$  est le vecteur-observations où  $(\Psi_{1\theta}), (\Psi_{2\theta}), (\Psi_{3\theta})$  sont trois fonctions de forme décrivant la courbe d'indentation pour un indenteur conique avec un angle d'ouverture  $\theta$ . Le nombre de conditionnement utilisé s'écrit :

$$Cond = \|\mathbf{J}\|_2 \|\mathbf{J}^{-1}\|_2 = \sqrt{\rho(\mathbf{J}\mathbf{J})} \sqrt{\rho((\mathbf{J}\mathbf{J})^{-1})} \quad (2.34)$$

$\mathbf{J}$  étant le jacobien du vecteur  $\mathbf{y}$  et  $\mathbf{J}^{-1}$  son inverse,  $\|\cdot\|_2$  la norme 2 matricielle et  $\rho$  le rayon spectral. Cet indice est compris dans l'intervalle  $[1; +\infty[$  : si  $Cond = 1$ , le conditionnement du problème inverse est optimal, si  $Cond$  tend vers  $+\infty$  le problème est dit « mal posé. » Entre les deux, l'évaluation du conditionnement du problème devient ambiguë. Cette définition permet de quantifier la sensibilité de  $\theta$  aux données  $\mathbf{y}$  à l'aide de la notion de multi-colinéarité des fonctions de sensibilité.

Bien que l'indice proposé par Phadikar *et al.* (Phadikar *et al.*, 2013) soit élaboré, quelques points sont à souligner :

- l'intervalle de bon conditionnement n'est pas borné,
- il est très spécifique (indentation conique, loi de type puissance),
- seule la courbe d'indentation est prise en compte, pas la topographie résiduelle,
- la courbe n'est considérée qu'à travers trois scalaires (trois fonctions de forme).

Pour ces raisons, nous nous proposons d'établir un nouvel indice d'identifiabilité dans le paragraphe suivant utilisable quelles que soient les données prises en compte.

### 2.4.2.3. Proposition d'un indice d'identifiabilité

L'objectif ici est de définir un indice d'identifiabilité quantifiant au mieux le caractère plus ou moins bien posé du problème inverse d'identification des paramètres matériau associé à la loi de M-C par recalage du modèle EF de l'essai de nanoindentation. Au vu des précédents travaux, la courbe d'indentation et la topographie résiduelle semblent être de bons candidats pour constituer le vecteur-réponses  $\mathbf{y}^r$ . Un cahier des charges a été établi pour la conception de l'indice afin d'être le plus pertinent et représentatif du conditionnement de notre problème. Il doit alors :

- présenter un intervalle de bon conditionnement borné,
- permettre de prendre en compte des réponses dont la nature et l'échantillonnage peuvent différer (courbe d'indentation, topographie),
- considérer l'incertitude sur les réponses et l'incertitude a priori sur les paramètres matériau.

On rappelle que le vecteur-observations  $\mathbf{y}$  résulte de la concaténation du vecteur-réponses  $\mathbf{y}^r$  et du vecteur-sollicitations  $\mathbf{y}^s$ . Le vecteur  $\mathbf{y}^r = \langle y_i^o \rangle$  est composé de  $N_{y^r}$  réponses observées ( $o = [1; N_{y^r}]$ ), chacune de taille  $N_o$  ( $i = [1; N_o]$ ).

**Exemple :**

Deux réponses issues du modèle EF de l'essai de nanoindentation sont observées ( $N_{y^r} = 2$ ) : une courbe d'indentation  $\mathbf{y}^1 = \mathbf{P}(t)$  et une topographie  $\mathbf{y}^2 = \mathbf{Z}(XY)$ . Le vecteur-réponses s'écrit :  $\mathbf{y}^r = \langle \mathbf{y}^1, \mathbf{y}^2 \rangle = \langle \mathbf{P}(t), \mathbf{Z}(XY) \rangle$ .  $N_1$  et  $N_2$  sont les tailles respectives des vecteurs  $\mathbf{P}(t)$  et  $\mathbf{Z}(XY)$ .

Les réponses observées peuvent donc différer de par leur nature (courbe d'indentation, topographie) et leur échantillonnage (temps, espace). On préfère alors travailler avec un vecteur-réponses adimensionné  $\bar{\mathbf{y}}^r$ , dont les composantes s'écrivent :

$$\bar{y}_i^o = \frac{y_i^o}{sc_{y_i^o}} \quad (2.35)$$

$sc_{y_i^o}$  est un facteur permettant l'adimensionnement de la réponse  $y_i^o$ . On le définit comme suit :

$$sc_{y_i^o} = \alpha_i^o \sqrt{N_o} \quad (2.36)$$

$\alpha_i^o$  est une grandeur estimant l'incertitude sur la réponse  $y_i^o$  et  $\sqrt{N_o}$  permet de pondérer par rapport à l'échantillonnage.

$N_\theta$  paramètres  $\theta_j$  composent le vecteur  $\boldsymbol{\theta} = \langle \theta_j \rangle$ . De façon analogue, les paramètres  $\theta_j$  sont adimensionnés en introduisant un facteur  $sc_{\theta_j}$  évaluant aussi l'incertitude a priori sur ces derniers :

$$\bar{\theta}_j = \frac{\theta_j}{sc_{\theta_j}} \quad (2.37)$$

Les composantes  $S_{ij}^o$  de la matrice de sensibilité des réponses  $y_i^o$  aux paramètres  $\theta_j$  sont définies par :

$$S_{ij}^o = \frac{\partial y_i^o}{\partial \theta_j} \quad (2.38)$$

L'adimensionnement définit une nouvelle matrice de sensibilité dont les coefficients  $\bar{S}_{ij}^o$  sont donnés par :

$$\bar{S}_{ij}^o = \frac{\partial \bar{y}_i^o}{\partial \bar{\theta}_j} = \frac{sc_{\theta_j}}{sc_{y_i^o}} \frac{\partial y_i^o}{\partial \theta_j} = \frac{sc_{\theta_j}}{sc_{y_i^o}} S_{ij}^o \quad (2.39)$$

Afin de rendre compte le contenu informatif du vecteur-réponses  $\mathbf{y}^r$  pour l'identification du vecteur-paramètres  $\boldsymbol{\theta}$  dans une seule matrice, on définit un opérateur  $\mathbf{H}$  (quasi-hessien) fonction de la sensibilité du contenu informatif aux paramètres matériau :

$$\mathbf{H} = {}^t\mathbf{J}\mathbf{J} \quad (2.40)$$

$\mathbf{J}$  est le jacobien de  $\mathbf{y}^r$  par rapport à  $\boldsymbol{\theta}$ . Les composantes  $H_{ij}$  de la matrice  $\mathbf{H}$  s'écrivent alors :

$$H_{ij} = \sum_{o=1}^{N_{y^r}} \sum_{k=1}^{N_o} S_{ki}^o S_{kj}^o \quad (2.41)$$

On considérera par la suite l'opérateur  $\bar{\mathbf{H}}$  quasi-hessien adimensionné qui permet de prendre en compte les différentes natures des réponses et leurs incertitudes. Cette définition de l'opérateur du quasi-hessien adimensionné permet d'évaluer entre autres la multi-colinéarité des fonctions de sensibilité des réponses aux paramètres matériau. Les composantes de  $\bar{\mathbf{H}}$  sont données par :

$$\bar{H}_{ij} = \sum_{o=1}^{N_{y^r}} \sum_{k=1}^{N_o} \bar{S}_{ki}^o \bar{S}_{kj}^o = \sum_{o=1}^{N_{y^r}} \sum_{k=1}^{N_o} \frac{sc_{\theta_i}}{sc_{y_k^o}} \frac{sc_{\theta_j}}{sc_{y_k^o}} S_{ki}^o S_{kj}^o \quad (2.42)$$

L'opérateur  $\bar{\mathbf{H}}$  peut être retrouvé à partir de la définition d'une fonction coût  $\omega$  et de ses dérivées partielles par rapport aux paramètres matériau. En effet, si on choisit la fonction coût  $\omega$  suivante :

$$\omega(\bar{\boldsymbol{\theta}}) = \frac{1}{2} \sum_{o=1}^{N_{y^r}} \sum_{k=1}^{N_o} (\bar{y}_k^o(\bar{\boldsymbol{\theta}}) - \bar{y}_k^{exp,o})^2 \quad (2.43)$$

Son gradient  $\nabla\omega$  par rapport au vecteur  $\bar{\boldsymbol{\theta}}$  donne :

$$\nabla\omega(\bar{\boldsymbol{\theta}}) = \sum_{o=1}^{N_{y^r}} \sum_{k=1}^{N_o} (\bar{y}_k^o(\bar{\boldsymbol{\theta}}) - \bar{y}_k^{exp,o}) \nabla\bar{\mathbf{y}}^r(\bar{\boldsymbol{\theta}}) \quad (2.44)$$

Les composantes du gradient s'écrivent alors :

$$[\nabla\omega(\bar{\boldsymbol{\theta}})]_i = \sum_{o=1}^{N_{y^r}} \sum_{k=1}^{N_o} (\bar{y}_k^o(\bar{\boldsymbol{\theta}}) - \bar{y}_k^{exp,o}) \frac{sc_{\theta_i}}{sc_{y_k^o}} \frac{\partial \bar{y}_i^o}{\partial \theta_i} \quad (2.45)$$

Les composantes de la matrice hessienne de la fonction coût sont obtenues en dérivant de nouveau par rapport au vecteur  $\bar{\boldsymbol{\theta}}$ :

$$\bar{H}_{ij} = \sum_{o=1}^{N_{y^r}} \sum_{k=1}^{N_o} \left[ (\bar{y}_k^o(\bar{\boldsymbol{\theta}}) - \bar{y}_k^{exp,o}) \frac{sc_{\theta_i} sc_{\theta_j}}{sc_{y_k^o}} \frac{\partial^2 \bar{y}_k^o}{\partial \theta_i \partial \theta_j} + \frac{sc_{\theta_i}}{sc_{y_k^o}} \frac{sc_{\theta_j}}{sc_{y_k^o}} \frac{\partial \bar{y}_k^o}{\partial \theta_i} \frac{\partial \bar{y}_k^o}{\partial \theta_j} \right] \quad (2.46)$$

En faisant l'hypothèse que  $\mathbf{y}^r$  est continu au voisinage de  $\boldsymbol{\theta}$  et faiblement non linéaire par rapport à  $\boldsymbol{\theta}$ , le terme  $\frac{\partial^2 \bar{y}_k^o}{\partial \theta_i \partial \theta_j}$  est négligeable et on retrouve l'expression des composantes de l'opérateur  $\bar{\mathbf{H}}$

quasi-hessien adimensionné en (2.42). Dans notre cas, on suppose que l'on a aucune connaissance a priori de la valeur  $\theta_j$ . On pose alors  $sc_{\theta_j} = \theta_j$ , l'incertitude sur  $\theta_j$ .

Le conditionnement de l'opérateur  $\bar{\mathbf{H}}$  est alors quantifié à travers un nouvel indice  $I(\bar{\boldsymbol{\theta}}^m)$  par le rapport entre ses valeurs propres maximale  $\lambda_{\max}(\bar{\mathbf{H}})$  et minimale  $\lambda_{\min}(\bar{\mathbf{H}})$  :

$$I(\bar{\boldsymbol{\theta}}) = \log_{10} \left( \frac{\lambda_{\max}(\bar{\mathbf{H}})}{\lambda_{\min}(\bar{\mathbf{H}})} \right) \quad (2.47)$$

La littérature nous donne par ailleurs quelques valeurs de conditionnement avec cet indice (Gujarati, 1988) :

$$\begin{aligned} I(\bar{\boldsymbol{\theta}}) > 3 &\Rightarrow \text{mauvais (non identifiable),} \\ 2 < I(\bar{\boldsymbol{\theta}}) \leq 3 &\Rightarrow \text{modéré (difficilement identifiable),} \\ I(\bar{\boldsymbol{\theta}}) \leq 2 &\Rightarrow \text{correct (potentiellement identifiable).} \end{aligned} \quad (2.48)$$

D'où viennent ces bornes ? Elles peuvent être définies géométriquement. Pour ce faire, on choisit d'approcher la fonction coût  $\omega$ , par un développement limité en série de Taylor d'ordre 2. Les termes d'ordres supérieurs sont négligés et non reportés. Soit  $\bar{\boldsymbol{\theta}}^*$  la solution idéale ( $\forall (o, k) \in [1; N_{y,r}] \times [1; N_o]$ ,  $\bar{y}_k^o(\bar{\boldsymbol{\theta}}^*) = \bar{y}_k^{exp,o}$ ), le développement limité d'ordre 2 au voisinage de  $\bar{\boldsymbol{\theta}}^*$  s'écrit :

$$\omega(\bar{\boldsymbol{\theta}}) = \underbrace{\omega(\bar{\boldsymbol{\theta}}^*)}_{=0} + \underbrace{t\nabla\omega(\bar{\boldsymbol{\theta}}^*)}_{=0} [\bar{\boldsymbol{\theta}} - \bar{\boldsymbol{\theta}}^*] + \frac{1}{2} {}^t[\bar{\boldsymbol{\theta}} - \bar{\boldsymbol{\theta}}^*] \bar{\mathbf{H}} [\bar{\boldsymbol{\theta}} - \bar{\boldsymbol{\theta}}^*] \quad (2.49)$$

On obtient donc :

$$2\omega(\bar{\boldsymbol{\theta}}) = {}^t[\bar{\boldsymbol{\theta}} - \bar{\boldsymbol{\theta}}^*] \bar{\mathbf{H}} [\bar{\boldsymbol{\theta}} - \bar{\boldsymbol{\theta}}^*] = {}^t\Delta\bar{\boldsymbol{\theta}} \bar{\mathbf{H}} \Delta\bar{\boldsymbol{\theta}} \quad (2.50)$$

$\Delta\bar{\boldsymbol{\theta}} = \bar{\boldsymbol{\theta}} - \bar{\boldsymbol{\theta}}^*$  est l'incertitude paramétrique. Du fait des erreurs du modèle et de l'expérience, on ne peut qu'estimer  $\omega$ . On peut chercher la matrice de passage  $\mathbf{P}$  permettant la diagonalisation de  $\bar{\mathbf{H}}$  :

$$\bar{\mathbf{H}} = \mathbf{P} \mathbf{D} {}^t\mathbf{P} \quad (2.51)$$

où  $\mathbf{D}$  est la matrice diagonale composée des valeurs propres  $\lambda_i$  de  $\bar{\mathbf{H}}$ . Ainsi (2.50) devient :

$$2\omega(\bar{\boldsymbol{\theta}}) = {}^t(\Delta\bar{\boldsymbol{\theta}} {}^t\mathbf{P}) \mathbf{D} (\mathbf{P} \Delta\bar{\boldsymbol{\theta}}) = {}^t\mathbf{X} \mathbf{D} \mathbf{X} \quad (2.52)$$

On reconnaît l'équation d'une quadrique de dimension  $N_\theta$  non dégénérée ( $\forall i \in [1; N_\theta], \lambda_i \neq 0$ ) qui peut se ramener sous la forme :

$$\sum_{i=1}^{N_\theta} \frac{\lambda_i}{2\omega(\bar{\boldsymbol{\theta}})} x_i^2 = 1 \quad (2.53)$$

$x_i$  sont les composantes du vecteur  $\Delta\bar{\theta}$  dans la base propre de  $\bar{H}$ . A des fins pédagogiques et pour représenter graphiquement le problème, on décide de traiter les équations établies en dimension 2. L'équation (2.53) s'écrit alors :

$$\frac{\lambda_1}{2\omega(\bar{\theta})} x_1^2 + \frac{\lambda_2}{2\omega(\bar{\theta})} x_2^2 = 1 \quad (2.54)$$

C'est l'équation d'une ellipse centrée en (0,0) dans le repère  $(\Delta\bar{\theta}_1, \Delta\bar{\theta}_2)$  (Figure 2.18). En supposant que  $\lambda_1 \leq \lambda_2$ , le grand axe  $a$  et le petit axe  $b$  de l'ellipse valent :

$$\begin{cases} a = \sqrt{\frac{2\omega(\bar{\theta})}{\lambda_1}} \\ b = \sqrt{\frac{2\omega(\bar{\theta})}{\lambda_2}} \end{cases} \quad (2.55)$$

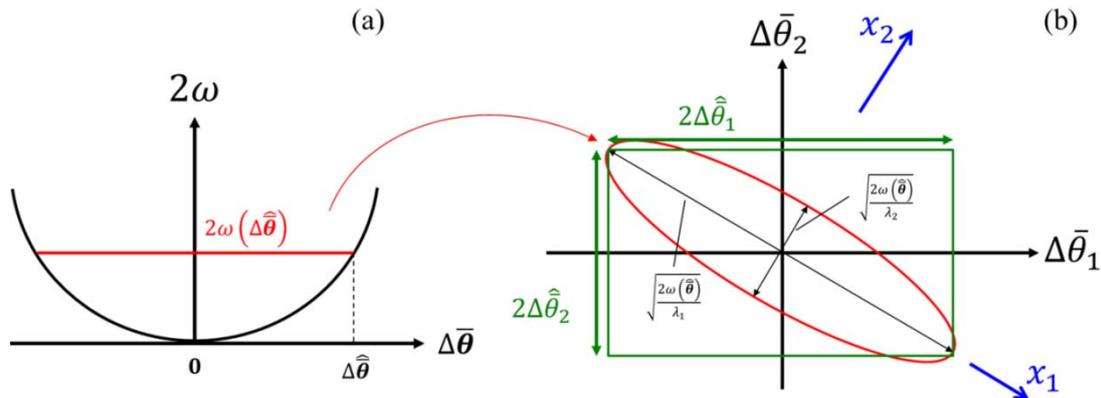


Figure 2.18 - (a) Evolution de la fonction  $2\omega$  en fonction  $\Delta\bar{\theta}$ . (b) Projection de la fonction  $2\omega$  en  $\Delta\hat{\theta}$  dans l'espace  $(\Delta\bar{\theta}_1, \Delta\bar{\theta}_2)$  : c'est une ellipse dont les dimensions dépendent du conditionnement du problème inverse.

Soit  $\Delta\hat{\theta}$  le vecteur-incertitudes pour lequel le rapport entre  $a$  et  $b$  est le plus grand. La projection de la fonction  $2\omega$  en  $\Delta\hat{\theta}$  dans l'espace  $(\Delta\bar{\theta}_1, \Delta\bar{\theta}_2)$  est alors l'ellipse présentant le plus grand rapport entre le grand et le petit axe parmi toutes les projections de  $2\omega(\Delta\bar{\theta})$  dans l'espace  $(\Delta\bar{\theta}_1, \Delta\bar{\theta}_2)$ . Le rapport entre  $a$  et  $b$  est le plus grand, donc le rapport entre  $\lambda_{\max}$  et  $\lambda_{\min}$  est le plus grand :

$$\frac{a}{b} = \sqrt{\frac{\lambda_2}{\lambda_1}} = \sqrt{\frac{\lambda_{\max}}{\lambda_{\min}}} \quad (2.56)$$

Dans le cas où  $\frac{\lambda_{\max}}{\lambda_{\min}} = 1$ , la projection de  $2\omega(\Delta\bar{\theta})$  dans l'espace  $(\Delta\bar{\theta}_1, \Delta\bar{\theta}_2)$  est un cercle (Figure 2.19a). La projection du minimum de  $2\omega(\Delta\bar{\theta})$  dans l'espace  $(\Delta\bar{\theta}_1, \Delta\bar{\theta}_2)$  est donc un point et l'indice d'identifiabilité  $I(\bar{\theta})$  est nul : le conditionnement est optimal. On en conclut que les paramètres  $\bar{\theta}$  sont parfaitement identifiables. On comprend donc que plus l'ellipse est allongée dans l'espace  $(\Delta\bar{\theta}_1, \Delta\bar{\theta}_2)$  (plus  $\lambda_{\max}$  est grand devant  $\lambda_{\min}$ ), plus la projection du minimum de  $2\omega(\Delta\bar{\theta})$  tend vers une vallée (Figures 2.19b-c). L'identification de  $\bar{\theta}$  devient difficile, voire impossible lorsque l'indice d'identifiabilité  $I > 3$ .

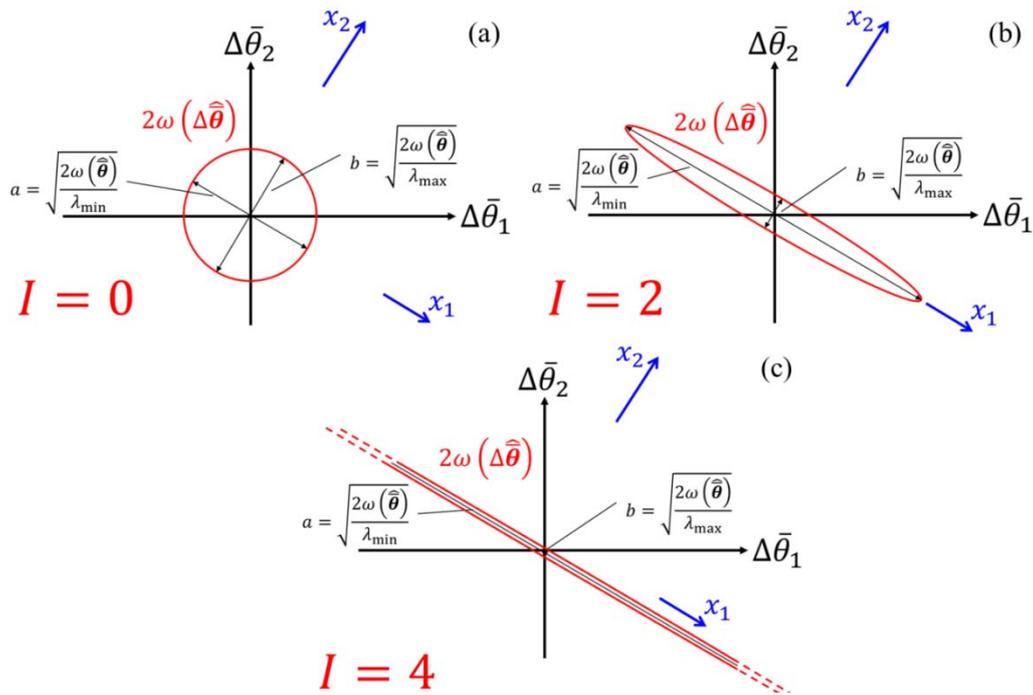


Figure 2.19 - Projections de la fonction  $2\omega$  en  $\Delta\hat{\theta}$  dans l'espace  $(\Delta\bar{\theta}_1, \Delta\bar{\theta}_2)$  lorsque le rapport entre  $\lambda_{\max}$  et  $\lambda_{\min}$  vaut : (a) 1 et  $I = 0$ , (b) 100 et  $I = 2$ , (c) 10000 et  $I = 4$ .

A titre d'exemple, l'indice d'identifiabilité a été calculé sur les résultats d'identification paramétrique de Bolzon *et al.* (Bolzon *et al.*, 2011). Dans leur étude, Bolzon *et al.* proposent d'identifier les deux paramètres  $(n, \sigma_y)$  de la loi de type puissance (2.19) par recalage du modèle 2D-axisymétrique EF de l'essai d'indentation sphéro-conique. Trois approches sont comparées. Dans un premier temps, le vecteur-réponses est défini à partir de la courbe d'indentation seule, puis à partir de la courbe d'indentation et la topographie, et enfin à partir de la topographie seule. Les fonctions coûts correspondantes ont été calculées et tracées dans l'espace des paramètres matériau  $(n, \sigma_y)$  (Figure 2.20). On remarque que dans les trois cas le couple  $(n, \sigma_y)$  solution se situe dans une vallée (elliptique). Cependant, la taille de la vallée est maximale lorsque seule la courbe d'indentation est prise en compte (Figure 2.20a) et minimale pour la topographie seule (Figure 2.20c). Ils en concluent que l'identification des deux paramètres n'est alors possible que si la topographie seule est considérée. Le fait de tenir compte de la courbe d'indentation, en plus de la topographie, dégrade l'identification (Figure 2.20b). L'indice d'identifiabilité proposé a été calculé à partir des dimensions de l'ellipse la plus petite dans les trois cas et en utilisant les équations (2.47) et (2.56) :

- (a) courbe d'indentation seule,  $I > 3,5$  : non identifiable,
- (b) courbe d'indentation et topographie,  $I = 2,1$  : difficilement identifiable,
- (c) topographie seule,  $I = 1,9$  : potentiellement identifiable.

Les valeurs de l'indice d'identifiabilité calculées sont en très bon accord avec les conclusions de Bolzon *et al.*. Il faut aussi ajouter que pour arriver à ces conclusions, Bolzon *et al.* ont dû réaliser plus de 5000 simulations de l'essai d'indentation en perturbant à chaque fois les paramètres matériau autour d'une valeur référence. Seulement trois simulations suffisent pour calculer l'indice proposé : une simulation nominale utilisant les valeurs références des paramètres matériau et deux autres simulations où les deux paramètres sont respectivement perturbés.

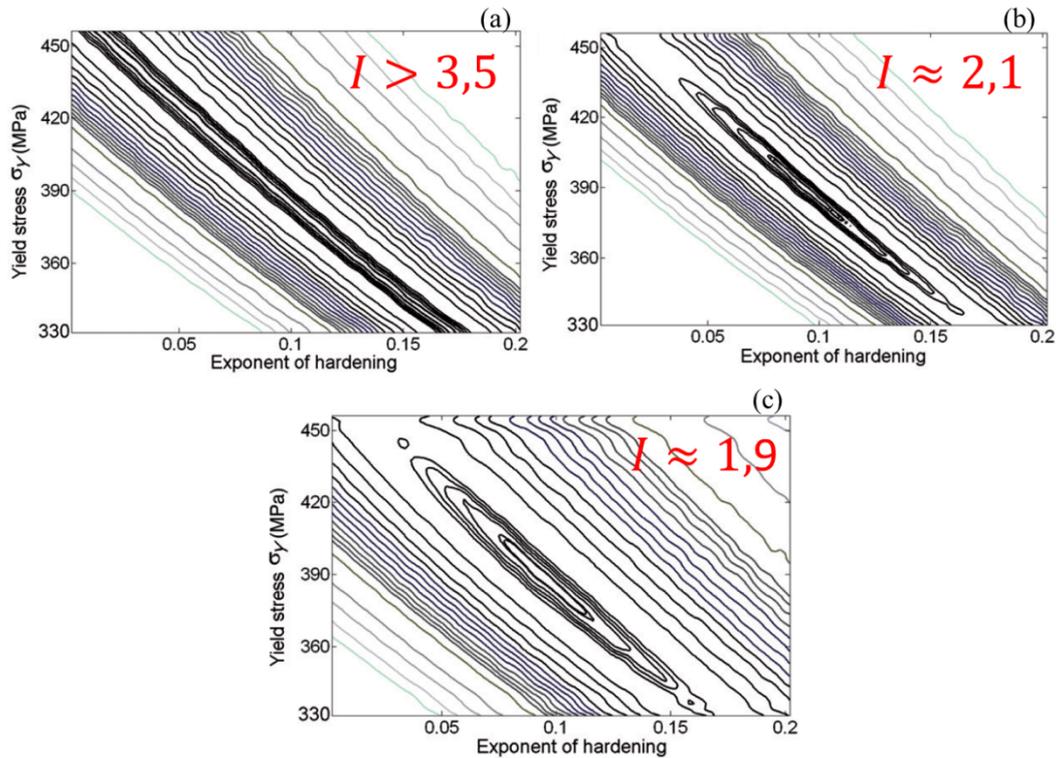


Figure 2.20 – Lignes de niveau de la fonction coût issue des travaux d'identification paramétrique de Bolzon *et al.* (Bolzon *et al.*, 2011). (a) Recalage du modèle de l'essai d'indentation à partir d'une courbe d'indentation seule, (b) d'une topographie et d'une courbe d'indentation, (c) d'une topographie seule.

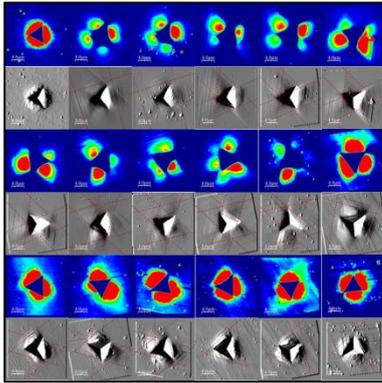
## 2.5. Conclusions

L'indentation instrumentée et la microscopie à force atomique (AFM) sont présentées comme deux techniques expérimentales particulièrement adaptées à l'étude des mécanismes de déformation à l'échelle du grain.

La modélisation EF de l'essai d'indentation est presque incontournable pour la compréhension des mécanismes à l'échelle du grain. Le modèle EF de l'essai de nanoindentation Berkovich 3D élaboré intègre les équations de la loi de M-C en grandes transformations. Il permet de calculer la courbe d'indentation et la topographie résiduelle pour des valeurs de paramètres matériau données. Cependant les courbes d'indentation issues du modèle ne peuvent a priori pas être interprétées physiquement. La raison principale à cela est l'absence de longueur interne dans la loi de comportement et qui joue un rôle primordial pour les faibles pénétrations.

Parmi les quatre méthodes inverses détaillées, celle du recalage de modèle EF est retenue pour établir une procédure d'identification des paramètres de la loi de Méric-Cailletaud à l'aide de l'essai de nanoindentation. L'indice d'identifiabilité élaboré permet de mesurer la richesse de l'information contenue dans les topographies et les courbes d'indentation et il permet de quantifier la fiabilité des valeurs des paramètres susceptibles d'être obtenues par recalage.





## Chapitre 3

# Etude expérimentale par nanoindentation

*Ce chapitre présente l'étude expérimentale menée pour caractériser les trois échantillons de nickel à l'échelle du grain. Les mesures de nanoindentation et AFM constituent une base de données conséquente de courbes d'indentation et de topographies à analyser.*

*Une étude théorique des topographies sur la formation de bourrelets autour des indentations Berkovich et l'activité des dislocations au niveau des systèmes de glissement est présentée.*

*Pour chaque indentation réalisée, le module d'indentation, la dureté et les distributions et tailles de bourrelets sont mesurés. L'impact de ces bourrelets sur l'aire de contact indenteur/matériau est souligné. Un nouveau modèle propose de calculer l'erreur engendrée sur le module d'indentation et la dureté.*

*Enfin, l'effet de l'orientation relative indenteur/grain est analysé de façon précise sur une partie des données expérimentales de courbes d'indentation et de topographies.*

---

|        |  |     |
|--------|--|-----|
| 3.1.   | Conditions expérimentales des essais.....                | 78  |
| 3.1.1. | Asservissement .....                                     | 79  |
| 3.1.2. | Orientations cristallographiques visées.....             | 81  |
| 3.1.3. | Orientations de l'indenteur Berkovich .....              | 87  |
| 3.1.4. | Traitement des mesures AFM : lecture des bourrelets..... | 92  |
| 3.2.   | Modèle de correction de bourrelets .....                 | 94  |
| 3.2.1. | Modèles existants.....                                   | 94  |
| 3.2.2. | Modèle proposé.....                                      | 97  |
| 3.3.   | Effet de l'orientation relative indenteur/grain .....    | 99  |
| 3.3.1. | Echantillon électro-déposé : cas quasi-isotrope .....    | 100 |
| 3.3.2. | Echantillon recuit.....                                  | 101 |
| 3.3.3. | Echantillon écroui.....                                  | 108 |
| 3.4.   | Conclusions .....  | 113 |

---

### 3.1. Conditions expérimentales des essais

Le Département Mécanique Appliquée de l'institut FEMTO-ST possède trois instruments Anton Paar (Figure 3.1) : un nanoindenteur, une chambre environnementale et un module Peltier. L'insertion du nanoindenteur et du module Peltier dans la chambre environnementale permet d'effectuer des mesures d'indentation dans des conditions très variables (taux d'humidité entre 10 et 90%, température entre 20 et 200°C), stables et contrôlées. Le nanoindenteur est composé d'un microscope optique, d'une tête de nanoindentation NHT<sup>2</sup> et d'une tête d'ultra-nanoindentation UNHT. La tête UNHT utilise un capteur de déplacement différentiel permettant de s'affranchir presque complètement des dérives thermiques. Elle est la première de sa génération et possède une très grande résolution en force et en déplacement. Le Tableau 3.1 présente les performances des deux têtes de nanoindentation. Un indenteur conique est installé sur l'UNHT et un indenteur Berkovich sur le NHT<sup>2</sup>. Des essais de nanoindentation conique ont été réalisés afin de profiter de sa géométrie axisymétrique pour observer les mécanismes de déformation de la matière seule, sans influence de la géométrie d'indenteur. Cependant, seuls les essais de nanoindentation Berkovich sont présentés dans cette thèse.

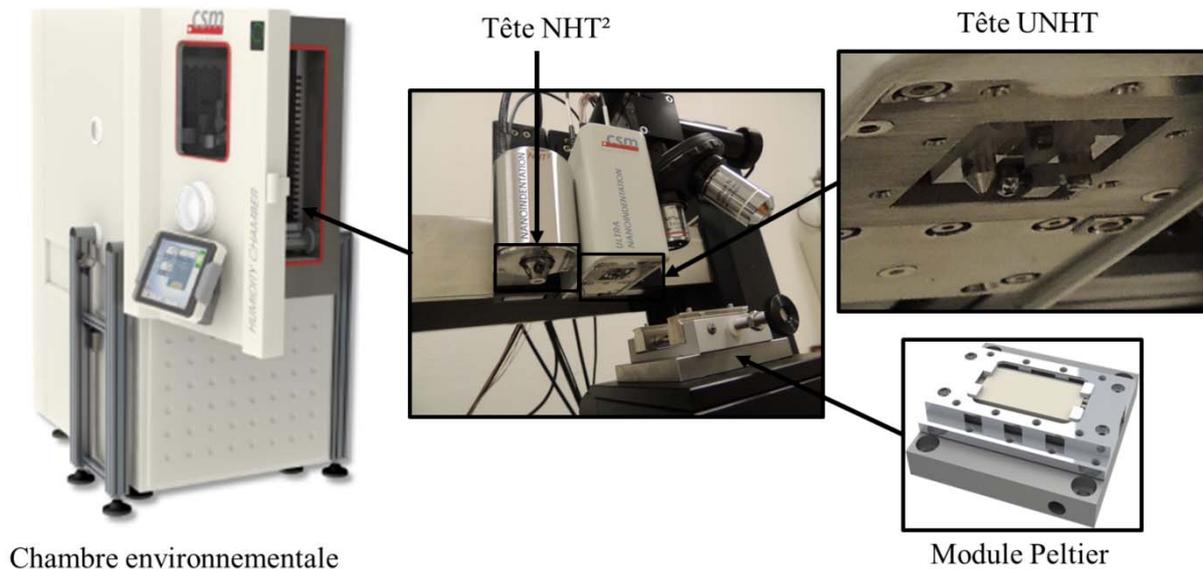


Figure 3.1 - Parc machines à disposition : chambre environnementale, module Peltier et nanoindenteur NHT<sup>2</sup>/UNHT.

| Tête             | Indenteur | Force  |               |                 | Déplacement |            |                 |
|------------------|-----------|--------|---------------|-----------------|-------------|------------|-----------------|
|                  |           | max    | Résolution    | Niveau de bruit | max         | Résolution | Niveau de bruit |
| UNHT             | Conique   | 50 mN  | 0,003 $\mu$ N | < 0,1 $\mu$ N   | 40 $\mu$ m  | 0,003 nm   | < 0,03 nm       |
| NHT <sup>2</sup> | Berkovich | 500 mN | 0,02 $\mu$ N  | < 1 $\mu$ N     | 200 $\mu$ m | 0,01 nm    | < 0,3 nm        |

Tableau 3.1 - Performances des têtes de nanoindentation NHT<sup>2</sup> et UNHT.

Les paragraphes suivants décrivent la stratégie adoptée pour l'investigation des topographies résiduelles, des courbes d'indentation et des propriétés plastiques à l'échelle du grain. Les

sollicitations imposées, les orientations cristallographiques examinées et le choix de l'orientation de l'indenteur Berkovich dans la direction d'indentation sont présentés. On observe en effet une influence de l'orientation relative indenteur/grain sur les topographies en particulier, apportant de précieuses informations pour notre étude.

### 3.1.1. Asservissement

Tous les essais sont réalisés à température et degré d'hygrométrie ambiants et asservis en force jusqu'à une valeur maximale  $P_m$ . L'essai consiste en un cycle de charge-maintien-décharge : une fois en contact l'indenteur pénètre l'échantillon à une vitesse constante  $v_c$  jusqu'à atteindre la valeur  $P_m$  en 30 s, la force est alors maintenue pendant 90 s, puis l'indenteur amorce la décharge à une vitesse  $v_d = v_c$  (Figure 3.2a). Le maintien laisse le temps au matériau de fluer, c'est-à-dire de se déformer à charge constante (Figure 3.2b). Décharger avant la saturation du phénomène de fluage du matériau affecte la courbure de décharge de ( $P - h$ ) et donc les valeurs de dureté et de module d'indentation.

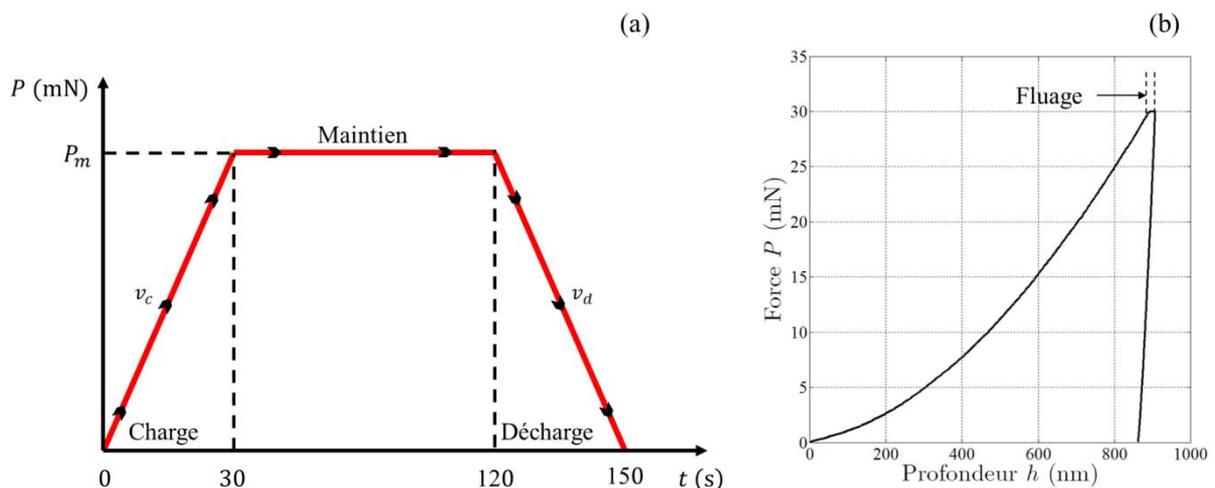


Figure 3.2 - (a) Asservissement de l'indenteur pendant l'essai de nanoindentation.  
(b) Courbe d'indentation type résultante de l'essai.

Il serait naturel dans un premier temps de vouloir explorer les mécanismes de formation des bourrelets sur tous les échantillons à une même profondeur maximale d'indentation  $h_m$ , ainsi que leurs influences sur le module d'indentation et la dureté. Cette stratégie est cependant délicate à mettre en application pour plusieurs raisons. Ayant été obtenus par différents procédés de fabrication, les échantillons varient en termes de diamètre moyen  $\phi_g$  de grains. Ensuite, suivant l'orientation cristallographique des grains d'un même échantillon, les valeurs de dureté sont susceptibles de différer. En effet, l'écoulement inélastique de la matière sous contrainte dépend entre autres des systèmes de glissement activés, de l'effet de taille de grain, des longueurs internes propres à chaque orientation cristallographique et de l'état d'écrouissage des grains. Delobelle *et al.* le montrent pour les échantillons de nickel recuit et écroui (Delobelle *et al.*, 2009, 2011). Par conséquent, pour une même charge maximale  $P_m$  appliquée, la valeur de la profondeur maximale d'indentation  $h_m$  correspondante peut varier d'un grain à l'autre. En dernier lieu, au sein d'un même grain, il est possible que la distribution de la densité de dislocations soit hétérogène, affectant les valeurs de dureté suivant la zone du grain indentée. L'hétérogénéité intragranulaire est la source d'une incompatibilité entre zones à fortes et faibles densité de dislocations (Mughrabi, 1983, 2001; Feaugas, 1999; Estrin *et al.*, 1998).

Cela induit un champ de contrainte à leurs interfaces. C'est une des origines de l'écroutissement cinématique (effet Bauschinger (Bauschinger, 1881)). La Figure 3.3 montre les hétérogénéités de densité de dislocation intergranulaires et intragranulaires que présente l'échantillon écroui. La dureté (Figure 3.3b) et le module d'indentation (Figure 3.3c) ont été mesurés par nanoindentation le long d'une ligne traversant la zone d'étude (Figure 3.3a). La ligne traverse trois grains. On remarque qu'au sein d'un même grain, loin des joints de grain, la dureté et le module sont constants, même s'il existe des exceptions (hétérogénéité intragranulaire). Sitôt que les essais se rapprochent d'un joint de grain, les mesures diffèrent (hétérogénéité intergranulaire). Les essais de nanoindentation présentés dans cette étude exhibent ce phénomène à travers les courbes d'indentation. Par la suite, le phénomène sera souligné mais non pris en compte dans la modélisation.

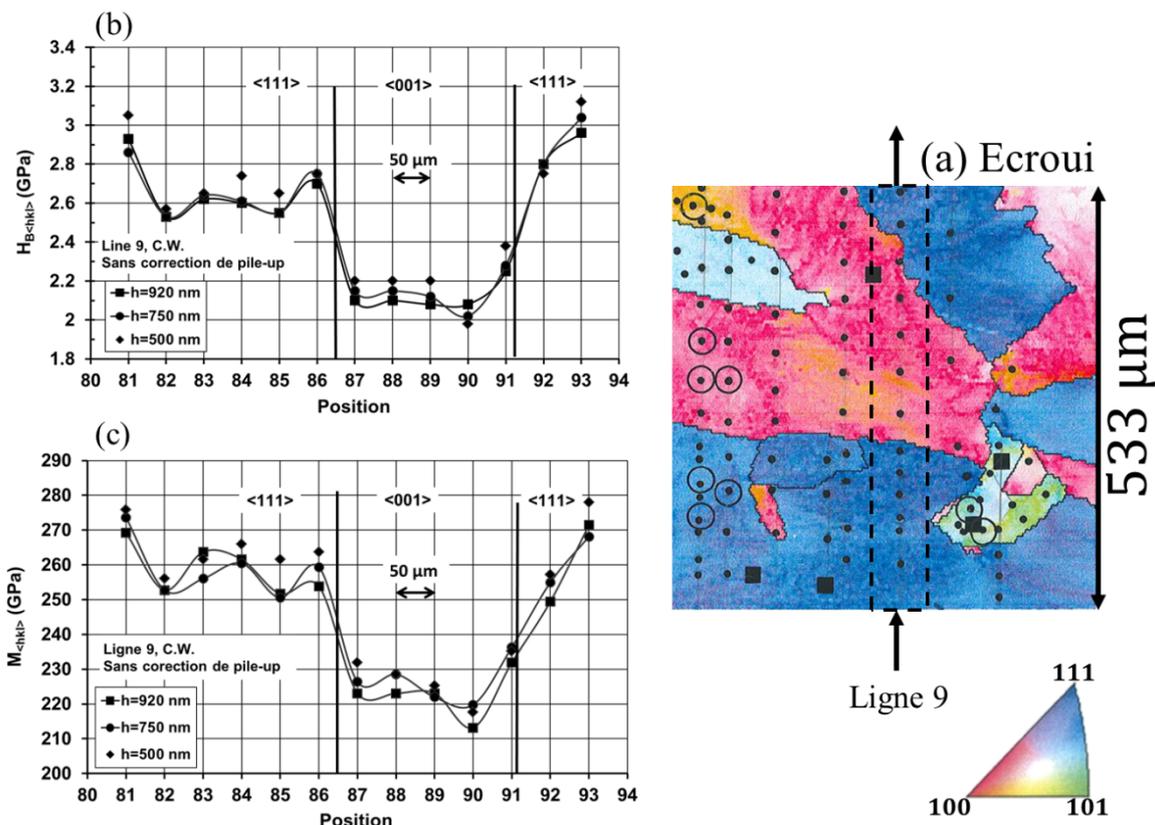


Figure 3.3 - Hétérogénéités de densité de dislocation intergranulaires et intragranulaires sur l'échantillon écroui. (a) Mesure de l'hétérogénéité par nanoindentation le long d'une ligne traversant la zone d'étude. (b) Profil de la dureté en fonction du trajet linéaire. (c) Profil du module d'indentation en fonction du trajet linéaire.

