



HAL
open science

Caractérisation mécanique de matériaux hétérogènes par indentation instrumentée : dialogue modèle/expérience

Amine Bousselham

► To cite this version:

Amine Bousselham. Caractérisation mécanique de matériaux hétérogènes par indentation instrumentée : dialogue modèle/expérience. Mécanique des matériaux [physics.class-ph]. Université de Lille, 2021. Français. NNT : 2021LILUN018 . tel-04368454

HAL Id: tel-04368454

<https://theses.hal.science/tel-04368454>

Submitted on 1 Jan 2024

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.

UNIVERSITÉ DE LILLE

ÉCOLE DOCTORALE SCIENCES POUR L'INGENIEUR – ED ENGSYS-632

LABORATOIRE DE GENIE CIVIL ET GEO-ENVIRONNEMENT – LGCgE ULR 4515

LABORATOIRE DE MECANIQUE MULTIPHYSIQUE ET MULTIECHELLE – LaMcube - CNRS UMR 9013

Caractérisation mécanique de matériaux hétérogènes par indentation instrumentée : dialogue modèle/expérience

Thèse préparée et soutenue publiquement par

Amine BOUSSELHAM

Pour obtenir le grade de

DOCTEUR de L'UNIVERSITE DE LILLE

SPÉCIALITÉ :

MÉCANIQUE DES SOLIDES, DES MATÉRIAUX, DES STRUCTURES ET DES SURFACES

Thèse soutenue le 08 Décembre 2021, devant le jury composé de :

Rapporteurs : **Gérard MAUVOISIN**, MCF-HDR, Université de Rennes 1
Sylvain PHILIPPON, PU, École Nationale d'Ingénieur de Metz

Examineurs : **Éric CHARKALUK**, DR CNRS, École Polytechnique de Paris
Itziar SERRANO-MUÑOZ, IR, BAM Berlin

Invités : **Didier CHICOT**, PU, Université de Lille
Alex MONTAGNE, MCF-HDR, École Nationale Supérieure des Arts et Métiers de Lille

Directeurs de thèse : **Francine ROUDET**, PU, Université de Lille
Philippe DUFRÉNOY, PU, Université de Lille

Encadrants : **Vincent MAGNIER**, MCF - HDR, Université de Lille
Anne-Lise CRISTOL, MCF, Centrale Lille Institut

Résumé :

Mots clés :

Matériau hétérogène, Freinage, Indentation instrumentée, Tomographie, Dialogue modèle/expérience, Caractérisation mécanique

Résumé :

La caractérisation mécanique des matériaux présentant des hétérogénéités dans un contexte de chargement multiaxial reste un défi. La difficulté est d'ordre multi-échelle car l'impact de la microstructure, des propriétés des composants et de leurs interactions jouent fortement sur les propriétés macroscopiques. Dans cette thèse, un matériau dédié à la friction en freinage, élaboré à partir d'une vingtaine de composants, est étudié. L'objectif est d'une part de quantifier ses propriétés mécaniques, et d'autre part de mieux comprendre les phénomènes microstructuraux associés ainsi que le rôle de chaque constituant. Pour ce faire, une démarche basée sur un dialogue numérique/expérimental est proposée autour de l'essai d'indentation. Le choix de cet essai est motivé par la nature du chargement, en situation de freinage, qui regroupe une compression uniaxiale accompagnée d'un cisaillement. L'indenteur sphérique « Brinell » a été choisi. Deux types de caractérisation par essai d'indentation sont effectués. Le premier est un essai de macro-indentation Brinell à l'échelle globale, qui a pour objectif de caractériser le matériau de friction ; le second permet une caractérisation à l'échelle des composants, via un essai original d'indentation sous micro-tomographe. Pour conforter les mesures, des essais de compression uniaxiale et d'ultrasons ont été effectués. La quantification a été proposée à partir d'une méthode de recalage inverse couplée à une méthode de décomposition de loi de comportement (en modes de Kelvin). Cette dernière permet de réécrire le problème initial en découplant les propriétés sur un certain nombre de modes indépendant permettant ainsi de travailler plus aisément dans le cadre des matériaux anisotropes.

Abstract :

Key words:

Heterogeneous materials, Braking, Instrumented indentation, Tomography, Numerical/experimental dialogue, Mechanical characterization

Abstract:

The mechanical characterization of heterogeneous materials in a multiaxial loading context remains a challenge. The difficulty is multi-scale because of the impact of the microstructure, the property of the components and their interactions that strongly influence the macroscopic properties. In this PhD thesis, a material dedicated to braking friction, developed from around twenty components with different sizes, is studied. The objective is on the one hand to quantify its mechanical properties, and on the other hand to better understand the associated microstructural phenomena and the role of each constituent. To do this, an approach based on a numerical / experimental dialogue is proposed around the indentation test. The choice of this test is motivated by the nature of the loading during the braking, which is manifested by a uniaxial compression coupled with shearing. The « Brinell » spherical indenter was chosen to perform the tests. Two types of characterization by indentation test are carried out. The first is a Brinell macro-indentation test on a global scale, which aims to characterize the friction material; the second allows characterization at the component scale, using an innovative indentation test under a micro-tomograph. In order to comfort the measurements, uniaxial compression and ultrasounds tests were carried out. The quantification was proposed from an inverse registration method coupled with the decomposition of the constitutive law (in Kelvin modes). This method enables to rewrite the initial problem by uncoupling the properties on a certain number of independent modes thus making it possible to work more easily in the context of anisotropic materials.

Remerciement :

Je tiens à remercier toutes les personnes qui ont contribué à la réussite de ma thèse.

Je souhaite tout d'abord adresser mes remerciements à mes rapporteurs, M. Gérard MAUVOISIN et M. Sylvain PHILIPPON, pour leur relecture attentive et l'intérêt qu'ils ont bien voulu témoigner à mon travail. Un grand merci à l'ensemble des membres du jury, à Mme. Itziar SERRANO-MUÑOZ, qui a examiné ce travail, à M. Éric CHARKALUK qui a accepté de présider le jury de ma thèse, à M. Didier CHICOT et M. Alex MONTAGNE qui m'ont fait l'honneur d'expertiser mon travail.

Ce mémoire est l'aboutissement d'un travail mené sous la direction de Mme. Francine ROUDET et M. Philippe DUFRENOY, ainsi que de Mme. Anne-Lise CRISTOL et M. Vincent MAGNIER. Je les remercie tous les quatre pour leur aide, leur collaboration et leur soutien.