Pour chaque essai de nanoindentation, une force d'asservissement  $P_m$  est définie afin d'approcher une même profondeur d'indentation  $h_m$ . Le fait d'obtenir des profondeurs d'indentation  $h_m$  variant d'une mesure à l'autre est un atout pour observer l'effet de la profondeur d'indentation sur les propriétés mécaniques et la formation de bourrelets. Au final, quatre profondeurs d'indentation  $h_m$  ont été visées, avoisinant : 100 nm, 300 nm, 500 nm et 900 nm. Une gamme de force d'asservissement  $P_m$  a ainsi été définie afin d'approcher ces valeurs de  $h_m$  pour chaque échantillon (Tableau 3.2). Les courbes d'indentation Berkovich types sont présentées en Figure 3.4.

| Tête NHT (Berkovich) |                |        |        |
|----------------------|----------------|--------|--------|
| $h_m$ visée          | $P_m$ (mN)     |        |        |
|                      | Electro-déposé | Recuit | Ecroui |
| 900 nm               | 90             | 30     | 50     |
| 500 nm               | 31             | 11     | 15     |
| 300 nm               | -              | 5,2    | 6,3    |
| 100 nm               | -              | 0,9    | 0,9    |

Tableau 3.2 - Indentation Berkovich : gammes de force d'asservissement retenues par échantillon.

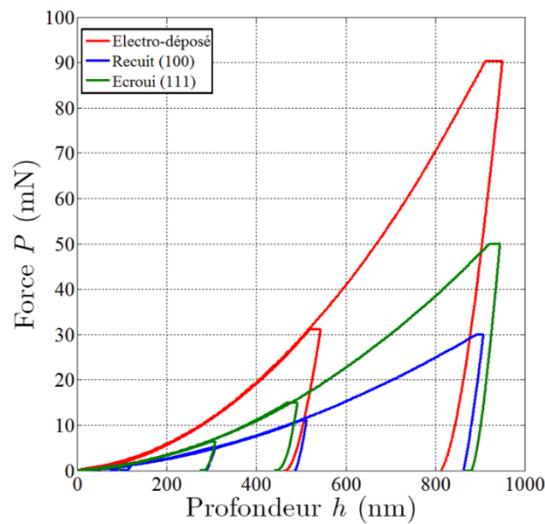


Figure 3.4 - Courbes d'indentation Berkovich types obtenues en fonction de l'asservissement en force et de l'échantillon.

### 3.1.2. Orientations cristallographiques visées

Comme montré précédemment, à l'échelle du grain, l'influence de l'orientation cristallographique sur les grandeurs classiques de module d'indentation et de dureté, ainsi que sur la distribution et dimensions de bourrelets, ne peut être déterminée seulement si les dimensions des empreintes sont très petites devant la taille moyenne de grain :  $h_m \ll \phi_g$ . Pour cette raison l'échantillon de nickel électro-déposé peut être considéré comme isotrope pour cette étude ( $h_m \gg \phi_g$ ). Ce paragraphe concerne exclusivement les échantillons à gros grains : échantillons de nickel recuit et écroui.

Les images EBSD réalisées sur les deux échantillons (Figures 1.3b-c) donnent une cartographie de l'orientation des grains des zones d'étude. L'orientation cristallographique est repérée par les indices de Miller et un code couleur est superposé au triangle stéréographique standard. Ce triangle correspond à la projection stéréographique selon l'axe [001] d'un cristal de symétrie cubique délimitée par la projection des directions principales [001], [101] et [111]. Ainsi on identifie aisément l'orientation des plans (ou directions normales aux plans) cristallographiques de chacun des

grains en surface de l'échantillon : la couleur rouge est attribuée à la direction [100], la verte à la direction [101], la bleue à la direction [111] et la blanche à la direction [312] (Figure 3.5).

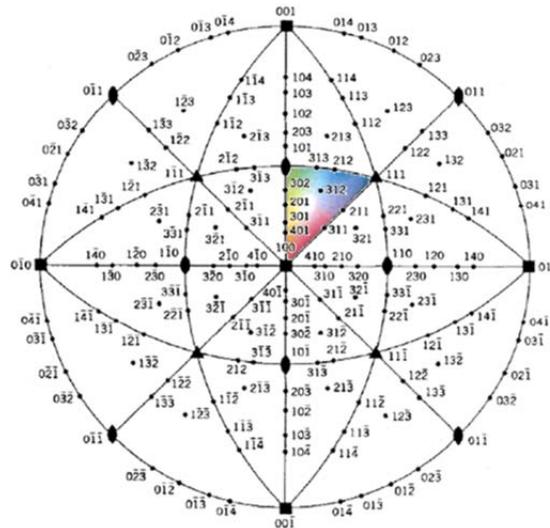


Figure 3.5 - Projection stéréographique selon l'axe [001] de directions caractéristiques d'un cristal de symétrie cubique (Allen and Thomas, 1999). Superposition du code couleur et du triangle standard.

Pour la campagne expérimentale, il a été retenu d'aligner successivement l'axe d'indentation sur des directions **proches** des directions principales [001], [101], [111] et [312] quand l'échantillon présente des grains ainsi orientés. Aujourd'hui, l'EBSD est l'une des meilleures techniques permettant d'identifier l'orientation cristallographique de grains. Cependant, bien que la résolution de mesure de l'appareil de 2° soit bonne, l'erreur faite sur l'orientation cristallographique du grain indenté peut être significative sur les topographies.

L'analyse des systèmes et des lignes de glissement après déformation plastique permet de vérifier l'orientation granulaire mesurée avec les lignes de Kikuchi par EBSD. En particulier lors d'un essai de nanoindentation, les lignes de glissement peuvent émerger autour de l'empreinte. La Figure 3.6 schématise le glissement des dislocations jusqu'en surface pendant un essai de nanoindentation. Les directions de ces lignes sont mesurables par AFM en appliquant un filtre dérivateur sur les mesures en signal d'erreur afin d'accentuer leur discontinuité, comme le montre la Figure 3.7.

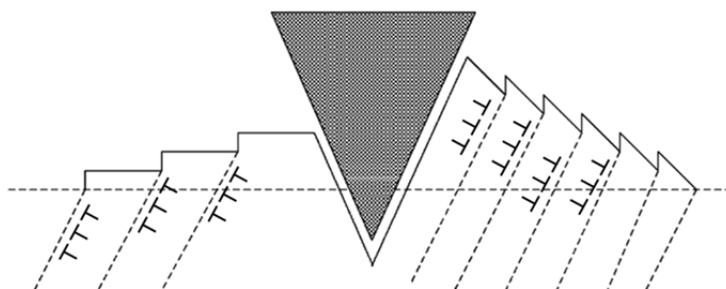


Figure 3.6 - Schéma de l'émergence de dislocations en surface d'un grain pendant un essai de nanoindentation (Nibur and Bahr, 2003).

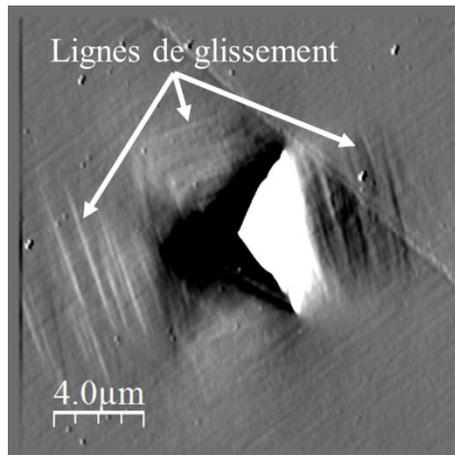


Figure 3.7 - Observation des lignes de glissement autour d'une empreinte de nanoindentation Berkovich par mesure AFM et application d'un filtre dérivateur. Echantillon recuit [100].

On propose dans le paragraphe suivant d'analyser théoriquement les orientations de ces lignes de glissement dans le cas d'un grain parfaitement orienté dans les directions principales [100], [101], [111] et [312]. Quelques topographies d'indentations réalisées dans les grains orientés dans les directions proches de [001], [101], [111] et [312] de l'échantillon recuit sont examinées afin de rendre compte de l'incertitude de mesure EBSD sur l'orientation cristallographique du grain étudié.

### 3.1.2.1. Orientation cristallographique et systèmes de glissement

Considérons un cristal parfait CFC  $\mathcal{C}$  dans la base canonique de  $\mathbb{R}^3$ . Les 4 plans de glissement {111}, selon lesquels la déformation plastique est susceptible d'avoir lieu, sont insérés dans  $\mathcal{C}$  (Figure 3.8).

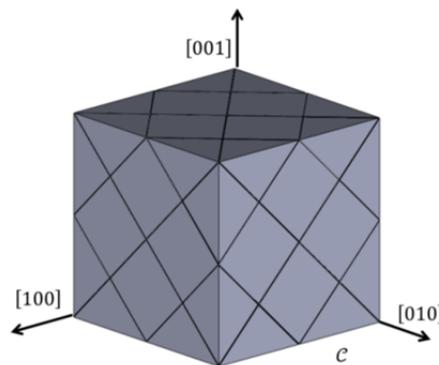


Figure 3.8 - Insertion des plans de glissement dans un cristal CFC  $\mathcal{C}$ .

Les lignes visibles sur le cristal correspondent aux intersections entre les plans de glissement et les frontières du cristal. L'orientation de ces lignes est caractéristique de l'orientation du cristal. En déterminant les angles formés par ces lignes, il est possible de vérifier si la normale au plan du cristal observé est bien orientée. L'angle  $\delta$  entre deux lignes de glissement orientées respectivement par les vecteurs  $\mathbf{e}_1 = [hkl]$  et  $\mathbf{e}_2 = [uvw]$  est donné par l'expression suivante :

$$\delta = \cos^{-1} \left( \frac{\mathbf{e}_1 \cdot \mathbf{e}_2}{\|\mathbf{e}_1\|_2 \cdot \|\mathbf{e}_2\|_2} \right) \quad (3.1)$$

où  $\|\cdot\|_2$  est la norme euclidienne. La forme développée donne :

$$\delta = \cos^{-1} \left( \frac{hu + kv + lw}{\sqrt{h^2 + k^2 + l^2} \times \sqrt{u^2 + v^2 + w^2}} \right) \quad (3.2)$$

Dans un premier temps, examinons les lignes de glissement d'un cristal orienté dans la direction  $[100]$ . La Figure 3.9 présente une coupe du cristal  $\mathcal{C}$  dans le plan  $(100)$ . L'intersection de la famille de plans de glissement  $\{111\}$  avec le plan  $(100)$  fait apparaître des lignes orientées suivant les directions  $[011]$ ,  $[0\bar{1}1]$ ,  $[0\bar{1}\bar{1}]$  et  $[01\bar{1}]$ . Elles correspondent à la famille de directions  $\langle 011 \rangle$  contenue dans le plan  $(100)$ . Avec un angle  $\delta^{[100]} = 90^\circ$ , les lignes forment une symétrie d'ordre quatre permettant ainsi d'identifier l'orientation du cristal dans le plan  $(100)$  modulo  $\pi/2$ .

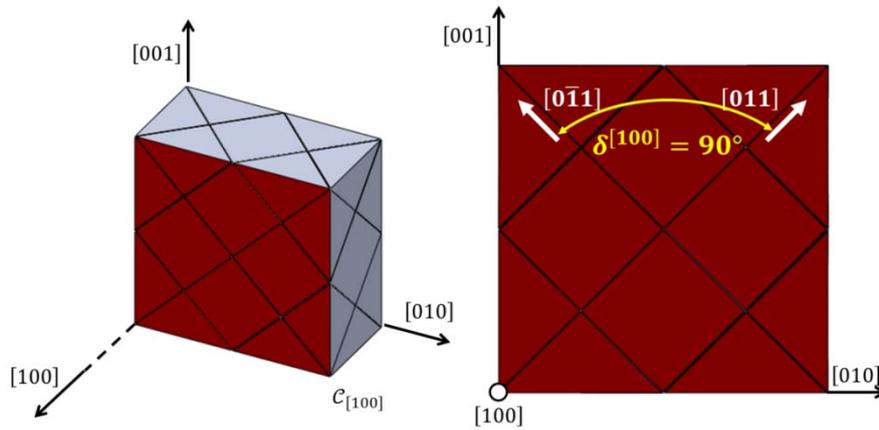


Figure 3.9 - Etude des lignes de glissement dans le cas d'un cristal orienté suivant  $[100]$ . Elles présentent une symétrie d'ordre quatre.

Dans le cas d'un cristal orienté dans la direction  $[101]$ , les plans de glissement et  $(101)$  se coupent dans les directions  $[\bar{1}21]$ ,  $[\bar{1}\bar{2}1]$ ,  $[1\bar{2}\bar{1}]$ ,  $[12\bar{1}]$ ,  $[\bar{1}01]$  et  $[10\bar{1}]$  (Figure 3.10). Ces directions correspondent aux familles de directions  $\langle 121 \rangle$  et  $\langle 011 \rangle$  contenues dans le plan  $(101)$ . Les vecteurs de la famille de directions  $\langle 121 \rangle$  forment un angle  $\delta_1^{[101]} = 70.5^\circ$  entre eux et un angle  $\delta_2^{[101]} = 54.75^\circ$  avec la famille de directions  $\langle 011 \rangle$ . Ainsi, dans le plan  $(101)$ , les lignes de glissement présentent une symétrie d'ordre deux permettant ainsi d'identifier l'orientation du cristal modulo  $\pi$ .

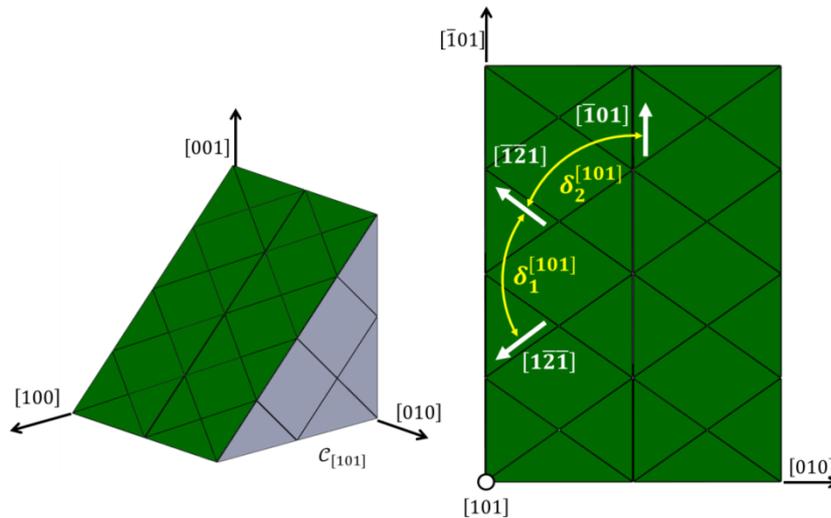


Figure 3.10 - Etude de lignes de glissement dans le cas d'un cristal orienté suivant  $[101]$ . Elles présentent une symétrie d'ordre deux.

Dans le plan  $(111)$ , les plans de glissement s'entrecroisent suivant les directions  $[\bar{1}0\bar{1}]$ ,  $[1\bar{1}0]$ ,  $[0\bar{1}\bar{1}]$ ,  $[10\bar{1}]$ ,  $[\bar{1}10]$  et  $[01\bar{1}]$ , soit la famille de directions  $\langle 011 \rangle$  contenue dans le plan  $(111)$  (Figure 3.11). Les lignes de glissement forment entre eux un angle  $\delta^{[111]} = 60^\circ$  et donnent donc une symétrie d'ordre six autorisant l'identification de l'orientation du cristal dans le  $(111)$  modulo  $\pi/3$ .

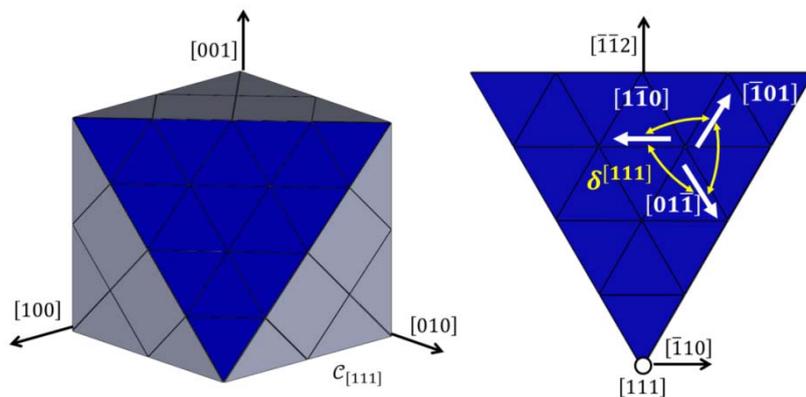


Figure 3.11 - Etude des lignes de glissement dans le cas d'un cristal orienté suivant  $[111]$ . Elles présentent une symétrie d'ordre six.

Ces trois orientations cristallographiques sont les plus simples à identifier car elles possèdent des symétries remarquables. L'analyse des lignes de glissement devient plus compliquée quand on s'éloigne de ces trois directions.

On présente en Figure 3.12 le cristal orienté dans la direction  $[312]$ . Les plans de glissement se croisent suivant les directions  $[\bar{1}\bar{5}4]$ ,  $[\bar{1}\bar{1}2]$ ,  $[\bar{3}14]$  et  $[\bar{3}52]$ , formant un angle  $\delta_1^{[312]} = 28,1^\circ$ ,  $\delta_2^{[312]} = 36,8^\circ$  et  $\delta_3^{[312]} = 46,6^\circ$ , respectivement. Cette configuration présente une symétrie d'ordre deux. A partir de la connaissance de l'orientation des lignes de glissement, il est possible d'identifier l'orientation du cristal dans le plan  $(312)$  modulo  $\pi$ .

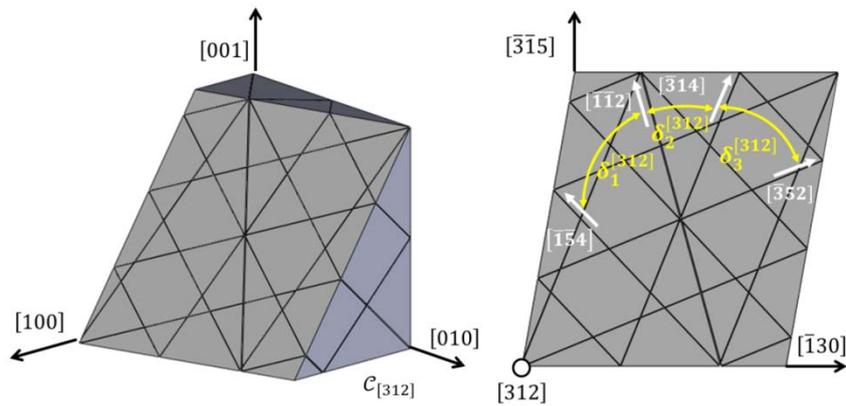


Figure 3.12 - Etude des lignes de glissement dans le cas d'un cristal orienté suivant  $[312]$ . Elles présentent une symétrie d'ordre deux.

### 3.1.2.2. Incertitudes sur les mesures EBSD

Il est établi que l'on peut, dans les cas simples, remonter à l'orientation d'un grain en analysant l'orientation des lignes de glissement. La définition des orientations des grains par le code couleur EBSD permet d'indexer chaque grain mais reste approximative (à  $2^\circ$  près). Pour cela, on considère les empreintes de nanoindentation Berkovich réalisées sur l'échantillon recuit dans les grains rouges (normale à la surface proche de la direction  $[100]$ ), verts (normale à la surface proche de la direction  $[101]$ ), bleus (normale à la surface proche de la direction  $[111]$ ), et blancs (normale à la surface proche de la direction  $[312]$ ) (Figure 1.3b). On définit la direction  $\widetilde{[100]}$  comme étant la direction réelle dans laquelle est orienté le grain rouge,  $\widetilde{[101]}$  le grain vert,  $\widetilde{[111]}$  le grain bleu et  $\widetilde{[312]}$  le grain blanc, sur l'échantillon de nickel recuit.

Des mesures AFM des empreintes réalisées sont présentées en Figure 3.13. On observe que des lignes de glissement ont été formées par l'émergence des dislocations en surface pendant l'indentation. La géométrie de l'indenteur Berkovich n'étant pas axisymétrique, il génère un champ de contraintes qui privilégie le glissement des dislocations sur les systèmes localement autour de l'empreinte en fonction de son orientation dans le plan d'indentation. On remarque que les directions de ces lignes diffèrent d'une orientation cristallographique à l'autre, comme prévu théoriquement. Cependant, leurs orientations ne coïncident pas exactement avec celle prévue par la théorie, les angles pouvant dévier de quelques degrés.

La mesure AFM de l'empreinte réalisée dans la direction  $\widetilde{[100]}$  (Figure 3.13a) présente, à droite de l'empreinte, des lignes de glissement formant un angle  $\delta^{\widetilde{[100]}} = 86^\circ$ , et à gauche, des lignes avec un angle  $\delta^{\widetilde{[100]}} = 90^\circ$ . Cet écart avec la théorie n'est pas causé par le champ de contraintes généré par l'indenteur Berkovich. Les directions de glissement des dislocations sont en effet intrinsèques au matériau. L'écart provient donc du fait que le grain n'est pas parfaitement orienté dans la direction  $[100]$ .

Les angles entre les lignes de glissement émergentes en surface après indentation dans la direction  $\widetilde{[101]}$  s'écartent aussi de la théorie (Figure 3.13b). Les lignes qui s'apparentent aux

directions de la famille  $\langle 121 \rangle$  forment entre elles un angle  $\delta_1^{\overline{101}} = 69^\circ$  au lieu de  $\delta_1^{\overline{101}} = 70.5^\circ$  et un angle  $\delta_2^{\overline{101}} = 59^\circ$  avec les directions de la famille  $\langle 011 \rangle$  au lieu de  $\delta_2^{\overline{101}} = 54.75^\circ$ .

De même pour le grain orienté suivant la direction  $\overline{[111]}$  (Figure 3.13c), les lignes de glissement autour de l'empreinte présentent des angles différents  $\delta^{\overline{[111]}} = \{53^\circ, 59^\circ\}$  alors que la théorie annonce la formation d'un angle unique  $\delta^{\overline{[111]}} = 60^\circ$ .

Enfin, concernant le grain orienté suivant la direction  $\overline{[312]}$  (Figure 3.13d), les lignes de glissement autour de l'empreinte présentent des angles  $\delta_2^{\overline{[312]}} = 37^\circ$  et  $\delta_3^{\overline{[312]}} = 52^\circ$ , au lieu de  $\delta_2^{\overline{[312]}} = 36,8^\circ$  et  $\delta_3^{\overline{[312]}} = 46,6^\circ$ , en théorie. Aucune ligne de glissement dans la direction  $\overline{[1\bar{5}4]}$  n'émerge en surface sur cette mesure. L'angle  $\delta_1^{\overline{[312]}}$  n'est donc pas accessible.

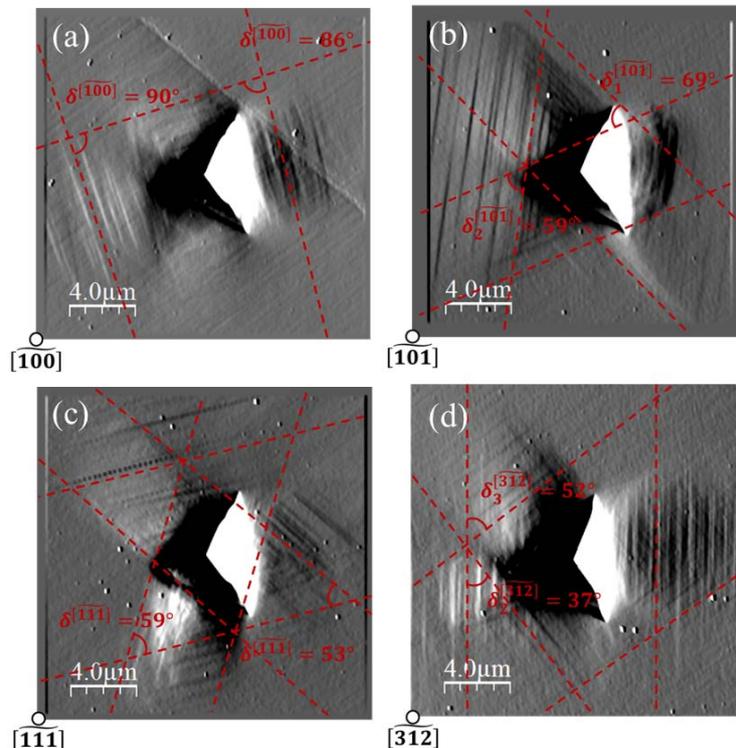


Figure 3.13 - Orientation des lignes de glissement sur mesure AFM : (a) grain  $\overline{[100]}$ , (b) grain  $\overline{[101]}$ , (c) grain  $\overline{[111]}$  et (d) grain  $\overline{[312]}$ .

Ces écarts par rapport à la théorie paraissent faibles mais on verra par la suite que leur impact sur la distribution des bourrelets autour des empreintes d'indentation peut être considérable.

### 3.1.3. Orientation de l'indenteur Berkovich

L'étude théorique de l'orientation des lignes de glissement et des topographies montrent que chaque orientation cristallographique inspectée par indentation donne une distribution de bourrelets différente. En plus de l'orientation cristallographique, la topographie dépend aussi de l'orientation de

l'indenteur dans la direction d'indentation, due à la géométrie particulièrement de l'indenteur Berkovich. La Figure 3.14 montre les topographies d'empreintes Berkovich réalisées dans le grain  $[100]$  (grain rouge, Figure 1.3b) de l'échantillon recuit avec différentes orientations d'indenteur dans l'axe d'indentation. Ces mesures mettent en avant la sensibilité de la distribution des bourrelets à l'orientation relative indenteur/grain. La topographie Figure 3.14a présente quatre bourrelets alors que les autres seulement trois. De plus, leur distribution autour des empreintes semble proche à  $90^\circ$  près (Figures 3.14b-d).

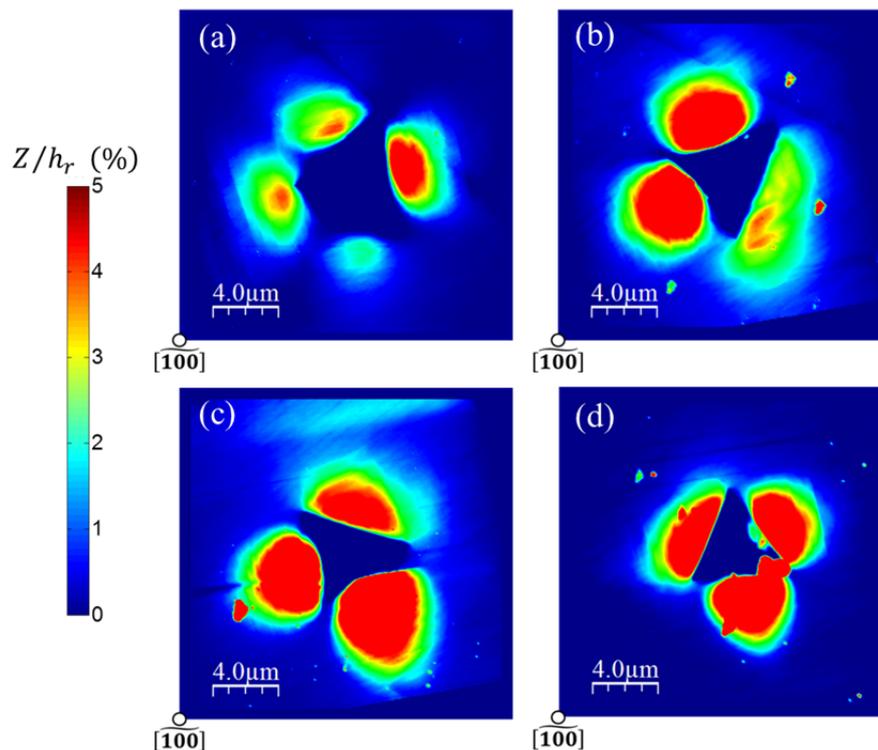


Figure 3.14 - Topographies d'empreintes Berkovich réalisées dans le grain  $[100]$  avec différentes orientations d'indenteur : (a) position de référence  $0^\circ$ , (b) rotation de  $26^\circ$ , (c) rotation de  $56^\circ$  et (d) rotation de  $91^\circ$ . La topographie Z est normée par la profondeur d'indentation résiduelle  $h_r$ .

Pour chaque orientation cristallographique étudiée, il est donc possible d'enrichir la base expérimentale de résultats d'indentation en exploitant les propriétés géométriques de l'indenteur. Pour cela il faut effectuer une rotation de l'échantillon autour de l'axe de l'indenteur. Deux questions se posent : quelles sont les orientations d'indenteur Berkovich les plus pertinentes pour l'étude de la distribution des bourrelets ? Quelles rotations doit-on effectuer pour enrichir la base expérimentale sans données redondantes ? On peut formuler une première réponse à ces questions par un raisonnement purement géométrique, en examinant l'orientation relative indenteur/grain.

### 3.1.3.1. Superposition des symétries du cristal et de l'indenteur

L'indenteur Berkovich présente une symétrie d'ordre six. Quelle que soit l'orientation cristallographique étudiée, les topographies des empreintes se trouvent donc être les mêmes modulo une rotation de  $120^\circ$ . A cela s'ajoute les symétries que présentent les systèmes de glissement dans chaque orientation cristallographique, détaillées dans le paragraphe précédent. On examine donc la superposition de ces symétries dans les directions retenues pour l'étude  $[100]$ ,  $[101]$ ,  $[111]$  et  $[312]$ .

On considère à nouveau le cristal parfait CFC  $\mathcal{C}$  (Figure 3.8). On a vu au paragraphe précédent que dans le cas d'un cristal orienté dans la direction  $[100]$ , les systèmes de glissement présentent une symétrie d'ordre quatre. La Figure 3.15 illustre la superposition de l'indenteur Berkovich avec les systèmes de glissement dans cette direction. Avec une rotation de  $-15^\circ$  ou de  $+15^\circ$ , l'indenteur se retrouve dans une configuration identique par rapport aux systèmes de glissement. On en déduit qu'en faisant balayer l'indenteur de seulement  $15^\circ$ , on accède à toutes les configurations topographiques possibles dans cette direction d'indentation.

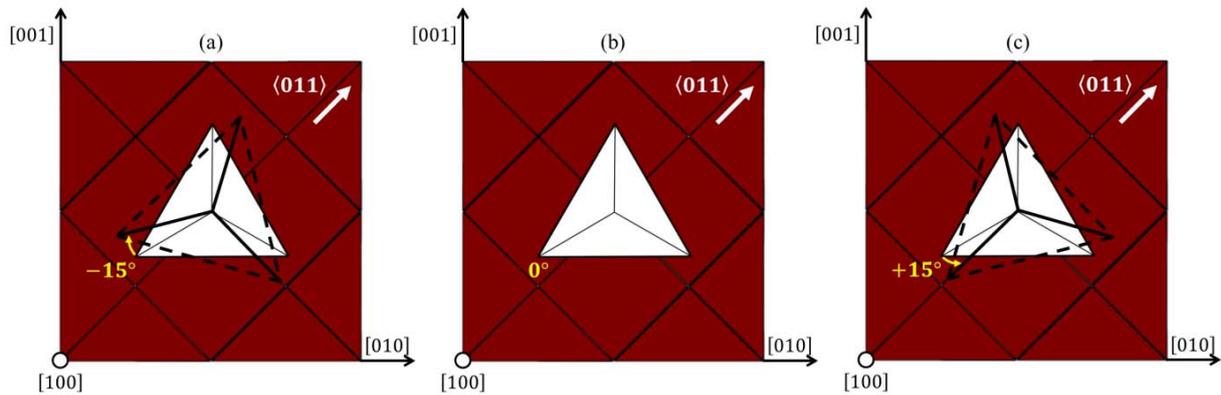


Figure 3.15 - Superposition de la symétrie des systèmes de glissement dans la direction  $[100]$  avec celle de l'indenteur Berkovich : (a) rotation de  $-15^\circ$  de l'indenteur (pointillés) par rapport à une position de référence (blanc), (b) position de référence (blanc), (c) rotation de  $+15^\circ$  de l'indenteur (pointillés) par rapport à une position de référence (blanc).

Le cristal orienté dans la direction  $[101]$  montre des systèmes de glissement avec une symétrie d'ordre deux. La Figure 3.16 illustre la superposition de l'indenteur Berkovich avec les systèmes de glissement dans cette direction. Avec une rotation de  $-90^\circ$  ou de  $+90^\circ$ , l'indenteur se retrouve dans une configuration identique par rapport aux systèmes de glissement. Toute l'information sur la réponse du grain  $[101]$  sous indentation Berkovich peut être saisie en balayant seulement  $90^\circ$  avec l'indenteur.

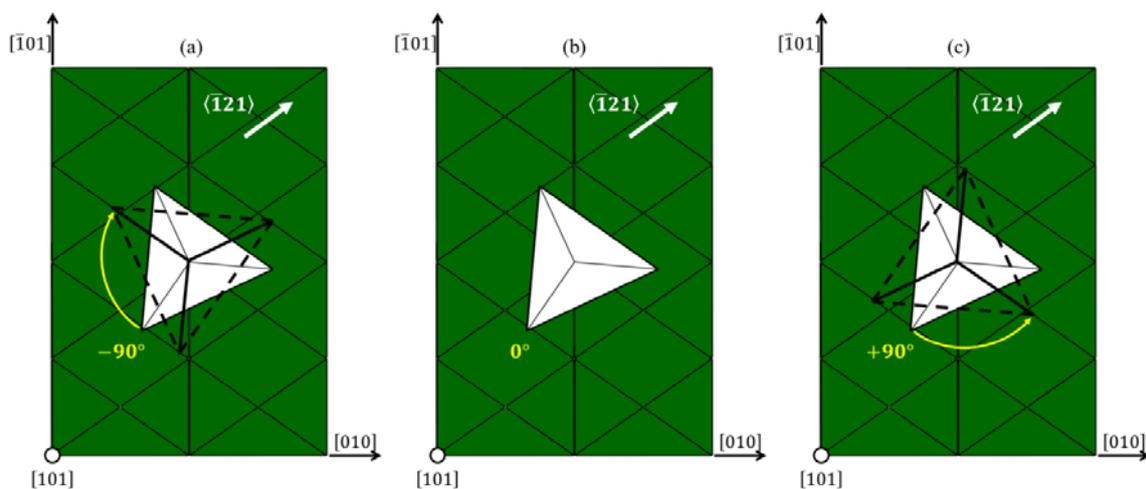


Figure 3.16 - Superposition de la symétrie des systèmes de glissement dans la direction  $[101]$  avec celle de l'indenteur Berkovich : (a) rotation de  $-90^\circ$  de l'indenteur (pointillés) par rapport à une position de référence (blanc), (b) position de référence (blanc), (c) rotation de  $+90^\circ$  de l'indenteur (pointillés) par rapport à une position de référence (blanc).

Les systèmes de glissement forment une symétrie d'ordre six dans la direction  $[111]$ . La Figure 3.17 illustre la superposition de l'indenteur Berkovich avec les systèmes de glissement dans cette direction. Avec une rotation de  $-30^\circ$  ou de  $+30^\circ$ , l'indenteur se retrouve dans une configuration identique par rapport aux systèmes de glissement. Toute l'information sur la réponse du grain  $[111]$  sous indentation Berkovich est comprise en balayant seulement  $30^\circ$  avec l'indenteur.

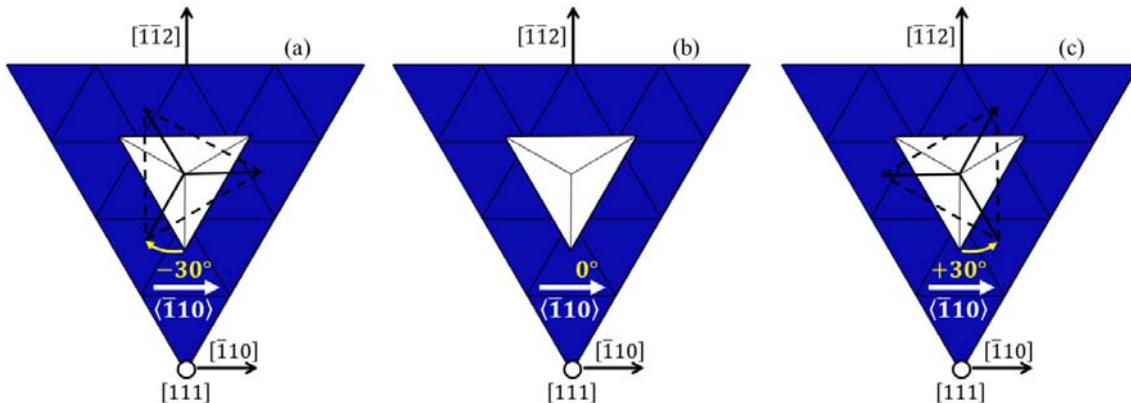


Figure 3.17 - Superposition de la symétrie des systèmes de glissement dans la direction  $[111]$  avec celle de l'indenteur Berkovich : (a) rotation de  $-30^\circ$  de l'indenteur (pointillés) par rapport à une position de référence (blanc), (b) position de référence (blanc), (c) rotation de  $+30^\circ$  de l'indenteur (pointillés) par rapport à une position de référence (blanc).

Enfin, dans le cas d'un cristal orienté dans la direction  $[312]$ , les systèmes de glissement présentent une symétrie d'ordre deux. La Figure 3.18 illustre la superposition de l'indenteur Berkovich avec les systèmes de glissement dans cette direction. Avec une rotation de  $-90^\circ$  ou de  $+90^\circ$ , l'indenteur se retrouve dans une configuration identique par rapport aux systèmes de glissement. Toute l'information sur la réponse du grain  $[312]$  sous indentation Berkovich peut être saisie en balayant seulement  $90^\circ$  avec l'indenteur.

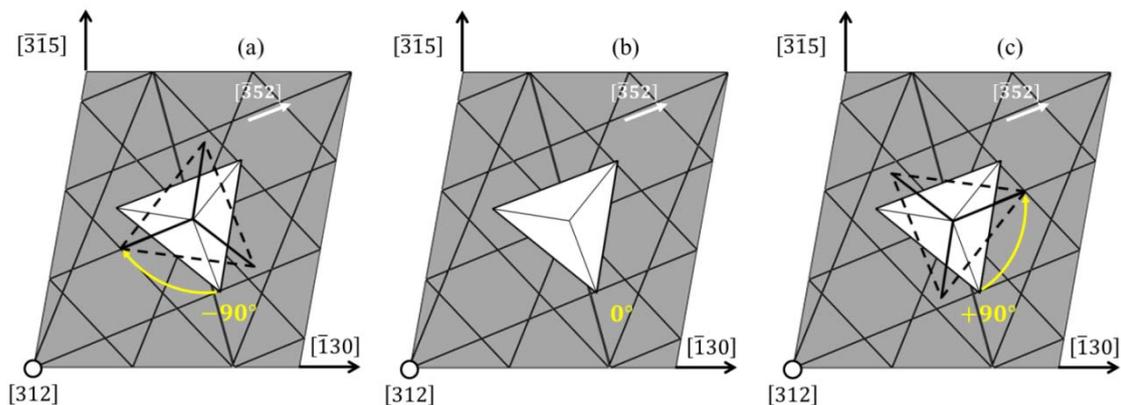


Figure 3.18 - Superposition de la symétrie des systèmes de glissement dans la direction  $[312]$  avec celle de l'indenteur Berkovich : (a) rotation de  $-90^\circ$  de l'indenteur (pointillés) par rapport à une position de référence (blanc), (b) position de référence (blanc), (c) rotation de  $+90^\circ$  de l'indenteur (pointillés) par rapport à une position de référence (blanc).

### 3.1.3.2. Mesure expérimentale de l'angle de rotation de l'indenteur

L'intérêt de ces propriétés purement géométriques a incité à enrichir la base expérimentale en réalisant des essais de nanoindentation Berkovich avec différentes orientations d'indenteur selon l'axe d'indentation. Pour chaque grain examiné, l'échantillon a été tourné « à la main » d'un angle **proche** de 30°, 60° et 90° sous indenteur (Figure 3.19). Cette manipulation approximative est volontaire. En effet, les valeurs des angles de rotation peuvent être déterminées avec précision a posteriori sur les mesures AFM des empreintes.

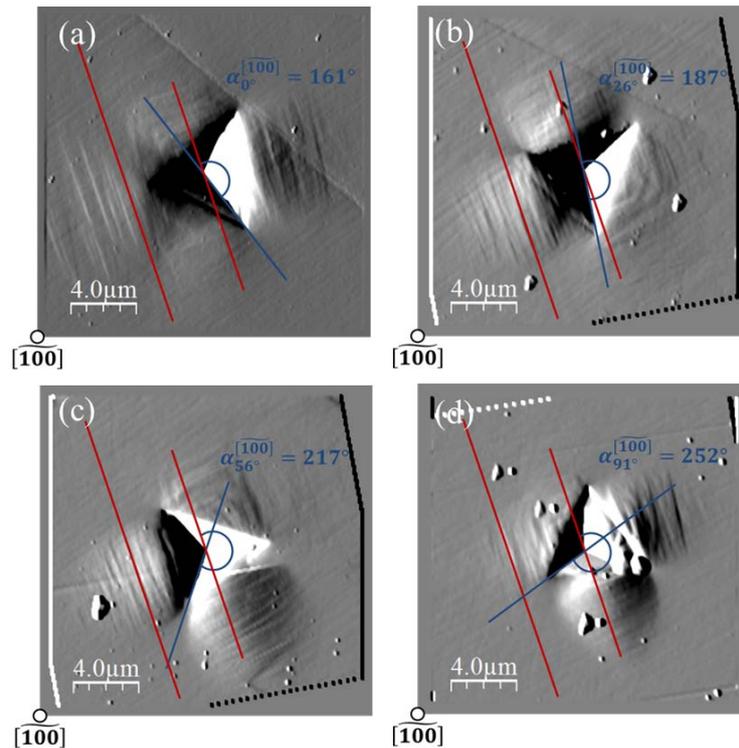


Figure 3.19 - Détermination de l'orientation de l'indenteur dans la direction d'indentation  $[100]$  sur mesure AFM : (a) position de référence 0°, (b) rotation de 26°, (c) rotation de 56° et (d) rotation de 91°.

Pour cela on mesure l'angle  $\alpha$  entre les lignes de glissement émergentes et une des arêtes de l'empreinte de l'indenteur Berkovich dans son orientation de référence, soit 0° de rotation. La désorientation de l'indenteur n'affecte pas l'orientation des lignes de glissement. Ainsi, on peut mesurer l'angle de rotation de l'indenteur par rapport à sa position de référence.

La Figure 3.19 présente les mesures AFM d'empreintes Berkovich réalisées dans le grain  $[100]$  (grain rouge, Figure 1.3b) de l'échantillon recuit. La Figure 3.19a montre l'indenteur dans sa position de référence. La ligne de glissement définit en rouge et l'arête de l'indenteur en bleu forme un angle  $\alpha_0^{[100]} = 161^\circ$ . Après la première rotation de l'échantillon (Figure 3.19b), on mesure un angle  $\alpha_{26}^{[100]} = 187^\circ$ , signifiant que l'échantillon a subi une rotation de 26°.

**Remarque 1 :**

Dans un cristal orienté dans la direction [100], on a vu plus haut qu'en balayant un intervalle de 30° ([-15°; +15°]) avec l'indenteur autour de sa position de référence, on obtient toutes les configurations de topographies possibles deux fois de façon symétrique par rapport à la référence. On rapporte 26° sur cet intervalle :  $26 \equiv -4[30]$ . Si le grain était exactement orienté suivant [100], après une rotation de 26°, la topographie (Figure 3.14b) et les lignes de glissement (Figure 3.19b) seraient retrouvées à l'identique avec une simple rotation d'indenteur de  $\pm 4$ .

La deuxième rotation (Figure 3.19c) donne un angle  $\alpha_{56^\circ}^{\overline{[100]}} = 217^\circ$ . L'échantillon a tourné de 56° par rapport à l'empreinte de référence.

**Remarque 2 :**

En rapportant 56° sur l'intervalle de 30°, on trouve :  $56 \equiv -4[30]$ . Comme en remarque 1, si le grain était exactement orienté suivant [100], après une rotation de 56°, la topographie (Figure 3.14c) et les lignes de glissement (Figure 3.19c) seraient retrouvées à l'identique avec une simple rotation d'indenteur de  $\pm 4$ . Si c'était le cas, les deux topographies Figures 3.14b-c correspondant respectivement à une rotation d'indenteur de 26° et 56°, donneraient des informations redondantes. Le grain est orienté suivant  $\overline{[100]}$ , une direction proche de [100]. Pour une rotation d'indenteur de 26° et 56°, les deux topographies montrent donc de grandes similarités à 90° près.

Enfin, la dernière rotation (Figure 3.19d) affiche un angle  $\alpha_{91^\circ}^{\overline{[100]}} = 252^\circ$  indiquant que l'échantillon a tourné de 91° par rapport à l'empreinte de référence.

**Remarque 3 :**

En rapportant 91° sur l'intervalle de 30°, on trouve :  $91 \equiv 1[30]$ . Si le grain était exactement orienté suivant [100], après une rotation de 91°, la topographie (Figure 3.14d) et les lignes de glissement (Figure 3.19d) seraient retrouvées à l'identique avec une simple rotation d'indenteur de  $\pm 1$ . La distribution des bourrelets correspondante (3 bourrelets, Figure 3.13d), qui devrait être proche de celle de référence (4 bourrelets, Figure 3.14a), ne l'est pas.

La mesure de l'orientation exacte de l'indenteur sur chaque mesure AFM d'empreinte doit être systématique. En effet, les essais de nanoindentation ont été réalisés de façon sporadique. Dans la section « conclusions et perspectives », le Tableau 5.1 récapitule les mesures d'orientation d'indenteur pour chacune des empreintes d'indentation réalisées sur les trois échantillons de nickel.

### 3.1.4. Traitement des mesures AFM : lecture des bourrelets

Les bourrelets autour de l'empreinte d'indentation affectent l'aire de contact entre l'indenteur et le matériau et impacte directement les valeurs de dureté et de module d'indentation (Chapitre 2.1.3). La définition de l'aire de contact projetée  $A(h_c)$  (équation (2.7)) ne prend pas en compte la présence de bourrelets autour de l'empreinte. Dans le cas de matériaux élasto-plastiques, il est obligatoire de les considérer pour obtenir des valeurs de propriétés mécaniques justes. On montre dans ce paragraphe les

possibilités qu'offrent l'AFM et le traitement des mesures de bourrelets autour de l'empreinte d'indentation. Les méthodes de correction de l'aire de contact existantes et leurs limites sont présentées. Une nouvelle méthode est proposée prenant en compte l'anisotropie de la distribution de bourrelets. Enfin, les valeurs de dureté et de module d'indentation ainsi corrigées sont présentées.

Les mesures AFM brutes ne sont souvent pas exploitables directement. Pour cela, on a recours à un logiciel de traitement AFM : WSxM (Horcas *et al.*, 2007). La courbure locale de la surface de la zone scannée de l'échantillon doit être compensée pour faire des mesures de qualité. Un exemple de mesure AFM brute est présenté en Figure 3.20a. On remarque que la surface de l'échantillon sous la pointe était inclinée pendant l'acquisition de la mesure. L'opération de « plane fit » permet de compenser cette courbure locale (Figure 3.20b).

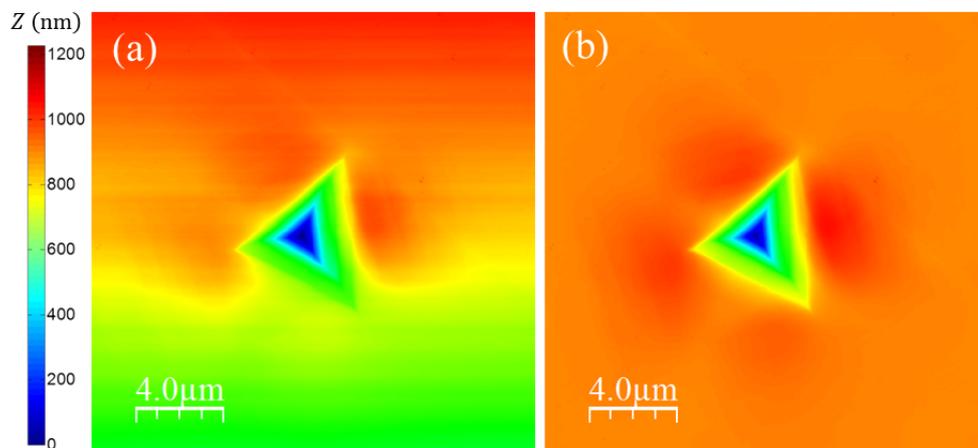


Figure 3.20 - Traitement de mesures AFM sous WSxM : (a) mesure brute, (b) opération de « plane fit ».

Pour pouvoir comparer des topographies entre elles, on norme celles-ci par la profondeur d'indentation résiduelle  $h_r$  de chacune des empreintes (Figure 3.21). On considère que loin de l'empreinte, la valeur  $Z$  de la topographie vaut zéro. Le code couleur est alors ajusté pour ne tenir compte que de la matière au-dessus de ce niveau, correspondant aux bourrelets.

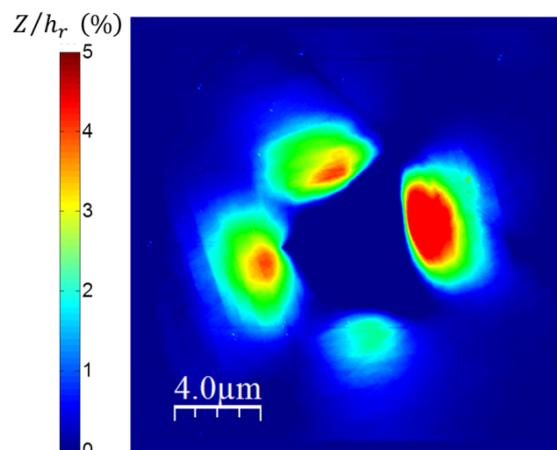


Figure 3.21 - Topographie finale traitée sous WSxM. Mise en évidence des bourrelets autour de l'empreinte Berkovich. La topographie  $Z$  est normée par la profondeur d'indentation résiduelle  $h_r$ .

Le logiciel permet aussi de suivre la topographie localement le long de parcours linéiques ou polygonaux (Figure 3.22). On peut ainsi mesurer les hauteurs et les largeurs des bourrelets présents autour de l'empreinte.

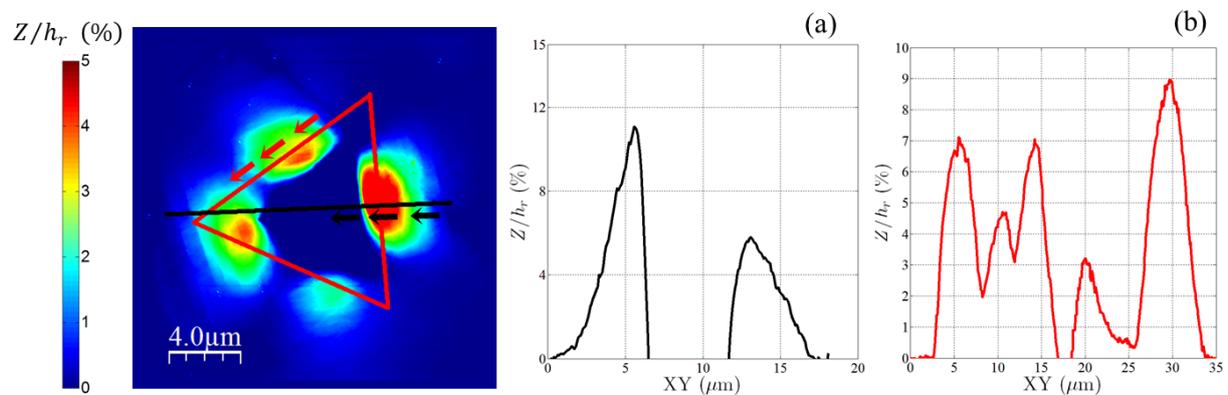


Figure 3.22 - Lecture de la topographie d'une empreinte Berkovich le long d'un parcours : (a) linéique, (b) triangulaire.

### 3.2. Modèle de correction de bourrelets

L'impact des bourrelets sur l'évaluation de la dureté et du module d'indentation est bien connu. En 1946, Crow *et al.* proposent déjà de prendre en compte les bourrelets formés autour de l'empreinte pour déterminer l'aire de contact projetée et calculer la dureté (Crow and Hinsley, 1946). Pourtant cette idée ne convainc pas toute la communauté. Bergsman pense que le plus gros de la charge appliquée par l'indenteur n'est pas supporté par les bourrelets (Bergsman, 1954). Ceci a été démenti par Chaudhry *et al.* (Chaudhri and Winter, 1988) qui affirment qu'ils supportent autant le chargement par unité d'aire que le reste de la matière sous indentation. Pethica *et al.*, quant à eux, estiment que sur leurs mesures, les bourrelets contribuent à environ 10% de l'aire de contact (Pethica *et al.*, 1983). Ils assurent cependant que le recouvrement élastique pendant la phase de décharge contrebalance la formation de bourrelets. Ils reportent alors les erreurs de mesure sur la géométrie de la pointe de l'indenteur.

#### 3.2.1. Modèles existants

Afin d'évaluer l'aire de contact projetée modifiée par la présence de bourrelets, deux méthodes prédominent en indentation Berkovich. La première que l'on citera est celle de McElhaney *et al.* (McElhaney *et al.*, 1998). Sur une mesure d'empreinte par microscopie électronique à balayage, ils différencient  $A_i$  l'aire du triangle formé par les coins de l'empreinte et  $A$  l'aire de contact prenant en compte les bourrelets et l'enfoncement de la ligne de contact (Figure 3.23).

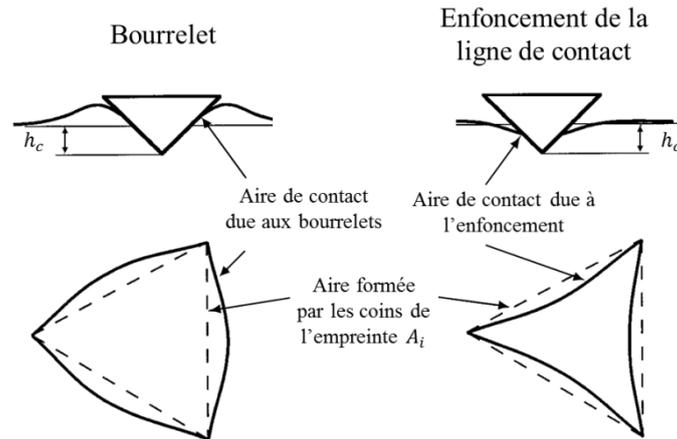


Figure 3.23 - Schématisation de l'effet des bourrelets et l'enfoncement de la ligne de contact pendant indentation (McElhaney *et al.*, 1998).

Ils définissent le paramètre matériau  $\alpha$  comme étant le rapport entre les deux aires :

$$\alpha = \frac{A}{A_i} \quad (3.3)$$

Le paramètre  $\alpha$  connu, les valeurs de dureté et du module d'indentation sont corrigées. McElhaney *et al.* déterminent ces deux grandeurs pour des monocristaux de cuivre recuit et écroui, qui sont en bons accords avec les résultats théoriques établis par Vlassak *et al.* (Vlassak and Nix, 1994).

En présence de bourrelets, on trouve  $\alpha > 1$  et en présence d'enfoncement, on trouve  $\alpha < 1$ .  $A_i$  est facilement estimée, dans l'hypothèse où la projection des faces de l'indenteur forment bien un triangle et que les bourrelets n'apparaissent qu'au centre de ces faces. Cette hypothèse est forte car on observe des bourrelets au niveau de l'arête de l'indenteur sur certaines mesures (Figure 3.21). D'autres mesures exhibent plusieurs bourrelets sur une même face ou encore des bourrelets dont la largeur ne coïncide pas avec la largeur de la face de l'indenteur. Cependant, le paramètre  $\alpha$  nous renseigne sur le rapport de bourrelets et d'enfoncements de la matière sans distinction. Mais dans les cas plus complexes où il y a présence de bourrelets et d'enfoncements autour d'une empreinte, le paramètre  $\alpha$  ne peut pas découpler les deux phénomènes. On peut considérer le cas d'une empreinte d'indentation présentant autant de bourrelets que d'enfoncements de la matière par unité d'aire autour d'elle (Eidel, 2011).

La seconde méthode consiste à approcher l'aire de contact projetée due aux bourrelets par une forme géométrique simple. Ces méthodes font aussi l'hypothèse que les bourrelets apparaissent centrés sur les faces de l'indenteur et définissent l'expression d'une nouvelle aire de contact projeté :

$$A_c = A(h_c) + A_b \quad (3.4)$$

où  $A(h_c)$  est la définition de l'aire de contact projetée pour un indenteur Berkovich (équation (2.7), Chapitre 2.1.3) et  $A_b$  est l'approximation de l'aire de contact projetée due aux bourrelets. Pour calculer  $A_b$ , Kese *et al.* l'approchent par l'aire de demi-ellipses (Kese *et al.*, 2005; Kese and Li, 2006). La demi-ellipse définit le périmètre de contact entre indenteur et bourrelets passant par la hauteur maximale de ce dernier. Sur chaque face  $i$  ( $i = \{1; 2; 3\}$ ) de l'indenteur, le grand axe de l'ellipse  $w$

coïncide avec la longueur de la face de l'indenteur, et le demi petit axe  $a_i$  avec la distance entre la face de l'indenteur et la frontière du contact avec le bourrelet au centre de la face (Figure 3.24).

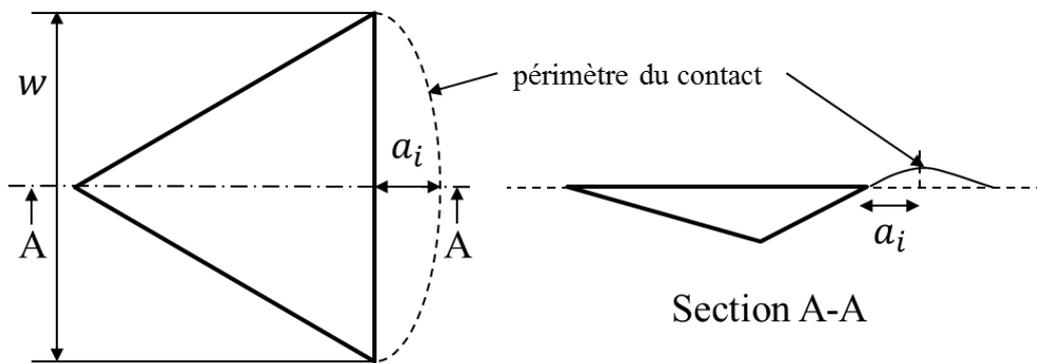


Figure 3.24 - Approximation de l'aire de contact projetée due aux bourrelets par des demi-ellipses (Kese *et al.*, 2005).

On en déduit l'aire des demi-ellipses sur chaque face, soit une aire de contact projetée :

$$A_b = \frac{\pi}{4} w \sum_{i=1}^3 a_i \quad (3.5)$$

Leurs résultats de dureté et de module d'indentation sur du verre sodocalcique montrent que sans correction ces grandeurs sont sous-estimées d'environ 21% et 37% respectivement.

Delobelle *et al.* utilise la même méthode en approchant  $A_b$  par l'aire de triangles (Figure 3.25) (Delobelle *et al.*, 2009, 2011). La base du triangle  $w$  correspond à la longueur de l'arête de l'empreinte et la hauteur  $a_i$  est la distance entre l'arête et la projection du sommet du bourrelet. Les bourrelets ne sont pas forcément centrés sur les faces de l'indenteur.

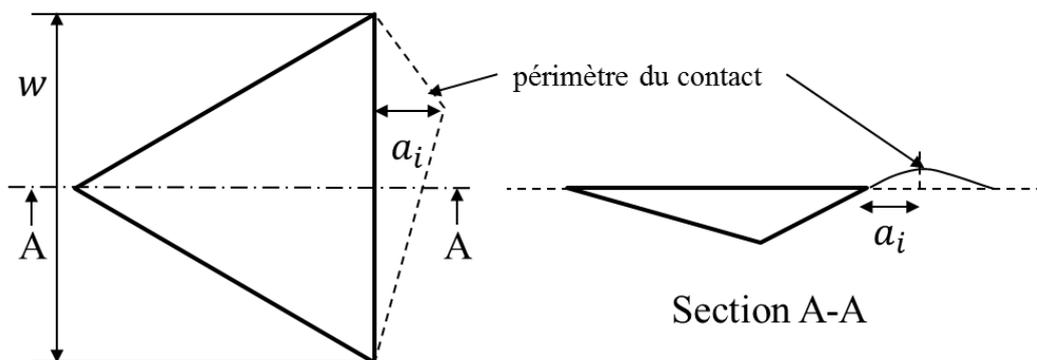


Figure 3.25 - Approximation de l'aire de contact projetée due aux bourrelets par des triangles.

On en déduit l'aire des triangles sur chaque face, soit une aire de contact projetée corrigée :

$$A_b = \frac{1}{2} w \sum_{i=1}^3 a_i \quad (3.6)$$

Cette dernière méthode semble être celle qui approche le mieux l'aire réelle de contact. Cependant, elle ne peut pas tenir compte des cas où les bourrelets ne s'étalent pas sur toute la longueur de l'arête, où plusieurs bourrelets sont présents le long de l'arête de l'empreinte ou quand des bourrelets sont situés au niveau des coins de l'empreinte.

### 3.2.2. Modèle proposé

On a vu dans les paragraphes précédents que le problème de bourrelets pour l'estimation de l'aire de contact projetée est souvent négligé, bien qu'il soit connu. De plus, les méthodes développées afin d'y parvenir, ne tiennent pas compte de leur distribution réelle exacte autour de l'empreinte d'indentation. On se propose donc d'établir une nouvelle méthode d'estimation de l'aire de contact projetée en s'inspirant de celle développée par Delobelle *et al.* (Delobelle *et al.*, 2009, 2011). Pour cela, on définit une nouvelle expression de l'approximation de l'aire de contact projetée due aux bourrelets :

$$A_b = \frac{1}{2 \tan \alpha} \sum_{i=1}^N a_i w_i \quad (3.7)$$

où  $N$  est le nombre de bourrelets distincts présents autour de l'empreinte et  $\alpha$  l'angle de projection de l'aire de contact due à ces derniers.  $w_i$  est la largeur maximale et  $a_i$  la hauteur maximale du  $i^{\text{ème}}$  bourrelet. L'aire de contact entre l'indenteur et les bourrelets est approchée par des triangles dont les dimensions et l'inclinaison sont utilisées pour déterminer  $w_i$  et  $a_i$  (Figure 3.26).

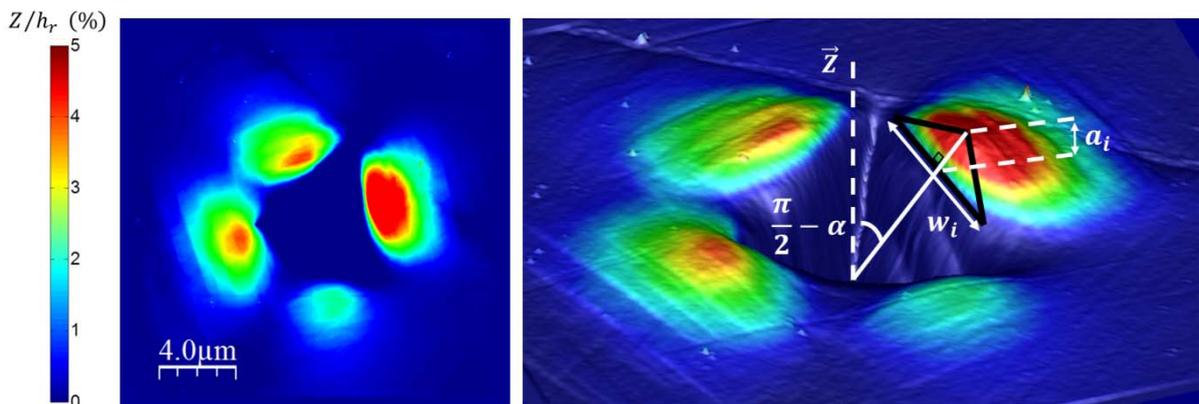


Figure 3.26 - Approximation de l'aire de contact projetée due aux bourrelets par des triangles.

La Figure 3.27 montre la dépendance de la somme des hauteurs maximales de bourrelets  $\sum_{i=1}^N a_i$  à la profondeur d'indentation  $h_m$  dans différentes orientations cristallographiques  $\langle hkl \rangle$  sur les trois échantillons. On remarque que, pour une orientation de grain donnée, la somme  $\sum_{i=1}^N a_i$  est deux voire trois fois plus importante pour l'échantillon écroui que pour l'échantillon recuit. Ces résultats sont en accord avec ceux rapportés dans la littérature (McElhaney *et al.*, 1998; Casals *et al.*, 2007; Alcalá *et*

al., 2008) qui montrent que la hauteur des bourrelets est une fonction décroissante du module d'écroutissage.

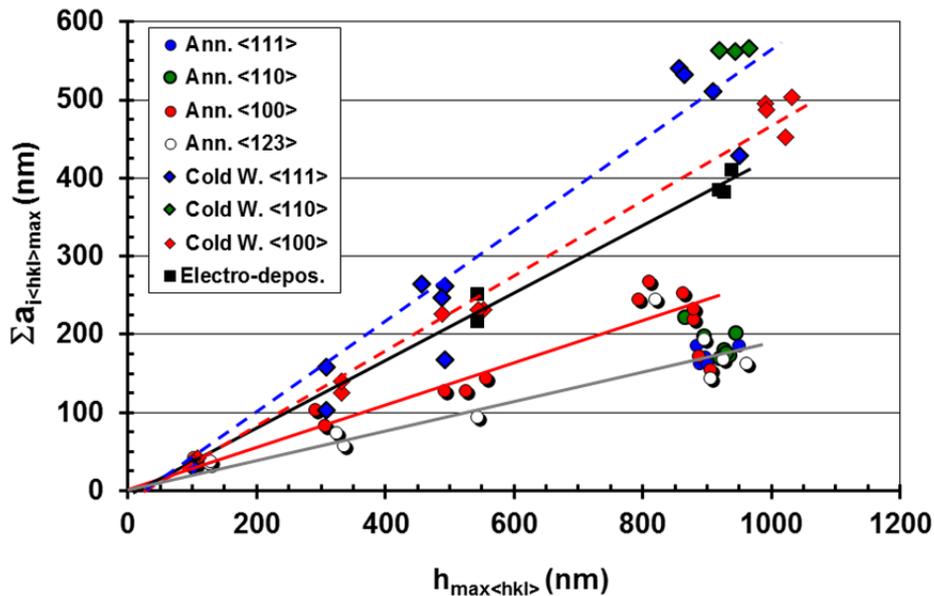


Figure 3.27 - Somme des hauteurs maximales des bourrelets en fonction de la profondeur d'indentation dans différentes orientations cristallographiques (Ann.=recuit, Cold W.=écroui).

Les résultats de calcul de module d'indentation et de dureté sur les mesures expérimentales après correction de l'aire de contact projetée sont présentés en Figure 3.28 pour les trois échantillons. On peut noter que les valeurs corrigées de module d'indentation sont en bon accord avec celles évaluées par Vlassak *et al.* (Vlassak and Nix, 1993, 1994) et Delobelle *et al.* (Delobelle *et al.*, 2009, 2011).

Concernant l'échantillon électro-déposé, quelle que soit la localisation de l'empreinte d'indentation sur l'échantillon, le module d'indentation reste constant. La valeur obtenue,  $M = 232$  GPa après correction, est très proche de celle théorique du matériau isotrope (Hashin and Shtrikman, 1962), et, à l'échelle de l'indentation, le matériau peut donc être considéré comme isotrope.

Pour l'échantillon recuit, la correction de l'aire de contact projetée corrige le module d'indentation d'environ 3-5% et la dureté déterminée pour une profondeur d'indentation maximale  $h_m \approx 900$  nm d'environ 5-9%. Comme observés sur la Figure 3.27, les bourrelets sont plus petits, ceci est dû à l'importante valeur du module d'écroutissage  $H_p \approx 2600$  MPa à  $\varepsilon^p \approx 3\%$  (valeur mesurée sur la courbe de traction réalisée sur l'échantillon de nickel polycristallin recuit (Figure 1.4) (Haddou, 2003).

L'échantillon écroui présente au contraire une valeur de module d'écroutissage faible  $H_p \approx 800$  MPa à  $\varepsilon^p \approx 30\%$  (Figure 1.4) (Haddou, 2003) et des bourrelets de taille plus grande que l'échantillon recuit (Figure 3.27). La correction de l'aire de contact projetée en est d'autant plus importante. Les valeurs de module d'indentation sont réduites d'environ 8-10% et la dureté d'environ

16-20%. L'erreur commise en s'abstenant de corriger l'aire de contact projetée n'est pas négligeable, surtout pour des matériaux avec un faible module d'écroutissage.

On remarque aussi, que les duretés mesurées sur l'échantillon recuit semblent indépendantes de l'orientation cristallographique contrairement à celles sur l'échantillon écroui (Figure 3.28b). Cela est en accord avec les résultats de Vlassak *et al.* (Vlassak and Nix, 1994). En effet, l'échantillon écroui présente une densité de dislocations et une microstructure qui dépendent fortement de l'orientation granulaire. Les résultats expérimentaux montrés Figure 3.28b correspondent aux résultats  $H_{\langle 100 \rangle} < H_{\langle 110 \rangle} < H_{\langle 111 \rangle}$  (Delobelle *et al.*, 2009, 2011).

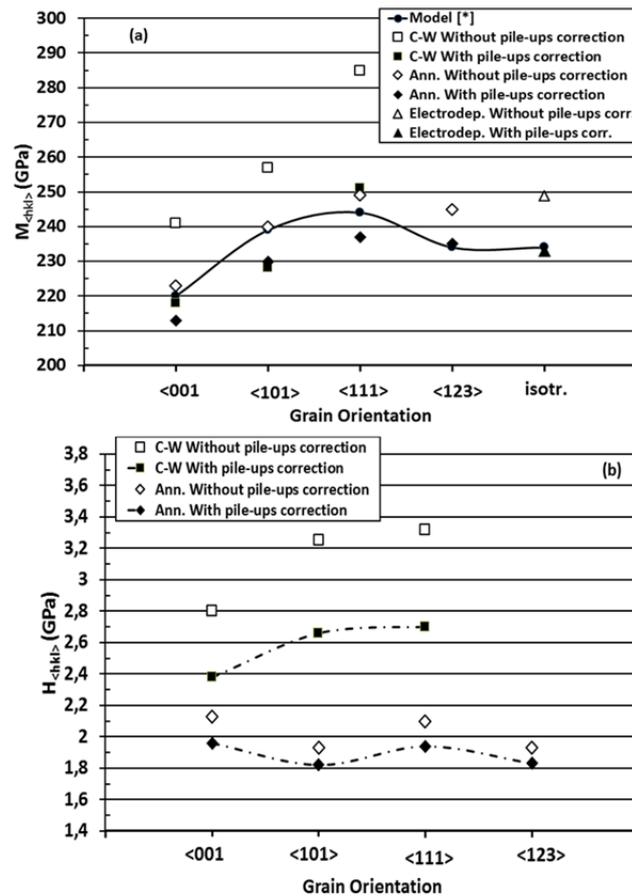


Figure 3.28 - Valeurs de module d'indentation et de dureté avec et sans correction de l'aire de contact projetée en fonction de l'orientation cristallographique pour les échantillons électro-déposé, recuit et écroui. [\*] Résultats des modèles de correction proposés par Vlassak *et al.* (Vlassak and Nix, 1993, 1994) et Delobelle *et al.* (Delobelle *et al.*, 2009, 2011) (Ann.=recuit, Cold W.=écroui, pile-ups=bourrelets).

### 3.3. Effet de l'orientation relative indenteur/grain

Expérimentalement, le rôle de chaque type d'interaction entre dislocations responsable de l'écroutissage, est noyé dans les réponses des courbes d'indentation ( $P - h$ ) et des topographies d'empreintes  $Z(XY)$ . L'accès aux composantes de la matrice d'interaction par ces seuls résultats expérimentaux semble donc compliqué. Cependant, la campagne d'essais de nanoindentation Berkovich pour un large panel de monocristaux (différents écroutissages et orientations

cristallographiques) et de conditions expérimentales (orientations d'indenteur) donne une indication de l'effet qu'ils peuvent avoir sur les réponses expérimentales.

### 3.3.1. Echantillon électro-déposé : cas quasi-isotrope

Le diamètre moyen des grains de cet échantillon est très faible ( $\varnothing_g \approx 0,36 \mu\text{m}$ ) devant la profondeur d'indentation ( $h_m \approx 0,9 \mu\text{m}$ ) et la largeur ( $< 6,7 \mu\text{m}$ ) des empreintes. L'essai ne peut donc pas être considéré à l'échelle du grain. On évaluera, de manière qualitative, la sensibilité des courbes d'indentation et des topographies d'empreintes, à l'orientation de l'indenteur Berkovich.

La Figure 3.29 présente les courbes d'indentation pour trois orientations d'indenteur Berkovich :  $0^\circ$ ,  $64^\circ$  et  $94^\circ$ . On s'aperçoit que les trois courbes sont presque indistinguables. On peut les considérer d'ailleurs comme quasi identiques, les légères variations proviennent de l'agencement, de la taille et du frottement des nano-cristaux présents localement dans la zone d'indentation. On peut en déduire que les courbes d'indentation sont peu sensibles à l'orientation de l'indenteur dans la direction d'indentation.

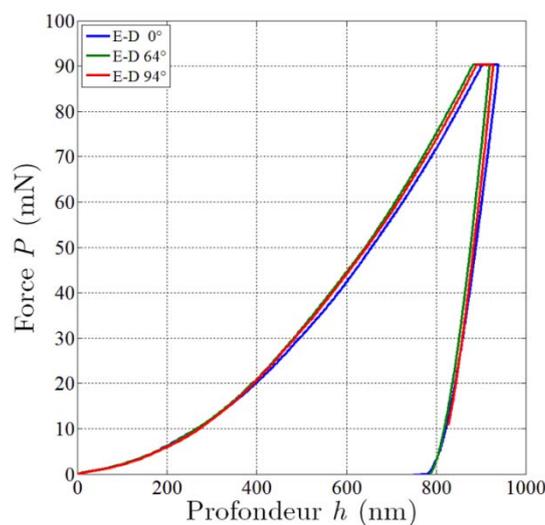


Figure 3.29 - Influence de l'orientation de l'indenteur Berkovich dans la direction d'indentation sur les courbes d'indentation. Cas de l'échantillon électro-déposé. Trois orientations d'indenteur examinées :  $0^\circ$ ,  $64^\circ$  et  $94^\circ$ .

Les mesures AFM des trois empreintes correspondantes sont présentées sur les Figures 3.30a-c. Les topographies montrent des distributions de bourrelet circulaires identiques autour des empreintes, quelle que soit l'orientation de l'indenteur. Les images dérivées associées en Figures 3.30d-f ne montrent aucune ligne de glissement émergeant en surface. La majorité de la déformation plastique provient du probable glissement entre nano-cristaux et est confinée autour des empreintes (Delobelle *et al.*, 2009). Les différentes topographies et images dérivées ne sont a priori pas distinguables.

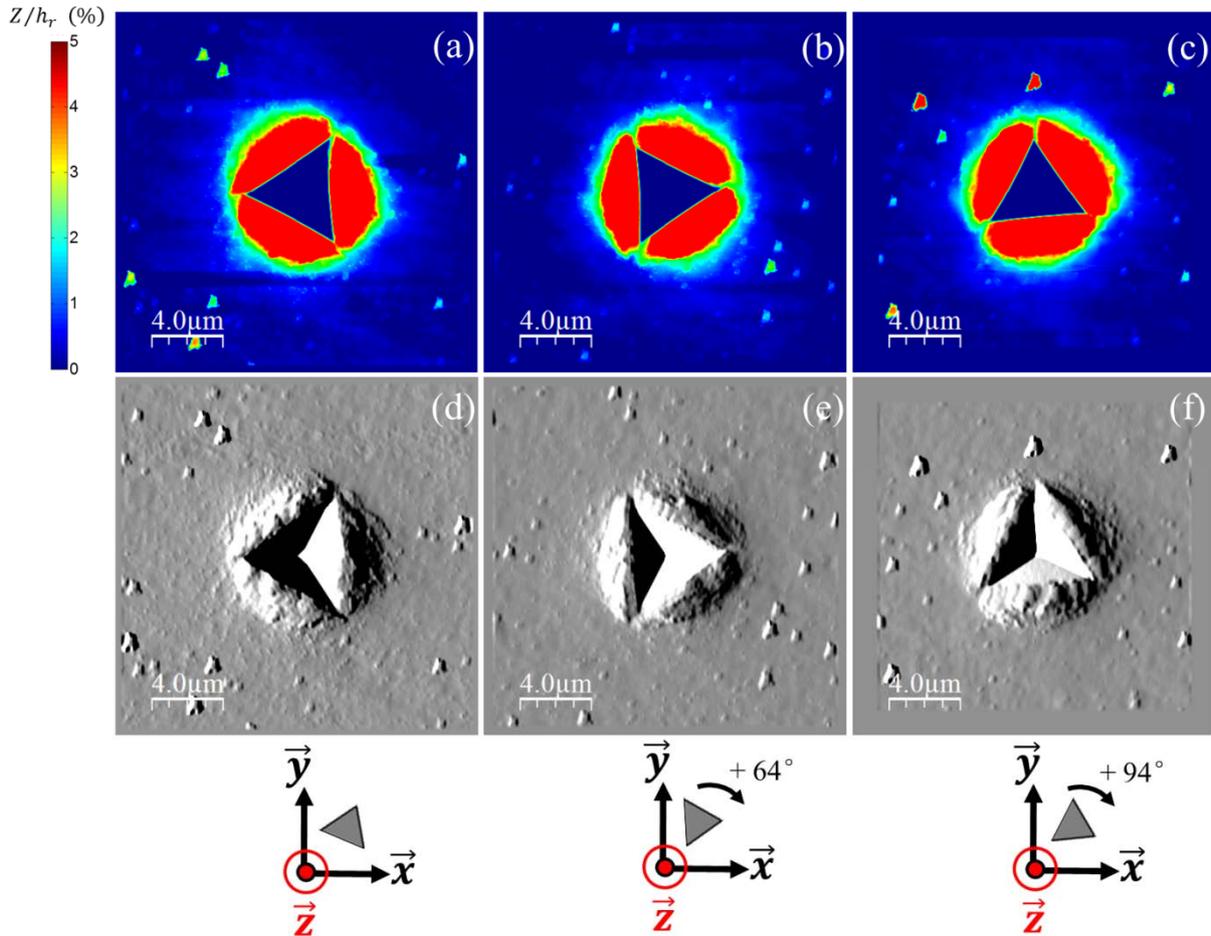


Figure 3.30 - Influence de l'orientation de l'indenteur Berkovich dans la direction d'indentation sur les mesures AFM. Cas de l'échantillon électro-déposé. (a), (b) et (c) sont les topographies des empreintes avec une orientation d'indentation Berkovich de  $0^\circ$ ,  $64^\circ$  et  $94^\circ$ , respectivement. (d), (e) et (f) sont les images dérivées correspondantes.

Dans ce cas de référence, ni les topographies ni les courbes d'indentation ne semblent donc présenter de sensibilité aux conditions matérielles et expérimentales. A l'échelle de nos essais de nanoindentation, la réponse de l'échantillon électro-déposé est quasi-isotrope, aucune procédure d'analyse inverse n'est donc envisagée à partir de cet échantillon pour remonter aux paramètres de plasticité cristalline.

### 3.3.2. Echantillon recuit

Cet échantillon présente de gros grains avec un diamètre moyen  $\phi_g \approx 140 \mu\text{m}$ . Les profondeurs et largeurs des empreintes résiduelles les plus importantes sont du même ordre de grandeur que l'échantillon précédent. Les essais de nanoindentation sont donc considérés cette fois-ci à l'échelle du grain. La sensibilité des courbes d'indentation et des topographies à l'orientation cristallographique et à l'orientation de l'indenteur dans la direction d'indentation est évaluée de manière qualitative.

Sur l'ensemble des essais de nanoindentation menés sur cet échantillon, des courbes d'indentation très différentes sont observées d'un grain à l'autre (Figure 3.31). Cependant, les réponses ( $P-h$ ) pour trois indentations données, réalisées dans les directions  $[\overline{100}]$ ,  $[\overline{101}]$  et  $[\overline{111}]$  (sans rotation

d'indenteur,  $0^\circ$ ), sont quasi-superposées (Figure 3.32). Pour cet échantillon, dans certains cas, l'orientation cristallographique ne peut déterminer à elle seule, l'allure des courbes d'indentation ( $P - h$ ). En effet, celles-ci peuvent être très peu sensibles à l'orientation cristallographique des grains visés. La grande variation des réponses ( $P - h$ ) dépend en fait de la hauteur des bourrelets formés (Figure 3.33).

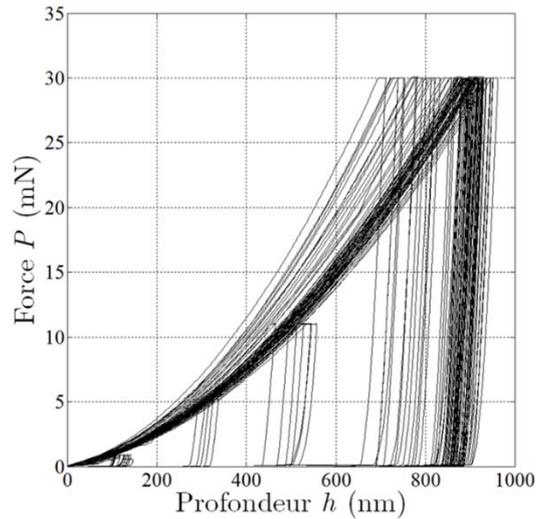


Figure 3.31 - Courbes d'indentation de l'ensemble des essais réalisés sur l'échantillon recuit.

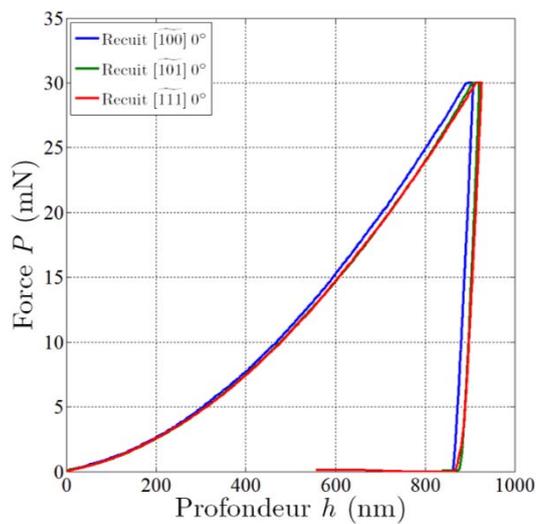


Figure 3.32 - Influence de l'orientation cristallographique sur les courbes d'indentation. Cas de l'échantillon recuit. Trois orientations cristallographiques examinées :  $[100]$ ,  $[101]$  et  $[111]$ , sans désorientation de l'indenteur.

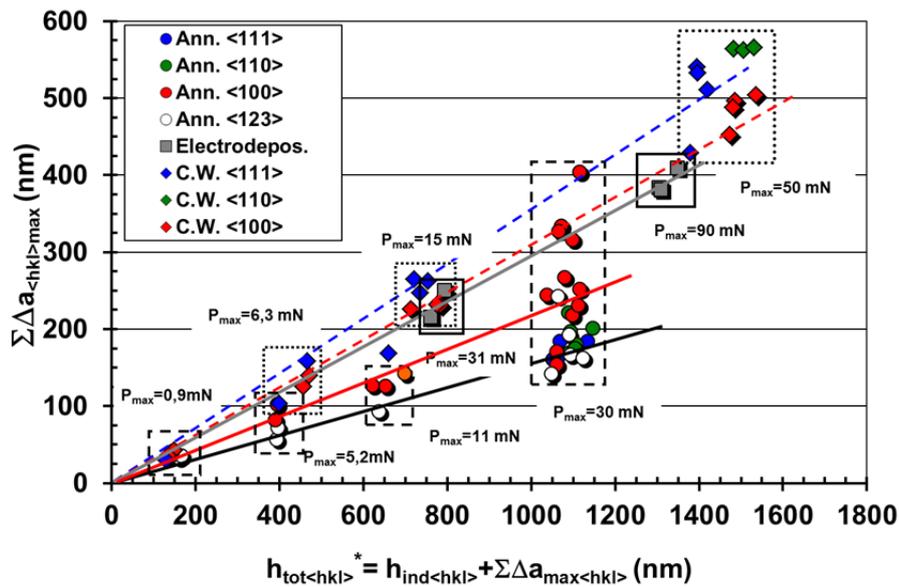


Figure 3.33 - Somme des hauteurs maximales des bourrelets en fonction de la profondeur d'indentation plus de la somme des hauteurs maximales des bourrelets dans différentes orientations cristallographiques (Ann.=recuit, Cold W.=écroui).

A l'inverse, on remarque une très grande sensibilité des mesures AFM à l'orientation cristallographique des grains indentés (Figures 3.34a-d). Le nombre, la distribution et les dimensions des bourrelets autour de chaque empreinte sont reproductibles (Figures 3.34a et b) et propres à l'orientation du grain visé, reflétant le caractère anisotrope de la déformation plastique à l'échelle du cristal. En particulier, les topographies mesurées dans les directions  $[100]$  et  $[101]$  révèlent quatre bourrelets autour de l'empreinte (Figures 3.34a-c) alors que dans la direction  $[111]$  elle n'en présente que trois (Figure 3.34d). Ces observations sont cohérentes avec celles établies expérimentalement en indentation Vickers (Holmes *et al.*, 1993; Nibur and Bahr, 2003; Eidel, 2011), Berkovich (McElhaney *et al.*, 1998), conique (Wang *et al.*, 2004) et sphérique (Liu *et al.*, 2005, 2008; Zambaldi *et al.*, 2007). De plus, la taille et la distribution des bourrelets présentent des dissymétries accentuées par rapport à l'empreinte. Ceci résulte de la convolution des symétries des systèmes de glissement dans la direction d'indentation considérée avec la symétrie d'ordre six de l'indenteur Berkovich. On rappelle que les systèmes de glissement dans la direction d'indentation  $[100]$  présente une symétrie d'ordre quatre, d'ordre deux dans la direction  $[101]$  et d'ordre six dans la direction  $[111]$ . Ce qui se vérifie sur la symétrie des bourrelets pour les orientations  $[100]$  et  $[101]$  (Figures 3.34a-c). Les Figures 3.34e-h montrent les images dérivées qui correspondent aux quatre topographies présentées en Figures 3.34a-d. On peut y voir les lignes de glissement émergentes en surface. Les empreintes ayant été réalisées dans les directions d'indentation  $[100]$ ,  $[101]$  et  $[111]$  et non dans les directions réelles  $[100]$ ,  $[101]$  et  $[111]$ , on peut observer les légères désorientations des lignes de glissement par rapport à celles prévues théoriquement. Néanmoins, les directions principales et d'indentation étant très proches, l'organisation des lignes de glissement reste très proche de la théorie et des observations expérimentales (Van Groenou and Kadijk, 1989; Holmes *et al.*, 1993; Farber *et al.*, 1994; Nibur and Bahr, 2003). Ainsi, dans la direction d'indentation  $[100]$ , les lignes de glissement émergent dans des directions proches de  $\langle 011 \rangle$  contenues dans le plan  $(100)$  et le schéma des lignes tend vers une symétrie d'ordre quatre (Figures 3.34e-f). L'indentation dans la direction  $[101]$  présente des lignes de glissement suivant les directions proches de  $\langle 121 \rangle$  et  $\langle 011 \rangle$  incluses dans le plan  $(101)$  et le schéma

des lignes tend vers une symétrie d'ordre deux (Figure 3.34g). Enfin, pour une indentation suivant  $[\overline{111}]$ , les lignes de glissement émergent en surface dans des directions proches de  $\langle 011 \rangle$  contenues dans le plan  $(\overline{111})$  et le schéma des lignes tend vers une symétrie d'ordre six (Figure 3.34h).

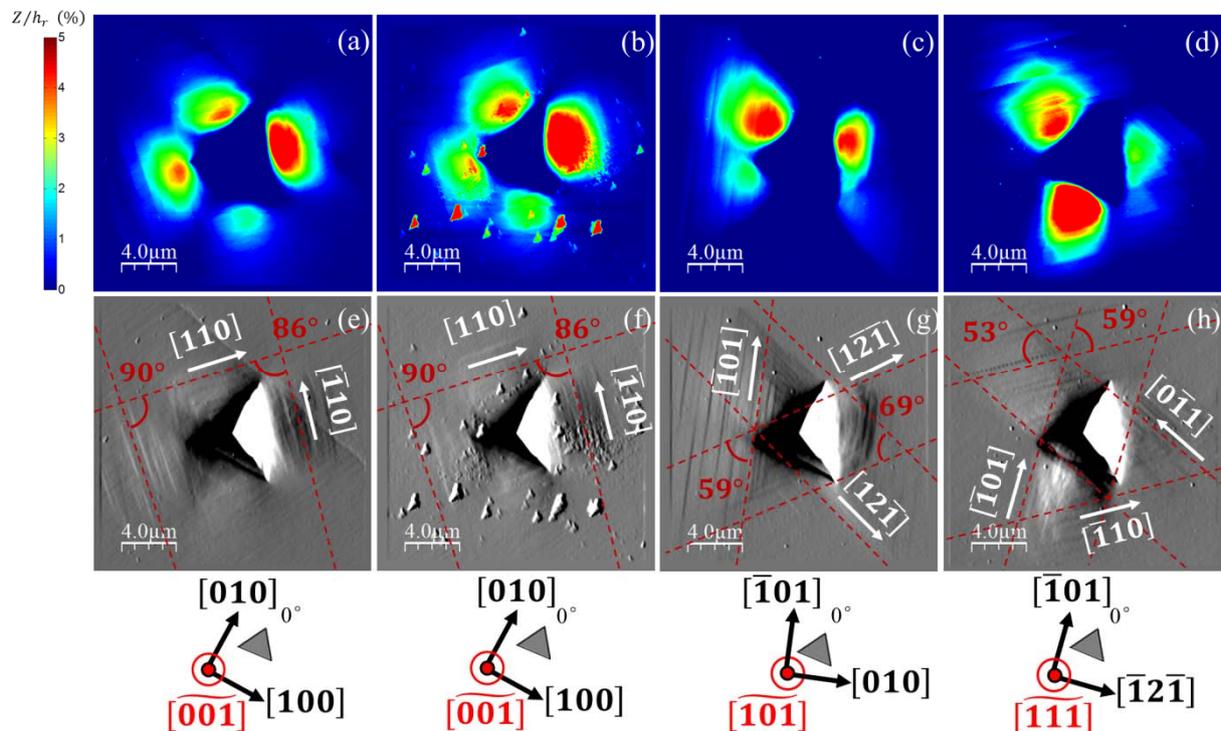


Figure 3.34 - Influence de l'orientation cristallographique sur les mesures AFM. Cas de l'échantillon recuit. (a) et (b) sont les topographies des indentations réalisées dans la direction  $[\overline{100}]$ , (c) et (d) dans les directions  $[\overline{101}]$  et  $[\overline{111}]$ , respectivement et sans désorientation de l'indenteur. (e), (f), (g) et (h) sont les images dérivées correspondantes. Les lignes de glissement émergentes sont soulignées en traits pointillés rouges et leur direction indiquée en blanc.