J'aimerais remercier également tous mes collègues et amis au laboratoire et à l'IUT, Florent, Jean-François, Igor, Sanaa, Van, Ezzo, Dimitri, Baptiste, Sylvain, Lucas, Jérôme, Alberto, Stephania, ... pour leur bonne humeur, leurs encouragements et tous les moments très agréables que j'ai eu avec eux.

Je remercie aussi ma belle-famille, mes amis Abdelilah, Yousra, Alaa, Ayoub, Aline, Lamyae, Majdouline, Mehdi, Hassan, Reda, Namaâ, Oussama, Badreddine, Youssef, Oumaima, Nacer, Salima, les enfants Norah et Zakaria-Imran, sans oublier le petit Yanis et la petite Dina. Je tiens aussi à remercier mon médecin traitant, ma psychologue et ma psychomotricienne, qui m'ont bien épaulé quand j'en avais besoin.

Je ne pourrai finir ces remerciements sans penser à ma famille, et très particulièrement à ma mère Khadija, mon père Mohamed, ma sœur Rajae et mon frère Ayoub. Je leur adresse toute ma profonde gratitude pour leur amour, leur encouragement et leur soutien permanent.

Un très grand merci à ma chère épouse Nawal, sans elle je n'aurais jamais réussi. Je la remercie pour son soutien permanent pour son encouragement. Ce travail est le fruit de la confiance qu'elle m'a toujours accordée, et des sacrifices qu'elle a faits pour moi durant ces années.

Table de matière :

| | |
|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----|
| Introduction Générale..... | 8 |
| Chapitre A : Caractérisation d'un matériau homogène | 12 |
| Introduction | 12 |
| A.1. Bibliographie | 13 |
| A.1.1. Environnement et exploitation des résultats | 13 |
| A.1.1.1. Types de pénétrateurs :..... | 13 |
| A.1.1.2. Essais d'indentation instrumentés : courbe charge-déplacement..... | 15 |
| A.1.1.3. Courbe de chargement :..... | 16 |
| A.1.1.4. Courbes de déchargement : | 18 |
| A.1.2. Détermination des propriétés mécaniques | 20 |
| A.1.2.1. Détermination de la dureté par indentation instrumentée IIT : | 20 |
| A.1.2.2. Calcul du module élastique : | 22 |
| A.1.2.3. L'aire de contact :..... | 23 |
| A.1.2.4. Mode de déformation : | 25 |
| A.1.3. Correction des données d'indentation | 27 |
| A.1.3.1 Complaisance du bâti | 27 |
| A.1.4. Indentation de matériaux hétérogènes..... | 29 |
| A.1.5. Conclusion | 30 |
| A.2. Validation de la démarche expérimentale..... | 31 |
| A.2.1. Macro-indentation (Machine ZHU 2.5) | 31 |
| A.2.2. Résultats de la Macro-indentation Brinell sur le Cuivre..... | 31 |
| A.2.3. Investigation sur l'influence des paramètres sur la valeur du module dans le cas d'un Cf constant | 34 |
| A.2.3.1. Influence de la rigidité de la machine | 34 |
| A.2.3.2. Influence du mode de calcul..... | 36 |
| A.2.3.3. Influence du couple machine/indenteur Brinell | 39 |
| A.2.3.4. Complaisance de la machine en fonction du niveau de charge | 40 |
| A.2.3.5. Simulation numérique avec un modèle élastoplastique : | 44 |
| A.3. Bilan et conclusion | 47 |
| Chapitre B : Caractérisation macroscopique du matériau de friction | 54 |
| B.1. Les matériaux de friction pour les applications ferroviaires..... | 54 |
| B.2. Elaboration du matériau simplifié de friction | 55 |

| | | |
|---------------------------------------------------------------------------------------------------------|----------------------------------------------------------------------------------------|-----|
| B.3 | Caractérisation mécanique du matériau MmCG1G2 | 59 |
| B.3.1. | Travaux antérieurs | 60 |
| B.3.1.1. | Sollicitation uniaxiale : compression avec corrélation d'images 2D DIC..... | 60 |
| B.3.1.2. | Sollicitation uniaxiale InSitu : compression avec corrélation d'images 3D DVC | 63 |
| B.3.1.3. | Sollicitation multiaxiale macro-indentation Brinell | 65 |
| B.3.2. | Travaux actuels | 67 |
| B.3.2.1. | Sollicitation uniaxiale : compression avec corrélation d'images 2D DIC..... | 67 |
| B.3.2.2. | Sollicitation multiaxiale macro-indentation Brinell | 70 |
| B.3.2.3. | Caractérisation par Ultrasons..... | 71 |
| B.3.2.3.1. | Principe de l'essai | 72 |
| B.3.2.3.2. | Application de la caractérisation par ultrasons sur le MmCG1G2 | 72 |
| B.3.2.5. | Discussion..... | 76 |
| B.4. | Caractérisation mécanique des matériaux simplifiés | 77 |
| B.4.1. | Comportement global | 77 |
| B.4.1.1. | Les matériaux simplifiés..... | 77 |
| B.4.1.2. | Méthodologie..... | 78 |
| B.4.1.3. | Résultats..... | 79 |
| B.4.1.3.1. | Mesures ultrasons..... | 79 |
| B.4.1.3.2. | Mesures par macro-indentation Brinell | 81 |
| B.4.2. | Comportement local | 88 |
| B.4.2.1. | Cas 1 : Effet de la morphologie des graphites | 92 |
| B.4.2.2. | Cas 2 : Effet de l'anisotropie des graphites | 94 |
| B.4.2.3. | Cas 3 : Effet de l'anisotropie de la matrice | 95 |
| B.4.2.4. | Cas 4 : Effet de l'anisotropie du graphite et de la matrice | 97 |
| B-4. | Conclusion | 100 |
| Chapitre C : Caractérisation Multiaxiale sous micro-tomographe In-Situ de matériaux hétérogènes..... | | 104 |
| Introduction : | | 104 |
| C.1. | Dispositif des essais In-Situ sous micro-tomographe : | 105 |
| C.1.1. | Micro-tomographe sous rayons X : | 105 |
| C.1.2. | Dispositif de l'essai de traction/compression sous micro-tomographe | 106 |
| C.1.3. | Dispositif pour l'essai d'indentation sous micro-tomographe | 106 |
| C.1.2.1. | Conception du support de l'indenteur | 107 |