Les indentations réalisées dans l'échantillon recuit présentent des mesures AFM qui apparaissent donc très sensibles à l'orientation cristallographique visée, ce qui est moins le cas des courbes d'indentation correspondantes présentées.

Dans un second temps, l'effet de l'orientation de l'indenteur dans chaque direction d'indentation a été examiné. La Figure 3.35 représente les courbes ( $P - h$ ) des indentations réalisées dans la direction  $[\overline{101}]$  pour quatre orientations d'indenteur Berkovich :  $0^\circ$ ,  $6^\circ$ ,  $34^\circ$  et  $62^\circ$ . On remarque une dispersion des résultats. Si l'orientation de l'indenteur influence réellement la réponse ( $P - h$ ), alors cet effet est faible. La cause la plus probable des écarts, qui sera retenue ici, est l'hétérogénéité intragranulaire de la densité de dislocations. La localisation des quatre indents dans le grain  $[\overline{101}]$  est présentée sur la Figure 3.36. Les empreintes qui correspondent à une orientation d'indenteur de  $34^\circ$  et  $62^\circ$  (Figures 3.36c-d) se situent dans des zones proches d'un joint de grain ; c'est là que se concentrent les dislocations afin d'accommoder la déformation plastique à l'interface des grains. La densité de dislocations y est donc plus importante, rendant le matériau plus dur localement. Ceci dépend également de l'orientation des grains voisins, les champs élastoplastiques traversant le joint de grain. C'est ce que l'on constate sur les courbes d'indentation (Figure 3.35) : à  $P_m = 30$  mN, la profondeur d'indentation maximale  $h_m$  est plus faible pour l'orientation d'indenteur  $34^\circ$  et  $62^\circ$ , à savoir

respectivement 899 nm et 867 nm, comparée aux orientations d'indenteur  $0^\circ$  et  $6^\circ$  (928 nm et 951 nm). Partant du postulat que les différences observées sur les courbes d'indentation proviennent de leur sensibilité à la densité de dislocations locale et à l'orientation des grains voisins, aucune information sur leur sensibilité à l'orientation d'indenteur ne peut être extraite de manière directe.

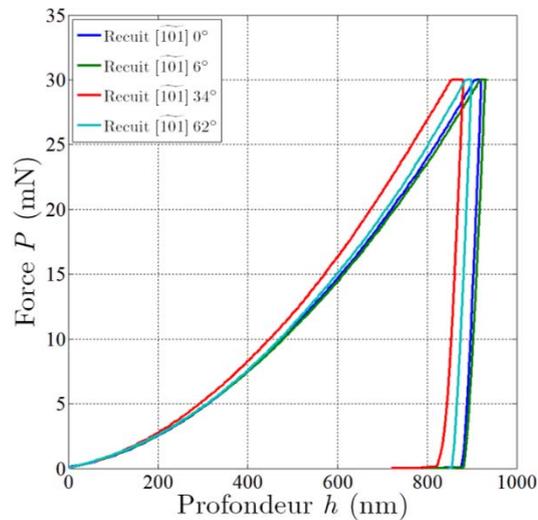


Figure 3.35 - Influence de l'orientation de l'indenteur Berkovich dans la direction d'indentation  $[101]$  sur les courbes d'indentation. Cas de l'échantillon recuit. Quatre orientations d'indenteur examinées :  $0^\circ$ ,  $6^\circ$ ,  $34^\circ$  et  $62^\circ$ .

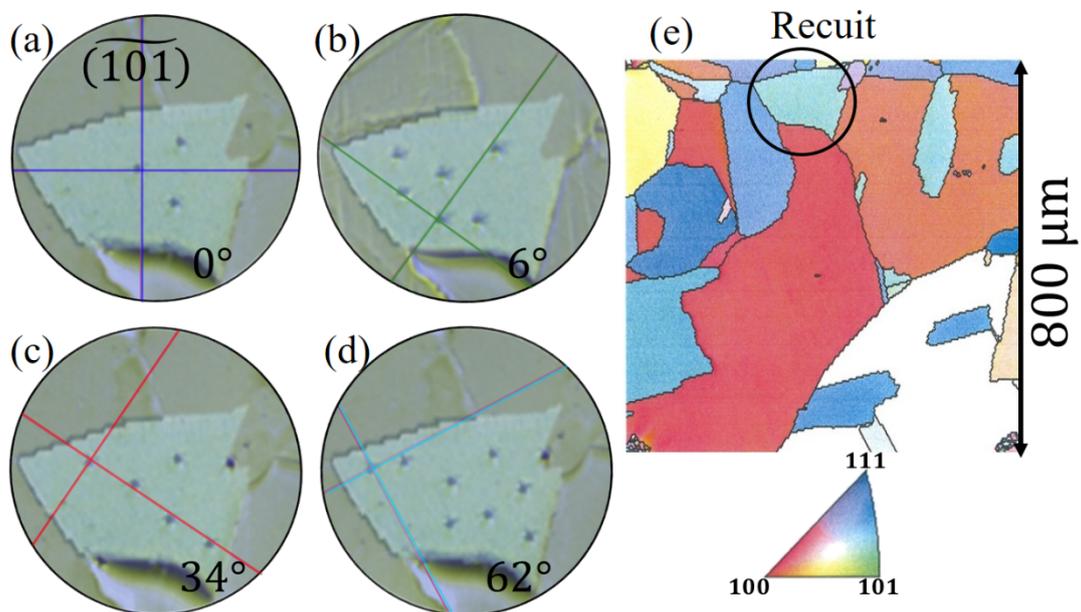


Figure 3.36 - Position des quatre indents étudiés dans le grain orienté suivant  $[101]$  de l'échantillon recuit. (a), (b), (c) et (d) correspondent respectivement aux orientations  $0^\circ$ ,  $6^\circ$ ,  $34^\circ$  et  $62^\circ$  de l'indenteur. (e) Image EBSD de la zone d'étude sur l'échantillon recuit.

Concernant les bourrelets, ils sont très confinés autour de l'empreinte contrairement aux champs élastoplastique. Les topographies correspondant à ces quatre indents (Figures 3.37a-d) sont clairement dépendantes de l'orientation de l'indenteur dans la direction d'indentation. La géométrie de l'indenteur Berkovich impose un champ de contrainte complexe dans la zone d'indentation. Il en résulte une

activation non uniforme des systèmes de glissement et dépendant de l'orientation de l'indenteur. En suivant les rotations successives de l'indenteur de  $0^\circ$  à  $62^\circ$ , on observe la taille des bourrelets diminuer à l'approche de la pointe de l'indenteur, disparaître en face d'elle, puis regrossir après son passage. Les lignes de glissement, quant à elles, préservent leur direction de propagation. La rotation de l'indenteur joue seulement sur leur localisation et leur densité autour de l'empreinte.

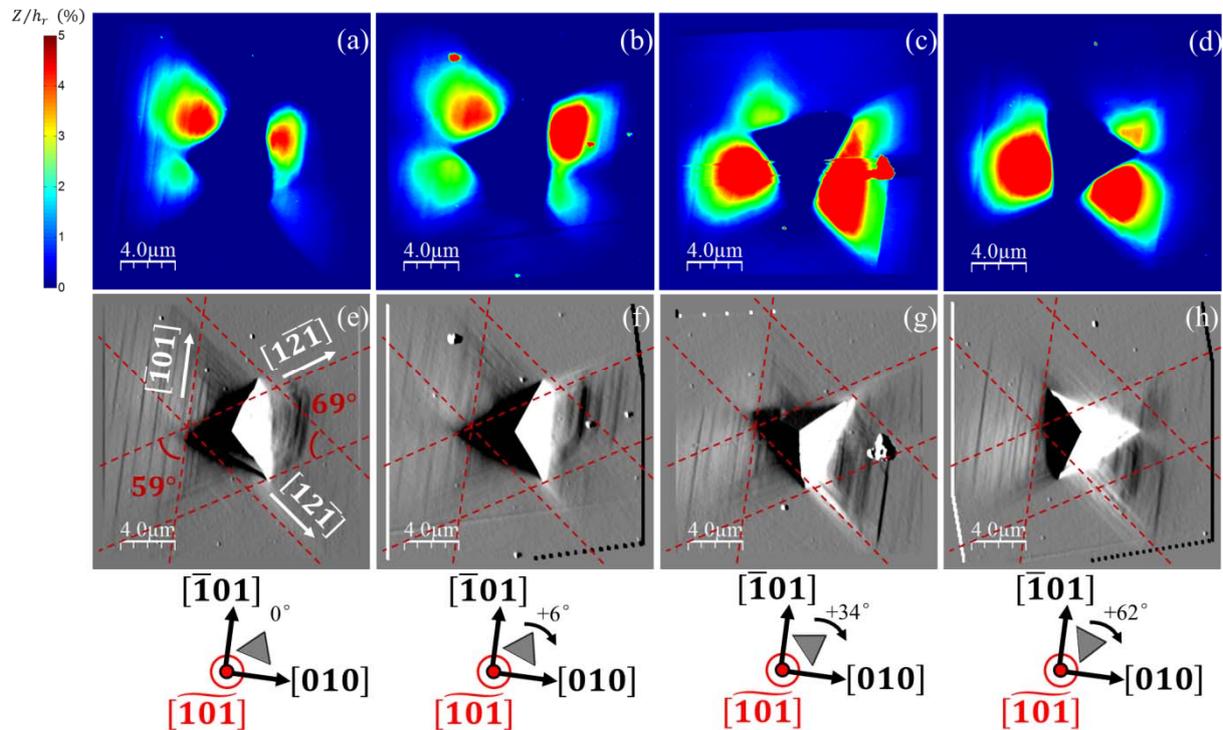


Figure 3.37 - Influence de l'orientation de l'indenteur Berkovich dans la direction d'indentation  $\widetilde{[101]}$  sur les mesures AFM. Cas de l'échantillon recuit. (a), (b), (c) et (d) sont les topographies des empreintes avec une orientation respective d'indentation Berkovich de  $0^\circ$ ,  $6^\circ$ ,  $34^\circ$  et  $62^\circ$ . (e), (f), (g) et (h) sont les images dérivées correspondantes. Les lignes de glissement émergentes sont soulignées en traits pointillés rouges et leur direction indiquée en blanc.

L'effet de l'orientation de l'indenteur dans la direction d'indentation  $\widetilde{[111]}$  est également présenté à titre de comparaison pour la suite. Dans cette direction, quatre orientations d'indenteur Berkovich sont examinées :  $0^\circ$ ,  $30^\circ$ ,  $61^\circ$  et  $91^\circ$ . Les courbes ( $P - h$ ) correspondantes (Figure 3.38) sont quasi superposées, à l'exception d'une (pour une rotation d'indenteur de  $91^\circ$ ). Ceci montre bien que s'il y a un effet de l'orientation de l'indenteur, il est probablement faible.

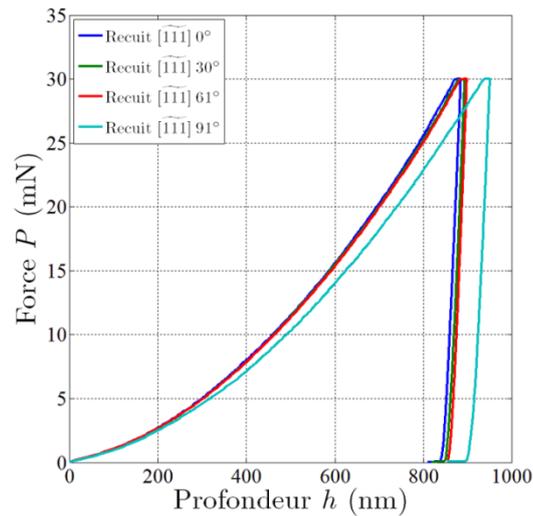


Figure 3.38 - Influence de l'orientation de l'indenteur Berkovich dans la direction d'indentation  $[111]$  sur les courbes d'indentation. Cas de l'échantillon recuit. Quatre orientations d'indenteur examinées :  $0^\circ$ ,  $30^\circ$ ,  $61^\circ$  et  $91^\circ$ .

Comme dans le cas précédent, ce sont les mesures AFM qui captent le mieux le changement d'orientation de l'indenteur (Figure 3.39). Les images dérivées des topographies des quatre empreintes font bien apparaître les lignes de glissement autour des empreintes. Seules la densité et la localisation de ces lignes autour de l'empreinte sont perturbées par l'orientation de l'indenteur. Leur orientation reste inchangée, car propre à l'orientation cristallographique. Par ailleurs, l'organisation de ces lignes fait apparaître une symétrie d'ordre six. Concernant les topographies résiduelles, alors que la première image dérivée (Figure 3.39e) exhibe la symétrie six formée par les lignes de glissement, la topographie correspondante (Figure 3.39a) ne montre que trois bourrelets sur chacune des faces de l'indenteur. Leur distribution tend vers une symétrie d'ordre trois. Ce n'est seulement qu'en suivant l'évolution des topographies avec les rotations successives de l'indenteur (Figures 3.39a-d) que l'on voit apparaître une symétrie qui tend vers l'ordre six au niveau de la distribution des bourrelets autour des empreintes. Avec cet exemple, on constate une fois de plus l'impact de l'orientation de l'indenteur sur la distribution et les dimensions de bourrelets. Dans le cas où l'indenteur n'a pas subi de rotation (Figures 3.39a et e), on peut supposer que ce positionnement d'indenteur par rapport à l'orientation des systèmes de glissement contribue à la convolution de deux bourrelets en un seul sur chacune des faces de l'indenteur. La rotation de l'indenteur permet alors de déconvoluer les bourrelets et de faire apparaître la symétrie d'ordre six.

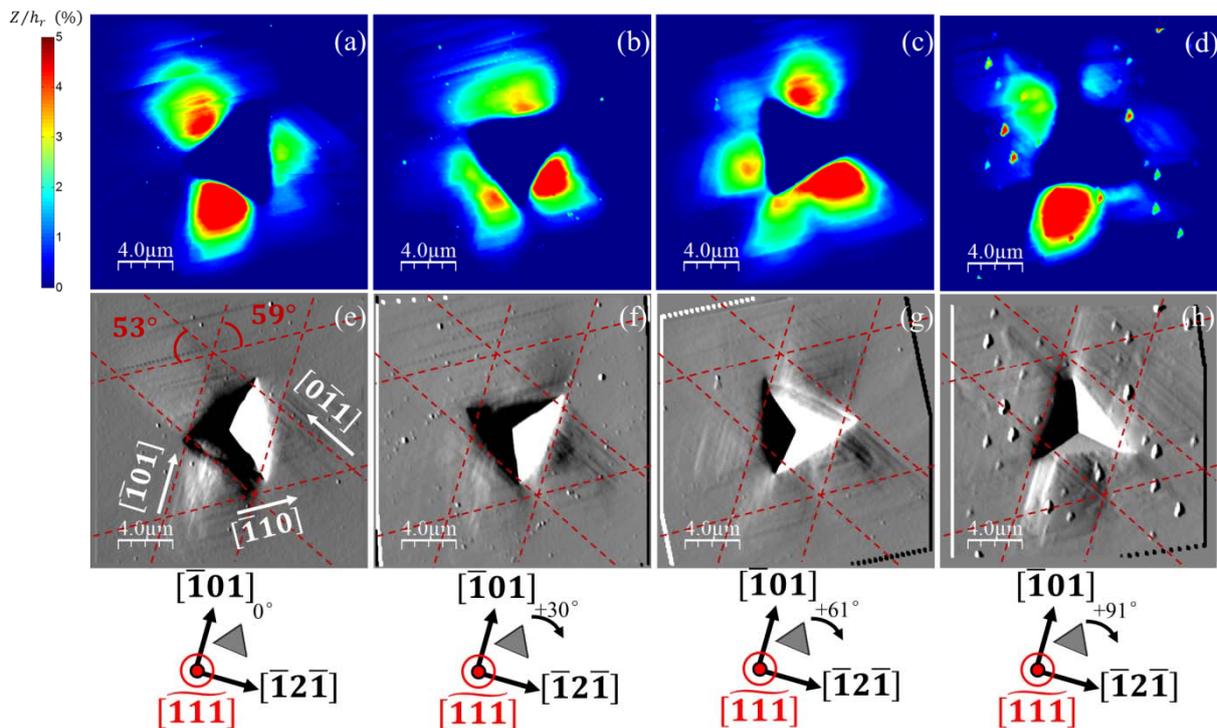


Figure 3.39 - Influence de l'orientation de l'indenteur Berkovich dans la direction d'indentation  $[\overline{111}]$  sur les mesures AFM. Cas de l'échantillon recuit. (a), (b), (c) et (d) sont les topographies des empreintes avec une orientation respective d'indentation Berkovich de  $0^\circ$ ,  $30^\circ$ ,  $61^\circ$  et  $91^\circ$ . (e), (f), (g) et (h) sont les images dérivées correspondantes. Les lignes de glissement émergentes sont soulignées en traits pointillés rouges et leur direction indiquée en blanc.

La campagne d'essais sur l'échantillon recuit a montré une très grande sensibilité des mesures AFM à l'orientation cristallographique visée et à l'orientation de l'indenteur Berkovich. A l'inverse, les informations portées par les courbes d'indentation semblent plus complexes à interpréter.

### 3.3.3. Echantillon écroui

L'échantillon présente de gros grains avec un diamètre moyen  $\phi_g \approx 168 \mu\text{m}$ . Les profondeurs et largeurs des empreintes les plus importantes sont du même ordre de grandeur que les deux précédents échantillons. Les essais sont également considérés à l'échelle du grain. On évaluera de manière qualitative la sensibilité des résultats d'indentation de façon analogue au cas précédent.

On analyse dans un premier temps les réponses ( $P - h$ ) pour trois indentations, réalisées dans les directions  $[\overline{100}]$ ,  $[\overline{101}]$  et  $[\overline{111}]$ , avec une rotation d'indenteur de  $27^\circ$  par rapport à l'orientation de référence. Les courbes diffèrent de manière significative : les indentations effectuées dans les directions  $[\overline{100}]$ ,  $[\overline{101}]$  et  $[\overline{111}]$  présentent respectivement des profondeurs d'indentation maximales  $h_m^{[\overline{100}]} = 1022 \text{ nm}$ ,  $h_m^{[\overline{101}]} = 944 \text{ nm}$  et  $h_m^{[\overline{111}]} = 864 \text{ nm}$  (Figure 3.40). En termes de dureté, cela implique que  $H_{\langle\overline{100}\rangle} < H_{\langle\overline{101}\rangle} < H_{\langle\overline{111}\rangle}$ , comme remarqué par Delobelle *et al.* (Delobelle *et al.*, 2009). Contrairement à l'échantillon recuit, celui-ci montre de façon systématique des réponses ( $P - h$ ) qui dépendent de l'orientation cristallographique. L'explication la plus probable est que l'écrouissage de l'échantillon recuit, ayant exacerbé la plasticité de chaque grain selon son orientation (densités de dislocations très différentes), les différences sont bien plus marquées et déterministes que sur

l'échantillon recuit. La sensibilité des courbes d'indentation à l'orientation cristallographique est alors notable.

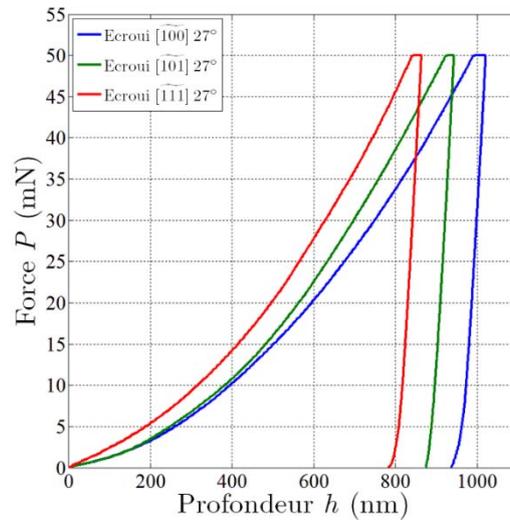


Figure 3.40 - Influence de l'orientation cristallographique sur les courbes d'indentation. Cas de l'échantillon écroui. Trois orientations cristallographiques examinées :  $[100]$ ,  $[101]$  et  $[111]$ , avec une rotation d'indenteur de  $27^\circ$ .

Concernant les mesures AFM, comme pour l'échantillon recuit (Figure 3.34), elles présentent une grande sensibilité à l'orientation cristallographique. On montre en Figures 3.41a-c les topographies correspondant aux trois courbes d'indentation (Figure 3.40). La distribution de bourrelets autour des empreintes présente des dissymétries mais semble moins affectée par le changement de grain que dans le cas de l'échantillon recuit. Sur les Figures 3.41d-f on observe les lignes de glissement émergeant en surface autour des empreintes. L'écart d'angle par rapport à la théorie formé par ces lignes entre elles est quantifié. L'estimation de leurs directions est conforme à la théorie et à celle observée sur le précédent échantillon. Cependant, en comparaison avec ce dernier, la densité des lignes de glissement semble grandement augmentée et beaucoup plus confinée autour des empreintes. Les topographies correspondantes (Figures 3.41a-c) montrent des tailles de bourrelets plus importantes. Comme précisé au Chapitre 3.2.2, la somme des hauteurs de bourrelets est environ trois fois plus importante sur l'échantillon écroui que sur celui recuit. Ceci est dû au module d'écrouissage  $H_p \approx 800$  MPa qui est environ également trois fois plus faible que celui de l'échantillon recuit ( $H_p \approx 2600$  MPa). Les topographies sont donc très sensibles à l'orientation cristallographique et leur amplitude est sensible à l'état d'écrouissage du matériau.

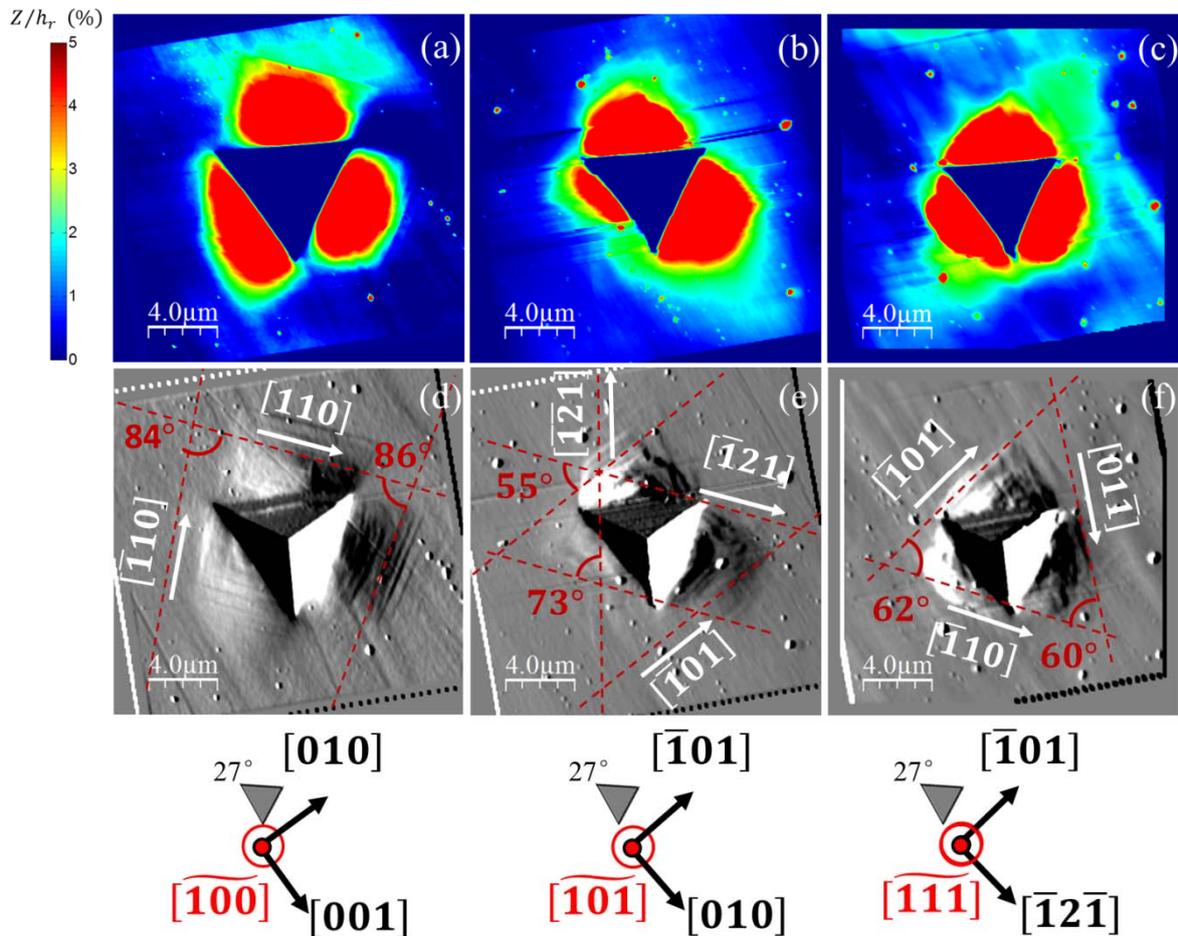


Figure 3.41 - Influence de l'orientation cristallographique sur les mesures AFM. Cas de l'échantillon écroui. (a), (b) et (c) sont les topographies des indentations respectivement réalisées dans les directions  $[\overline{100}]$ ,  $[\overline{101}]$  et  $[\overline{111}]$  et avec une désorientation d'indenteur de  $27^\circ$ . (d), (e), et (f) sont les images dérivées correspondantes. Les lignes de glissement émergentes sont soulignées en traits pointillés rouges et leur direction est indiquée en blanc.

Alors qu'on observe une sensibilité des topographies à la rotation de l'indenteur dans les directions  $[\overline{100}]$ ,  $[\overline{101}]$  (non montrées ici) et  $[\overline{111}]$  semblable à celle sur l'échantillon recuit, elle semble cependant moins prononcée sur l'échantillon écroui. Pour expliquer cela, nous allons détailler ce phénomène remarquable dans la direction  $[\overline{111}]$ .

La Figure 3.42 montre les mesures AFM des empreintes réalisées dans la direction  $[\overline{111}]$  pour trois orientations d'indenteur :  $0^\circ$ ,  $27^\circ$  et  $89^\circ$ . On rappelle que dans le cas de l'échantillon recuit, la rotation de l'indenteur dans cette direction a beaucoup d'impact sur la distribution et les dimensions des bourrelets autour des empreintes (Figure 3.39). Sur l'échantillon écroui, l'orientation de l'indenteur a peu d'effet sur les topographies (Figures 3.42a-d). La distribution des bourrelets présente une symétrie d'ordre trois quelle que soit la position d'indenteur, contrairement à l'ordre six observé sur l'échantillon recuit. L'écrouissage du matériau provoque l'apparition de bourrelets plus grands et plus larges confinés autour de l'empreinte, comme si le matériau était isotrope (voir matériau électro-déposé). Cela semble contribuer fortement à la convolution systématique de deux bourrelets en un sur chaque face de l'indenteur, impliquant la symétrie d'ordre trois sur la distribution des bourrelets. Cette observation est en accord avec les résultats expérimentaux et numériques des essais de nanoindentation coniques de Chang *et al.* sur monocristaux de cuivre (Verdier *et al.*, 2008; Chang *et*

al., 2010). Ils montrent en effet que l'augmentation de la densité de dislocations initiale a une grande influence sur la distribution des bourrelets autour des empreintes. En particulier dans la direction  $[111]$ , les topographies montrent six bourrelets distincts autour de l'empreinte conique pour une densité de dislocation initiale d'environ  $10^{11}\text{m}^{-2}$ . La distribution des bourrelets présente alors une symétrie d'ordre six. Pour une densité de dislocations initiale dix fois plus importante ( $\approx 3 \cdot 10^{12}\text{m}^{-2}$ ), les topographies ne montrent plus que trois bourrelets, qui sont par ailleurs plus grands et plus larges. La distribution des bourrelets passe alors à une symétrie d'ordre trois. C'est exactement ce qu'il se passe dans notre cas. Avec l'écroutissage de l'échantillon recuit, la densité de dislocation initiale passe d'environ  $3,2 \cdot 10^{13}\text{m}^{-2}$  à  $2,7 \cdot 10^{14}\text{m}^{-2}$  (Haddou, 2003), soit presque un facteur dix entre l'état recuit et l'état écroui. Dans la direction  $[111]$ , les topographies montrent un caractère quasi-isotrope. Dans les autres orientations cristallographiques examinées, la variation de l'orientation de l'indenteur Berkovich affecte de manière plus prononcée les topographies (non montrées ici), mais moins que sur l'échantillon recuit.

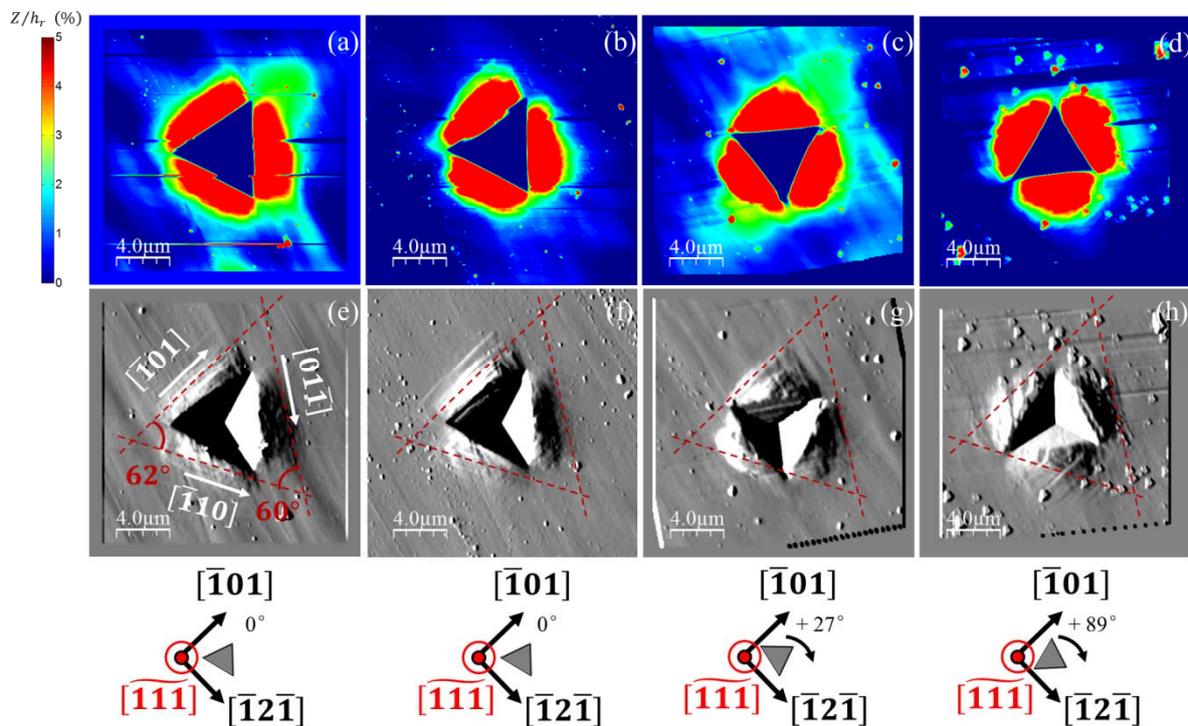


Figure 3.42 - Influence de l'orientation de l'indenteur Berkovich dans la direction d'indentation  $[111]$  sur les mesures AFM. Cas de l'échantillon écroui. (a), (b), (c) et (d) sont les topographies des empreintes avec une orientation d'indentation Berkovich de  $0^\circ$ ,  $0^\circ$ ,  $27^\circ$  et  $89^\circ$ . (e), (f), (g) et (h) sont les images dérivées correspondantes. Les lignes de glissement émergentes sont soulignées en traits pointillés rouges et leur direction est indiquée en blanc.

Les courbes  $(P - h)$  qui correspondent à ces indentations présentent une dispersion importante (Figure 3.43). Cependant, on se rend bien compte que cela n'est pas un effet de l'orientation de l'indenteur dans la direction d'indentation. Pour cela il suffit de remarquer que les courbes d'indentation correspondant aux deux indents sans rotation d'indenteur  $0^\circ$  montrent l'écart le plus important parmi toutes les courbes d'indentation.

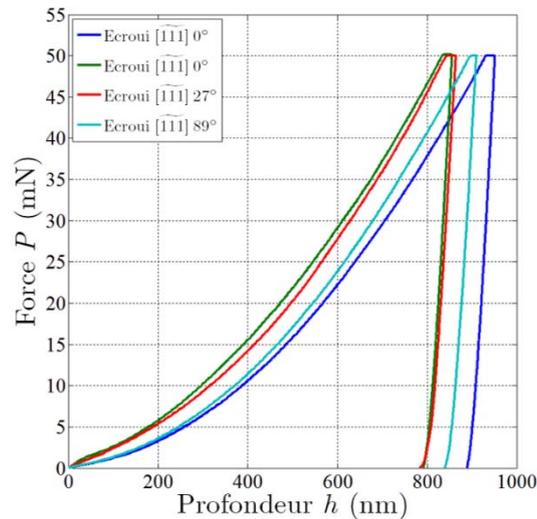


Figure 3.43 - Influence de l'orientation de l'indenteur Berkovich dans la direction d'indentation  $[111]$  sur les courbes d'indentation. Cas de l'échantillon écroui. Trois orientations d'indenteur examinées :  $0^\circ$ ,  $27^\circ$  et  $89^\circ$ .

L'explication la plus tangible est que les courbes ( $P - h$ ) sont très sensibles à l'hétérogénéité de la densité de dislocations et donc à la localisation des indents dans le grain. On montre sur la Figure 3.44, la localisation des quatre indents examinés en Figures 3.42a-d. Les indentations correspondant aux courbes ( $P - h$ ) sans rotation d'indenteur ont bien été réalisées dans des conditions strictement identiques, mais leurs positions dans le grain sont assez espacées l'une de l'autre (Figures 3.44a- b).

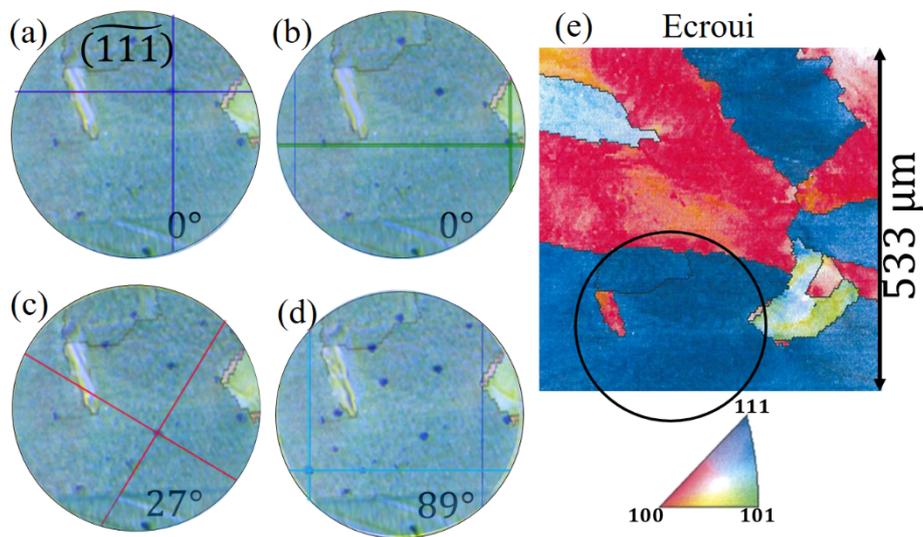


Figure 3.44 - Positions des quatre indents étudiés dans le grain orienté suivant  $[111]$  de l'échantillon écroui. (a), (b), (c) et (d) correspondent respectivement aux orientations  $0^\circ$ ,  $0^\circ$ ,  $27^\circ$  et  $89^\circ$  de l'indenteur. (e) Image EBSD de la zone d'étude sur l'échantillon écroui.

Ces résultats d'indentation ne sont qu'un aperçu de la campagne expérimentale réalisée. Au total, environ 150 essais de nanoindentation et 80 mesures AFM ont été réalisés et traités. Voici les conclusions qui ressortent après une analyse qualitative des résultats d'indentation sur les trois échantillons de nickel polycristallins :

- la courbe ( $P - h$ ) semble sensible à l'hétérogénéité intragranulaire de la densité de dislocations,
- la courbe ( $P - h$ ) semble sensible à l'orientation cristallographique lorsque le matériau présente une forte densité de dislocations (cas de l'échantillon écroui),
- la courbe ( $P - h$ ) ne semble pas sensible à l'orientation de l'indenteur Berkovich dans chacune des directions d'indentation,
- la topographie résiduelle est très sensible à l'orientation cristallographique et à l'orientation de l'indenteur en termes de distributions et de dimensions de bourrelets. Cela est valable pour les échantillons recuit et écroui a priori, donc quelle que soit la densité de dislocations initiale de l'échantillon. Cependant, des exceptions existent, comme pour le grain  $[\overline{111}]$  de l'échantillon écroui due à la convolution des remontées de matière.
- la topographie est très sensible à l'état d'écrouissage de l'échantillon, donc à la densité de dislocations initiale, en termes de dimensions et de nombre de bourrelets.

De façon systématique, on remarque que les topographies résiduelles et en particulier la formation de bourrelets présentent une très forte sensibilité aux conditions expérimentales et matérielles. C'est donc tout naturellement que l'on projette d'utiliser les informations qu'elles apportent pour identifier les paramètres de plasticité monocristalline et en particulier les composantes de la matrice d'interaction. Cependant, on sait bien que cela est impossible avec les seuls résultats expérimentaux. L'analyse qui vient d'être présentée justifie complètement l'intérêt de reproduire numériquement par éléments finis les résultats de topographie.

### 3.4. Conclusions

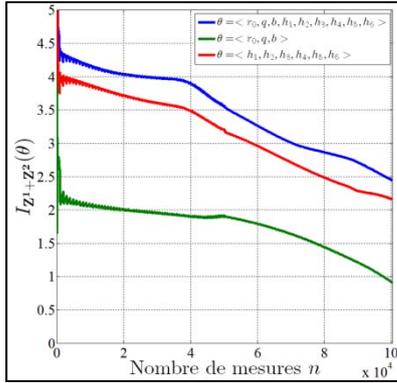
Les conditions expérimentales des essais de nanoindentation Berkovich sont établies en fonction des échantillons étudiés : efforts d'asservissement, orientation cristallographique, orientation relative indenteur/grain.

L'écart entre l'orientation des grains indentés et celle de grains parfaitement orientés dans les directions [100], [101], [111] et [312] est souligné. L'étude de l'activité des systèmes de glissement autour des empreintes par dérivation des mesures AFM permet d'en rendre compte. Pour des indentations Berkovich, les topographies résiduelles, et la distribution et les dimensions de bourrelets en particulier, sont sensibles à l'orientation relative indenteur/grain. On montre que toute l'information topographique du grain sous indentation Berkovich peut être saisie en balayant seulement :  $15^\circ$  dans la direction principale [100],  $90^\circ$  suivant [101] et [312],  $30^\circ$  suivant [111]. Pour chaque indentation, l'orientation relative indenteur/grain est mesurée en comparant l'orientation des lignes de glissement et de l'indenteur sur les images AFM dérivées.

Un nouveau modèle prenant en compte la distribution et les dimensions de bourrelets autour de l'empreinte d'indentation Berkovich est proposé. Il permet de corriger les valeurs de module d'indentation et de dureté mesurées sur les échantillons de nickel polycristallins.

En général, l'étude expérimentale montre que les courbes d'indentation sont peu sensibles à l'orientation relative indenteur/grain mais plus à l'hétérogénéité intragranulaire de la densité de

dislocations et à la densité de dislocations, elle-même. Les topographies résiduelles, et en particulier la distribution et les dimensions des bourrelets, sont très sensibles à ces conditions.



## Chapitre 4

# Analyse d'identifiabilité des paramètres

*Ce dernier chapitre présente une analyse numérique de l'effet de la matrice d'interaction sur la courbe d'indentation et la topographie résiduelle. La sensibilité locale de ces deux réponses aux paramètres de plasticité de la loi de Méric-Cailletaud est étudiée autour de la définition du « matériau virtuel » (4). Enfin, l'identifiabilité de ces paramètres est calculée dans les cas où l'on considère : une courbe d'indentation seule, une topographie seule et deux topographies.*

---

|        |   |     |
|--------|---|-----|
| 4.1.   | Effet de la définition de la matrice d'interaction.....         | 116 |
| 4.1.1. | Sur les courbes d'indentation.....                              | 116 |
| 4.1.2. | Sur les topographies résiduelles.....                           | 122 |
| 4.1.3. | Confrontation des topographies simulées et expérimentales ..... | 127 |
| 4.2.   | Sensibilité locale aux paramètres de plasticité .....           | 130 |
| 4.2.1. | Courbes d'indentation.....                                      | 131 |
| 4.2.2. | Topographies résiduelles .....                                  | 133 |
| 4.3.   | Identifiabilité des paramètres .....                            | 137 |
| 4.3.1. | Courbe d'indentation seule .....                                | 138 |
| 4.3.2. | Topographie résiduelle seule .....                              | 139 |
| 4.3.3. | Deux topographies résiduelles .....                             | 141 |
| 4.3.4. | Récapitulatif des résultats d'identifiabilité.....              | 145 |
| 4.4.   | Conclusions .....   | 146 |

---

## 4.1. Effet de la définition de la matrice d'interaction

L'étude de la sensibilité des résultats de simulation a pour objectif d'établir si oui ou non la définition de la matrice d'interaction joue un rôle important, en particulier sur la topographie résiduelle. Si oui, comment impacte-t-elle la topographie en termes de distributions et de dimensions de bourrelets ? Peut-on identifier cette matrice par méthode inverse ? Autrement dit, les composantes de la matrice sont-elles identifiables en totalité ou partiellement ? Malgré leur faible sensibilité, les courbes d'indentation numériques sont analysées. Mais on expliquera pourquoi on ne peut envisager de les exploiter pour l'identification des paramètres matériau.

L'impact du choix des coefficients  $(h_1, h_2, h_3, h_4, h_5, h_6)$  de la matrice d'interaction sur les résultats numériques d'indentation est analysé de manière qualitative. Pour cela, le modèle EF de l'essai de nanoindentation élaboré au Chapitre 2.3, est utilisé. Les sept « matériaux virtuels » définis au Chapitre 1.4 sont testés successivement. Ils correspondent à sept définitions de matrice d'interaction différentes. On rappelle ici qu'ils ont été définis afin de favoriser une des six interactions  $h_i$ , tout en donnant sensiblement une réponse « semblable » en traction à l'échelle macroscopique que celle de l'échantillon de nickel recuit polycristallin (b). Les résultats numériques de courbes  $(P - h)$  et de topographies résiduelles sont comparés pour différentes orientations cristallographiques et orientations d'indenteur.