| | |
|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----|
| C.1.2.2. Conception du pénétrateur..... | 107 |
| C.1.3. Niveau de chargement..... | 110 |
| C.1.4. Corrélation d'image DVC..... | 110 |
| C.2. Résultats expérimentaux pour une charge donnée..... | 112 |
| C.3 Résultats expérimentaux pour une charge croissante..... | 116 |
| C.4. Simulation numérique..... | 120 |
| C.4.1. Procédure de maillage..... | 120 |
| C.4.2. Choix de la zone maillée..... | 121 |
| C.4.3. Conditions aux limites..... | 123 |
| C.5. Méthode d'identification inverse : FEMU..... | 123 |
| C.5.1. Décomposition en mode de Kelvin..... | 125 |
| C.5.2. Identification des propriétés..... | 127 |
| C.5.2.1. Recalage inverse par éléments finis (FEMU)..... | 127 |
| C.5.2.2. Validation de la méthode pour un cas homogène purement numérique..... | 128 |
| C.5.2.2.1. Cas isotrope..... | 128 |
| C.5.2.2.2 Cas isotrope transverse..... | 131 |
| C.5.2.3 Validation de la méthode pour un cas hétérogène purement numérique :..... | 134 |
| C.6. Application de la méthode d'identification inverse FEMU sur un essai d'indentation d'un matériau hétérogène, MmCG1+G2, sous micro-tomographe :..... | 140 |
| C.7. Conclusion..... | 144 |
| Conclusions générales et perspectives..... | 148 |
| Liste des figures :..... | 151 |
| Liste des tableaux..... | 158 |
| Annexe 1 : Influence de la complaisance de la machine Cf sur l'évolution du module d'élasticité..... | 160 |
| Annexe 2 : Application de l'hypothèse d'Oliver & Pharr sur un modèle numérique d'un matériau isotrope et isotrope transverse..... | 164 |
| Annexe 3 : Plan de conception du nouveau support pour l'essai d'indentation sous micro-tomographe..... | 169 |

Introduction Générale

La caractérisation des matériaux hétérogènes représente l'une des thématiques les plus étudiées dans la mécanique des matériaux. En effet, mélanger plusieurs composants avec des propriétés différentes devient indispensable pour répondre aux exigences de l'industrie. La caractérisation des matériaux hétérogènes se fait généralement par des essais uni-axiaux, à savoir la traction/compression pour une large gamme de charges, allant des très faibles aux fortes charges, ou par des méthodes non destructives par exemple par ultrasons, essai sans sollicitation mécanique qui ne sont pertinents que sur une certaine gamme de matériaux. L'application visée dans ce travail concerne le domaine ferroviaire sur les matériaux de friction en freinage [1-8]. Cette méthode peut être élargie à d'autres domaines et applications par exemple en aéronautique sur les matériaux « abrasables » revêtant les carters des turboréacteurs [9,10].

Dans le domaine ferroviaire, le freinage est d'abord un élément de sécurité, qui a pour fonction d'immobiliser ou de ralentir un véhicule en mouvement. Le freinage est par conséquent soumis à des normes très strictes. Parmi ces contraintes le coefficient de frottement disque/garniture doit par exemple être constant quelles que soient les conditions d'usage et de stockage : l'humidité, l'état neuf et vieillissement, l'oxydation et corrosion... Aussi, l'usure se doit d'être limitée. Cela conduit à des matériaux de friction très complexes et hétérogènes, composés de 20 à 30 composants de différentes tailles et types, principalement métalliques, céramiques et graphites dans le cas des applications à haute énergie. Ils doivent présenter des propriétés mécaniques et physiques résistantes aux sollicitations constatées lors du freinage : compression + cisaillement, auxquels s'ajoute la diffusion de la chaleur issue du frottement. Ainsi le matériau de friction subit des sollicitations multiaxiales, ce qui rend la caractérisation uniaxiale peu représentative. On propose dans ce travail de s'appuyer sur un essai multi axial, d'où le choix de la macro-indentation, réalisée à l'aide d'un indenteur sphérique « Brinell » choisi pour sa capacité à déformer le matériau sans l'agresser fortement. Néanmoins, l'essai d'indentation comprend plusieurs difficultés liées aux paramètres à identifier, telles que la détermination de l'aire de contact, la complaisance de la machine, la rigidité de la surface, les hypothèses établies lors du post-traitement... Des simulations numériques seront ainsi proposées en complément des essais pour quantifier ces paramètres, qui seront validés à l'aide d'un matériau homogène de référence.

La modélisation numérique présente également l'intérêt de considérer l'anisotropie de matériau et son influence sur l'analyse de l'essai d'indentation. Une difficulté est d'identifier les propriétés anisotropes à partir d'un tel essai multiaxial. Pour cela, on pourra s'appuyer sur des méthodes d'identifications inverses de type spectrale permettant de décomposer de manière indépendante les modes de sollicitation.

Outre la détermination des propriétés mécaniques, le second objectif est de comprendre le rôle de chaque constituant du matériau et de leurs interactions. Pour cela deux approches seront mises en place :

Une première approche à l'échelle macroscopique, où l'essai de macro-indentation sera largement exploité. Il sera couplé à des modélisations telles que définies précédemment, pour analyser l'influence de chaque composant, avec comme stratégie de réaliser ces mesures sur des matériaux de complexité de formulation croissante (ajout progressif des composants), en commençant par le matériau le moins complexe avec un comportement isotrope jusqu'au matériau complet avec un comportement anisotrope. Cette approche a pour but de lier le procédé de fabrication aux propriétés mécaniques.

Une deuxième approche à l'échelle microscopique concerne l'essai d'indentation sous microtomographe avec une méthode de corrélation d'image volumique, sera développé. Ceci va permettre de déterminer l'effet de la morphologie sur les mécanismes de déformation. Le traitement des champs de déformations donne des éclairages sur les mécanismes microscopiques sous sollicitation et permettent d'extraire des quantités sur les propriétés de certains composants.

Ce mémoire est divisé en trois parties.

La première partie regroupe une étude bibliographique sur l'indentation instrumentée, donnant des outils pour comprendre le mode de sollicitation, les types de pénétrateurs et l'exploitation des courbes charges-déplacement pour calculer les différentes propriétés mécaniques des matériaux à savoir la dureté et le module d'élasticité, ainsi que l'ensemble des corrections à appliquer pour compenser les erreurs de mesure et de traitement. Une application sous macro-indentation a été réalisée sur un matériau de référence connu, ici le cuivre, dans le but d'établir un protocole d'essai qui servira sur le matériau de friction.

La seconde partie sera consacrée à la caractérisation du matériau de friction avec un essai de macro-indentation Brinell, qui sera confronté avec d'autres méthodes d'identification uni-

axiales : essai de compression avec corrélation d'images et caractérisation par ultrasons. Une comparaison avec les résultats de travaux antérieurs sera incluse dans ce chapitre. Pour connaître l'influence de chaque composant sur le comportement local et global du matériau de friction, une investigation par macro-indentation Brinell, sur un ensemble de matériaux simplifiés, dérivés du matériau de friction, de complexité croissante sera réalisée.