### 4.1.1. Sur les courbes d'indentation

Cette analyse de sensibilité de la courbe  $(P - h)$  est une exploration purement numérique de la sensibilité des courbes d'indentation aux paramètres de plasticité. On étudie ici les courbes d'indentation issues du modèle EF de l'essai de nanoindentation pour les sept « matériaux virtuels » définis au Chapitre 1.4 (Tableau 1.16), dans la direction d'indentation  $[101]$  et sans rotation d'indenteur (correspond à l'orientation  $0^\circ$  expérimentale). La décharge étant considérée comme purement élastique, seules les charges sont analysées et approximées par un polynôme d'ordre trois (Figure 4.1a). Les résultats sont très sensibles à la définition de la matrice d'interaction. Pour la profondeur d'indentation maximale  $h_m = 900$  nm, les valeurs de la force maximale  $P_m$  varient entre 19,7 mN et 35,1 mN. Alors qu'en 1999, Cheng *et al.* montraient numériquement que des matériaux isotropes ayant la même réponse macroscopique en traction pouvaient donner des courbes d'indentation identiques, on observe ici l'inverse. Les sept « matériaux virtuels » ont des réponses en traction équivalentes à l'échelle polycristalline (Figure 4.1b) et des réponses  $(P - h)$  monocristalline pouvant atteindre 75% d'écart sur la valeur de  $P_m$ . La définition de la matrice d'interaction affecte grandement l'amplitude des courbes d'indentation.

On remarque que parmi les sept « matériaux virtuels », le (6) privilégiant le terme  $h_5$  permet d'obtenir une force maximale très proche de la valeur expérimentale  $P_m^{exp} = 30$  mN. Cependant, les courbures ne correspondent pas à l'expérimental. Ces courbes sont à considérer avec beaucoup de précaution (Chapitre 2.3), la loi de M-C ne prend pas en compte les effets d'échelle à faibles profondeurs d'indentation (existence de longueurs internes, d'autant plus marqués sur le matériau recuit). La décroissance de la dureté avec la profondeur d'indentation indique l'existence d'un tel effet.

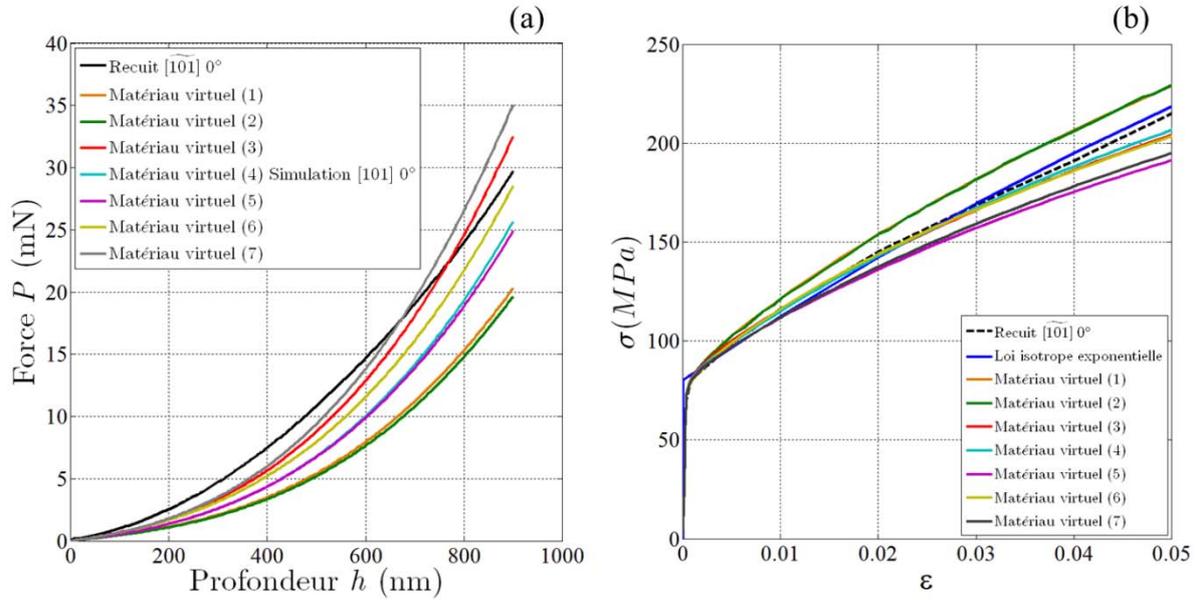
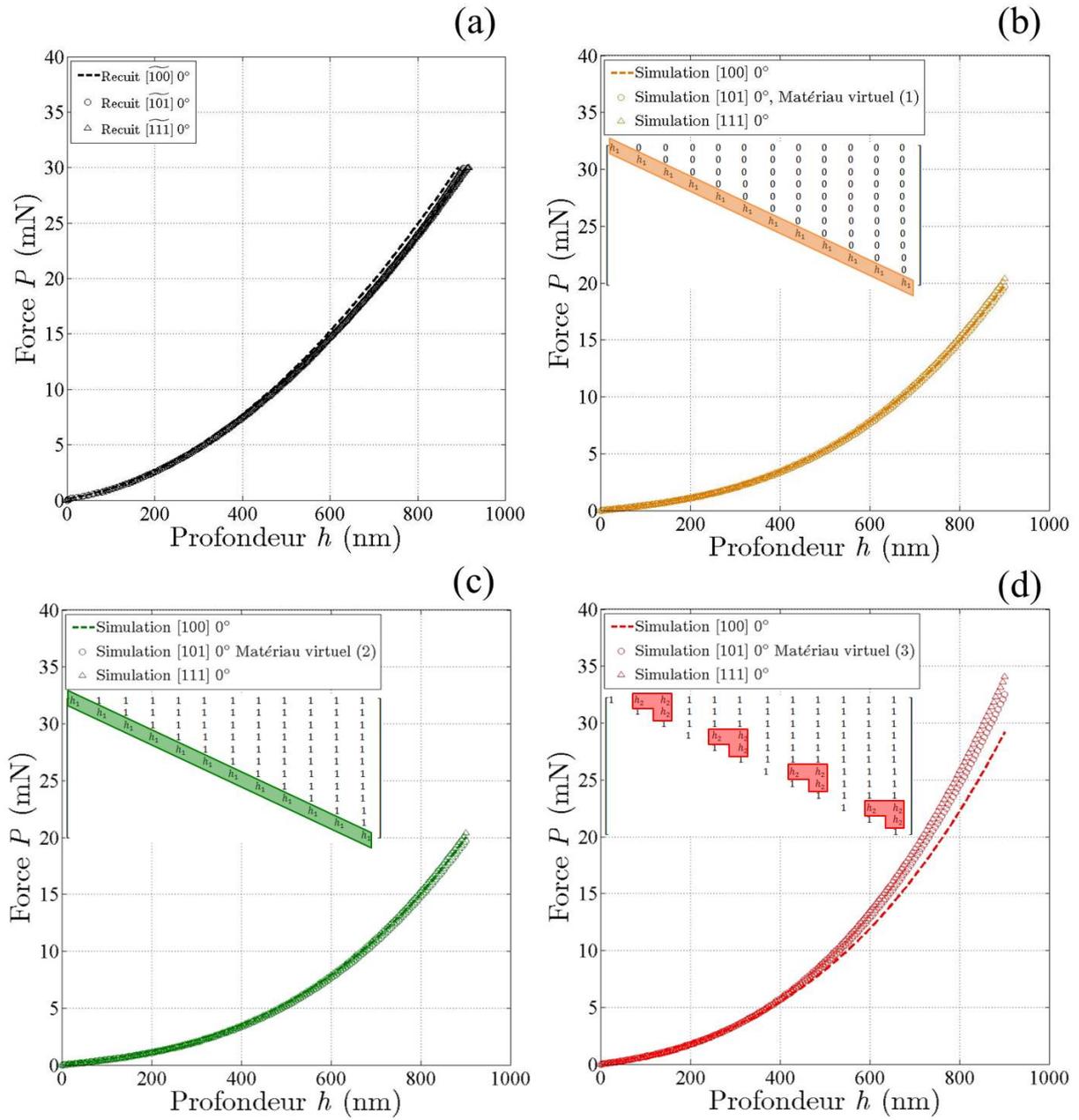


Figure 4.1 - (a) Influence des composantes de la matrice d'interaction sur les courbes  $(P - h)$  numériques. Les résultats sont issus du modèle EF de l'essai de nanoindentation pour les sept « matériaux virtuels » dans la direction  $[101]$ , sans rotation d'indenteur. Comparaison avec la courbe  $(P - h)$  expérimentale réalisée sur l'échantillon recuit dans la direction  $[101]$ . (b) Courbes d'écrouissage des sept « matériaux virtuels » (Chapitre 1.4).

L'influence de l'orientation cristallographique sur les courbes d'indentation en fonction de la définition de la matrice d'interaction est illustrée sur la Figure 4.2. Trois directions sont étudiées :  $[100]$ ,  $[101]$  et  $[111]$ , sans rotation d'indenteur (correspond à l'orientation  $0^\circ$  expérimentale). Les réponses  $(P - h)$  expérimentales sont représentées en Figure 4.2a. Les Figures 4.2b-h montrent les résultats de simulations correspondants aux sept « matériaux virtuels ». On remarque que, pour un « matériau virtuel » donné, l'impact de l'orientation cristallographique sur les courbes  $(P - h)$  n'est pas le même, reste faible et ne suit aucun schéma intuitif. Cependant, on observe que l'existence d'un écrouissage latent conséquent (« matériau virtuel » (3)-(7)) conduit à la relation  $P_{[100]} < P_{[101]} \leq P_{[111]}$ .



(Figure 4.2 suite) →

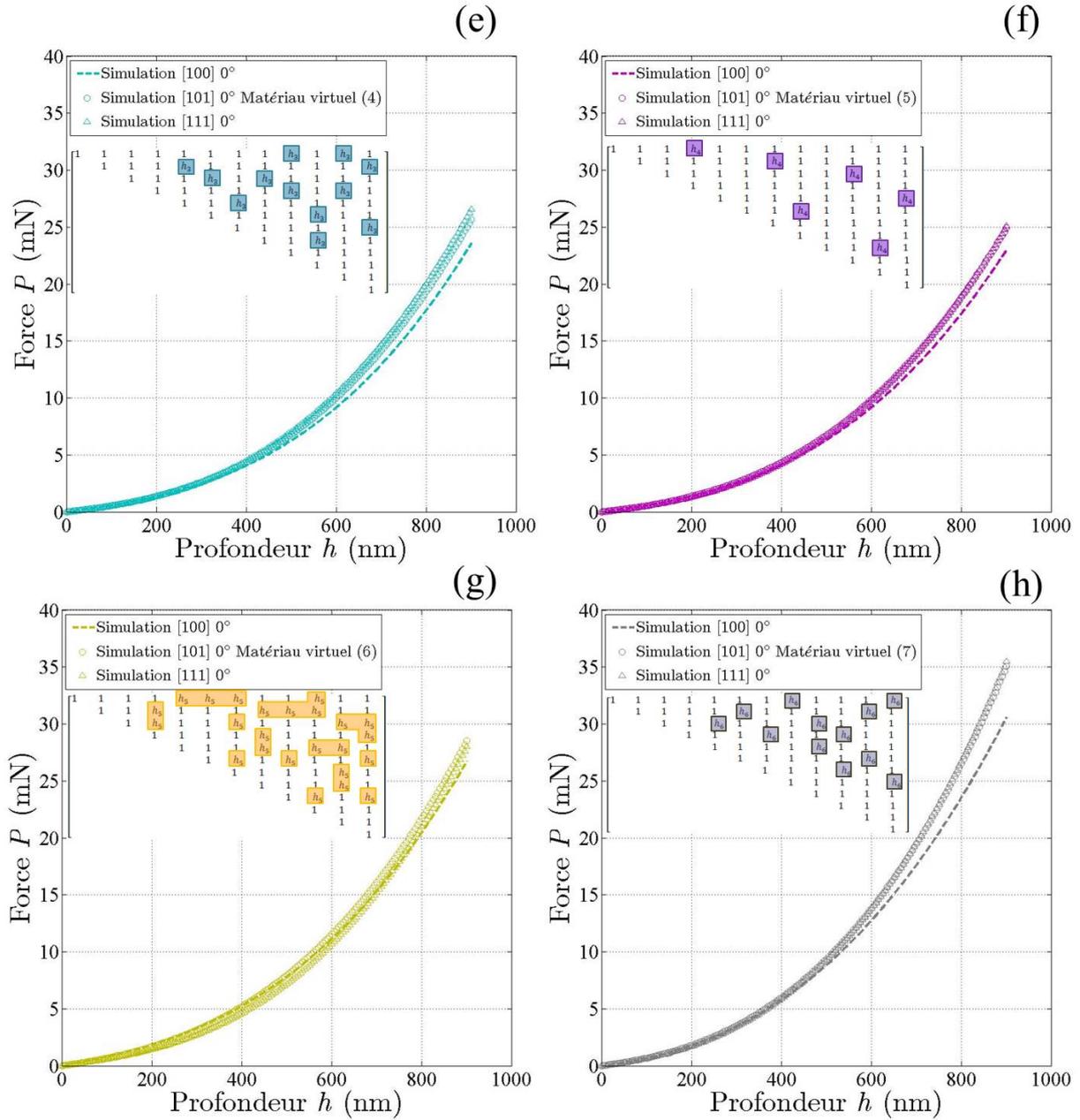
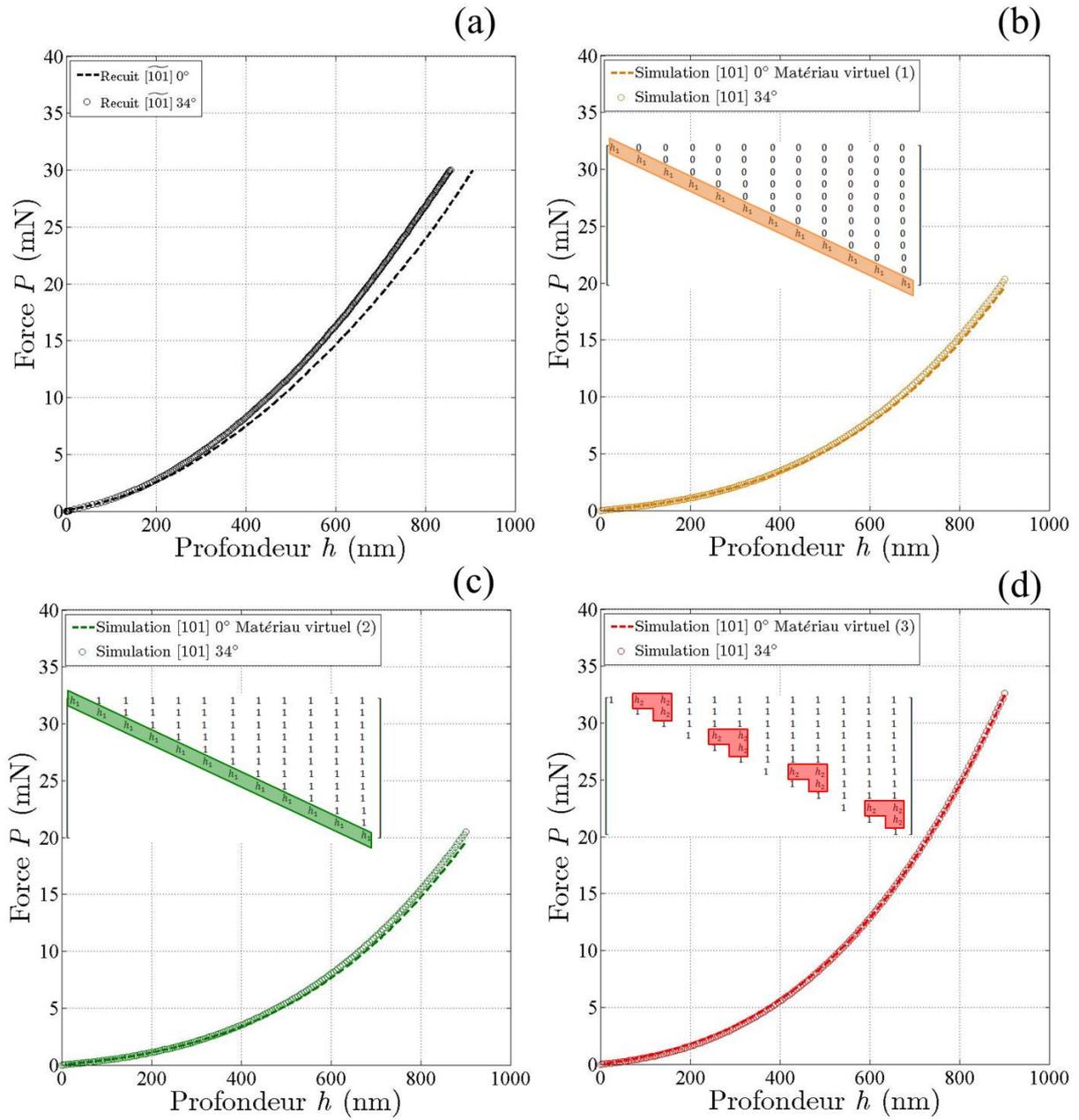


Figure 4.2 - Influence de l'orientation cristallographique sur les courbes  $(P - h)$  numériques en fonction de la définition de la matrice d'interaction. Analyse suivant les directions  $[100]$  (tirets),  $[101]$  (ronds) et  $[111]$  (triangles), sans rotation de l'indenteur : (a) résultats expérimentaux, (b-h) résultats numériques correspondant aux sept « matériaux virtuels ».

Enfin, l'influence de l'orientation de l'indenteur Berkovich sur les courbes d'indentation en fonction de la définition de la matrice d'interaction est analysée sur la Figure 4.3. Les résultats dans la direction d'indentation  $[101]$  sont étudiés pour deux orientations d'indenteur :  $0^\circ$  et  $34^\circ$ . Les réponses  $(P - h)$  expérimentales sont représentées en Figure 4.3a : elles sont identiques à celles tracées en Figure 3.35. Les Figures 4.3b-h montrent les résultats de simulations correspondant aux sept « matériaux virtuels ». On y remarque que l'orientation de l'indenteur n'a pas d'impact significatif sur les courbes  $(P - h)$  quelle que soit la définition de la matrice d'interaction.



(Figure 4.3 suite) →

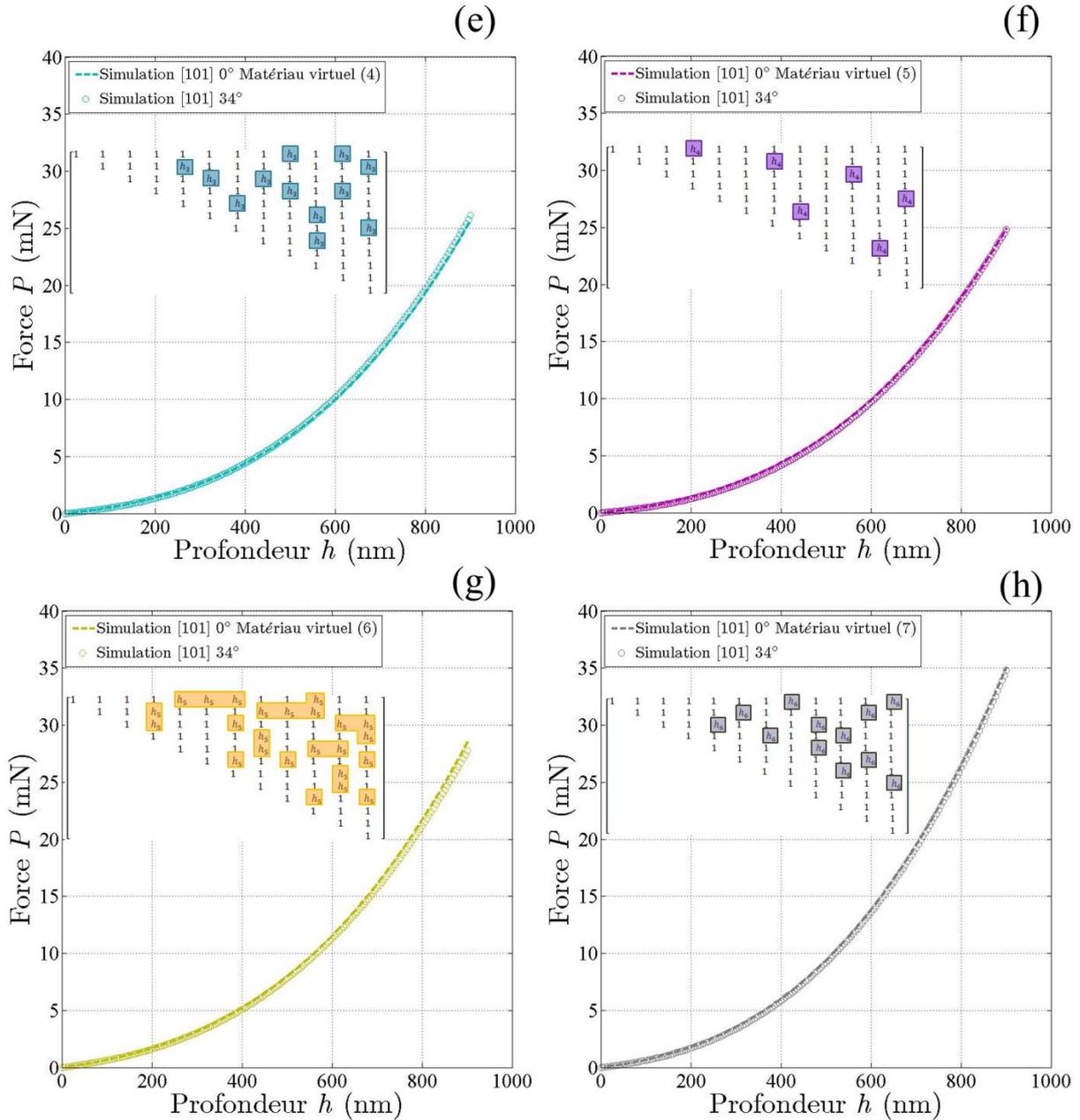


Figure 4.3 - Influence de l'orientation d'indenteur sur les courbes ( $P - h$ ) numériques en fonction de la définition de la matrice d'interaction. Analyse dans la direction  $[101]$  pour deux orientations d'indenteur :  $0^\circ$  (tirets) et  $34^\circ$  (ronds). (a) résultats expérimentaux, (b-h) résultats numériques correspondants aux sept « matériaux virtuels ».

De par leur grande sensibilité à la définition de la matrice d'interaction, les courbes ( $P - h$ ) simulées semblent être ajustables par optimisation des composantes  $h_i$ . Cependant, sans la prise en compte des effets d'échelle dans le modèle numérique, il semble déraisonnable de conduire un protocole d'identification de nos paramètres matériau à partir des seules courbes d'indentation. Néanmoins, l'analyse de sensibilité de ces résultats reste intéressante et appelle à être comparée à celles reportées dans la littérature.

### 4.1.2. Sur les topographies résiduelles

Les topographies numériques sont considérées après retrait de l'indenteur. La profondeur résiduelle pour ce type de matériau reste assez proche de la profondeur d'indentation maximale  $h_m = 900$  nm. A cette profondeur, les effets d'échelle deviennent faibles voire négligeables, d'autant plus que l'on peut tronquer les mesures proches du contact résiduel. De plus, la topographie est une mesure ponctuelle d'un état de déformation à un instant donné. Contrairement à la courbe d'indentation, on s'affranchit donc de l'évolution de l'effet de la longueur interne.

Les topographies résiduelles des sept « matériaux virtuels » dans la direction [100], sans rotation d'indenteur ( $0^\circ$  expérimentale), sont présentées en Figure 4.4. Les profils des bourrelets obtenus le long d'un même parcours triangulaire pour chaque définition de matrice d'interaction sont tracés en Figure 4.4a. Les topographies dans la direction d'indentation sont représentées en Figures 4.4b-h. Il est tout d'abord remarquable que l'activation de différentes composantes de la matrice d'interaction suffise à modifier radicalement la distribution des bourrelets autour de l'empreinte. L'activation des termes latents affecte significativement cette distribution. En particulier, les matériaux privilégiant les termes  $h_2$  (3),  $h_3$  (4),  $h_4$  (5) et  $h_5$  (6) exhibent quatre bourrelets comme c'est le cas expérimentalement (Figure 3.34a). Dans le cas où le terme d'auto-écrouissage  $h_1$  est prépondérant (« matériaux virtuels » (1) et (2)), la topographie résiduelle présente seulement trois bourrelets (Figures 4.4b-c). Il semble donc nécessaire d'activer les termes latents pour voir apparaître numériquement quatre bourrelets autour de l'empreinte dans la direction [100] et avec cette orientation d'indenteur. La hauteur des bourrelets est également affectée de façon significative par le choix des composantes de la matrice d'interaction. Ainsi, sur la Figure 4.4a, on remarque par exemple que si le terme  $h_6$  (7) (verrou de Lomer) est prépondérant, la hauteur des bourrelets est plus faible comparée à toutes les autres configurations de matrice d'interaction. De plus, il faut noter que lorsque la définition de la matrice d'interaction affecte le profil des bourrelets, l'impact sur leur hauteur n'est pas proportionnel tout au long du parcours défini. On peut alors supposer que l'ajustement des hauteurs de bourrelets est possible en variant les coefficients de la matrice ( $h_1, h_2, h_3, h_4, h_5, h_6$ ). Les topographies résiduelles numériques sont donc très sensibles aux termes choisis de la matrice d'interaction.

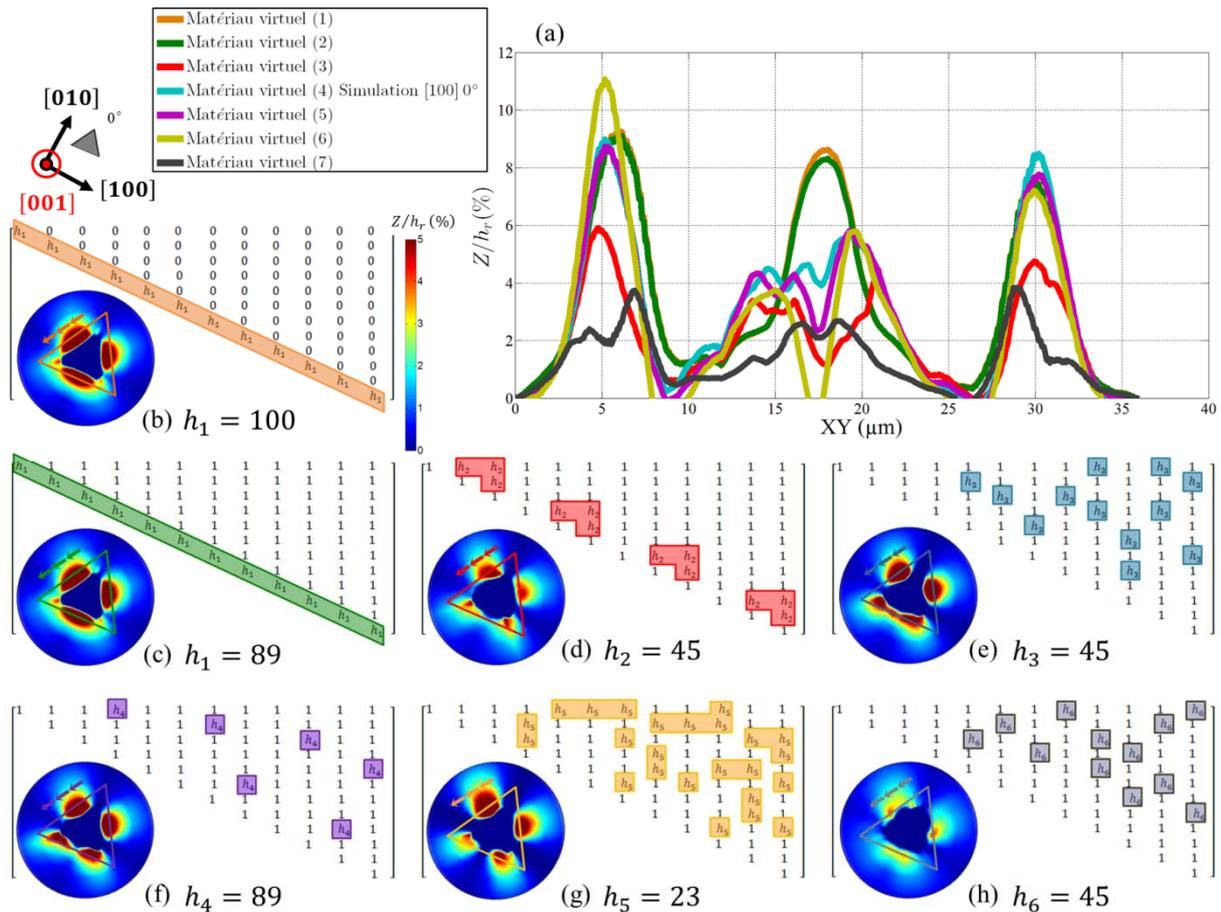


Figure 4.4 - Influence de la définition de la matrice d'interaction sur les topographies résiduelles numériques : (a) profils des bourrelets obtenus le long d'un parcours triangulaire standard et (b-h) topographies dans la direction [100]. Les résultats sont issus des simulations EF de l'essai de nanoindentation Berkovich pour sept « matériaux virtuels » sans rotation d'indenteur.

Alors que les Figures 3.33a-c présentent l'influence de l'orientation cristallographique sur les topographies résiduelles expérimentales dans les directions  $[100]$ ,  $[101]$  et  $[111]$ , respectivement, les Figures 4.4-6 montrent son impact sur les topographies numériques dans des directions très proches ( $[100]$ ,  $[101]$  et  $[111]$ ). Cela permet de vérifier que les topographies obtenues numériquement sont très sensibles à l'orientation cristallographique en termes de distribution et de dimensions des bourrelets, comme montré expérimentalement. De plus, cette grande sensibilité est observée pour chaque définition de matrice d'interaction.

Il est à noter que les distributions des bourrelets des topographies simulées dans les trois directions d'indentation (Figures 4.4-6) sont très proches de celles observées expérimentalement (Figures 3.33a-c). Dans les trois directions analysées, on remarque qu'à chaque fois que le terme d'auto-écrouissage  $h_1$  est privilégié ((1) et (2)), les topographies présentent une symétrie d'ordre trois indépendante de l'orientation du grain (Figures 4.4b-c, Figures 4.5b-c et Figures 4.6b-c). Les bourrelets sont également de taille plus imposante, mais pas forcément centrés sur chaque face de l'indenteur. Le fait d'activer les termes latents de la matrice d'interaction semble révéler la symétrie d'ordre quatre dans la direction [100] et d'ordre deux dans la direction [101]. On remarque aussi des bourrelets près des angles de l'empreinte.

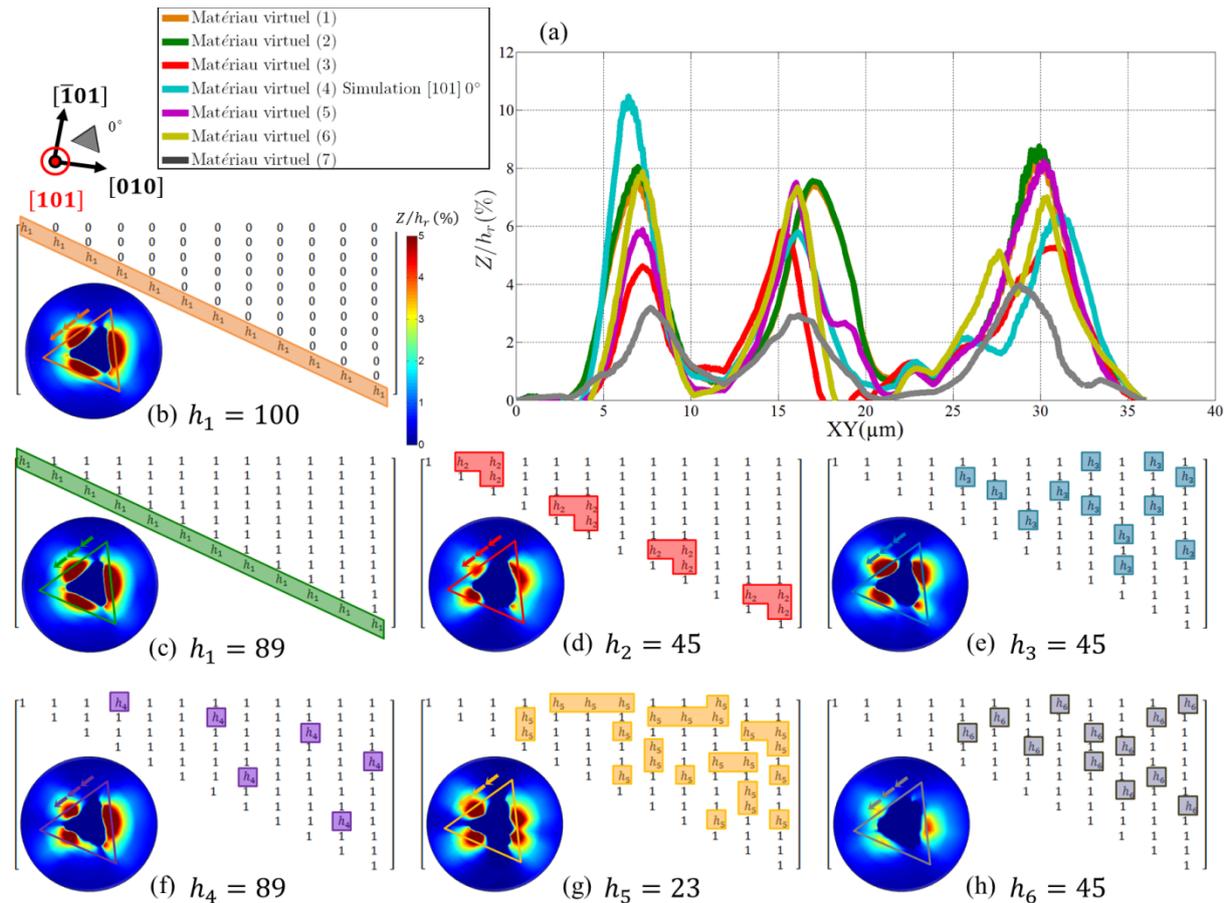


Figure 4.5 - Influence de la définition de la matrice d'interaction sur les topographies résiduelles numériques : (a) profils des bourrelets obtenus le long d'un parcours triangulaire standard et (b-h) topographies dans la direction [101]. Les résultats sont issus des simulations EF de l'essai de nanoindentation Berkovich pour sept « matériaux virtuels » sans rotation d'indenteur.

Par contre, dans la direction [111] (Figure 4.6), le fait d'activer les termes latents permet de déconvoluer les bourrelets. En particulier, en activant les termes  $h_3$  (4) ou  $h_4$  (5), on voit apparaître cinq, voire six bourrelets autour de l'empreinte, au lieu de trois dans les autres configurations. Cette observation mérite d'être mise en lien avec l'analyse faite au paragraphe 3.3.2, décrivant les topographies mesurées dans la direction  $[111]$  avec différentes orientations d'indenteur (Figure 3.39). On avait alors vu que la rotation de l'indenteur permettait de déconvoluer les bourrelets présents sur certaines faces de l'indenteur. Ceci conforte l'idée que la topographie pourrait-être pilotée par la définition de la matrice d'interaction.

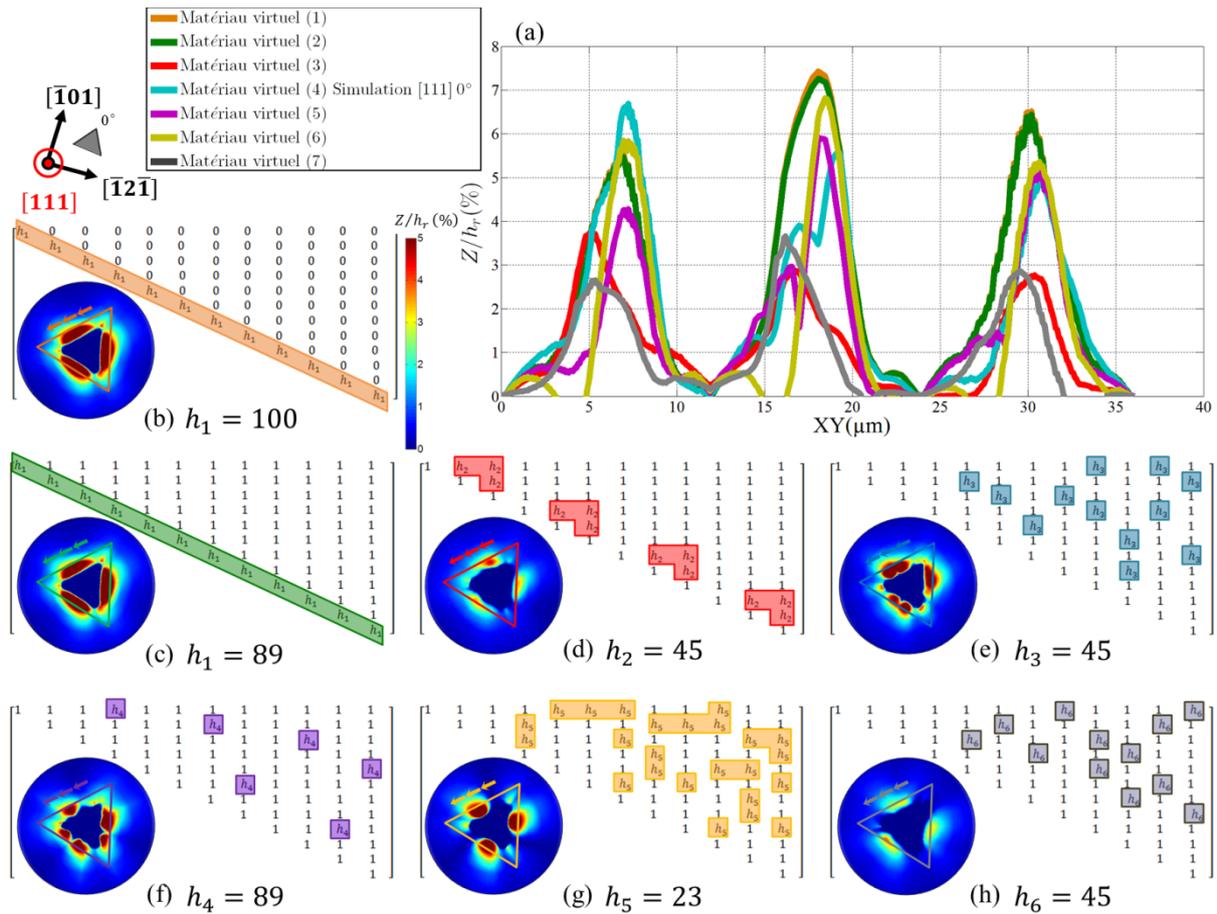


Figure 4.6 - Influence de la définition de la matrice d'interaction sur les topographies résiduelles numériques : (a) profils des bourrelets obtenus le long d'un parcours triangulaire standard et (b-g) topographies dans la direction  $[111]$ . Les résultats sont issus des simulations EF de l'essai de nanoindentation Berkovich pour sept « matériaux virtuels » sans rotation d'indenteur.

Enfin, en comparant les Figures 4.5 et 4.7, il est possible d'avoir une idée de l'influence de l'orientation de l'indenteur sur les topographies simulées. Les Figures 4.5 et 4.7 présentent les résultats de topographies simulées pour les sept « matériaux virtuels », dans le cas d'une indentation dans la direction  $[101]$  pour deux orientations d'indenteur :  $0^\circ$  et  $34^\circ$ , respectivement. Comme observé expérimentalement (Figure 3.37a et c), avec la rotation de l'indenteur de  $0^\circ$  à  $34^\circ$ , la taille des bourrelets évolue suivant l'orientation relative indenteur/grain, mais la symétrie d'ordre deux est respectée.

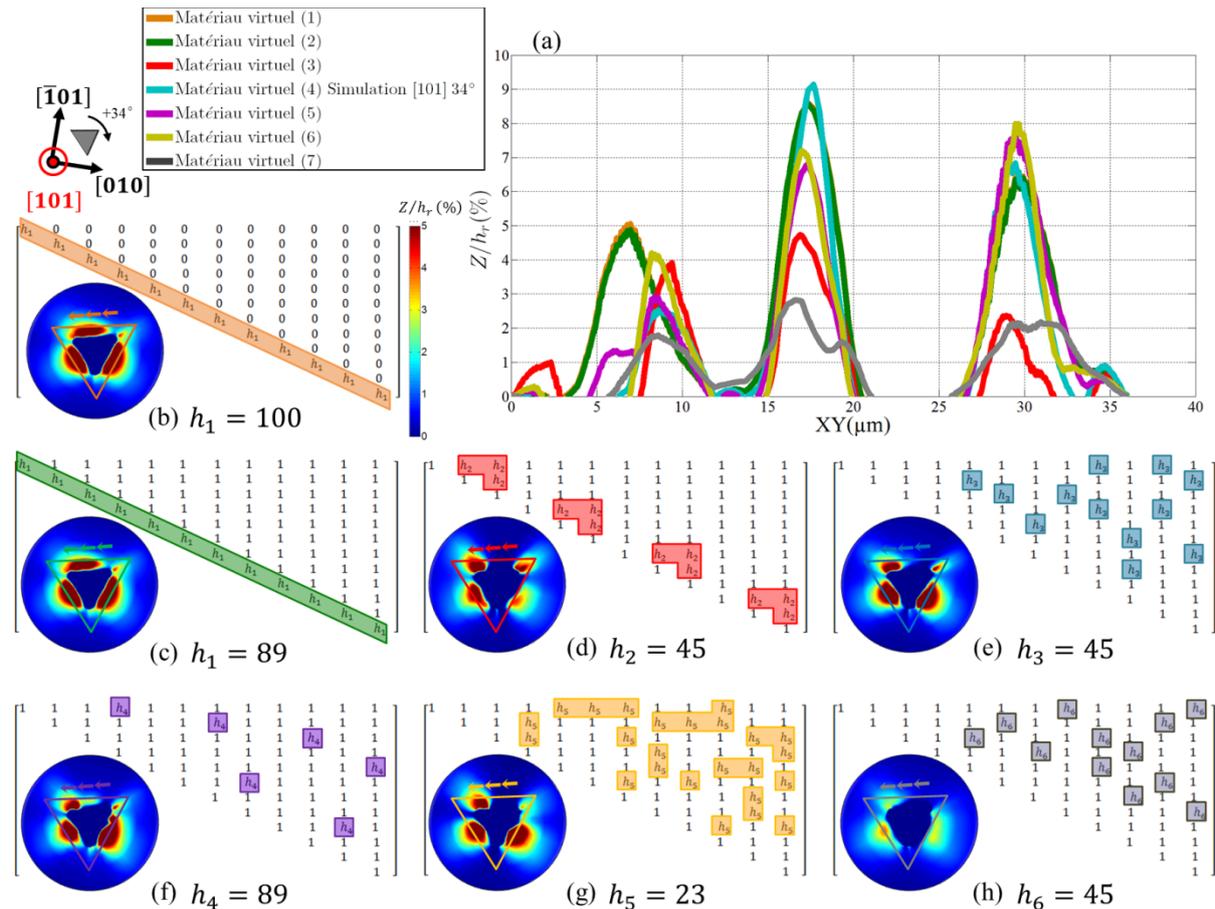


Figure 4.7 - Influence de la définition de la matrice d'interaction sur les topographies résiduelles numériques : (a) profils des bourrelets obtenus le long d'un parcours triangulaire standard et (b-h) topographies dans la direction [101]. Les résultats sont issus des simulations EF de l'essai de nanoindentation Berkovich pour sept « matériaux virtuels » avec une rotation d'indenteur de 34°.

Bien que ces résultats de topographies présentent une forte sensibilité à la définition de la matrice d'interaction, on remarque que certains d'entre eux sont proches en termes de distributions et dimensions de taille de bourrelets (Figures 4.4d-g, par exemple). On peut d'ores et déjà imaginer que ces similitudes vont être un frein à l'identification des paramètres. Plusieurs résultats de topographies, obtenus dans des orientations cristallographiques et/ou des orientations d'indenteur différentes, seront sûrement nécessaires pour mener à bien le travail d'identification des composantes de la matrice d'interaction.

Un dernier point est abordé ici et concerne la validité des données topographiques au centre des empreintes numériques. En effet, les paramètres de contact et le nombre d'éléments finis dans cette zone ne sont pas optimisés. On peut alors penser que la topographie résiduelle au niveau du centre de l'empreinte est sûrement, elle aussi, sensible à la définition de la matrice d'interaction. Les questions suivantes peuvent alors se poser : quel impact a cette zone sur la sensibilité locale des topographies à la définition de la matrice d'interaction ? Faut-il tronquer de l'information sur les topographies pour éviter de prendre en compte le centre de l'empreinte ? On répondra à ces questions par la suite.

### 4.1.3. Confrontation des topographies simulées et expérimentales

#### 4.1.3.1. Echantillon recuit

Les résultats topographiques numériques sont confrontés aux données expérimentales le long d'un parcours triangulaire standard. Les topographies résiduelles expérimentales réalisées sur l'échantillon recuit dans les directions  $\overline{[100]}$  (Figure 4.8a),  $\overline{[101]}$  (Figure 4.9a) et  $\overline{[111]}$  (Figure 4.10a), sans rotation d'indenteur, sont comparées à celles des « matériaux virtuels » (3) à (7) simulées respectivement dans les directions [100], [101] et [111]. Les résultats topographiques des « matériaux virtuels » (1) et (2) sont ceux qui s'éloignent le plus des mesures expérimentales en termes de distribution de bourrelets. Ils ne sont donc pas représentés.

Dans les trois cas, les bourrelets des topographies simulées sont du même ordre de grandeur que l'expérimental. Cela permet de s'assurer, une fois de plus, que le protocole numérique permet de construire des « matériaux virtuels » représentatif du comportement des échantillons d'étude. Si les topographies simulées ne correspondent pas exactement à celles observées expérimentalement, ces résultats confortent de nouveau l'idée que la définition de la matrice d'interaction joue un rôle important.

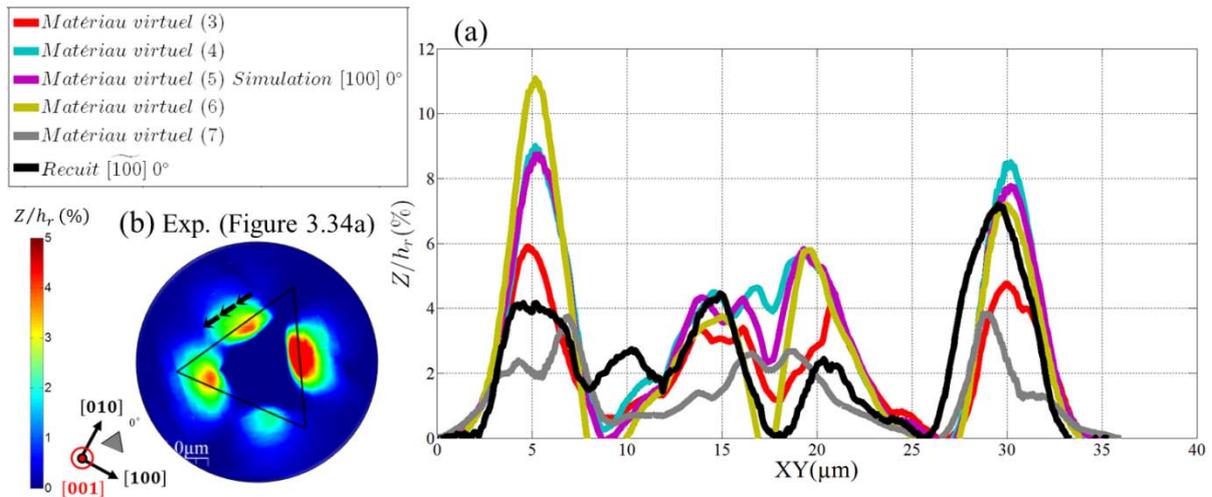


Figure 4.8 - Confrontation des topographies résiduelles numériques dans la direction [100] (« matériaux virtuels » (3)-(7)) et expérimentales (noire). (a) Profils des bourrelets obtenus le long d'un parcours triangulaire standard. (b) Topographie résiduelle expérimentale de l'indentation réalisée dans la direction  $\overline{[100]}$  (Figure 3.34a).

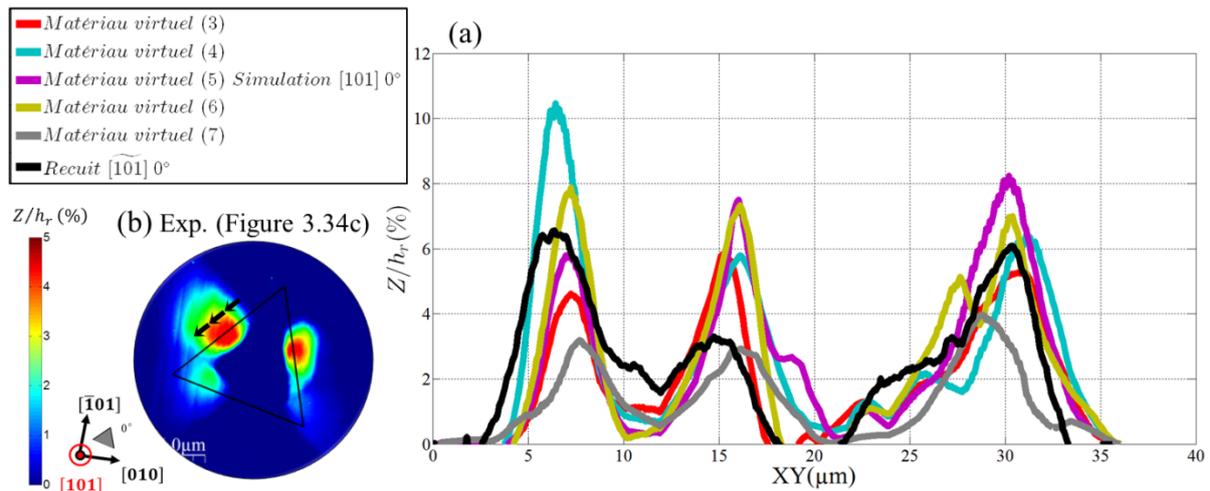


Figure 4.9 - Confrontation des topographies résiduelles numériques dans la direction  $[\overline{101}]$  (« matériaux virtuels » (3)-(7)) et expérimentales (noire). (a) Profils des bourrelets obtenus le long d'un parcours triangulaire standard. (b) Topographie résiduelle expérimentale de l'indentation réalisée dans la direction  $[\overline{101}]$  (Figure 3.34c).

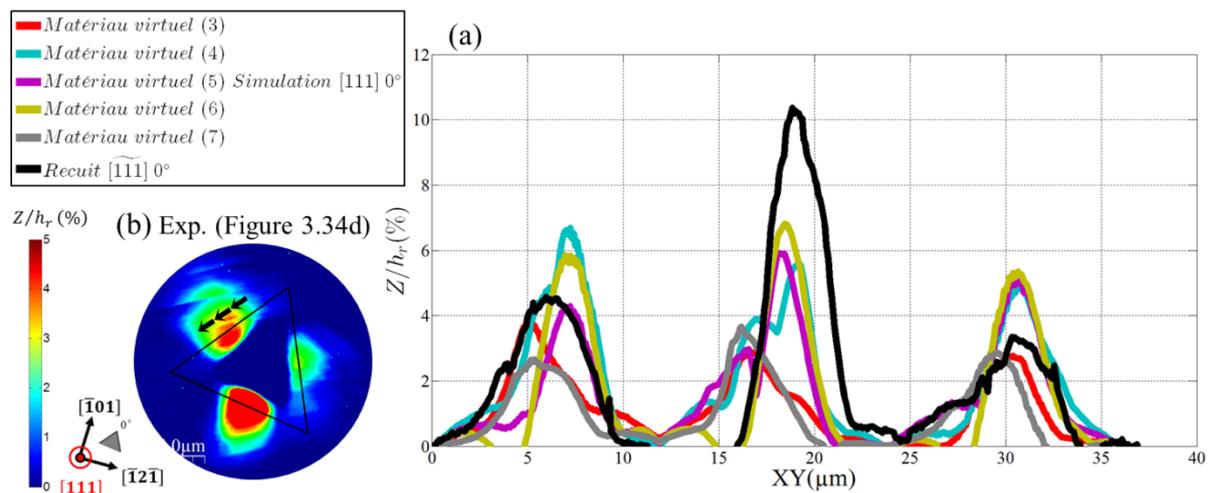


Figure 4.10 - Confrontation des topographies résiduelles numériques dans la direction  $[\overline{111}]$  (« matériaux virtuels » (3)-(7)) et expérimentales (noire). (a) Profils des bourrelets obtenus le long d'un parcours triangulaire standard. (b) Topographie résiduelle expérimentale de l'indentation réalisée dans la direction  $[\overline{111}]$  (Figure 3.34d).

#### 4.1.3.2. Echantillon écroui

A travers un exemple, on souhaite montrer que l'impact de l'érouissage sur l'échantillon de nickel polycristallin peut être retrouvé numériquement (Figure 4.11). Pour cela, un « matériau virtuel » représentatif du comportement de l'échantillon de nickel écroui a été construit à partir du protocole numérique établi au Chapitre 1.4 (Tableau 4.1). On confronte la topographie simulée sur le « matériau virtuel » écroui (Figure 4.11a) avec celle obtenue sur l'échantillon de nickel écroui dans la direction  $[\overline{100}]$  avec une rotation d'indenteur de  $27^\circ$  (Figure 4.11b). On fait apparaître également la topographie résiduelle obtenue sur l'échantillon de nickel recuit dans la direction  $[\overline{100}]$  sans rotation d'indenteur (Figure 4.11c). Elle correspond à la même orientation relative indenteur/grain à  $3^\circ$  près (voir lignes de

glissement Figure 3.34e et Figure 3.41d). Les profils des bourrelets obtenus le long d'un même parcours triangulaire sont tracés en Figure 4.11a. On remarque tout d'abord que le total des amplitudes maximales des bourrelets sur l'échantillon de nickel écroui est deux à trois fois plus important que sur l'échantillon recuit. La symétrie d'ordre quatre des bourrelets a disparu sur l'échantillon écroui, dû à l'écroutissage du matériau. On retrouve ces résultats numériquement. Les amplitudes des bourrelets de la topographie simulée sont du même ordre de grandeur que l'expérimental et présentent une distribution similaire. Cependant, on peut se poser la question de la cause de cette correspondance entre les distributions de bourrelets. Cela vient-il du bon choix des paramètres matériau ? Ou est-ce dû au fait qu'il n'y ait aucun terme latent activé dans la matrice d'interaction ? On a vu précédemment que l'activation des termes latents fait apparaître quatre bourrelets autour de l'empreinte dans cette direction d'indentation (Figure 4.4). On ne peut pas conclure sans simuler l'essai sur un « matériau virtuel » dont les termes latents de la matrice d'interaction sont activés. Enfin, les courbe d'indentation simulée et expérimentale sur l'échantillon écroui sont comparées. Pour ce matériau, la longueur interne est très faible. De ce fait, la courbure numérique de la charge est plus proche de celle expérimentale (Figure 4.12) que dans le cas de l'échantillon recuit. Le travail sur l'échantillon écroui constitue une des nombreuses perspectives de cette thèse.

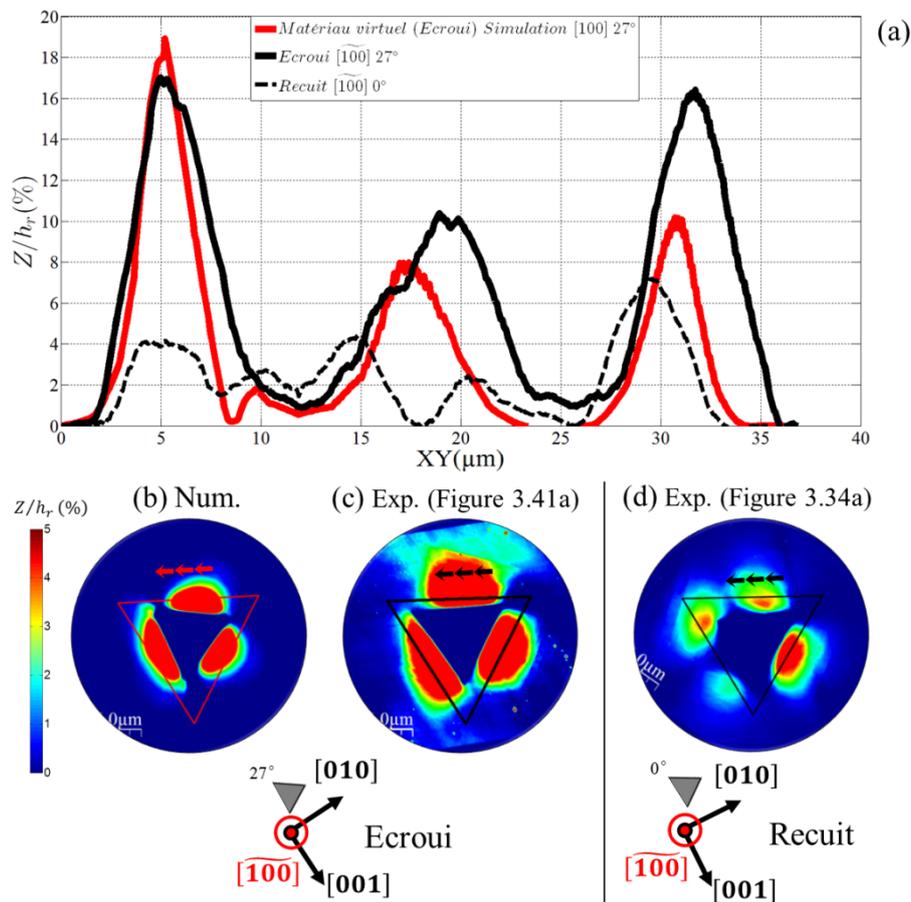


Figure 4.11 - (a) Confrontation des topographies résiduelles : (b) numériques dans la direction  $[100]$  (« matériaux virtuels » (Ecroui)), (c) expérimentale dans la direction  $[100]$  sur l'échantillon de nickel écroui, (d) expérimentale dans la direction  $[100]$  sur échantillon de nickel recuit.

| Elasticité   | Viscosité                   |     | Ecouissage  |     |       |       |       |       |       |       |           | Matériau virtuel |         |
|--|-----------------------------|-----|-------------|-----|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-----------|------------------|---------|
|  | $K$ (MPa.s <sup>1/n</sup> ) | $n$ | $r_0$ (MPa) | $b$ | $h_1$ | $h_2$ | $h_3$ | $h_4$ | $h_5$ | $h_6$ | $q$ (MPa) |                  |         |
| $C_{11} = 248$ GPa<br>$C_{12} = 153$ GPa<br>$C_{44} = 116$ GPa | 8                           | 7   | 154         | 16  | 100   | 0     | 0     | 0     | 0     | 0     | 0         | 0,18             | (Ecoui) |

Tableau 4.1 - Définition du « matériau virtuel » représentatif du comportement de l'échantillon de nickel écoui issue du protocole numérique.

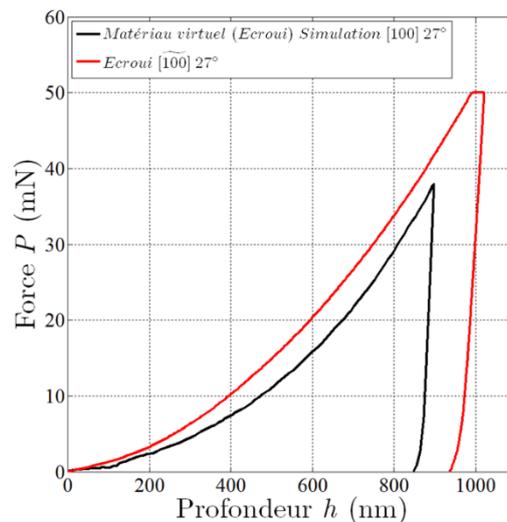


Figure 4.12 - Confrontation des courbes d'indentation : numérique dans la direction [100] (« matériaux virtuels » (Ecoui)) (noire), expérimentale dans la direction  $\widetilde{[100]}$  sur l'échantillon de nickel écoui (rouge).

## 4.2. Sensibilité locale aux paramètres de plasticité

La sensibilité locale des résultats issus du modèle EF aux paramètres de plasticité  $\theta = \langle r_0, q, b, h_1, h_2, h_3, h_4, h_5, h_6 \rangle$  est évaluée autour de la définition du « matériau virtuel » (4) (Tableau 1.16), privilégiant le coefficient d'interaction  $h_3$  (verrou de Hirth). Enfin les valeurs d'indice d'identifiabilité sont calculées dans les cas où le vecteur-observations est composé d'une courbe d'indentation seule, d'une topographie seule et de deux topographies.

On procède à dix simulations de l'essai de nanoindentation dans la direction [101] sans rotation d'indenteur :

- 1 nominale où les paramètres  $\theta_j$  ne sont pas perturbés,
- 9 autres où le terme  $\theta_j$  est perturbé d'une quantité  $\varepsilon\theta_j$ .

$\varepsilon$  est la valeur de perturbation. Elle doit présenter un bon compromis entre l'erreur de troncature et l'erreur d'arrondi sur les résultats de courbe d'indentation et de topographie résiduelle simulés.

L'erreur de troncature est entre autres liée aux approximations de la méthode des éléments finis. Elle tend vers zéro pour des valeurs  $\varepsilon$  faibles. L'erreur d'arrondi est dépendante de l'imprécision machine. Pour des valeurs de  $\varepsilon$  petites, le résidu est perturbé par cette imprécision (Pottier, 2010). Les résultats de l'étude de stabilité de la courbe d'indentation (Figure 4.13a) et la de topographie résiduelle tronquée au centre (Figure 4.13b) présentent une zone stable autour de  $\varepsilon = 10^{-3}$ .

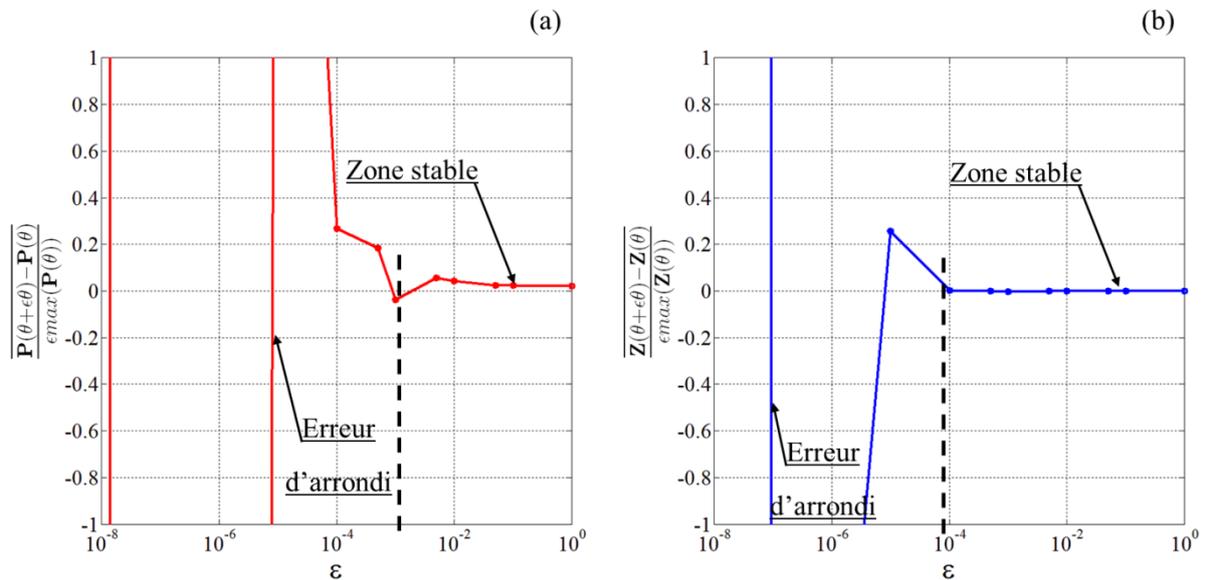


Figure 4.13 - Résultats de l'étude de stabilité des données issues du modèle EF de l'essai de nanoindentation : (a) courbe d'indentation, (b) topographie résiduelle tronquée au centre.

Les courbes d'indentation et de topographies résiduelles numériques issues des neuf simulations perturbées sont ensuite confrontées aux résultats issus de la simulation nominale pour définir leur sensibilité aux paramètres  $\theta_j$ .

On répond également à la question posée précédemment concernant la troncature d'information au niveau des résultats de topographie et son impact sur leur sensibilité locale à la définition de la matrice d'interaction. Pour cela, la procédure de calcul de sensibilité a également été réalisée avec des résultats numériques d'indentation plus ou moins « tronqués ».

#### 4.2.1. Courbes d'indentation

On détermine la sensibilité du vecteur-réponses  $\mathbf{y}^r = \mathbf{P}^1(t) = \langle P_t^1 \rangle$ , composé de l'évolution de la charge d'indentation  $\mathbf{P}^1$  issue du modèle EF, aux paramètres matériau  $\theta_j$ . Le vecteur-sollicitations est défini par l'évolution de la profondeur d'indentation  $\mathbf{y}^s = \mathbf{h}(t) = \langle h_t \rangle$ . La courbe est discrétisée en  $T = 181$  instants  $t$ . La perturbation relative  $\varepsilon$  étant très faible, les courbes  $(P^1 - h)$  issues de la simulation nominale et des simulations, où les termes  $\theta_j$  ont été perturbés, se superposent (Figure 4.14).

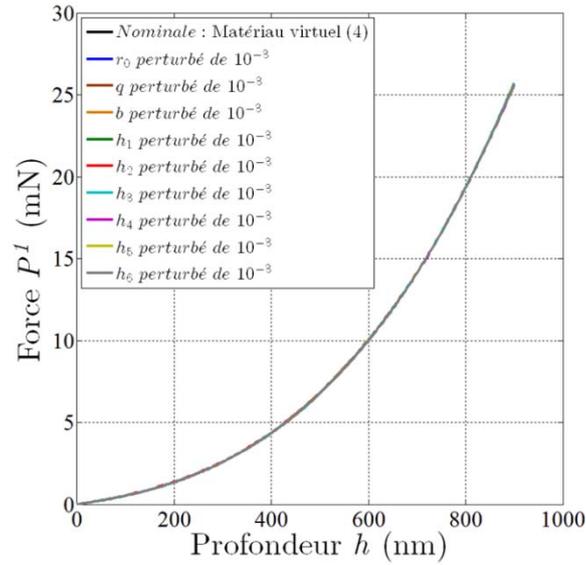


Figure 4.14 - Superposition des courbes ( $P^1 - h$ ) résultantes du calcul nominal (noire) et des simulations où chaque paramètre  $\theta_j$  a été respectivement perturbé.

La confrontation des courbes ( $P^1 - h$ ) perturbées à la courbe nominale permet de déterminer l'évolution des sensibilités d'après les équations (2.35) à (2.39) (Chapitre 2.4.2) :

$$\frac{\partial \bar{P}_t^1}{\partial \theta_j} = \frac{sc_{\theta_j}}{sc_{P_t^1}} \frac{\partial P_t^1}{\partial \theta_j} \approx \frac{1}{\varepsilon \max(\mathbf{P}^1) \sqrt{T}} [P_t^1(\boldsymbol{\theta} + \varepsilon \theta_j \mathbf{e}_j) - P_t^1(\boldsymbol{\theta})] \quad (4.1)$$

$\mathbf{e}_j$  est le  $j^{\text{ième}}$  vecteur de la base canonique  $\mathbb{K}^{N_{\theta^m}}$ . Les vecteurs de sensibilité, ainsi définis, attribuent un poids faible pour les faibles profondeurs. Cela permet de limiter l'impact de l'absence de longueur interne dans le modèle à faibles profondeurs sur le calcul de sensibilité. Les vecteurs de sensibilité de  $\mathbf{P}^1$  aux paramètres  $\theta_j$  sont présentés en Figure 4.15a. La Figure 4.15b montre la norme euclidienne des vecteurs de sensibilité, définie par :

$$\left\| \frac{\partial \bar{\mathbf{P}}^1}{\partial \theta_j} \right\|_2 = \left( \sum_{t=1}^T \left| \frac{\partial \bar{P}_t^1}{\partial \theta_j} \right|^2 \right)^{\frac{1}{2}} \quad (4.2)$$

La courbe est sensible à tous les paramètres et toutes les sensibilités sont du même ordre de grandeur.  $r_0$ ,  $q$ ,  $b$  et  $h_3$  sont ceux qui affectent le plus la courbe d'indentation. Viennent ensuite les termes restants de la matrice d'interaction. Le rapport entre la norme du vecteur de sensibilité au paramètre  $b$  (le plus influent) et  $h_2$  (le moins influent) est d'environ 4,2.

La Figure 4.15a nous renseigne sur la colinéarité des vecteurs de sensibilité aux différents paramètres. Cette mesure est très importante puisque dans le cas où des vecteurs de sensibilité sont proportionnels, l'inversion du problème devient impossible. On s'aperçoit que les vecteurs de sensibilité associés aux couples  $(r_0, q)$ ,  $(b, h_3)$ ,  $(h_1, h_4)$  et  $(h_1, h_6)$  semblent être presque colinéaires. Cela laisse présager, à ce stade de l'analyse, les difficultés d'identification de ces paramètres à partir de la courbe d'indentation.

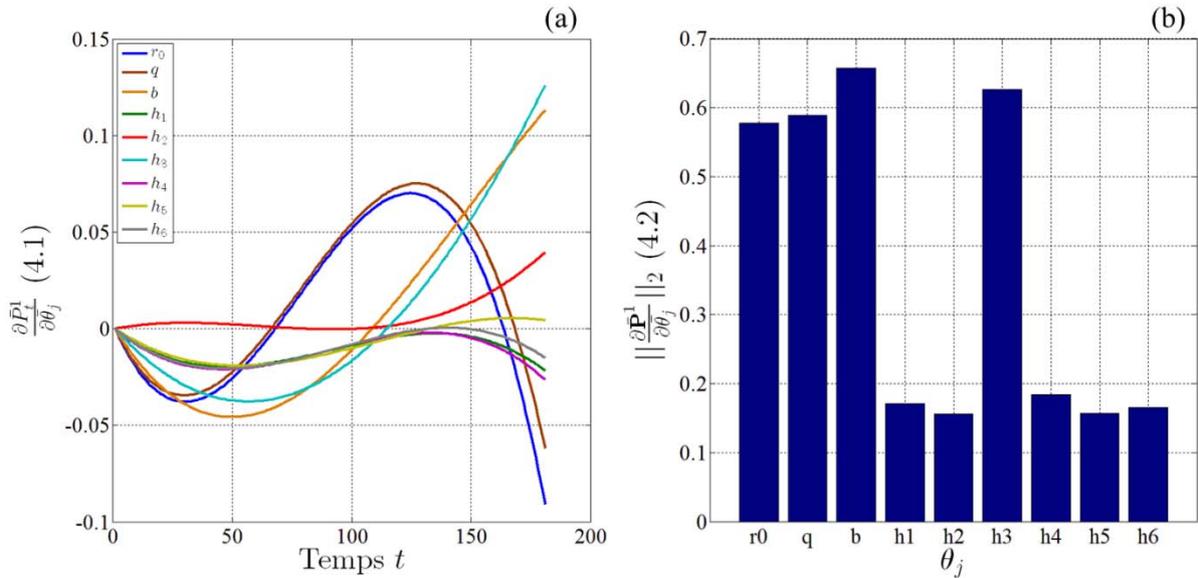


Figure 4.15 - (a) Vecteurs de sensibilité de la courbe d'indentation  $\bar{P}^1$  aux paramètres matériau  $\theta_j$ .  
(b) Norme euclidienne des vecteurs de sensibilité.

#### 4.2.2. Topographies résiduelles

On détermine la sensibilité du vecteur-réponses  $\mathbf{y}^r = \mathbf{Z}^1(XY_n) = \langle Z_n^1 \rangle$ , composé de la topographie résiduelle issue du modèle EF, aux paramètres  $\theta_j$ . Afin de faciliter la confrontation des données, tous les résultats de topographies, présentés initialement sous formes matricielles (matrices carrées 256x256), sont redéfinis sous formes vectorielles (vecteurs colonnes 65536x1) en suivant le schéma de la Figure 4.16. Chaque composante de la matrice définissant la topographie est incluse dans un vecteur en suivant le contour de celle-ci par incrémentation jusqu'en son centre. On note les points A, B et C, trois points particuliers de la topographie.

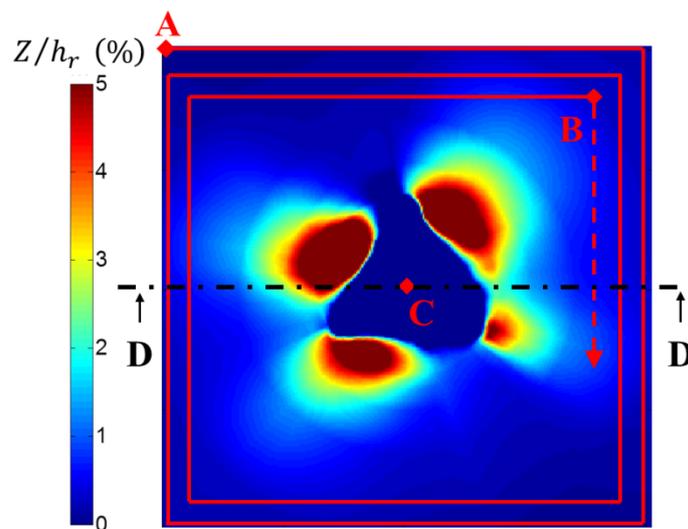


Figure 4.16 - Redéfinition vectorielle d'une topographie. Les composantes de la matrice sont incluses dans un vecteur en suivant son contour par incrémentation jusqu'en son centre (trajet rouge). A, B et C sont trois points particuliers de la topographie.

Pour l'étude de sensibilité, le vecteur-réponses est défini de sorte que le fond de l'empreinte soit le zéro de la topographie (Figure 4.17) :

$$\mathbf{y}^r = \mathbf{Z}^1(XY_n) = 1 + \frac{\mathbf{Z}(XY_n)}{h_r} \quad (4.3)$$

$\mathbf{Z}^1$  ainsi défini, attribue un poids maximal aux bourrelets pour le calcul de sensibilité. Cela permet également de limiter l'impact de la mauvaise définition du centre de l'empreinte sur le calcul de sensibilité.

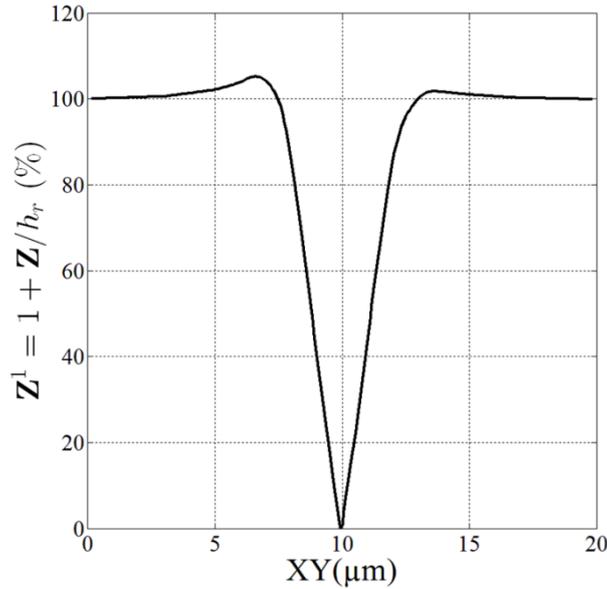


Figure 4.17 – Définition du vecteur-réponses  $\mathbf{Z}^1$  pour le calcul de sensibilité.  
Exemple sur le profil D-D de la Figure 4.16.

La topographie est enregistrée en  $N = 256 \times 256$  points  $n$ . Comme pour les courbes d'indentation, les topographies issues de la simulation nominale et des simulations où les termes  $\theta_j$  ont été perturbés, sont quasi-identiques (non montrées ici).

La confrontation des topographies perturbées à celle nominale permet de déterminer l'évolution des vecteurs de sensibilité d'après les équations (2.35) à (2.39) :

$$\frac{\partial \bar{Z}_n^1}{\partial \bar{\theta}_j} = \frac{sc_{\theta_j}}{sc_{Z_n^1}} \frac{\partial Z_n^1}{\partial \theta_j} = \frac{1}{\varepsilon \max(\mathbf{Z}^1) \sqrt{N}} [Z_n^1(\boldsymbol{\theta} + \varepsilon \theta_j \mathbf{e}_j) - Z_n^1(\boldsymbol{\theta})] \quad (4.4)$$

Les vecteurs de sensibilité de  $\mathbf{Z}^1$  aux paramètres  $\theta_j$  sont présentés en Figure 4.18a. La Figure 4.18b montre la norme euclidienne des vecteurs de sensibilité, définie par :

$$\left\| \frac{\partial \bar{\mathbf{Z}}^1}{\partial \bar{\boldsymbol{\theta}}_j} \right\|_2 = \left( \sum_{n=1}^N \left| \frac{\partial \bar{Z}_n^1}{\partial \bar{\theta}_j} \right|^2 \right)^{\frac{1}{2}} \quad (4.5)$$

Comme pour la courbe d'indentation, la topographie est sensible à tous les paramètres et  $r_0$ ,  $q$ ,  $b$  et  $h_3$  sont ceux qui l'affectent le plus. Viennent ensuite les termes de la matrice d'interaction restants. Le rapport entre la norme du vecteur de sensibilité au paramètre  $r_0$  (le plus influent) et  $h_2$  (le moins influent) est d'environ 8,4. On remarque de fortes perturbations sur tous les vecteurs de sensibilité à partir d'environ  $5 \cdot 10^4$  points de mesure. Les mesures collectées au-delà correspondent à la sensibilité au centre de l'empreinte et sont donc peu utilisables. D'ailleurs, les mesures expérimentales du centre de l'empreinte par AFM, non plus, ne sont pas vraiment exploitables. En effet, l'AFM étant utilisé en mode non-contact, le fond de l'empreinte ne peut pas être mesuré.

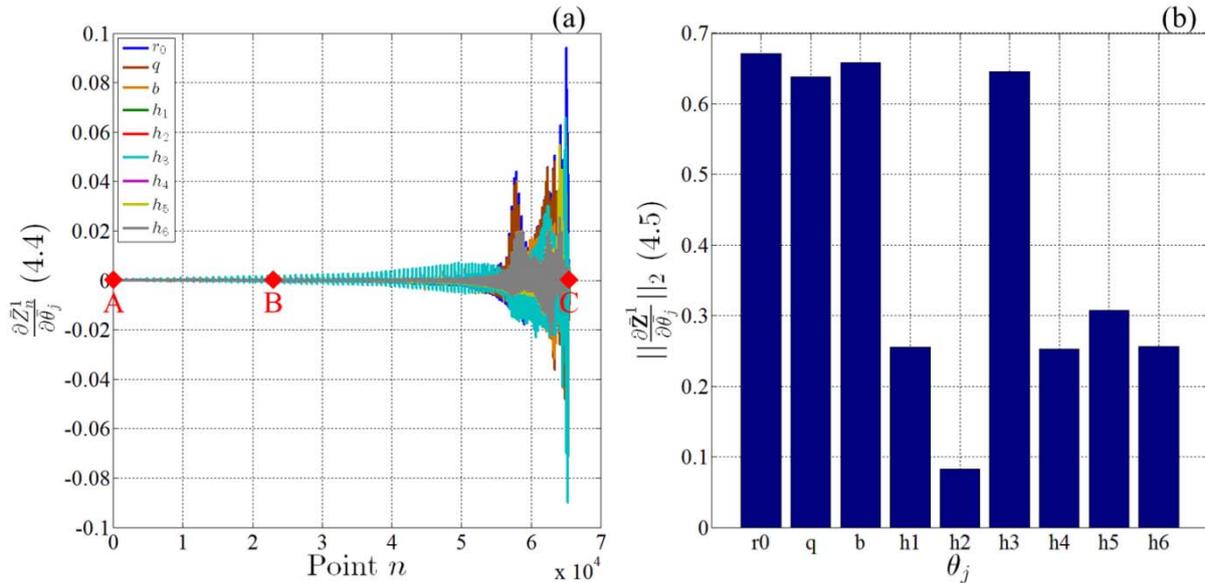


Figure 4.18 - (a) Vecteurs de sensibilité de la topographie  $\bar{Z}^1$  aux paramètres  $\bar{\theta}_j$ . (b) Norme euclidienne des vecteurs de sensibilité. Les points A, B et C sont définis en Figure 4.16.

L'impact de la troncature d'information au niveau des topographies sur la norme des vecteurs de sensibilité aux paramètres est alors examiné. La Figure 4.19 présente la norme des vecteurs de sensibilité des topographies aux paramètres  $\theta_j$  lorsque la topographie est entière ( $256 \times 256$  pxl<sup>2</sup>), lorsqu'elle est tronquée d'un carré de  $25 \times 25$  pxl<sup>2</sup> en son centre, de  $50 \times 50$  pxl<sup>2</sup>, de  $75 \times 75$  pxl<sup>2</sup>, de  $100 \times 100$  pxl<sup>2</sup>, de  $125 \times 125$  pxl<sup>2</sup> et de  $150 \times 150$  pxl<sup>2</sup>. La troncature est de forme carrée car plus facile à définir. Il serait intéressant d'observer les résultats avec une troncature triangulaire se superposant à l'empreinte de l'indenteur Berkovich. L'ordre d'influence des paramètres  $\theta_j$  sur la topographie est relativement identique quelle que soit la troncature opérée. Cependant, la norme des vecteurs de sensibilité en est très affectée. Elle diminue drastiquement jusqu'à une troncature atteignant la taille d'un carré de  $125 \times 125$  pxl<sup>2</sup>. Avec une telle troncature, le centre de l'empreinte est entièrement recouvert et la topographie comporte alors 50160 points de mesure, seuil à partir duquel on commence à apercevoir des perturbations sur les vecteurs de sensibilité. C'est le signe que la prise en compte du centre de l'empreinte sur les topographies affecte artificiellement la sensibilité des résultats aux paramètres. D'un autre côté, il faut donc faire attention à ne pas négliger trop d'informations pour ne pas être dans le bruit de mesure des topographies résiduelles.

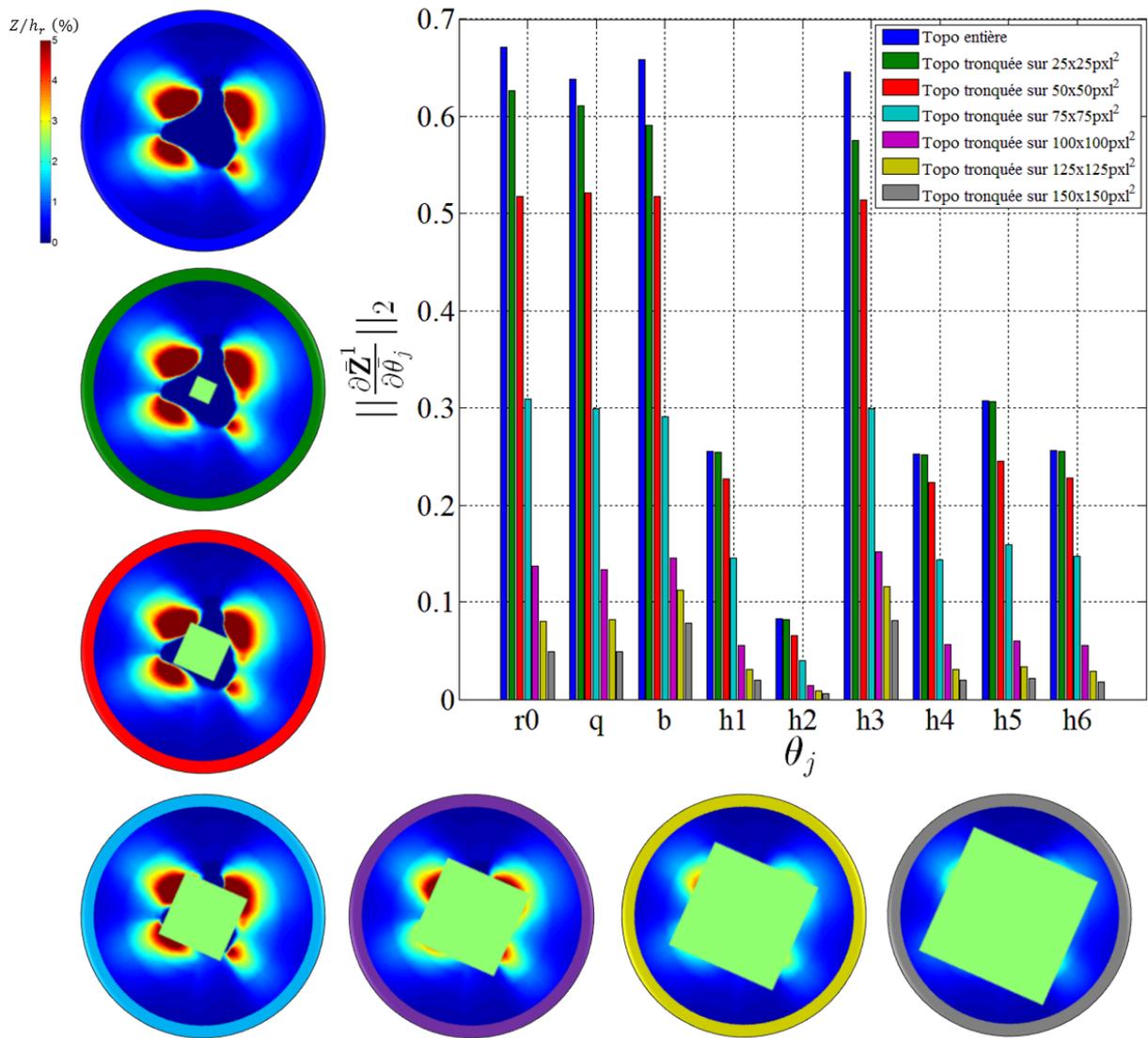


Figure 4.19 - Norme euclidienne des vecteurs de sensibilité de la topographie  $\bar{Z}^1$  aux paramètres  $\bar{\theta}_j$  lorsque la topographie est entière puis tronquée au centre de  $25 \times 25 \text{pxl}^2$ ,  $50 \times 50 \text{pxl}^2$ ,  $75 \times 75 \text{pxl}^2$ ,  $100 \times 100 \text{pxl}^2$ ,  $125 \times 125 \text{pxl}^2$  et  $150 \times 150 \text{pxl}^2$ .

On reporte en Figure 4.20 les résultats des vecteurs de sensibilité aux paramètres  $\theta_j$  de la topographie tronquée de  $125 \times 125 \text{pxl}^2$ . Le rapport entre la norme du vecteur de sensibilité au paramètre  $h_3$  (le plus influent) et  $h_2$  (le moins influent) est d'environ 12,9.

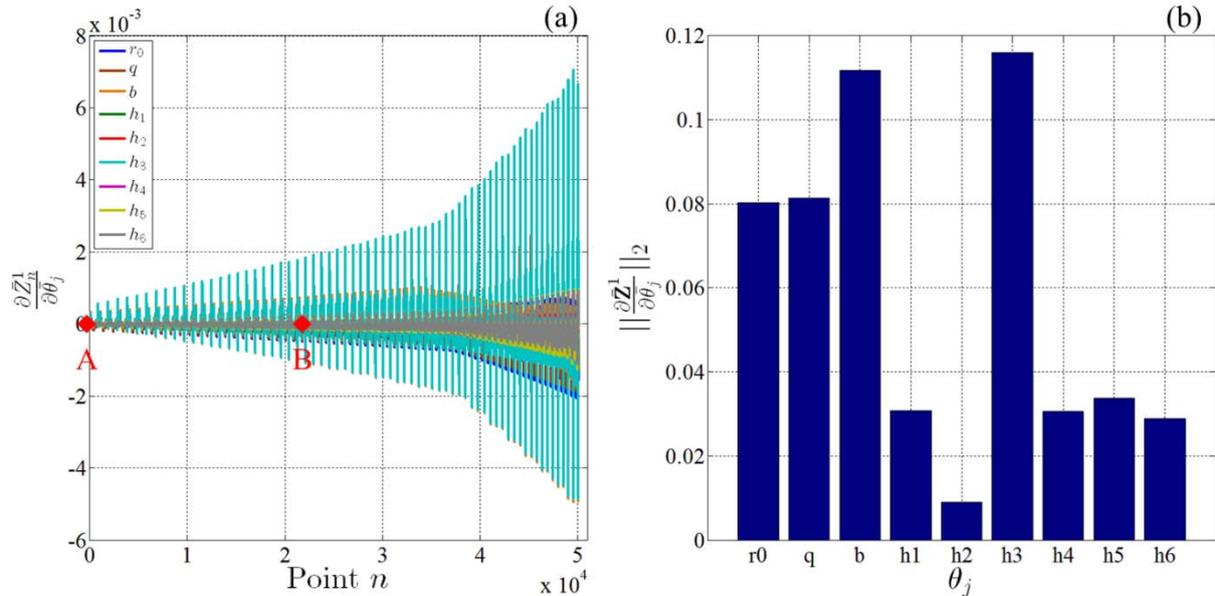


Figure 4.20 - (a) Vecteurs de sensibilité aux paramètres  $\bar{\theta}_j$  de la topographie  $\bar{Z}^1$  tronquée de  $125 \times 125$  pxl<sup>2</sup>. (b) Norme euclidienne des vecteurs de sensibilité. Les points A et B sont définis en Figure 4.16.

Ainsi, en tronquant de façon judicieuse les mesures à disposition, il est possible de s'affranchir des problèmes numériques mais aussi de diminuer le nombre de points de mesure et donc de diminuer le temps de traitement des données. L'influence du coefficient de frottement sur la topographie en bord d'empreinte peut également être négligée. On se rend compte que la moindre perturbation  $\varepsilon$  sur le vecteur-réponses issu du modèle EF peut se répercuter de façon non négligeable sur l'évaluation de sa sensibilité aux paramètres considérés. Quantité d'informations ne rime donc pas forcément avec qualité d'informations en calcul de sensibilité.

L'indice d'identifiabilité proposé au Chapitre 2.4 permet de quantifier l'identifiabilité d'un jeu de paramètres matériau à partir du calcul des vecteurs de sensibilité autour d'un jeu de paramètres. Il prend en compte les problèmes de la multi-colinéarité des vecteurs de sensibilité et le problème de différences des normes qui viennent d'être mises en avant.