La troisième et dernière partie sera dédiée à la caractérisation multiaxiale du matériau de friction par indentation sous micro-tomographe (InSitu). Cette étude a pour objectif visualiser les mécanismes de déformations et de quantifier les propriétés mécaniques à l'échelle des composants. Une nouvelle méthode d'identification inverse par éléments finis avec décomposition spectrale, sera mise en pratique, en utilisant les résultats expérimentaux issus de la corrélation d'images DVC comme données d'entrées, afin de déterminer les modules caractéristiques à l'échelle des composants du matériau de friction.

Références :

- [1] J. Rapontchombo Omanda. Performances des garnitures frittées métalliques à basse teneur en cuivre pour les applications de freinage ferroviaire haute énergie. PhD thesis, Lille, France, 2019
- [2] R.Copin, Etude du comportement tribologique du couple de matériaux industriels sur tribomètres reproduisant les conditions de freinage ferroviaire. PhD thesis, Lille, France, 2000
- [3] R. Mann. Experiments and thermomechanical modelling of braking application & friction material characterization with loading history effect. PhD thesis, Lille, France, 2017
- [4] P. Dufrenoy, V. Magnier, R. Mann, A.-L. Cristol, and I. Serrano, “Methodology Linking Formulation, Microstructure and Mechanical Properties of Friction Materials,” SAE Technical Paper, SAE Inter., Sep. 2016.
- [5] R. Mann, V. Magnier, J.-F. Brunel, F. Brunel, P. Dufrénoy, and M. Henrion, “Relation between mechanical behavior and microstructure of a sintered material for braking application,” *Wear*, vol. 386–387, pp. 1–16, Sep. 2017.
- [6] S. Kossman Multiscale instrumented indentation of homogeneous materials and multimaterials. PhD thesis, Lille, France, 2017
- [7] S. Kossman and all “Indentation instrumentée multi-échelles appliquée à l’étude des matériaux massifs métalliques” *Matériaux & techniques* 105.104 2017
- [8] I. Serrano, Microstructural Analysis and Thermophysical Properties of a Sintered Friction Material EuroBrake 2015 EB2015-FMC-024
- [9] S. Skiba , Caractérisation thermomécanique et détermination de lois de comportement de revêtements abrasables de compresseurs basse et haute pression de turboréacteurs pour de larges gammes de vitesses de déformation et de températures PhD thesis, Metz, France, 2020
- [10] Q. Agrapart, Bilan d’énergie au contact et contribution de la thermomécanique sur la dynamique d’interaction aube - revêtement abrasable de turboréacteur aéronautique, PhD thesis, Lille, France, 2018

Chapitre A : Caractérisation d'un matériau homogène

Introduction

La mesure de dureté est une technique de caractérisation des matériaux utilisée depuis près de deux cents ans. Cette méthode, initialement fondée sur l'échelle de dureté de Mohs en 1822, mesure la capacité de différents minéraux à entraîner une rayure permanente dans les autres. De ce fait, le diamant a été classé comme le matériau le plus dur, puisqu'il détient la valeur maximale de l'échelle. Des décennies plus tard, Brinell a développé en 1900, la théorie de la dureté et la résistance à la déformation plastique induite par un matériau plus dur de géométrie connue. En effet, les tests consistent à indenter une surface plane avec un pénétrateur sphérique en acier trempé et à mesurer le diamètre laissé par l'indenteur. En 1908, l'échelle de dureté de Meyer a été fondée dans un concept similaire mais en utilisant l'aire de contact projetée. En 1922, Vickers a développé une nouvelle forme d'indenteur pour déterminer la dureté en utilisant un pénétrateur pyramidal à base carrée. En parallèle, l'échelle Rockwell a été établie, à travers les mesures d'indentation, sous différentes charges, en utilisant différents pénétrateurs et procédés dépendant des matériaux utilisés [1-4]. Ces techniques, appelées « indentations classiques », ont été très utiles en ingénierie pour mesurer les propriétés mécaniques. L'une des contraintes de l'indentation classique est la mesure de l'empreinte résiduelle par des dispositifs optiques, notamment pour caractériser des matériaux à l'échelle microscopique, favorisant le développement du test d'indentation instrumenté (IIT). La force (F) et la pénétration (h) sont continûment enregistrés ce qui permet de tracer les courbes chargements-déchargements. Associé à l'utilisation de modèle de dépouillement cet essai permet d'accéder rapidement aux propriétés mécaniques des matériaux comme la dureté H et le module d'Young E .

Comparée aux méthodes d'essais conventionnelles, telle que la traction ou la compression, l'indentation, classique ou instrumentée, prend moins de temps, nécessite des volumes plus faibles et ne nécessite pas de forme particulière des échantillons. Elle peut parfois être considérée comme une technique non destructive. Plusieurs améliorations ont été apportées à cette technique au fil des années, que ce soit sur la conception des instruments pour obtenir des résultats fiables avec moins d'incertitude, à travers l'indentation ultra-rapide, les instruments couplés avec des microscopes à force atomique (AFM) ou le microscope électronique à balayage (SEM) [1,5-9].

L'IIT est appliquée à une grande variété de matériaux tels que les métaux, les céramiques, les polymères et les composites. Ainsi, les domaines d'application sont larges, y compris la microélectronique [10,11], l'aéronautique [12,13], les matériaux dentaires [14,15], les roches fracturées [16-17], les revêtements tribologiques [18-21], les matériaux biologiques [22-24], produits alimentaires [25,26], etc.

Les résultats obtenus en IIT, que ce soit à l'échelle micro ou macro, peuvent être comparés aux tests de dureté conventionnels tels que Rockwell, Vickers ou encore Brinell. L'étude du comportement des matériaux à travers différentes échelles de mesure est devenue un domaine de recherche attrayant [27-29]. Des modèles théoriques ont émergé pour décrire le comportement des matériaux en utilisant la mécanique quantique, la dynamique moléculaire, la dynamique des dislocations et la mécanique du continuum, c'est-à-dire de quelques atomes à l'échelle macroscopique [30].

En effet, avec une gamme de charge de quelques pico à kilo Newtons, et des profondeurs de pénétration de quelques nanomètres à plusieurs centaines de micromètres, l'IIT permet l'étude des matériaux à plusieurs niveaux d'échelles.

L'objectif de ce chapitre est de se familiariser avec le monde de l'indentation, à travers une étude bibliographique des principales notions à savoir sur cette technique, et puis, de l'appliquer sur un matériau de référence connu pour maîtriser le protocole de l'essai d'indentation et définir l'influence de chaque paramètre sur l'exactitude des calculs des modules caractéristiques. En effet, cette thèse combine un travail expérimental et numérique. Il est donc impératif de bien comprendre le mode de fonctionnement de cet essai, pour pouvoir le reproduire de façon analytique afin de retrouver des valeurs proches de l'expérience.