### 4.3. Identifiabilité des paramètres

Dans la suite, on présente le calcul d'identifiabilité du vecteur-paramètres matériau  $\theta = \langle r_0, q, b, h_1, h_2, h_3, h_4, h_5, h_6 \rangle$  à partir de trois vecteur-réponses  $\mathbf{y}^r$  composés respectivement de :

- la courbe d'indentation seule  $\mathbf{P}^1$  ([101] sans rotation d'indenteur),
- la topographie résiduelle seule  $\mathbf{Z}^1$  ([101] sans rotation d'indenteur),
- la topographie résiduelle  $\mathbf{Z}^1$  et d'une seconde  $\mathbf{Z}^2$  ([100] sans rotation d'indenteur).

On rappelle que  $\mathbf{P}^1$  et  $\mathbf{Z}^1$  sont les résultats de simulation de l'essai de nanoindentation dans la direction [101], sans rotation de l'indenteur, sur le « matériau virtuel » (4) privilégiant le coefficient d'interaction  $h_3$ .  $\mathbf{Z}^2$  est la topographie numérique dans la direction [100], sans rotation de l'indenteur, sur le même « matériau virtuel » (4).

Ces trois types de données vont donner respectivement trois valeurs d'indices d'identifiabilité :  $I_{P^1}$ ,  $I_{Z^1}$  et  $I_{Z^1+Z^2}$ . On rappelle la formule de l'indice (2.47) et ses bornes indicatives en fonction du conditionnement du problème inverse (2.48) :

$$I(\boldsymbol{\theta}) = \log_{10} \left( \frac{\lambda_{\max}(\bar{\mathbf{H}})}{\lambda_{\min}(\bar{\mathbf{H}})} \right) \quad (4.6)$$

$$\begin{aligned} I(\boldsymbol{\theta}) > 3 &\Rightarrow \text{mauvais (non identifiable)} \\ 2 < I(\boldsymbol{\theta}) \leq 3 &\Rightarrow \text{modéré (difficilement identifiable)} \\ I(\boldsymbol{\theta}) \leq 2 &\Rightarrow \text{correct (potentiellement identifiable)} \end{aligned} \quad (4.7)$$

Pour chaque cas, l'opérateur  $\mathbf{H}$  sera détaillé.

### 4.3.1. Courbe d'indentation seule

On travaille tout d'abord sur l'identifiabilité de tous les paramètres  $\boldsymbol{\theta}$  à partir de la courbe d'indentation  $\mathbf{P}^1$  (introduite en 4.2.1), définissant le vecteur-réponses  $\mathbf{y}^r = \mathbf{P}^1(t)$ . Dans ce cas, d'après la définition de la sensibilité de  $\mathbf{P}^1$  aux paramètres  $\theta_j$  (4.1), les composantes de l'opérateur quasi-hessien  $\bar{\mathbf{H}}$  (2.42) s'écrivent :

$$\bar{H}_{ij} = \sum_{t=1}^T \frac{\partial \bar{P}_t^1}{\partial \theta_i} \frac{\partial \bar{P}_t^1}{\partial \theta_j} \quad (4.8)$$

L'indice d'identifiabilité  $I_{P^1}$  est alors calculé à partir de l'équation (4.6). Comme on peut s'y attendre, la valeur est très grande :  $> 6$ . L'identification de tous les paramètres  $\boldsymbol{\theta}$  à partir de la seule courbe d'indentation apparaît donc impossible.

Voyons ce que devient  $I_{P^1}$  lorsqu'on réduit le nombre de paramètres du vecteur  $\boldsymbol{\theta}$ . Le Tableau 4.2 récapitule l'identifiabilité de tous les couples de paramètres à partir de  $\mathbf{P}^1$ . Tout couple présentant une valeur d'indice  $\leq 2$  peut être a priori identifié à partir de  $\mathbf{P}^1$ . Ceci est vrai seulement si le comportement du matériau à identifier est très proche du « matériau virtuel » (4) étudié et que tous les autres paramètres matériau sont supposés connus. Pour les couples  $(b, h_3)$  et  $(h_1, h_4)$ , l'indice d'identifiabilité est  $> 2$ . Il peut donc être difficile d'extraire même deux paramètres à partir de cette seule courbe d'indentation  $\mathbf{P}^1$ . Ce résultat a été prédit d'après l'analyse des vecteurs de sensibilité (Figure 4.15a). Pour chacun de ces couples, les vecteurs de sensibilité par rapport aux deux paramètres sont quasi colinéaires.

| $I_{P^1}$ | $r_0$ | $q$ | $b$ | $h_1$ | $h_2$ | $h_3$ | $h_4$ | $h_5$ | $h_6$ |
|-----------|-------|-----|-----|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
| $r_0$     |       | 1,9 | 0,2 | 1,1   | 1,1   | 0,1   | 1,0   | 1,1   | 1,1   |
| $q$       |       |     | 0,3 | 1,1   | 1,2   | 0,2   | 1,0   | 1,1   | 1,1   |
| $b$       |       |     |     | 1,2   | 1,7   | 2,3   | 1,1   | 1,5   | 1,2   |
| $h_1$     |       |     |     |       | 0,5   | 1,1   | 2,9   | 1,0   | 2,0   |
| $h_2$     |       |     |     |       |       | 1,8   | 0,5   | 0,1   | 0,3   |
| $h_3$     |       |     |     |       |       |       | 1,1   | 1,4   | 1,2   |
| $h_4$     |       |     |     |       |       |       |       | 0,9   | 1,8   |
| $h_5$     |       |     |     |       |       |       |       |       | 1,3   |
| $h_6$     |       |     |     |       |       |       |       |       |       |

Tableau 4.2 - Calcul de l'identifiabilité  $I_{P^1}$  des couples de paramètres de plasticité à partir de la courbe d'indentation  $P_1$ .  $I_{P^1} \leq 2$  (vert),  $I_{P^1} > 2$  (orange).

Dans le cas où l'on suppose que les six coefficients ( $h_1, h_2, h_3, h_4, h_5, h_6$ ) de la matrice d'interaction sont connus, le calcul d'identifiabilité des paramètres d'écroutissage isotrope donne une valeur  $I_{P^1}(\langle r_0, q, b \rangle) = 2,3$ . L'identification de ces trois paramètres s'annonce donc difficile. Ces résultats vont dans le sens de ceux de la littérature. Pour une loi de type puissance avec trois paramètres  $\langle E, \sigma_y, n \rangle$ , les auteurs montrent qu'en général il est impossible d'obtenir une solution stable des deux paramètres d'écroutissage ( $\sigma_y, n$ ) à partir d'une courbe d'indentation conique (Capehart and Cheng, 2003; Tho *et al.*, 2004; Casals and Alcalá, 2005; Alkorta *et al.*, 2005; Charleux, 2006).

Dans le cas inverse, où l'on suppose que  $(r_0, q, b)$  sont connus, le calcul d'identifiabilité des six coefficients de la matrice d'interaction donne une valeur  $> 6$ . L'identification de la matrice d'interaction à partir de  $P^1$  est donc impossible.

#### 4.3.2. Topographie résiduelle seule

Par analogie avec le paragraphe précédent, l'identifiabilité de tous les paramètres est calculée à partir de la topographie  $Z^1$  tronquée de  $125 \times 125$  pxl<sup>2</sup> en son centre (introduite en 4.2.2), définissant le vecteur-observations  $\mathbf{y}^r = Z^1(XY_n)$ . Dans ce cas, d'après la définition de la sensibilité de  $Z^1$  aux paramètres  $\theta_j$  (4.4), les composantes de l'opérateur quasi-hessien  $\bar{H}$  s'écrivent :

$$\bar{H}_{ij} = \sum_{n=1}^N \frac{\partial \bar{Z}_n^1}{\partial \theta_i} \frac{\partial \bar{Z}_n^1}{\partial \theta_j} \quad (4.9)$$

L'indice d'identifiabilité  $I_{Z^1}$  est alors calculé à partir de l'équation (4.6). Son évolution en fonction du nombre de mesures  $n$  est donnée en Figure 4.21. La valeur finale de l'indice est 3,6. L'identification de tous les paramètres matériau à partir de la seule topographie est impossible. Cependant, elle contient plus d'informations que la courbe d'indentation  $P^1$  ( $I_{P^1} > 6$ ).

Dans le cas où l'on suppose que les six coefficients  $(h_1, h_2, h_3, h_4, h_5, h_6)$  de la matrice d'interaction sont connus, le calcul d'identifiabilité donne une valeur  $I_{Z^1}(\langle r_0, q, b \rangle) = 1,9$  (Figure 4.21). Cette valeur est meilleure que celle obtenue à partir de la courbe d'indentation  $\mathbf{P}^1$  (2,3). L'identification de ces trois paramètres à partir de la topographie tronquée semble donc envisageable.

Dans le cas inverse, où l'on suppose que  $(r_0, q, b)$  sont connus, le calcul d'identifiabilité des six coefficients de la matrice d'interaction donne une valeur  $I_{Z^1} = 3,2$  (Figure 4.21). L'identification de la matrice d'interaction à partir de cette seule topographie est donc impossible.

Dans les trois cas, la lecture des bourrelets affecte l'évolution de l'indice d'identifiabilité (changement de pente autour de  $4 \cdot 10^4$  mesures) et tend à le diminuer.

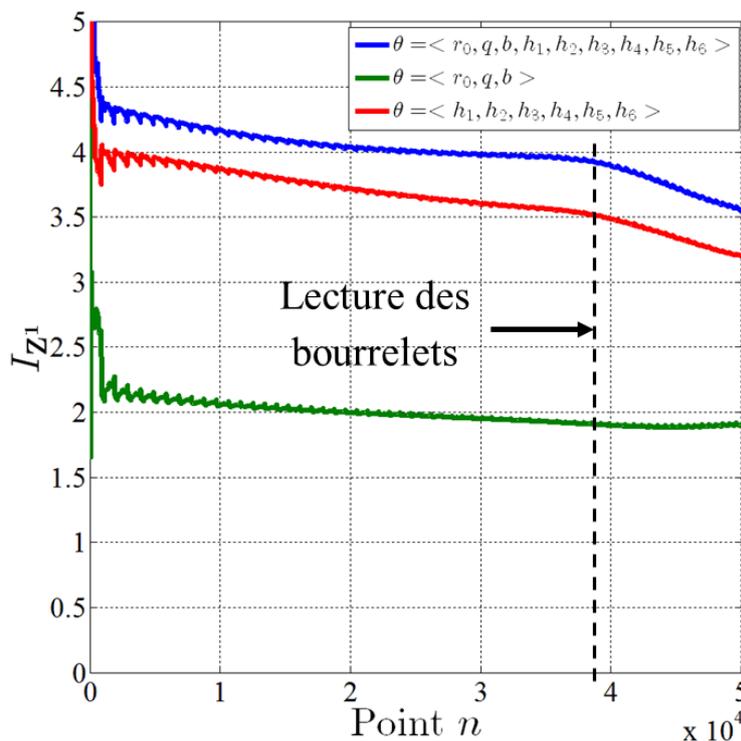


Figure 4.21 - Evolution de l'indice d'identifiabilité  $I_{Z^1}$  en fonction des mesures de la topographie  $Z^1$  : calcul d'identifiabilité de tous les paramètres (bleue), des paramètres d'érouissage isotrope  $\langle r_0, q, b \rangle$  (verte) et des coefficients  $\langle h_1, h_2, h_3, h_4, h_5, h_6 \rangle$  de la matrice d'interaction (rouge).

Comme dans le paragraphe précédent, nous observons ce que devient  $I_{Z^1}$  lorsqu'on calcule l'identifiabilité de tous les couples de paramètres à partir de la topographie  $Z^1$  (Tableau 4.3). On remarque que pour les couples  $(b, h_2)$ ,  $(b, h_3)$ ,  $(h_1, h_4)$ ,  $(h_1, h_6)$  et  $(h_2, h_3)$ , l'indice est  $> 2$ . L'extraction de deux paramètres peut aussi être difficile à partir de cette seule topographie  $Z^1$ .

| $I_{Z^1}$ | $r_0$ | $q$ | $b$ | $h_1$ | $h_2$ | $h_3$ | $h_4$ | $h_5$ | $h_6$ |
|-----------|-------|-----|-----|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
| $r_0$     |       | 1,8 | 0,3 | 0,95  | 1,9   | 0,4   | 1,0   | 0,9   | 1,0   |
| $q$       |       |     | 0,3 | 1,0   | 1,9   | 0,3   | 1,1   | 1,0   | 1,1   |
| $b$       |       |     |     | 1,2   | 2,2   | 2,4   | 1,2   | 1,1   | 1,3   |
| $h_1$     |       |     |     |       | 1,1   | 1,2   | 2,3   | 2,0   | 2,1   |
| $h_2$     |       |     |     |       |       | 2,2   | 1,1   | 1,2   | 1,0   |
| $h_3$     |       |     |     |       |       |       | 1,2   | 1,2   | 1,3   |
| $h_4$     |       |     |     |       |       |       |       | 1,9   | 2,0   |
| $h_5$     |       |     |     |       |       |       |       |       | 2,0   |
| $h_6$     |       |     |     |       |       |       |       |       |       |

Tableau 4.3 - Calcul de l'identifiabilité  $I_{Z^1}$  des couples de paramètres de plasticité à partir de la topographie  $Z^1$ .  
 $I_{Z^1} \leq 2$  (vert),  $I_{Z^1} > 2$  (orange).

### 4.3.3. Deux topographies résiduelles

Dans ce dernier paragraphe, on calcule l'identifiabilité des paramètres à partir de deux topographies  $Z^1$  et  $Z^2$  tronquées de  $125 \times 125 \text{ pxl}^2$  en son centre (Figures 4.22c-d), définissant le vecteur-réponses  $\mathbf{y}^r = \langle Z^1(XY_n), Z^2(XY_n) \rangle$ . On note les points  $A_1, B_1$  deux points particulier de la topographie  $Z^1$  et  $A_2, B_2$  deux points particulier de la topographie  $Z^2$ .

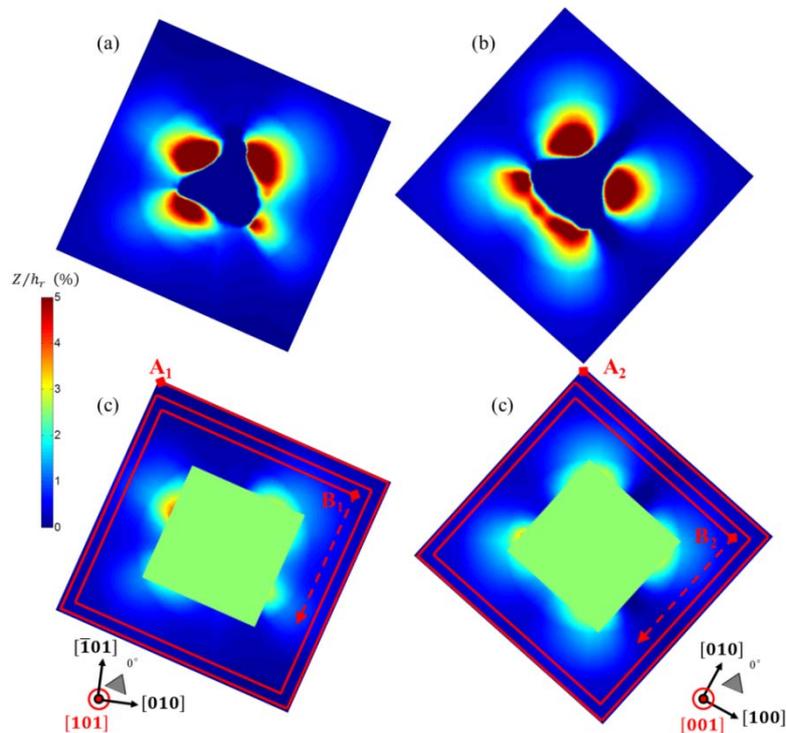


Figure 4.22 - Résultats numériques des topographies non perturbées  $Z_1$  : (a) sans troncature et (c) avec troncature de  $125 \times 125 \text{ pxl}^2$  en son centre ;  $Z_2$  : (b) sans troncature et (d) avec troncature de  $125 \times 125 \text{ pxl}^2$  en son centre.  $A_1, B_1, A_2$  et  $B_2$  sont quatre points particulier sur les topographies.

Les composantes de l'opérateur quasi-hessien  $\bar{H}$  (2.42) s'écrivent :

$$\bar{H}_{ij} = \sum_{n=1}^N \left( \frac{\partial \bar{Z}_n^1}{\partial \bar{\theta}_i} \frac{\partial \bar{Z}_n^1}{\partial \bar{\theta}_j} + \frac{\partial \bar{Z}_n^2}{\partial \bar{\theta}_i} \frac{\partial \bar{Z}_n^2}{\partial \bar{\theta}_j} \right) \quad (4.10)$$

Les vecteurs de sensibilité de  $\bar{\mathbf{y}}^r$  aux paramètres  $\bar{\theta}_j$  en fonction du nombre de mesures  $n$  sont présentés en Figure 4.23. La Figure 4.24 montre la norme euclidienne des vecteurs de sensibilité, définie par :

$$\left\| \frac{\partial \bar{\mathbf{y}}^r}{\partial \bar{\theta}_j} \right\|_2 = \left( \sum_{n=1}^N \left| \frac{\partial \bar{y}_n^r}{\partial \bar{\theta}_j} \right|^2 \right)^{\frac{1}{2}} \quad (4.11)$$

Sur la Figure 4.23 on peut seulement remarquer que la sensibilité de la topographie  $\mathbf{Z}^2$  à  $h_3$  est beaucoup plus faible que celle de la topographie  $\mathbf{Z}^1$ . En conséquence, la norme du vecteur de sensibilité diminue lorsque le vecteur-réponses prend en compte les deux topographies  $\mathbf{Z}^1$  et  $\mathbf{Z}^2$ . On peut en déduire la même chose pour les sensibilités des topographies aux autres paramètres comme représenté sur la Figure 4.24.

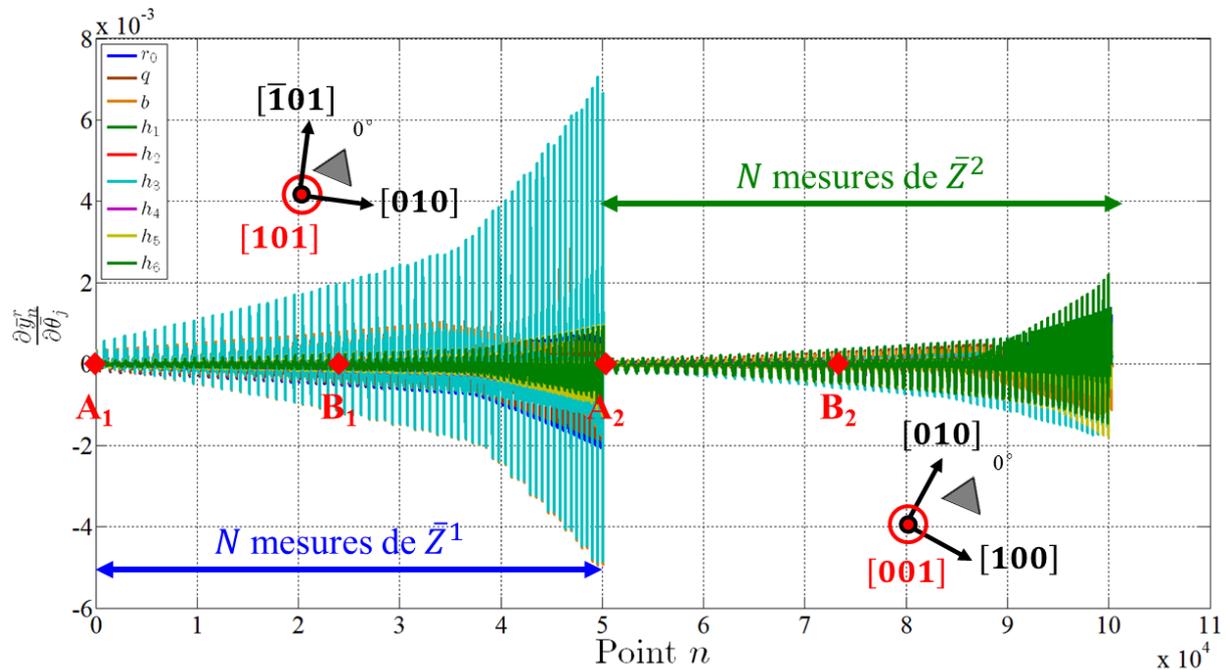


Figure 4.23 - Vecteurs de sensibilité aux paramètres  $\bar{\theta}_j$  des deux topographies  $\bar{\mathbf{Z}}^1$  et  $\bar{\mathbf{Z}}^2$  tronquées de  $125 \times 125$  pxl<sup>2</sup>. Les points  $A_1$ ,  $B_1$ ,  $A_2$  et  $B_2$  sont définis en Figure 4.22.

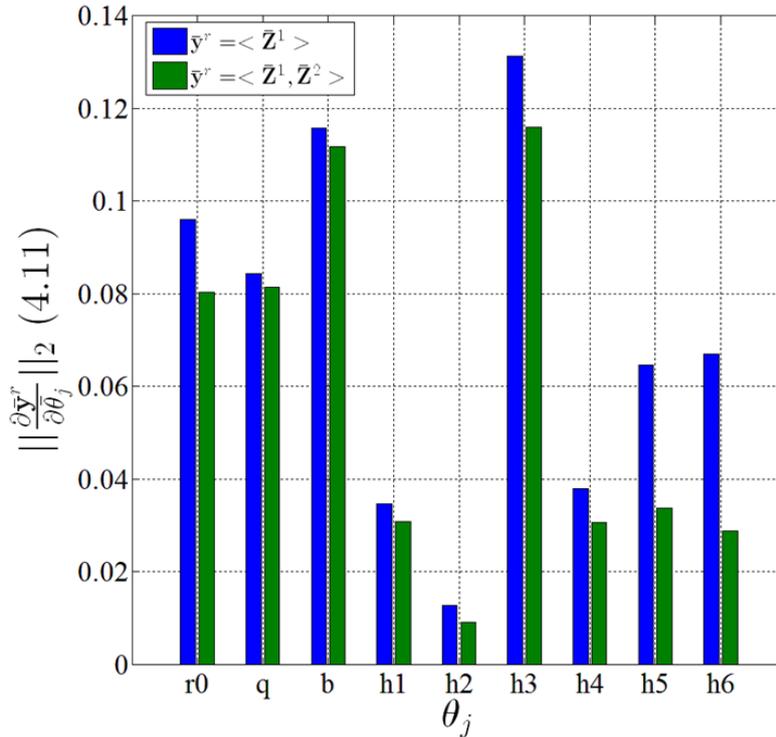


Figure 4.24 - Norme euclidienne des sensibilités du vecteur-réponses  $\bar{y}^r$  aux paramètres  $\bar{\theta}_j$  :  $\bar{y}^r = \langle \bar{Z}^1 \rangle$  (bleues) et  $\bar{y}^r = \langle \bar{Z}^1, \bar{Z}^2 \rangle$  (vertes).

L'indice d'identifiabilité  $I_{Z^1+Z^2}$  de tous les couples de paramètres est calculé à partir des deux topographies  $Z^1$  et  $Z^2$ . Dans le Tableau 4.4, les valeurs de  $I_{Z^1+Z^2}$  sont comparées à celles de l'indice  $I_{Z^1}$  (Tableau 4.3). On s'aperçoit que tous les couples de paramètres semblent être identifiables grâce à l'ajout des mesures de la topographie  $Z^2$ .

| $I_{Z^1} \backslash I_{Z^1+Z^2}$ | $r_0$ | $q$ | $b$ | $h_1$ | $h_2$ | $h_3$ | $h_4$ | $h_5$ | $h_6$ |
|----------------------------------|-------|-----|-----|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
| $r_0$                            |       | 1,8 | 0,3 | 1,0   | 1,9   | 0,4   | 1,0   | 0,9   | 1,0   |
| $q$                              | 0,9   |     | 0,3 | 1,0   | 1,9   | 0,3   | 1,1   | 1,0   | 1,1   |
| $b$                              | 0,2   | 0,3 |     | 1,2   | 2,2   | 2,4   | 1,2   | 1,1   | 1,3   |
| $h_1$                            | 1,0   | 0,9 | 1,1 |       | 1,1   | 1,2   | 2,3   | 2,0   | 2,1   |
| $h_2$                            | 1,8   | 1,6 | 1,9 | 0,9   |       | 2,2   | 1,1   | 1,2   | 1,0   |
| $h_3$                            | 0,3   | 0,4 | 1,1 | 1,2   | 2,0   |       | 1,2   | 1,2   | 1,3   |
| $h_4$                            | 0,9   | 0,9 | 1,0 | 1,0   | 1,0   | 1,1   |       | 1,9   | 2,0   |
| $h_5$                            | 0,7   | 0,3 | 0,5 | 0,7   | 1,4   | 0,9   | 0,7   |       | 2,0   |
| $h_6$                            | 0,7   | 0,3 | 0,5 | 0,7   | 1,4   | 0,8   | 0,7   | 1,1   |       |

Tableau 4.4 - Calcul de l'identifiabilité des couples de paramètres de plasticité :  $I_{Z^1}$  à partir de la topographie  $Z^1$  (bleue),  $I_{Z^1+Z^2}$  à partir des deux topographies  $Z^1$  et  $Z^2$  (vert).  $I \leq 2$  (vert),  $I > 2$  (orange).

Enfin, par analogie avec les paragraphes précédents, l'identifiabilité  $I_{Z^1+Z^2}$  est calculée dans les cas où le vecteur-paramètres  $\theta$  est défini par les jeux :  $\langle r_0, q, b, h_1, h_2, h_3, h_4, h_5, h_6 \rangle$ ,  $\langle r_0, q, b \rangle$  et  $\langle h_1, h_2, h_3, h_4, h_5, h_6 \rangle$  (Figure 4.25). Dans ces trois cas, les valeurs de l'indice d'identifiabilité sont réduites lorsque les deux topographies  $Z^1$  et  $Z^2$  sont prises en compte.

Lorsqu'on calcule l'identifiabilité de tous les paramètres  $\langle r_0, q, b, h_1, h_2, h_3, h_4, h_5, h_6 \rangle$ , la valeur finale de l'indice est 2,4 (Figure 4.25). Avec la seule topographie  $Z^1$ , l'indice était de 3,6.  $I_{Z^1+Z^2}$  indique que l'identification de tous les paramètres matériau n'est pas impossible, mais reste tout de même difficile à partir des deux topographies  $Z^1$  et  $Z^2$ .

Dans le cas où l'on suppose que les six coefficients  $(h_1, h_2, h_3, h_4, h_5, h_6)$  de la matrice d'interaction sont connus, le calcul d'identifiabilité donne une valeur  $I_{Z^1+Z^2}(\langle r_0, q, b \rangle) = 0,9$  (Figure 4.25). C'est une très bonne valeur d'indice qui assure l'identification des trois paramètres d'érouissage isotrope  $\langle r_0, q, b \rangle$  à partir des deux topographies  $Z^1$  et  $Z^2$  si le comportement du matériau étudié est très proche du « matériau virtuel » (4) et que l'on connaît  $(h_1, h_2, h_3, h_4, h_5, h_6)$ .

Dans le cas où l'on suppose que  $(r_0, q, b)$  sont connus, le calcul d'identifiabilité des six coefficients de la matrice d'interaction donne une valeur  $I_{Z^1+Z^2} = 2,2$  (Figure 4.25). L'identifiabilité de la matrice d'interaction est nettement améliorée avec la prise en compte de cette seconde topographie  $Z^2$  ( $I_{Z^1} = 3,2$ ).

Dans les trois cas, la lecture des bourrelets affecte l'évolution de l'indice d'identifiabilité (changements de pente autour de  $4 \cdot 10^4$  mesures et  $9 \cdot 10^4$ ) et tend à le diminuer. On constate, dans notre cas, que la prise en compte de cette deuxième topographie résiduelle améliore grandement la stabilité du problème inverse.

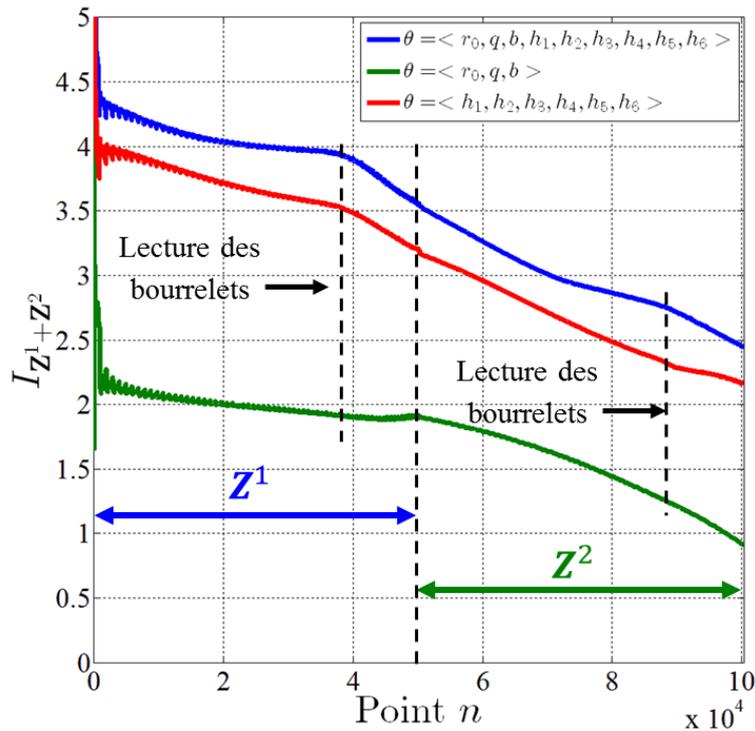


Figure 4.25 - Evolution de l'indice d'identifiabilité en fonction des mesures des deux topographies  $Z^1$  et  $Z^2$  : calcul d'identifiabilité de tous les paramètres (bleue), des paramètres d'écroutissage isotrope ( $r_0, q, b$ ) (verte) et des termes de la matrice d'interaction (rouge).

L'intérêt d'étudier la stabilité du problème en fonction du vecteur-réponses choisi en amont du processus d'identification à l'aide de l'indice d'identifiabilité proposé est alors complètement justifié. L'indice d'identifiabilité permet de guider les essais de nanoindentation à réaliser afin d'obtenir des données suffisamment riches qui permettront probablement d'identifier les paramètres associés à la loi de M-C, ou d'une partie ( $I_{Z^1+Z^2}(\langle h_1, h_2, h_3, h_4, h_5, h_6 \rangle) = 2,2$ ). Tout cela sous condition que le comportement du matériau d'étude soit proche de celui du « matériau virtuel » considéré.

#### 4.3.4. Récapitulatif des résultats d'identifiabilité

Le Tableau 4.5 récapitule les valeurs minimales et maximales de l'indice d'identifiabilité pour toutes les combinaisons possibles de paramètres de plasticité de la loi de M-C, dans les trois cas présentés précédemment.

Il est bien connu que la courbe d'indentation est très pauvre en informations pour l'identification paramétrique d'une loi matériau à l'échelle macroscopique (Cheng and Cheng, 1998a). De manière générale, les résultats présentés montrent que l'identification de plus de 2 paramètres de la loi de M-C est impossible et que pour certains couples, l'identification est difficile ( $I = 2,9$ ) (Tableau 4.5, 1<sup>ère</sup> colonne).

Les résultats d'identifiabilité à partir d'une topographie seule sont meilleurs. Ils indiquent que l'identification de plus de 6 paramètres n'est pas envisageable et qu'entre 4 et 6 paramètres, l'identification est au mieux difficile (Tableau 4.5, 2<sup>ème</sup> colonne). Hormis ceux mentionnés au Tableau 4.3, tous les couples sont identifiables à partir de la topographie  $Z^1$ . Ce résultat rejoint les conclusions

de Bolzon *et al.* (Bolzon *et al.*, 2011) en indentation élasto-plastique isotrope, à savoir que la topographie est une réponse plus riche d'information que la courbe d'indentation.

Dans notre cas, la prise en compte d'une seconde topographie  $Z^2$  assure l'identifiabilité de tous couples de paramètres de plasticité de la loi de M-C. Pour plus de 2 paramètres, l'identifiabilité est, au pire des cas, difficile. Certains jeux de 3, 4, 5, 6 et 7 paramètres sont identifiables (Tableau 4.5, 3<sup>ème</sup> colonne). L'indice d'identifiabilité est systématiquement  $> 2$  lorsque  $h_2$  et  $h_3$  font partie du jeu de paramètre étudié (non montré ici). C'est d'ailleurs le couple qui possède le plus mauvais indice d'identifiabilité  $I_{Z^1+Z^2}(\langle h_2, h_3 \rangle) = 2,0$ . D'après les résultats de dynamique des dislocations,  $h_2$  représente le pouvoir durcissant d'une interaction faible (interaction coplanaire). On peut supposer que ces interactions ont peu d'effet sur la topographie et qu'elles sont difficiles à mesurer. D'ailleurs, on remarque que le vecteur de sensibilité des réponses considérées au paramètre  $h_2$  possède toujours la norme la plus faible. A l'inverse, d'après l'analyse de sensibilité, le paramètre  $h_3$  affecte grandement ces réponses mais probablement proportionnellement à  $h_2$ . De plus, les normes des vecteurs de sensibilité à ces deux paramètres ne sont pas du même ordre de grandeur (leur rapport vaut environ 12,9) ce qui rend le couple  $(h_2, h_3)$  difficilement identifiable. Ceci n'est qu'une hypothèse. Il est aussi intéressant de remarquer que le fait de prendre en compte les deux topographies permet de poser aussi bien le problème d'identification des 9 paramètres que le problème d'identification du couple  $(b, h_3)$  avec la première topographie  $Z^1$  ( $I = 2,4$ ).

| Nombre de paramètres | $I_{P^1}$  | $I_{Z^1}$  | $I_{Z^1+Z^2}$ |
|----------------------|------------|------------|---------------|
| 2                    | [0,1; 2,9] | [0,3; 2,4] | [0,2; 2,0]    |
| 3                    | [1,1; 5,5] | [1,3; 3,1] | [0,5; 2,3]    |
| 4                    | > 6        | [2,1; 3,4] | [1,2; 2,3]    |
| 5                    | > 6        | [2,3; 3,5] | [1,4; 2,4]    |
| 6                    | > 6        | [2,7; 3,5] | [1,8; 2,4]    |
| 7                    | > 6        | [3,1; 3,5] | [1,9; 2,4]    |
| 8                    | > 6        | [3,3; 3,5] | [2,1; 2,4]    |
| 9                    | > 6        | 3,6        | 2,4           |

Tableau 4.5 – Récapitulatif des valeurs minimales et maximales d'identifiabilité pour toutes les combinaisons de paramètres de plasticité de la loi de M-C en tenant compte : d'une courbe d'indentation seule  $I_{P^1}$ , d'une topographie seule  $I_{Z^1}$  et de deux topographies  $I_{Z^1+Z^2}$ .  $I \leq 2$  (vert),  $2 < I \leq 3$  (orange) et  $I > 3$  (rouge).

#### 4.4. Conclusions

L'étude numérique montre que les topographies numériques sont très sensibles à la définition de la matrice d'interaction, mais aussi à l'orientation relative indenteur/grain. Une partie de ces analyses expérimentales et numériques ont fait l'objet d'un article dans *International Journal of Plasticity* (Renner *et al.*, 2016). Les courbes d'indentation issues de notre modèle EF de l'essai de nanoindentation sont également sensibles à la définition de la matrice d'interaction. Néanmoins, la loi

de M-C ne prenant pas en compte les effets d'échelle, il est risqué de tirer des conclusions concernant l'effet de la matrice d'interaction sur la courbe d'indentation.

L'identifiabilité des paramètres de plasticité de la loi de M-C est étudiée autour de la définition du « matériau virtuel » (4). La matrice d'interaction associée à ce matériau est pleine et privilégie fortement le terme latent  $h_3$ . Les vecteurs de sensibilité sont tout d'abord calculés dans les cas où le vecteur-observations est composé d'une courbe d'indentation seule  $\mathbf{P}^1$ , issue de la simulation de l'essai de nanoindentation dans la direction [101] sans rotation de l'indenteur. Les calculs de sensibilité sont renouvelés en tenant compte d'une topographie seule  $\mathbf{Z}^1$ , issue de la même simulation, puis en ajoutant une seconde topographie  $\mathbf{Z}^2$ , simulée dans la direction [100] sans rotation de l'indenteur. L'indice d'identifiabilité est calculé dans ces trois cas. Les résultats montrent que l'identification de plus de 3 paramètres est impossible à partir de la courbe d'indentation seule  $\mathbf{P}^1$ . Avec la première topographie  $\mathbf{Z}^1$ , les valeurs d'indice diminuent nettement, quel que soit le jeu de paramètres considérés. Cela atteste de la plus grande richesse en information de la topographie. La prise en compte des deux topographies  $\mathbf{Z}^1$  et  $\mathbf{Z}^2$  améliore d'autant plus les résultats. La plupart des jeux de paramètres sont identifiables à partir de ces deux réponses, sitôt que les paramètres  $h_2$  et  $h_3$  sont omis de l'analyse. Même si les calculs indiquent que ça peut être difficile, l'identification de tous les paramètres de plasticité de la loi de M-C n'est pas impossible (Tableau 4.5). Ceci reste vrai dans le cas où le comportement du matériau étudié est très proche du « matériau virtuel » (4).



# Conclusions et perspectives

Des travaux comme ceux de Gérard *et al.* (Gérard, 2008; Gérard *et al.*, 2009) et Guery (Guery, 2014), abordent le problème de l'identification de lois de plasticité monocristalline par recalage de modèles éléments finis à partir de données expérimentales obtenues à l'échelle du polycristal. L'identification des paramètres matériau associés à la loi de Méric-Cailletaud passe alors obligatoirement par une étape d'homogénéisation pour tenir compte de la transition d'échelle du monocristal vers le polycristal. L'objectif de ce travail est de développer une méthode inverse permettant d'étudier l'identifiabilité des paramètres de la loi de M-C, en particulier des termes de la matrice d'interaction, directement à l'échelle du grain à partir des topographies d'empreinte de nanoindentation Berkovich. On présente ici les contributions apportées par cette thèse.

La première contribution est d'ordre expérimental. Des essais de nanoindentation et des mesures AFM ont permis d'étudier le comportement de trois échantillons de nickel polycristallins CFC, directement à l'échelle du grain. L'analyse rigoureuse et systématique des résultats de topographies rend compte de leur sensibilité à l'orientation relative indenteur Berkovich/grain et au taux d'écrouissage du matériau testé en termes de distributions et dimensions de bourrelets autour des empreintes. Le Tableau 5.1 répertorie l'importante campagne expérimentale menée. On y retrouve tous les essais de nanoindentation réalisés et les mesures AFM en fonction de l'échantillon testé, de la force maximale  $P_m$  appliquée, de l'orientation cristallographique visée et de l'orientation d'indenteur dans la direction d'indentation. Sachant que dans chaque configuration d'indentation, deux ou trois indentations ont été effectuées afin de s'assurer de la répétabilité des résultats, ce sont plus de 150 essais de nanoindentation et 80 mesures AFM qui ont été réalisés et traités. C'est une bibliothèque expérimentale très riche qui doit être analysée si l'ambition est d'identifier les paramètres de lois de plasticité monocristalline.

| Echantillon       | $P_m$ (mN) | Orientation cristallographique | Orientation d'indenteur                    |
|-------------------|------------|--------------------------------|--|
| Ni électro-déposé | 90         |                                | 0°, 64°, 94°                               |
|                   | 31         |                                | 0°   |
| <u>Ni recuit</u>  | 30         | <u>[100]</u>                   | <u>0°</u> , 8°, 26°, 56°, 62°, 91°, 93°    |
|                   |            | <u>[101]</u>                   | <u>0°</u> , 6°, 30°, <u>34°</u> , 62°, 89° |
|                   |            | <u>[111]</u>                   | <u>0°</u> , 30°, 61°, 91°                  |
|                   |            | [312]                          | 0°, 2°, 29°, 61°, 90°                      |
|                   | 11         | [100]                          | 0°, 56°                                    |
|                   |            | [312]                          | 0°   |
|                   | 5,2        | [100]                          | 0°   |
|                   |            | [312]                          | 0°   |
| 0,9               | [100]      | 0°                             |  |
|                   | [312]      | 0°                             |  |
| <u>Ni écroui</u>  | 50         | <u>[100]</u>                   | 0°, <u>27°</u> , 89°                       |
|                   |            | [101]                          | 0°, 27°, 106°                              |
|                   |            | [111]                          | 0°, 27°, 89°                               |
|                   | 15         | [100]                          | 0°, 62°                                    |
|                   |            | [111]                          | 0°, 106°                                   |
|                   | 6,3        | [100]                          | 0°   |
|                   |            | [111]                          | 0°   |
|                   | 0,9        | [100]                          | 0°   |
| [111]             |            | 0°                             |  |

Tableau 5.1 - Tableau exhaustif des conditions expérimentales des essais de nanoindentation réalisés et des mesures AFM sur les trois échantillons de nickel polycristallins testés. Les simulations présentées ont été réalisées dans les conditions proches de celles soulignées.

La deuxième contribution est d'ordre numérique. Un modèle 3D EF de l'essai de nanoindentation Berkovich a été construit sous le code ZéBuLon. Il permet de simuler cet essai sur des matériaux massifs dont le comportement est régi par la loi de M-C en grande transformation. Au travers des topographies résiduelles numériques de sept « matériaux virtuels », ayant une réponse polycristalline assez proche en traction monotone, il a été mis en évidence que les termes  $h_i$  de la matrice d'interaction pilotaient la distribution et les dimensions des bourrelets. Les topographies sont de plus en bon accord avec les mesures expérimentales pour certains « matériaux virtuels ». Les résultats d'une étude de sensibilité de la topographie résiduelle aux termes de la matrice d'interaction confortent l'idée que la topographie résiduelle est une « empreinte digitale du processus de déformation du cristal » (Zambaldi and Raabe, 2010). L'exploitation des topographies résiduelles présentant différentes orientations relatives indenteur/grain, apparaît donc comme une évidence pour l'identification des paramètres de plasticité monocristalline par méthode inverse. Mais, le temps de calcul s'avère être une contrainte très forte. Après l'optimisation du modèle EF, une simulation de

l'essai de nanoindentation sur un massif monocristallin s'achève en moyenne en 4 jours sur le cluster local du Département Mécanique Appliquée. A la clé : une seule courbe d'indentation et une seule topographie résiduelle. Cette contrainte nous pousse à étudier l'identifiabilité des paramètres du modèle de M-C à partir des données considérées en amont de toute étape de recalage. Pour exemple : le recalage des 9 paramètres plastiques de la loi de M-C, à partir de 3 topographies résiduelles numériques, demande  $4 \times 3 \times 9 = 108$  jours de calcul pour réaliser une itération d'un recalage de type quasi-Newton. Il suffit donc de 4 itérations de cet algorithme pour atteindre 1 an de calcul sur le cluster local.

La troisième contribution porte sur l'élaboration de la méthode d'identifiabilité des paramètres à partir d'une base de données. L'objectif est de mieux poser le problème d'identification paramétrique et de s'assurer que le « recalage » ultérieur permettra « l'identification ». Pour cela, l'analyse de l'identifiabilité des paramètres matériau associés à la loi de M-C est menée à partir des courbes d'indentation et des topographies. Dans le but d'aboutir à un recalage de modèle EF dont le résultat est stable, un indice d'identifiabilité est proposé. Il permet de quantifier le caractère plus ou moins bien posé du problème inverse. Il rend bien compte du fait que la courbe d'indentation n'est pas la bonne information à considérer en nanoindentation pour espérer identifier ces paramètres matériau. On montre ainsi que l'identification, même de deux paramètres, à partir de la courbe d'indentation peut être très difficile, voire impossible ( $I = 2,9$ ). En comparaison, il est démontré que les topographies résiduelles sont beaucoup plus riches. Le calcul d'identifiabilité de tous les paramètres plastiques de la loi de M-C, à partir de deux topographies résiduelles numériques  $Z^1$  et  $Z^2$ , respectivement orientées suivant [101] et [100] sans rotation d'indenteur (4.3.2), donne une valeur d'indice de 2,4. Cette valeur d'indice laisse présager des difficultés pour le recalage mais indique une certaine richesse de ces deux topographies et encourage à trouver d'autres topographies complémentaires afin d'atteindre un indice d'identifiabilité  $\leq 2$ .

Comme le montre la grande quantité d'études sur la plasticité monocristalline ces dernières années, le sujet est loin d'être épuisé et de nombreuses perspectives se dessinent.

D'un point de vue expérimental, il est toujours possible d'enrichir la base de données avec de nouveaux essais de nanoindentation et mesures AFM dans d'autres orientations cristallographiques, avec différents indenteurs et d'autres états d'érouissage du matériau.