A.1. Bibliographie

A.1.1. Environnement et exploitation des résultats

Dans ce paragraphe seront décrits les différents points auxquels il est important de s'attacher pour réaliser un essai d'indentation instrumentée. Les différents types de pénétrateurs seront présentés ainsi que la courbe charge-décharge.

A.1.1.1. Types de pénétrateurs :

Il existe trois types majeurs d'indenteurs : les sphériques, les coniques et pyramidaux à base carrée ou triangulaire. Leurs champs d'application sont très larges et conviennent donc à une grande gamme de matériaux.

Le pénétrateur sphérique (comme en indentation Brinell par exemple), permet de traiter les courbes contrainte-déformation directement en appliquant des équations de Hertz [31,32]. Ces pénétrateurs permettent d'étudier la transition du contact élastique au contact plastique. Ils sont utilisés de l'échelle nano à l'échelle macro métrique, et peuvent être fabriqués en carbure de tungstène, diamant ou acier et avoir un rayon différent.

Les pénétrateurs pyramidaux Vickers et Berkovich sont les plus utilisés, néanmoins les indenteurs tels que Knoop, présentent des applications avantageuses pour la détermination de l'adhérence à l'interface entre le substrat et le revêtement par exemple [18,21,33,34].

Le pénétrateur Vickers est constitué d'une base pyramidale carrée avec un demi-angle entre les faces opposées de $\psi = 68^\circ$ (Fig. I.1). L'angle a été choisi dans le but de vérifier la condition optimale de dureté Brinell (pénétrateur sphérique), qui doit atteindre un rapport entre le diamètre de l'empreinte résiduelle et le diamètre du pénétrateur sphérique égal à 0,375, soit $\psi = 68^\circ$ [3,35]. Le pénétrateur de Berkovich est une pyramide à base triangulaire fabriquée avec un angle de $\psi = 65,27^\circ$ qui donne le même rapport surface/projetée (cette surface sera détaillée dans le paragraphe A.1.2.1) que la pyramide de Vickers (Fig. I.1). L'indenteur Vickers est généralement utilisé à l'échelle macroscopique et microscopique dans le milieu industriel, tandis que le pénétrateur Berkovich convient mieux aux échelles nano et micro. Ces deux pénétrateurs sont couramment fabriqués en diamant [36].

Le pénétrateur Knoop est une pyramide à quatre côtés avec deux angles de face $172,5^\circ$ et 130° (Fig. I.1). L'indenteur a une diagonale dont la longueur est environ sept fois la diagonale la plus courte. Il est particulièrement utilisé dans l'étude des matériaux rigides, en comparaison avec l'indenteur Vickers qui est peut-être utilisé pour l'étude de matériau présentant une anisotropie [1,31,37,38].

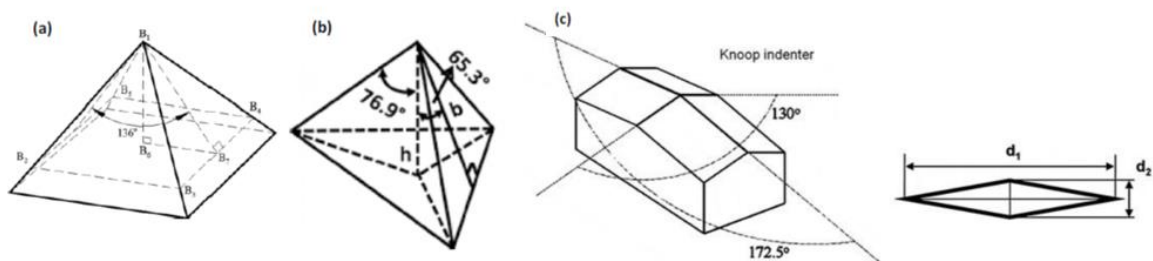


Fig. I.1. Représentation des géométries des pénétrateurs, a) Vickers, b) Berkovich et c) Knoop, montrant les angles entre les faces et les diagonales d_1 et d_2 [39].

De nos jours, l'indenteur plat est utilisé dans l'étude des tissus biologiques et des aliments, permettant d'accéder à l'estimation de la surface de contact lors de la pénétration [40].

A.1.1.2. Essais d'indentation instrumentés : courbe charge-déplacement.

L'indentation instrumentée consiste en l'application d'une gamme de charge avec un pénétrateur de propriétés et de géométrie connus dans un matériau de propriétés inconnues. La courbe charge-déplacement enregistrée pendant tout le test, permet d'extraire les informations nécessaires pour accéder aux propriétés mécaniques (Fig. I.2).

Les grandeurs les plus importantes extraites de l'essai pour les calculs ultérieurs des propriétés mécaniques sont énumérées ci-dessous :

h_{\max} , P_{\max} : déplacement et charge maximales.

h_f : profondeur résiduelle obtenue après le retrait du pénétrateur.

h_r : profondeur résiduelle qui s'obtient par la tangente à la courbe de déchargement.

h_c : profondeur de contact entre l'indenteur et le matériau

S : pente de la courbe de déchargement, tangente à h_{\max} .

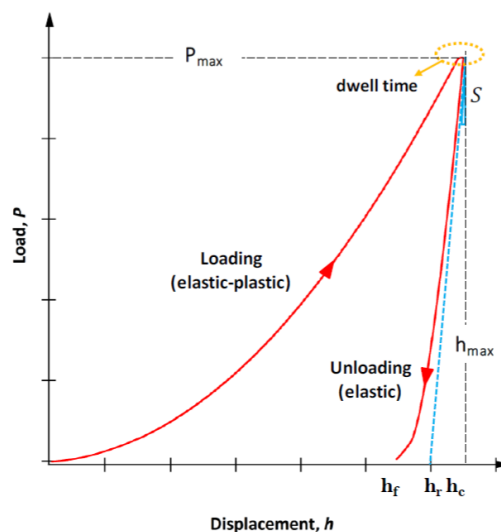


Fig. I.2. Courbe charge-déplacement : principaux paramètres pour calculer le module d'élasticité et la dureté [39].

Dans les sections suivantes, les différents éléments qui interviennent dans l'essai sont décrits, dans le but de déterminer les paramètres permettant de calculer les propriétés mécaniques des matériaux (Module d'Young E , dureté H et coefficient de Poisson ν).

A.1.1.3. Courbe de chargement :

Love [41] et Sneddon [42] ont déterminé une expression, qui donne la relation entre la charge P et la profondeur h de pénétration donnée par le contact d'un pénétrateur conique rigide non adhésif chargé dans un échantillon plat. C'est une étude valable pour les matériaux ayant un comportement élastique. En effet, la charge et la décharge sont proportionnelles au carré de la profondeur de pénétration par :

$$P = \frac{2Eh^2}{(1-\nu^2)\pi} \tan\theta = C_e h^2 \quad (\text{I.1})$$

Où la constante C_e dépend de l'angle θ du pénétrateur, et des paramètres du comportement élastique E et ν

Pour les solides au comportement plastiques rigides, la courbe de chargement P est également proportionnelle au carré du déplacement h (Eq. I.2), l'expression est dérivée de l'analyse de Tabor [43], basée sur le principe de similitude géométrique, qui indique que, pour les matériaux homogènes, la pression de contact moyenne sur un pénétrateur conique ou pyramidal est constante quelle que soit la taille de l'empreinte. Dans le cas de métaux entièrement écrouis, la relation de la pression de contact dépend de la géométrie du pénétrateur et de la limite d'élasticité du matériau σ_y (Eq. I.3). Elle est indépendante de la profondeur de pénétration, conduisant à une relation linéaire entre la charge et le déplacement

$$P = C_p h^2 \quad (\text{I.2})$$

$$P = C_\theta \sigma_y \quad (\text{I.3})$$

Dans le cas des matériaux au comportement élastiques-plastiques, il suffit de remplacer C_p par C_{ep} dans la même relation donnée par l'Eq. I.2 pour décrire la courbe de chargement. Ce coefficient dépend de la géométrie du pénétrateur et des propriétés du matériau et est donné par l'Eq. I.4 [1].

$$C_{ep} = \left[\frac{1}{\sqrt{\pi H \tan^2 \theta}} + \left(\frac{2(\pi-2)}{\pi} \right) \cdot \sqrt{\frac{\pi \sqrt{H}}{4 E_R}} \right]^{-2} \quad (\text{I.4})$$

Larsson *et al.* [44] ont trouvé d'autres expressions pour les constantes C_e et C_{ep} , basées respectivement sur le coefficient de Poisson et la limite d'élasticité. Leurs équations ont été dérivées d'une analyse approfondie par éléments finis inspirée du modèle de cavité sphérique.

De manière générale, les courbes de chargement peuvent être représentées par la relation de Meyer (I.1), où C dépend du comportement du matériau (par exemple élastique, élastique-plastique),

$$P = Ch^\alpha \quad (\text{I.5})$$

Où h est la profondeur durant le chargement,

Si $\alpha=2$ la dureté est constante et $\alpha \neq 2$ traduit l'effet de taille

Zeng *et al.* [45] ont conclu que l'exposant α de l'équation I.5 évolue en fonction de son identification sur des courbes de chargement. Dans la partie initiale des courbes, l'exposant α diffère de 2 et s'approche de 2 lorsque la charge augmente.

Afin de représenter au mieux les courbes de chargement, Gubicza *et al.* [46] ont proposé un polynôme de 2nd degré pour la charge P :

$$P = a_0h + a_1h^2 \quad (\text{I.6})$$

Où a_0 et a_1 sont des paramètres d'ajustement.

Hill *et al.*, Sneddon *et al.* et Tabor *et al.* [44, 47, 48] ont étudié la relation charge-déplacement, conduisant à des expressions différentes en fonction des hypothèses de l'analyse.

La courbe de chargement permet d'identifier le comportement du matériau, élastique ou plastique par exemple. L'analyse dimensionnelle, par simulation numérique en éléments finis des matériaux élastiques-plastiques isotropes à comportement d'écrouissage de Cheng et Cheng [30], a montré que l'écrouissage a un effet plus important sur la force nécessaire pour déplacer le pénétrateur, dans le cas où le rapport de la limite d'élasticité (σ_y) sur le module élastique (E) est petit. Pour un rapport σ_y / E grand, le rapport P/Eh^2 se rapproche de celui du contact élastique pur quel que soit le comportement d'écrouissage. Cependant, même si l'essai d'indentation instrumentée permet de connaître les lois d'écrouissage, en l'absence de méthodes normalisées, de nouvelles méthodes de caractérisation mécaniques basées sur l'utilisation des déformations représentatives représentent une alternative pour déterminer ces lois quel que soit le matériau. [49]

A.1.1.4. Courbes de déchargement :

Le comportement du matériau influence les courbes de déchargement. En effet, les courbes de chargement et déchargement sont superposées dans le cas des matériaux solides aux comportements élastiques, donnant accès au module d'élasticité du matériau.

Pour l'analyse des courbes de déchargement, il existe deux approches principales. La première approche est celle de Doerner et Nix [50]. Elle est basée sur l'approximation du poinçon plat qui suppose qu'au début de la courbe de déchargement, l'aire de contact est constante, en considérant que la géométrie pyramidale n'a qu'un petit effet sur le résultat final. Le concept de profondeur de contact utilisé comme substitut des longueurs diagonales, de la profondeur maximale ou de la profondeur plastique [6], a été utilisé pour modifier la définition de la fonction d'aire. La profondeur de contact est obtenue en ajustant le premier tiers de la courbe de déchargement par une ligne droite, qui coïncide avec la tangente à l'origine de la courbe de déchargement, par conséquent la profondeur de contact, h_c , est donnée par l'expression :

$$h_c = h_{max} - \varepsilon \cdot \frac{P_{max}}{S} \quad (I.7)$$

La relation I.4 de Doerner et Nix [50] est liée à la pente de déchargement :

$$\frac{dh}{dP} = C_f + \frac{1}{2} \sqrt{\frac{\pi}{Ac(h_c)}} \cdot \frac{1}{E_R} \quad (I.8)$$

Avec C_f est la complaisance du bâti expliquée en détail dans le paragraphe (§ A.1.3.1) et Ac est l'aire projetée détaillée dans le paragraphe (§A.1.2.1)

Aujourd'hui cette méthode est validée par la norme ISO 14577-2, dénommée méthode d'extrapolation linéaire qui implique que la courbe de déchargement est décrite par l'équation I.9 :

$$P - P_{max} = q + m \cdot (h - h_{max}) \quad (I.9)$$

Avec q et m qui sont des paramètres de lissage.

L'approximation du poinçon cylindrique faite par Doerner et Nix est bonne lorsque la réponse de déchargement est initialement linéaire. En effet, pour des matériaux qui ne présentent pas de reprise élastique significative, le rapport E / σ_y est important.