Concernant la modélisation EF de l'essai de nanoindentation, il serait intéressant d'optimiser le contact entre l'indenteur et le massif, notamment au niveau de la singularité que présente la pointe de l'indenteur. La prise en compte du rayon de courbure de la pointe de l'indenteur Berkovich semble très importante. De nombreux travaux rapportent l'impact non négligeable du rayon de courbure de l'indenteur sur les résultats numériques d'indentation. Ensuite, un maillage plus fin de la zone indentée permettrait peut-être de reproduire plus fidèlement la déformation résiduelle au centre de l'empreinte. Enfin, il serait également important de considérer un indenteur déformable.

Compléter la loi de M-C en y intégrant une longueur interne, afin de considérer les effets d'échelles, semble primordial. D'une part, les courbes d'indentation seraient plus représentatives de la réalité expérimentale, il serait alors envisageable de les intégrer dans la procédure d'identification.

D'autre part, les topographies résiduelles pourraient être considérées à faible profondeur d'indentation. Ces réponses enrichiraient la base de données, augmentant d'autant plus les chances de réussite de l'identification.

La conclusion du dernier chapitre laisse à penser qu'une troisième topographie  $Z^3$  pourrait apporter un complément d'information suffisant, aux deux autres topographies ( $Z^1$  et  $Z^2$ ), pour permettre l'identification de tous les paramètres de la loi de M-C (tel que  $I_{Z^1+Z^2+Z^3} \leq 2$ ). La recherche de topographies complémentaires peut passer par le criblage par discrétisation de l'espace des orientations relatives indenteur/grain, et ne pas se limiter aux trois directions d'étude [100], [101] et [111]. A l'image des travaux de Zambaldi *et al.* (Zambaldi and Raabe, 2010), une cartographie des orientations les plus porteuses d'information pour l'étude de l'identifiabilité paramétrique pourrait être réalisée (Figure 5.1).

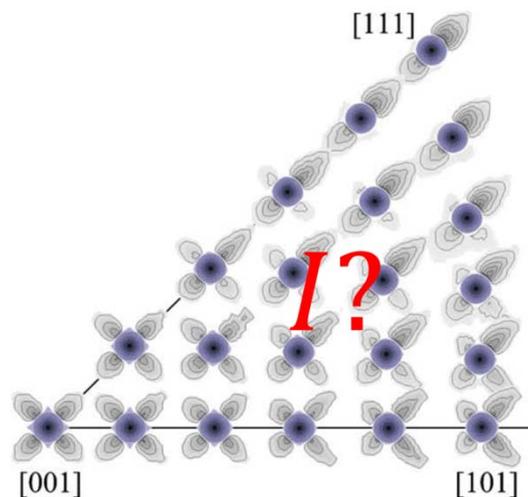


Figure 5.1 – Criblage de l'espace des orientations relatives indenteur/grain pour le calcul de l'indice d'identifiabilité à partir d'une topographie, à l'image des travaux de Zambaldi *et al.* (Zambaldi and Raabe, 2010).

L'étude d'identifiabilité paramétrique est entièrement réalisée autour de la définition d'un seul « matériau virtuel » (4), qui privilégie les verrous de Hirth ( $h_3$ ) pendant la déformation plastique. L'analyse doit être étendue à tous les autres « matériaux virtuels ». D'après les travaux de dynamique des dislocations, les interactions colinéaires ( $h_4$ ) ont le pouvoir durcissant le plus important (voir équation (1.7)). Il serait donc intéressant de faire une étude d'identifiabilité autour de la définition du « matériau virtuel » (5), qui favorise ce type d'interaction. Enfin, il faudrait approfondir les analyses numériques sur le matériau écroui et étudier l'impact de l'état d'écrouissage sur les résultats d'identifiabilité. Les résultats expérimentaux montrent qualitativement que les topographies résiduelles sont beaucoup moins sensibles à l'orientation relative indenteur/grain que celles réalisées sur le matériau recuit (Chapitre 3.3.3). Pour autant, sont-elles aussi dépourvues d'informations exploitables pour l'identification paramétrique ? Seule une étude d'identifiabilité peut y répondre.

# Bibliographie

- Alcalá, J., Casals, O., Očenášek, J., 2008. Micromechanics of pyramidal indentation in fcc metals: Single crystal plasticity finite element analysis. *J. Mech. Phys. Solids* 56, 3277–3303.
- Alkorta, J., Martínez-Esnaola, J.M., Sevillano, J.G., 2005. Absence of one-to-one correspondence between elastoplastic properties and sharp-indentation load–penetration data. *J. Mater. Res.* 20, 432–437.
- Allen, S., Thomas, E.L., 1999. *The Structure of Materials*. Wiley.
- Armstrong, R.W., Wu, C.C., 1978. Lattice misorientation and displaced volume for microhardness indentations in MgO crystals. *J. Am. Ceram. Soc.* 61, 102–106.
- Asaro, R.J., Needleman, A., 1985. Texture development and strain hardening in rate dependent polycrystals. *Acta Met.* 33, 923–953.
- Atkins, A.G., Tabor, D., 1965. Plastic indentation in metals with cones. *J. Mech. Phys. Solids* 13, 149–164.
- Bassani, J.L., Wu, T.-Y., 1991. Latent Hardening in Single Crystals II. Analytical Characterization and Predictions. *Proc. R. Soc. Math. Phys. Eng. Sci.* 435, 21–41.
- Bauschinger, J., 1881. Changes of the elastic limit and the modulus of elasticity on various metals. *Zivilingenieur* 27, 289–348.
- Bergsman, E.B., 1954. Problems of Hardness Testing of Thin Sheet Metals. *Sheet Met. Ind.* 31, 5–14.
- Berkovich, E.S., 1950. Three-faceted diamond pyramid for studying microhardness by indentation. *Zavod. Lab.* 13, 345–347.
- Berveiller, M., Zaoui, A., 1978. An extension of the self-consistent scheme to plastically-flowing polycrystals. *J. Mech. Phys. Solids* 26, 325–344.
- Bhattacharya, A.K., Nix, W.D., 1988. Finite element simulation of indentation experiments. *Int. J. Solids Struct.* 24, 881–891.
- Binnig, G., Quate, C.F., Gerber, C., 1986. Atomic force microscope. *Phys. Rev. Lett.* 56, 930.
- Bishop, J.F.W., Hill, R., 1951a. CXXVIII. A theoretical derivation of the plastic properties of a polycrystalline face-centred metal. *Lond. Edinb. Dublin Philos. Mag. J. Sci.* 42, 1298–1307.
- Bishop, J.F.W., Hill, R., 1951b. XLVI. A theory of the plastic distortion of a polycrystalline aggregate under combined stresses. *Lond. Edinb. Dublin Philos. Mag. J. Sci.* 42, 414–427.
- Bocciarelli, M., Bolzon, G., 2009. Indentation and imprint mapping for the identification of interface properties in film-substrate systems. *Int. J. Fract.* 155, 1–17.
- Bocciarelli, M., Bolzon, G., Maier, G., 2008. A constitutive model of metal–ceramic functionally graded material behavior: Formulation and parameter identification. *Comput. Mater. Sci.* 43, 16–26.
- Bocciarelli, M., Bolzon, G., Maier, G., 2005. Parameter identification in anisotropic elastoplasticity by indentation and imprint mapping. *Mech. Mater.* 37, 855–868.

- Bolshakov, A., Oliver, W.C., Pharr, G.M., 1996. Influences of stress on the measurement of mechanical properties using nanoindentation: Part II. Finite element simulations. *J. Mater. Res.* 11, 760–768.
- Bolzon, G., Bocciarelli, M., Chiarullo, E.J., 2009. Mechanical characterization of materials by micro-indentation and AFM scanning, in: *Applied Scanning Probe Methods XII*. Springer, pp. 85–120.
- Bolzon, G., Buljak, V., Maier, G., Miller, B., 2011. Assessment of elastic–plastic material parameters comparatively by three procedures based on indentation test and inverse analysis. *Inverse Probl. Sci. Eng.* 19, 815–837.
- Bolzon, G., Maier, G., Panico, M., 2004. Material model calibration by indentation, imprint mapping and inverse analysis. *Int. J. Solids Struct.* 41, 2957–2975.
- Bolzon, G., Molinas, B., Talassi, M., 2012. Mechanical Characterisation of Metals by Indentation Tests: An Experimental Verification Study for On-site Applications: *Strain* 48, 517–527.
- Bourcier, R.J., Stone, C.M., Yost, F.G., 1985. Numerical and experimental study of the indentation hardness test. Sandia National Labs., Albuquerque, NM (USA).
- Bucaille, J.L., Stauss, S., Felder, E., Michler, J., 2003. Determination of plastic properties of metals by instrumented indentation using different sharp indenters. *Acta Mater.* 51, 1663–1678.
- Budiansky, B., WU, T.T., 1961. Theoretical prediction of plastic strains of polycrystals. DTIC Document.
- Buljak, V., Bocciarelli, M., Maier, G., 2014. Mechanical characterization of anisotropic elasto-plastic materials by indentation curves only. *Meccanica* 49, 1587–1599.
- Bulychev, S.I., Alekhin, V.P., Shorshorov, M.H., Ternovskii, A.P., Shnyrev, G.D., 1975. Determining Young's modulus from the indenter penetration diagram. *Ind Lab* 41, 1409–1412.
- Burlet, H., Cailletaud, G., 1991. Zebulon a finite element code for non-linear material behaviour, in: *European Conf. on New Advances in Computational Structure Mechanics*, Giens, France.
- Cailletaud, G., 1987. Une approche micromécanique phénoménologique du comportement inélastique des métaux. Université Pierre et Marie Curie, Paris 6.
- Cailletaud, G., Pilvin, P., 1994. Identification and inverse problems related to material behaviour. *Inverse Probl. Eng. Mech.* 79–86.
- Cao, Y., 2004. Depth-sensing instrumented indentation with dual sharp indenters: stability analysis and corresponding regularization schemes. *Acta Mater.* 52, 1143–1153.
- Capehart, T.W., Cheng, Y.T., 2003. Determining constitutive models from conical indentation: Sensitivity analysis. *J. Mater. Res.* 18, 827–832.
- Casals, O., Alcalá, J., 2005. The duality in mechanical property extractions from Vickers and Berkovich instrumented indentation experiments. *Acta Mater.* 53, 3545–3561.
- Casals, O., Forest, S., 2009. Finite element crystal plasticity analysis of spherical indentation in bulk single crystals and coatings. *Comput. Mater. Sci.* 45, 774–782.
- Casals, O., Očenášek, J., Alcalá, J., 2007. Crystal plasticity finite element simulations of pyramidal indentation in copper single crystals. *Acta Mater.* 55, 55–68.
- Chang, H.-J., Fivel, M., Rodney, D., Verdier, M., 2010. Multiscale modelling of indentation in FCC metals: From atomic to continuum. *Comptes Rendus Phys.* 11, 285–292.
- Charleux, L., 2006. *Micromécanique de l'essai d'indentation: expériences et simulations*. Grenoble, INPG.
- Chaudhri, M.M., 2000. Strain hardening around spherical indentations. *Phys. Status Solidi A* 182, 641–652.
- Chaudhri, M.M., 1996. Subsurface plastic strain distribution around spherical indentations in metals.

- Philos. Mag. A 74, 1213–1224.
- Chaudhri, M.M., Winter, M., 1988. The load-bearing area of a hardness indentation. *J. Phys. Appl. Phys.* 21, 370.
- Cheng, Y.-T., Cheng, C.-M., 2004. Scaling, dimensional analysis, and indentation measurements. *Mater. Sci. Eng. R Rep.* 44, 91–149.
- Cheng, Y.-T., Cheng, C.-M., 1999a. Can stress–strain relationships be obtained from indentation curves using conical and pyramidal indenters? *J. Mater. Res.* 14, 3493–3496.
- Cheng, Y.-T., Cheng, C.-M., 1999b. Scaling relationships in conical indentation of elastic-perfectly plastic solids. *Int. J. Solids Struct.* 36, 1231–1243.
- Cheng, Y.-T., Cheng, C.-M., 1998a. Analysis of indentation loading curves obtained using conical indenters. *Philos. Mag. Lett.* 77, 39–47.
- Cheng, Y.-T., Cheng, C.-M., 1998b. Scaling approach to conical indentation in elastic-plastic solids with work hardening. *J. Appl. Phys.* 84, 1284.
- Chollacoop, N., Dao, M., Suresh, S., 2003. Depth-sensing instrumented indentation with dual sharp indenters. *Acta Mater.* 51, 3713–3729.
- Collin, J.-M., Mauvoisin, G., Pilvin, P., 2010. Materials characterization by instrumented indentation using two different approaches. *Mater. Des.* 31, 636–640.
- Collin, J.-M., Mauvoisin, G., Pilvin, P., El Abdi, R., 2007. Identification des paramètres d'une loi de comportement élastoplastique par indentation continue sphérique. 18ème Congrès Fr. Mécanique Grenoble 2007.
- Constantinescu, A., Tardieu, N., 2001. On the identification of elastoviscoplastic constitutive laws from indentation tests. *Inverse Probl. Eng.* 9, 19–44.
- Crow, T.B., Hinsley, J.F., 1946. Some Anomalies and Some Refinements in the Diamond Pyramid Hardness Testing of Heavily Cold-Rolled Strip. *J. Inst. Met.* 72, 461–.
- Daniels, F.W., Dunn, C.G., 1949. The effect of orientation on Knoop hardness of single crystals of zinc and silicon ferrite. *Trans Am Soc Met.* 41, 419–442.
- Dao, M., Chollacoop, N., Van Vliet, K.J., Venkatesh, T.A., Suresh, S., 2001. Computational modeling of the forward and reverse problems in instrumented sharp indentation. *Acta Mater.* 49, 3899–3918.
- Delaire, F., Raphanel, J.L., Rey, C., 2000. Plastic heterogeneities of a copper polycrystal deformed in uniaxial tension: experimental study and finite element simulations. *Acta Mater.* 48, 1075–1087.
- Delobelle, P., Dali, S., Richard, F., 2011. Interprétation du module d'indentation dans le cas des matériaux anisotropes et/ou actifs. *Matér. Tech.* 99, 185–196.
- Delobelle, P., Richard, F., Qasmi, M., 2009. Quelques potentialités de l'essai de nanoindentation. Cas du nickel polycristallin et électrodéposé : interprétation du module d'indentation, de la dureté, des effets d'échelle et des paramètres d'identification inverse. *Matér. Tech.* 96, 83–94.
- Devincre, B., Kubin, L., Hoc, T., 2006. Physical analyses of crystal plasticity by DD simulations. *Scr. Mater.* 54, 741–746.
- DiCarlo, A., Yang, H.T.Y., Chandrasekar, S., 2003. Semi-inverse method for predicting stress–strain relationship from cone indentations. *J. Mater. Res.* 18, 2068–2078.
- Doerner, M.F., Nix, W.D., 1986. A method for interpreting the data from depth-sensing indentation instruments. *J. Mater. Res.* 1, 601–609.
- Dumoulin, S., 2001. De l'utilisation d'une loi monocristalline en vue de la caractérisation du comportement plastique du multicristal d'aluminium. Chambéry.
- Dumoulin, S., Tabourot, L., Gradel, T., Fivel, M., Moreau, J.M., 2000. Identification of constitutive

- laws for Al 99.5, in: *Advances in Mechanical Behaviour, Plasticity and Damage: Proceedings of Euromat 2000*. Elsevier Science, p. 311.
- Eidel, B., 2011. Crystal plasticity finite-element analysis versus experimental results of pyramidal indentation into (0 0 1) fcc single crystal. *Acta Mater.* 59, 1761–1771.
- Eidel, B., Gruttmann, F., 2007. Squaring the circle – A curious phenomenon of fcc single crystals in spherical microindentation. *Proc. 15th Int. Workshop Comput. Mech. Mater. 15th Int. Workshop Comput. Mech. Mater.* 39, 172–178.
- Estrin, Y., Toth, L.S., Molinari, A., Bréchet, Y., 1998. A dislocation-based model for all hardening stages in large strain deformation. *Acta Mater.* 46, 5509–5522.
- Farber, B.Y., Chiarelli, A.S., Heuer, A.H., 1994. A dislocation mechanism of crack nucleation in cubic zirconia single crystals. *Philos. Mag. A* 70, 201–217.
- Feaugas, X., 1999. On the origin of the tensile flow stress in the stainless steel AISI 316L at 300 K: back stress and effective stress. *Acta Mater.* 47, 3617–3632.
- Fischer-Cripps, A.C., 2006. Critical review of analysis and interpretation of nanoindentation test data. *Surf. Coat. Technol.* 200, 4153–4165.
- Fischer-Cripps, A.C., 2004. *Nanoindentation* Springer. N. Y.
- Fivel, M., 1997. *Etudes numériques à différentes échelles de la déformation plastique des monocristaux de structure CFC*.
- Fivel, M., Forest, S., 2004. *Plasticité Cristalline Et Transition D'échelle Cas Du Monocristal*. Ed. Techniques Ingénieur.
- Fivel, M., Robertson, C., Canova, G., Boulanger, L., 1998a. Three-dimensional modeling of indent-induced plastic zone at a mesoscale. *Acta Mater.* 46, 6183–6194.
- Fivel, M., Tabourot, L., Rauch, E., Canova, G., 1998b. Identification through mesoscopic simulations of macroscopic parameters of physically based constitutive equations for the plastic behaviour of fcc single crystals. *J. Phys. IV* 8, Pr8-151-Pr8-158.
- Follansbee, P.S., Sinclair, G.B., 1984. Quasi-static normal indentation of an elasto-plastic half-space by a rigid sphere—I: Analysis. *Int. J. Solids Struct.* 20, 81–91.
- Francavilla, A., Zienkiewicz, O.C., 1975. A note on numerical computation of elastic contact problems. *Int. J. Numer. Methods Eng.* 9, 913–924.
- Franciosi, P., 1985. The concepts of latent hardening and strain hardening in metallic single crystals. *Acta Metall.* 33, 1601–1612.
- Franciosi, P., Berveiller, M., Zaoui, A., 1980. Latent hardening in copper and aluminium single crystals. *Acta Metall.* 28, 273–283.
- Franciosi, P., Zaoui, A., 1982. Multislip in fcc crystals a theoretical approach compared with experimental data. *Acta Metall.* 30, 1627–1637.
- Fröhlich, F., Grau, P., Grellmann, W., 1977. Performance and analysis of recording microhardness tests. *Phys. Status Solidi A* 42, 79–89.
- Futakawa, M., Wakui, T., Tanabe, Y., Ioka, I., 2001. Identification of the constitutive equation by the indentation technique using plural indenters with different apex angles. *J. Mater. Res.* 16, 2283–2292.
- Gaillard, Y., 2004. *Initiation de la plasticité sous nanoindentation dans MgO et LiF: étude de l'organisation des dislocations et des contraintes associées*. Poitiers.
- Gérard, C., 2008. *Mesures de champs et identification de modèles de plasticité cristalline*. Université Paris-Nord-Paris XIII.
- Gérard, C., Bacroix, B., Bornert, M., Cailletaud, G., Crépin, J., Leclercq, S., 2009. Hardening description for FCC materials under complex loading paths. *Comput. Mater. Sci.* 45, 751–755.

- Gérard, C., Cailletaud, G., Bacroix, B., 2013. Modeling of latent hardening produced by complex loading paths in FCC alloys. *Int. J. Plast.* 42, 194–212.
- Giannakopoulos, A.E., Suresh, S., 1999. Determination of elastoplastic properties by instrumented sharp indentation. *Scr. Mater.* 40, 1191–1198.
- Golovin, Y.I., 2008. Nanoindentation and mechanical properties of solids in submicrovolumes, thin near-surface layers, and films: A Review. *Phys. Solid State* 50, 2205–2236.
- Guery, A., 2014. Développement d'une méthode de corrélation d'images numériques adaptée aux mesures cinématiques dans les polycristaux: application à l'identification de paramètres de lois de plasticité cristalline. ENS Cachan.
- Guilhem, Y., 2011. Étude numérique des champs mécaniques locaux dans les agrégats polycristallins d'acier 316L sous chargement de fatigue. École Nationale Supérieure des Mines de Paris.
- Gujarati, D.N., 1988. *Basic econometrics*, 2 nd. New York: McGraw-Hill.
- Hadamard, J., 1902. Sur les problèmes aux dérivées partielles et leur signification physique. *Princet. Univ. Bull.* 13, 28.
- Haddou, H., 2003. Influence de la taille de grain et de l'énergie de défaut d'empilement sur l'état de contraintes internes développé au cours de la déformation plastique en traction simple et en fatigue oligocyclique (Alliages CFC). Compiègne.
- Harding, J.W., Sneddon, I.N., 1945. The elastic stresses produced by the indentation of the plane surface of a semi-infinite elastic solid by a rigid punch, in: *Mathematical Proceedings of the Cambridge Philosophical Society*. Cambridge Univ Press, pp. 16–26.
- Hardy, C., Baronet, C.N., Tordion, G.V., 1971. The elasto-plastic indentation of a half-space by a rigid sphere. *Int. J. Numer. Methods Eng.* 3, 451–462.
- Harvey, S., Huang, H., Venkataraman, S., Gerberich, W.W., 1993. Microscopy and microindentation mechanics of single crystal Fe–3 wt. % Si: Part I. Atomic force microscopy of a small indentation. *J. Mater. Res.* 8, 1291–1299.
- Hashin, Z., Shtrikman, S., 1962. A variational approach to the theory of the elastic behaviour of polycrystals. *J. Mech. Phys. Solids* 10, 343–352.
- Haušild, P., Materna, A., Nohava, J., 2012. On the identification of stress–strain relation by instrumented indentation with spherical indenter. *Mater. Des.* 37, 373–378.
- Havner, K.S., Shalaby, A.H., 1977. A simple mathematical theory of finite distortional latent hardening in single crystals. *Proc Roy Soc Lond A.* 358, 47–70.
- Hay, J., 2009. Introduction to instrumented indentation testing. *Exp. Tech.* 33, 66–72.
- Hay, J.L., Pharr, G.M., 2000. Instrumented Indentation Testing. *Mater. Park OH ASM Int.* 2000 232–243.
- Heinrich, C., Waas, A.M., Wineman, A.S., 2009. Determination of material properties using nanoindentation and multiple indenter tips. *Int. J. Solids Struct.* 46, 364–376.
- Hirth, J.P., 1961. On Dislocation Interactions in the fcc Lattice. *J. Appl. Phys.* 32, 700.
- Hollatz, M., Bobeth, M., Pompe, W., Marx, V., 1996. Orientation dependent crack patterns in alumina films on NiAl single crystals due to spherical indentation. *Acta Mater.* 44, 4149–4159.
- Holmes, D., Heuer, A.H., Pirouz, P., 1993. Dislocation structures around Vickers indents in 9.4 mol% Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-stabilized cubic ZrO<sub>2</sub> single crystals. *Philos. Mag. A* 67, 325–342.
- Horcas, I., Fernández, R., Gómez-Rodríguez, J.M., Colchero, J., Gómez-Herrero, J., Baro, A.M., 2007. WSXM: A software for scanning probe microscopy and a tool for nanotechnology. *Rev. Sci. Instrum.* 78, 13705.
- Hutchinson, J.W., 1970. Elastic-plastic behaviour of polycrystalline metals and composites. *Proc Roy Soc Lond A.* 319, 247–272.

- Jackson, P.J., Basinski, Z.S., 1967. Latent hardening and the flow stress in copper single crystals. *Can. J. Phys.* 45, 707–735.
- Jean, M., 1995. Frictional contact in collections of rigid or deformable bodies: numerical simulation of geomaterial motions. *Mech. Geomaterial Interfaces* 463.
- Keh, A.S., 1960. Dislocations in Indented Magnesium Oxide Crystals. *J. Appl. Phys.* 31, 1538.
- Kermouche, G., 2005. Contribution à la modélisation théorique et numérique des essais d'indentation et de rayure.
- Kermouche, G., Loubet, J.-L., Bergheau, J.-M., 2005. An approximate solution to the problem of cone or wedge indentation of elastoplastic solids. *Comptes Rendus Mécanique* 333, 389–395.
- Kese, K., Li, Z.C., 2006. Semi-ellipse method for accounting for the pile-up contact area during nanoindentation with the Berkovich indenter. *Scr. Mater.* 55, 699–702.
- Kese, K.O., Li, Z.C., Bergman, B., 2005. Method to account for true contact area in soda-lime glass during nanoindentation with the Berkovich tip. *Mater. Sci. Eng. A* 404, 1–8.
- King, R.B., 1987. Elastic analysis of some punch problems for a layered medium. *Int. J. Solids Struct.* 23, 1657–1664.
- Kocks, U.F., Brown, T.J., 1966. Latent hardening in aluminum. *Acta Metall.* 14, 87–98.
- Koiter, W.T., 1953. Stress-strain relations, uniqueness and variational theorems for elastic-plastic materials with a singular yield surface. *Quart Appl Math* 11, 350–354.
- Kucharski, S., Jarzabek, D., 2014. Depth Dependence of Nanoindentation Pile-Up Patterns in Copper Single Crystals. *Metall. Mater. Trans. A* 45, 4997–5008.
- Kucharski, S., Mróz, Z., 2001. Identification of plastic hardening parameters of metals from spherical indentation tests. *Mater. Sci. Eng. A* 318, 65–76.
- Kucharski, S., Stupkiewicz, S., Petryk, H., 2014. Surface Pile-Up Patterns in Indentation Testing of Cu Single Crystals. *Exp. Mech.* 54, 957–969.
- Lan, H., Venkatesh, T.A., 2007. Determination of the elastic and plastic properties of materials through instrumented indentation with reduced sensitivity. *Acta Mater.* 55, 2025–2041.
- Le, M.-Q., 2009. Material characterization by dual sharp indenters. *Int. J. Solids Struct.* 46, 2988–2998.
- Le, M.-Q., 2008. A computational study on the instrumented sharp indentations with dual indenters. *Int. J. Solids Struct.* 45, 2818–2835.
- Ledbetter, H.M., 1985. Monocrystal elastic constants in the ultrasonic study of welds. *Ultrasonics* 23, 9–13.
- Lee, C.H., Masaki, S., Kobayashi, S., 1972. Analysis of ball indentation. *Int. J. Mech. Sci.* 14, 417–426.
- Lee, E.H., 1969. Elastic-plastic deformation at finite strains. *J. Appl. Mech.* 36, 1–6.
- Lemaitre, J., Chaboche, J.-L., Benallal, A., Desmorat, R., 2009. *Mécanique des matériaux solides*-3eme édition. Dunod.
- Liu, Y., Varghese, S., Ma, J., Yoshino, M., Lu, H., Komanduri, R., 2008. Orientation effects in nanoindentation of single crystal copper. *Int. J. Plast.* 24, 1990–2015.
- Liu, Y., Wang, B., Yoshino, M., Roy, S., Lu, H., Komanduri, R., 2005. Combined numerical simulation and nanoindentation for determining mechanical properties of single crystal copper at mesoscale. *J. Mech. Phys. Solids* 53, 2718–2741.
- Loubet, J.L., Georges, J.M., Marchesini, O., Meille, G., 1984. Vickers Indentation Curves of Magnesium Oxide (MgO). *J. Tribol.* 106, 43–48.
- Luo, J., Lin, J., 2007. A study on the determination of plastic properties of metals by instrumented indentation using two sharp indenters. *Int. J. Solids Struct.* 44, 5803–5817.

- Ma, Z., Zhou, Y., Long, S., Lu, C., 2012. A new method to determine the elastoplastic properties of ductile materials by conical indentation. *Sci. China Phys. Mech. Astron.* 55, 1032–1036.
- Ma, Z.S., Zhou, Y.C., Long, S.G., Zhong, X.L., Lu, C., 2012. Characterization of stress-strain relationships of elastoplastic materials: An improved method with conical and pyramidal indenters. *Mech. Mater.* 54, 113–123.
- Madec, R., 2001. Des intersections entre dislocations à la plasticité du monocristal CFC: étude par dynamique des dislocations. Paris 11, Orsay.
- Madec, R., Devincere, B., Kubin, L., Hoc, T., Rodney, D., 2003. The role of collinear interaction in dislocation-induced hardening. *Science* 301, 1879–1882.
- Mandel, J., 1972. Plasticité classique et viscoplasticité: course held at the Department of Mechanics of Solids. Springer-Verlag.
- McElhane, K.W., Vlassak, J.J., Nix, W.D., 1998. Determination of indenter tip geometry and indentation contact area for depth-sensing indentation experiments. *J. Mater. Res.* 13, 1300–1306.
- Méric, L., Cailletaud, G., 1991. Single crystal modeling for structural calculations: Part 2—finite element implementation. *J. Eng. Mater. Technol.* 113, 171–182.
- Méric, L., Cailletaud, G., Gaspérini, M., 1994. FE calculations of copper bicrystal specimens submitted to tension-compression tests. *Acta Metall. Mater.* 42, 921–935.
- Méric, L., Poubanne, P., Cailletaud, G., 1991. Single Crystal Modeling for Structural Calculations: Part 1—Model Presentation. *J. Eng. Mater. Technol.* 113, 162–170.
- Monnet, G., 2009. A crystalline plasticity law for austenitic stainless steel. Note Interne EDF.
- Moussa, C., Bartier, O., Mauvoisin, G., Pilvin, P., Delattre, G., 2012. Characterization of homogenous and plastically graded materials with spherical indentation and inverse analysis. *J. Mater. Res.* 27, 20–27.
- Moussa, C., Hernot, X., Bartier, O., Delattre, G., Mauvoisin, G., 2014. Evaluation of the tensile properties of a material through spherical indentation: definition of an average representative strain and a confidence domain. *J. Mater. Sci.* 49, 592–603.
- Moy, C.K.S., Bocciarelli, M., Ringer, S.P., Ranzi, G., 2011. Identification of the material properties of Al 2024 alloy by means of inverse analysis and indentation tests. *Mater. Sci. Eng. A* 529, 119–130.
- Mughrabi, H., 2001. On the role of strain gradients and long-range internal stresses in the composite model of crystal plasticity. *Mater. Sci. Eng. A* 317, 171–180.
- Mughrabi, H., 1983. Dislocation wall and cell structures and long-range internal stresses in deformed metal crystals. *Acta Metall.* 31, 1367–1379.
- Nibur, K.A., Bahr, D.F., 2003. Identifying slip systems around indentations in FCC metals. *Scr. Mater.* 49, 1055–1060.
- Okuda, H., Miyazaki, H., Yagawa, G., 1994. Neural network approach for modeling of viscoplastic material behaviors. ASME Press. VESSELS Pip. DIV PUBL PVP 274, 141–145.
- Oliver, W.C., Pharr, G.M., 2004. Measurement of hardness and elastic modulus by instrumented indentation: Advances in understanding and refinements to methodology. *J. Mater. Res.* 19, 3–20.
- Oliver, W.C., Pharr, G.M., 1992. An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments. *J. Mater. Res.* 7, 1564–1583.
- Pac, M.-J., Giljean, S., Rousselot, C., Richard, F., Delobelle, P., 2014. Microstructural and elastoplastic material parameters identification by inverse finite elements method of Ti (1-x) Al x

- N (0. Thin Solid Films 569, 81–92.
- Palmqvist, S., 1957. Indentation hardness and fracture toughness in single crystal. *Jernkontorets Ann* 141, 300–306.
- Peirce, D., Asaro, R.J., Needleman, A., 1983. Material rate dependence and localized deformation in crystalline solids. *Acta Metall.* 31, 1951–1976.
- Peirce, D., Asaro, R.J., Needleman, A., 1982. An analysis of nonuniform and localized deformation in ductile single crystals. *Acta Metall.* 30, 1087–1119.
- Pethica, J.B., Hutchings, R., Oliver, W.C., 1983. Hardness measurement at penetration depths as small as 20 nm. *Philos. Mag. A* 48, 593–606.
- Phadikar, J.K., Bogetti, T.A., Karlsson, A.M., 2013. On the uniqueness and sensitivity of indentation testing of isotropic materials. *Int. J. Solids Struct.* 50, 3242–3253.
- Pharr, G.M., 1998. Measurement of mechanical properties by ultra-low load indentation. *Mater. Sci. Eng. A* 253, 151–159.
- Pottier, T., 2010. Modélisation multiéchelle du comportement et de l'endommagement des composites à matrice métallique. Marne-la-Vallée, ENPC.
- Rao, J.G., Varma, S.K., 1993. The effect of grain size and strain rate on the. *Metall. Trans. A* 24, 2559–2568.
- Rauchs, G., Bardon, J., 2011. Identification of elasto-viscoplastic material parameters by indentation testing and combined finite element modelling and numerical optimization. *Finite Elem. Anal. Des.* 47, 653–667.
- Renner, E., Gaillard, Y., Richard, F., Amiot, F., Delobelle, P., 2016. Sensitivity of the residual topography to single crystal plasticity parameters in Berkovich nanoindentation on FCC nickel. *Int. J. Plast.* 77, 118–140.
- Richard, F., 1999. Identification du comportement et évaluation de la fiabilité des composites stratifiés. PhD thesis, Université de Franche-Comté.
- Rumehalt, D.E., Hinton, G.E., Williams, R.J., 1986. Learning representations by back-propagating errors. *Nature* 329, 533–536.
- Saai, A., 2007. Modèle physique de la plasticité d'un cristal métallique CFC soumis à des chargements alternés: Contribution à la définition d'une modélisation multiéchelles de la mise en forme des métaux. Université de Savoie.
- Sachdeva, T.D., Ramakrishnan, C.V., 1981. A finite element solution for the two-dimensional elastic contact problems with friction. *Int. J. Numer. Methods Eng.* 17, 1257–1271.
- Schmid, E., Boas, W., 1935. *Kristall plastizität*. Springer Verlag.
- Schwartz, J., 2011. Approche non locale en plasticité cristalline: application à l'étude du comportement mécanique de l'acier AISI 316LN en fatigue oligocyclique. Châtenay-Malabry, Ecole centrale de Paris.
- Sneddon, I.N., 1965. The relation between load and penetration in the axisymmetric Boussinesq problem for a punch of arbitrary profile. *Int. J. Eng. Sci.* 3, 47–57.
- Stelmashenko, N.A., Walls, M.G., Brown, L.M., Milman, Y.V., 1993. Microindentations on W and Mo oriented single crystals: An STM study. *Acta Metall. Mater.* 41, 2855–2865.
- Sundararajan, G., Tirupataiah, Y., 1994. The hardness-flow stress correlation in metallic materials. *Bull. Mater. Sci.* 17, 747–770.
- Swaddiwudhipong, S., Tho, K.K., Liu, Z.S., Zeng, K., 2005. Material characterization based on dual indenters. *Int. J. Solids Struct.* 42, 69–83.
- Tabor, D., 1951. *The hardness of metals*. ClarendonP.
- Tabourot, L., 2001. Vers une vision unifiée de la plasticité cristalline. Université de Savoie.

- Tabourot, L., Fivel, M., Rauch, E., 1997. Generalised constitutive laws for f.c.c. single crystals. *Mater. Sci. Eng. A* 234–236, 639–642.
- Taljat, B., Zacharia, T., Kosel, F., 1998. New analytical procedure to determine stress-strain curve from spherical indentation data. *Int. J. Solids Struct.* 35, 4411–4426.
- Tasan, C.C., Diehl, M., Yan, D., Zambaldi, C., Shanthraj, P., Roters, F., Raabe, D., 2014a. Integrated experimental–simulation analysis of stress and strain partitioning in multiphase alloys. *Acta Mater.* 81, 386–400.
- Tasan, C.C., Hoefnagels, J.P.M., Diehl, M., Yan, D., Roters, F., Raabe, D., 2014b. Strain localization and damage in dual phase steels investigated by coupled in-situ deformation experiments and crystal plasticity simulations. *Int. J. Plast.* 63, 198–210.
- Taylor, G.I., 1938a. Plastic strain rate in metals. Twenty-Eight May Lect. *Inst. Met.*
- Taylor, G.I., 1938b. S. Timoshenko Anniversary Volume. The Macmillan Co., New York.
- Teodosiu, C., Raphanel, J.L., Tabourot, L., 1993. Finite element simulation of the large elastoplastic deformation of multicrystals. Teodosiu C Raphanel JL F Sidoroff Eds *MECAMAT* 91, 153–168.
- Tho, K.K., Swaddiwudhipong, S., Liu, Z.S., Zeng, K., Hua, J., 2004. Uniqueness of reverse analysis from conical indentation tests. *J. Mater. Res.* 19, 2498–2502.
- Tromas, C., Girard, J.C., Audurier, V., Woïrgard, J., 1999. Study of the low stress plasticity in single-crystal MgO by nanoindentation and atomic force microscopy. *J. Mater. Sci.* 34, 5337–5342.
- Tunvisut, K., Busso, E.P., O’Dowd, N.P., Brantner, H.P., 2002. Determination of the mechanical properties of metallic thin films and substrates from indentation tests. *Philos. Mag. A* 82, 2013–2029.
- Van Groenou, A.B., Kadijk, S.E., 1989. Slip patterns made by sphere indentations on single crystal MnZn ferrite. *Acta Metall.* 37, 2613–2624.
- VanLandingham, M.R., 2003. Review of instrumented indentation. DTIC Document.
- Venkatesh, T.A., Van Vliet, K.J., Giannakopoulos, A.E., Suresh, S., 2000. Determination of elastoplastic properties by instrumented sharp indentation: guidelines for property extraction. *Scr. Mater.* 42, 833–839.
- Verdier, M., Chang, H.J., Fivel, M., 2008. Effet de la densité initiale de dislocations en indentation de monocristaux de cuivre. *Matér. Tech.* 96, 53–57.
- Vlassak, J.J., Nix, W.D., 1994. Measuring the elastic properties of anisotropic materials by means of indentation experiments. *J. Mech. Phys. Solids* 42, 1223–1245.
- Vlassak, J.J., Nix, W.D., 1993. Indentation modulus of elastically anisotropic half spaces. *Philos. Mag. A* 67, 1045–1056.
- Wang, L., Ganor, M., Rokhlin, S.I., 2005. Inverse scaling functions in nanoindentation with sharp indenters: Determination of material properties. *J. Mater. Res.* 20, 987–1001.
- Wang, Y., Raabe, D., Klüber, C., Roters, F., 2004. Orientation dependence of nanoindentation pile-up patterns and of nanoindentation microtextures in copper single crystals. *Acta Mater.* 52, 2229–2238.
- Woïrgard, J., Dargenton, J.C., 1997. An alternative method for penetration depth determination in nanoindentation measurements. *J. Mater. Res.* 12, 2455–2458.
- Wronski, M., 1994. Couplage du contact et du frottement avec la mécanique non linéaire des solides en grandes déformations. Application à l’étude des blocs de mousse en polyuréthane.
- Wu, T.-Y., Bassani, J.L., Laird, C., 1991. Latent Hardening in Single Crystals I. Theory and Experiments. *Proc. R. Soc. Math. Phys. Eng. Sci.* 435, 1–19.
- Yagawa, G., Okuda, H., 1996. Neural networks in computational mechanics. *Arch. Comput. Methods*

- Eng. 3, 435–512.
- Yan, J., Karlsson, A.M., Chen, X., 2007. Determining plastic properties of a material with residual stress by using conical indentation. *Int. J. Solids Struct.* 44, 3720–3737.
- Yao, W.Z., Krill, C.E., Albinski, B., Schneider, H.-C., You, J.H., 2014. Plastic material parameters and plastic anisotropy of tungsten single crystal: a spherical micro-indentation study. *J. Mater. Sci.* 49, 3705–3715.
- Yoshimura, S., Hishida, H., Yagawa, G., 1992. Parameter optimization of viscoplastic constitutive equation using hierarchical neural network, in: *Proceedings of 7th International Conference on Experimental Mechanics*. pp. 296–301.
- Zaafarani, N., Raabe, D., Singh, R.N., Roters, F., Zaefferer, S., 2006. Three-dimensional investigation of the texture and microstructure below a nanoindent in a Cu single crystal using 3D EBSD and crystal plasticity finite element simulations. *Acta Mater.* 54, 1863–1876.
- Zamanzade, M., Vehoff, H., Barnoush, A., 2013. Effect of chromium on elastic and plastic deformation of Fe<sub>3</sub>Al intermetallics. *Intermetallics* 41, 28–34.
- Zambaldi, C., Raabe, D., 2010. Plastic anisotropy of  $\gamma$ -TiAl revealed by axisymmetric indentation. *Acta Mater.* 58, 3516–3530.
- Zambaldi, C., Roters, F., Raabe, D., Glatzel, U., 2007. Modeling and experiments on the indentation deformation and recrystallization of a single-crystal nickel-base superalloy. *Mater. Sci. Eng. A* 454–455, 433–440.
- Zambaldi, C., Yang, Y., Bieler, T.R., Raabe, D., 2012. Orientation informed nanoindentation of  $\alpha$ -titanium: Indentation pileup in hexagonal metals deforming by prismatic slip. *J. Mater. Res.* 27, 356–367.
- Zambaldi, C., Zehnder, C., Raabe, D., 2015. Orientation dependent deformation by slip and twinning in magnesium during single crystal indentation. *Acta Mater.* 91, 267–288.



# Vers l'identification d'une loi de plasticité monocristalline par analyse topographique d'empreintes de nanoindentation Berkovich

## Résumé :

Une méthode d'analyse des topographies résiduelles, obtenues par essais de nanoindentation Berkovich sur trois échantillons de nickel polycristallins cubiques à faces centrées (CFC), a été développée dans cette thèse. L'objectif de la méthode est d'évaluer la richesse de l'information contenue dans les empreintes pour l'identification de tout ou partie des paramètres d'une loi de plasticité monocristalline. La création d'une base de données de topographies résiduelles, mesurées par microscopie à force atomique (AFM), constitue la partie expérimentale du travail. Les distributions et dimensions de bourrelets montrent une grande sensibilité à l'orientation relative indenteur/grain et au taux d'écrouissage. Les topographies obtenues s'avèrent être de véritables « empreintes digitales » du mécanisme de plasticité à l'échelle du grain. L'élaboration sous le code ZéBuLon d'un modèle éléments finis (EF) 3D de l'essai de nanoindentation Berkovich, intégrant la loi de Méric-Cailletaud, permet de retrouver les observations expérimentales. Une étude numérique confirme la sensibilité de la topographie à l'orientation relative indenteur/grain et aux paramètres plastiques, notamment aux coefficients de la matrice d'interaction des dislocations présentes sur les systèmes de glissement. Afin d'évaluer la richesse du contenu informatif des empreintes, un indice d'identifiabilité est proposé. Son calcul est basé sur la multi-colinéarité des vecteurs de sensibilité des topographies résiduelles aux paramètres de la loi. Il permet de quantifier, en fonction des données topographiques prises en compte, le caractère mal posé du problème d'identification paramétrique. Les résultats obtenus montrent que l'identification de quatre à cinq paramètres de la loi de Méric-Cailletaud est envisageable en exploitant seulement deux empreintes. Ces travaux ouvrent la voie à l'identification du comportement à l'échelle du cristal, guidée par l'identifiabilité paramétrique.

Mots clés : plasticité cristalline, indentation instrumentée, topographie, Berkovich, identifiabilité paramétrique, analyse inverse, méthode des éléments finis, dislocations.

## Abstract :

In this thesis, a method is developed to analyse the residual topographies obtained by Berkovich nanoindentation tests on three face-centered cubic (FCC) polycrystalline nickel samples. The purpose is to measure the information richness of imprints for identifying all or part of parameters of a single crystal plasticity law. The experimental part consists in creating a residual topography database by atomic force microscopy (AFM) measurements on the samples. Pile-up distributions and sizes are largely sensitive to the indenter/grain relative orientation and the hardening rate. The topographies are true “fingerprints” of the plasticity mechanism at the grain scale. A 3D finite element (FE) modelling of nanoindentation test is developed using the code ZeBuLon and making use of the Méric-Cailletaud law. Numerical results show a good agreement with experimental observations and are largely sensitive to the indenter/grain relative orientation and the plastic parameters, including the interaction matrix coefficient specifying the interaction between dislocations on different slip systems. To measure the imprint information content, an identifiability index is proposed. Its calculation is based on the multicollinearity among the sensitivity vectors of topographies to the law parameters. According to the considered topographies, it measures if the numerical model updating problem is ill-posed. The results show that four to five parameters of the Méric-Cailletaud law can be identified by considering two topographies. This work paves the way for identifying the material behaviour at the grain scale using parametric identifiability.

Keywords : crystal plasticity, instrumented indentation, topography, Berkovich, parametric identifiability, inverse analysis, finite element method, dislocations.

The logo for SPIM (École doctorale SPIM) features the letters 'S', 'P', 'I', and 'M' in a large, white, sans-serif font. A yellow horizontal bar is positioned to the left of the 'S'.

■ École doctorale SPIM 16 route de Gray F - 25030 Besançon cedex  
■ tél. +33 (0)3 81 66 66 02 ■ ed-spim@univ-fcomte.fr ■ www.ed-spim.univ-fcomte.fr

The logo for the University of Franche-Comté (UFC) features the letters 'U', 'F', and 'C' in a large, black, serif font. A yellow vertical bar is positioned to the left of the 'U'. Below the letters, the text 'UNIVERSITÉ DE FRANCHE-COMTÉ' is written in a smaller, black, sans-serif font.