La seconde approche, utilisée dans l'analyse des courbes de déchargement, a été proposée au début des années 90 par Oliver et Pharr [51,52]. Pour eux, la courbe de déchargement obtenue

avec un pénétrateur Berkovich est décrite par le non-linéarité de la loi de puissance décrite dans l'Eq. I.10. Il ne s'agit pas d'une ligne droite, ce qui implique que l'aire de contact est modifiée lors du déchargement. Ils ont constaté que cette méthode pouvait être appliquée à n'importe quel pénétrateur axisymétrique.

$$P = B'(h - h_f)^m \quad (\text{I.10})$$

Où. B' et m sont des constantes liées au comportement du matériau $m = 1 + \frac{1}{n}$ et $2 < n < 6$, h_f la profondeur résiduelle

Pharr *et al.* [53] ont constaté lors de l'analyse du rechargement élastique, que l'exposant m est lié à la forme de la surface déformée. Cependant, à l'aide d'une analyse dimensionnelle, Cheng et Cheng [30] ont identifié que B' n'est pas une constante matériau car elle dépend de la profondeur d'indentation. De ce fait, l'Eq. I.10 est interprétée comme une formule d'interpolation pour un h_{\max} spécifique.

Dans ce cas, la norme ISO 14577 suggère que la courbe de déchargement soit ajustée avec la partie supérieure comprise entre 50 à 80% de la courbe. L'exposant m est un indicateur de la distribution de pression [54], avec une valeur attendue de 2, ce qui correspond au pénétrateur conique axisymétrique équivalent. Néanmoins, la valeur de m varie entre 1,16 et 1,5 pour une large gamme de matériaux qui ressemble plus à un parabolôïde de révolution lorsque $m = 1,5$. De ce fait, Oliver et Pharr [51,52] ont conclu que le calcul de la profondeur de contact est basé sur des modèles d'indentation dans un demi-espace élastique plat par des poinçons rigides de géométrie simple [41,42]. Le processus est schématisé dans la Fig.I.3 et l'expression est décrite par l'Eq. I.11.

$$h_c = h_{\max} - \varepsilon \cdot \frac{P_{\max}}{S} \quad (\text{I.11})$$

Où ε est une constante liée à la géométrie du pénétrateur, qui prend différentes valeurs ($\varepsilon = 0,72$ pour un pénétrateur conique, $\varepsilon = 0,75$ pour un parabolôïde de révolution, et $\varepsilon = 1$ pour un poinçon plat).

A travers l'analyse des courbes expérimentales, l'approche d'un parabolôïde de révolution ($\varepsilon = 0,75$) semble plus adaptée à la courbe de déchargement réelle, cette valeur est généralement utilisée dans la littérature.

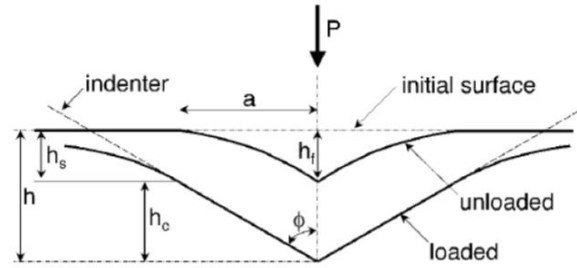


Fig. I.3. Représentation d'une empreinte après déchargement selon l'Eq. I.11.[41,42].

Pour les auteurs, la relation I.8 lie le module élastique réduit et la rigidité de contact :

$$S = \left(\frac{dP}{dh} \right)_{h_{max}} = \beta E_R \frac{2\sqrt{A}}{\sqrt{\pi}} \quad (\text{I.12})$$

Où S est la dérivée de Eq. I.10 évaluée au déplacement maximal.

E_R est le module élastique réduit et β varie de 1,02 à 1,08.

Ainsi lors du déchargement, deux simplifications principales ont été apportées. Le déchargement est uniquement élastique, aucune plasticité inverse ne se produit et la forme de l'empreinte équivaut à un cône tronqué et conduit à une impression de profondeur h_f . Néanmoins, la reprise élastique lors du déchargement conduit à des écarts importants dans la forme attendue de la courbe de déchargement. En effet, une subtile courbure convexe de la surface se présente, au lieu d'une forme conique ou pyramidale parfaite. Par conséquent, la rigidité mesurée doit être multipliée par un facteur géométrique $1 / \beta$, avec β qui varie entre 1.02 et 1.08 [55-57].

A.1.2. Détermination des propriétés mécaniques

Dans le cadre d'essais d'indentation instrumentée plusieurs facteurs doivent être pris en compte pour la caractérisation de la dureté H et du module d'élasticité E. Pour ce faire, il faut considérer la forme de l'indenteur, l'aire de l'empreinte (réelle ou projetée) à prendre en compte pour les calculs, et les modes de déformations associés.

A.1.2.1. Détermination de la dureté par indentation instrumentée IIT :

La définition la plus simple de la dureté indique la relation entre la force normale appliquée (P) et l'aire de l'empreinte (A) :

$$H = \frac{P}{A} \quad (\text{I.13})$$

Cependant, en indentation, en fonction des formules utilisées, l'aire l'empreinte prise en compte peut être l'aire réelle, A_r , ou projetée, A_c , comme l'indique les figures I.4-a et b.

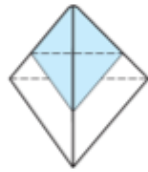


Fig. I.4 -a Visualisation de l'aire de contact réelle A_r d'un indenteur pyramidal.



Fig. I.4 -b Visualisation de l'aire de contact projetée A_c d'un indenteur pyramidal [58].

L'aire de l'empreinte peut être déterminée par l'observation de la surface indentée ou par des modèles analytiques à partir des courbes charge-déplacement.

Dans l'indentation instrumentée, il est possible de calculer différentes valeurs de dureté. L'une d'entre elles, la dureté Martens (HM) est déterminée à la charge maximale et à la profondeur de pénétration atteinte, en utilisant la surface réelle (Tableau I.2). Elle peut également être calculée par régression linéaire de la courbe de décharge entre 50% à 80% de P_{max} :

$$HM_S = \frac{P}{A_r} \quad (I.14)$$

Où P est la charge appliquée, HM_S la dureté Martens, A_r la surface réelle.

La dureté instrumentée HIT désigne la pression de contact moyenne entre la charge et l'aire de contact projetée A_c , calculée à h_c qui correspond à la profondeur de contact entre l'indenteur et le matériau. Les deux définitions de dureté sont résumées dans le Tableau I.1.

| Dureté (MPa) | Commentaires |
|-------------------------------------------------|-------------------------------------------------------|
| $HM = \frac{P}{A_r} = \frac{P}{26.43h_{max}^2}$ | P en N et h en mm, A_r aire de contact réelle |
| $HIT = \frac{P}{A_c} = \frac{P}{24.5h_c^2}$ | P en N et h en mm, A_c aire de contact projetée |

Tableau I.1. Dureté Martens pour les tests d'indentation classiques instrumentées, en tenant compte de la zone de l'aire de contact réelle ou projetée.

A.1.2.2. Calcul du module élastique :

Le module d'Young ou module d'élasticité d'un matériau, est une grandeur intrinsèque, directement liée aux liaisons atomiques. Habituellement, on fait appel à des essais de traction ou des méthodes ultrasoniques pour déterminer sa valeur. L'utilisation des tests d'indentation pour calculer le module d'élasticité permet d'avoir des résultats très comparables à ceux obtenus avec les méthodes traditionnelles.

En indentation instrumentée, l'analyse repose sur l'hypothèse d'un chargement élastique-plastique et d'un déchargement élastique, sans plasticité inverse. Ainsi, le module d'élasticité est lié à la pente initiale de la courbe de déchargement. Le module d'élasticité mesuré serait directement lié à la méthodologie utilisée pour l'analyse de la courbe de déchargement, l'aire de contact, le mode de déformation, l'hypothèse axisymétrique etc...

En effet, à partir de la méthode d'Oliver et Pharr [51,52], le module d'élasticité réduit E_R est obtenu par l'Eq. I.15.

$$E_R = \frac{S\sqrt{\pi}}{2\beta\sqrt{A_C}} \text{ Avec } S = \left(\frac{dP}{dh}\right)_{h_{max}} \quad (\text{I.15})$$

Lors de la pénétration dans un matériau dur, la déformation devient importante et la rigidité du contact diminue. Le module effectif ou réduit E_R a été proposé dans le but de corriger cet effet, et se calcule selon l'Eq. I.16.

$$\frac{1}{E_R} = \frac{1-\nu_i^2}{E_i} + \frac{1-\nu^2}{E} \quad (\text{I.16})$$

Où E_i : le module d'élasticité du pénétrateur en diamant = 1140 GPa

ν_i : le coefficient de Poisson du pénétrateur en diamant= 0.07

E : le module d'élasticité de l'échantillon

ν : le coefficient de Poisson de l'échantillon.

Dans le cas d'un pénétrateur très rigide, le module réduit s'approche du module d'élasticité de l'échantillon. En effet, la différence entre E_R et $E / (1 - \nu^2)$ augmente à mesure que le module du matériau testé se rapproche de celui du pénétrateur [45, 59].

De même, en se basant sur ce principe, Page *et al.* [60] ont démontré que le rapport entre la charge et la rigidité du contact est lié à la dureté H et au module réduit E_R qui sont des propriétés du matériau [61-64]. Ce rapport s'exprime comme suit :

$$\frac{P}{S^2} = \frac{\pi H}{4E_R^2} \quad (\text{I.17})$$

Oliver et Pharr [51] ont proposé de lier cette relation au rapport entre le travail plastique et le travail total mesuré, sans qu'il soit nécessaire de calculer la surface de contact.

Zeng et Chiu [45] ont proposé une méthodologie qui permet de calculer le module d'élasticité sans avoir à connaître la surface de contact. Cette étude est basée sur des résultats expérimentaux et une analyse par éléments finis, qui a été corroborée dans une large gamme de matériaux. Les deux principales relations de la méthode sont présentées ci-dessous :

$$P = (1 - \nu) f(\nu) E h^2 + 2\nu \sqrt{\frac{24.56}{\pi}} \frac{E}{1-\nu^2} h_0 (h - h_0) \quad (\text{I.18})$$

$$f(\nu) = \frac{2.1891(1-0.21\nu-0.01\nu^2-0.41\nu^3)}{1-\nu^2} \quad (\text{I.19})$$

Où le paramètre ν est le rapport entre la limite d'élasticité et le paramètre d'écroûissage, qui vaut 1 pour les matériaux élastiques plastiques parfaits et 0 pour les matériaux élastiques. h_0 est une constante se référant à la profondeur plastique pour une matière élastique plastique parfaite.

Malzbender *et al.* [64] proposent une approche pour calculer le rapport de la dureté sur le module d'élasticité (Eq. I.20 et I.21) qui utilise la relation entre les pentes des courbes de chargement (S_L) et de déchargement (S) évaluées au point de charge maximale :

$$\frac{S_L}{S} = \frac{\pi \tan \theta}{\beta} \frac{H}{E_R} \frac{h_c}{h_{max}} \quad \text{Avec } h_c = h_{max} \left[1 + \frac{\pi \tan \theta}{2} \frac{\varepsilon}{\beta} \frac{H}{E_R} \right]^{-1} f(n) \quad (\text{I.20})$$

$$E_R = \frac{S_L S^2}{2f(n) S - \varepsilon S_L} \cdot \frac{1}{2\beta \tan \theta P}; f(n) \approx (1.28 - 0.8n)(1 - 14.78 \sigma_y / E_R) \quad (\text{I.21})$$

A.1.2.3. L'aire de contact :

La zone de contact est un élément principal de l'analyse des données d'indentation instrumentée. Différentes méthodes de calcul sont proposées en fonction de l'échelle de mesure. Il existe dans la littérature différentes approches pour prendre en compte les défauts du pénétrateur, notamment l'effet de l'émoussement de la pointe particulièrement visible aux faibles profondeurs de pénétration [65-70].

L'expression polynomiale déterminée par Oliver et Pharr (Eq. I.22) a été largement utilisée en nano indentation depuis le début des années 90.

$$A_c = C_0 h_c^2 + C_1 h_c^1 + C_2 h_c^{1/2} + C_3 h_c^{1/4} + \dots + C_8 h_c^{1/128} \quad (\text{I.22})$$

Où C_0 à C_8 sont des constantes déterminées par l'ajustement des courbes.

Les huit coefficients n'ont pas de signification physique, mais sont simplement utilisés parce qu'ils correspondent bien aux données. En effet, cette expression peut être adaptée à différentes géométries de pénétrateur. Le premier terme ($C_0 = \pi \tan^2 \theta$, θ angle du pénétrateur) représente la pyramide parfaite, le second un paraboloïde de révolution, qui se rapproche de la sphère à de petites pénétrations. Le troisième terme pourrait être lié au défaut de la pointe [71]. Les termes d'ordre supérieur peuvent décrire des écarts par rapport à la géométrie parfaite et donner une fonction qui convient à différents ordres de grandeur du déplacement [51,52].

Un étalonnage est généralement effectué dans un matériau de propriétés connues tel que la silice fondue en utilisant le mode de mesure continue de la rigidité, dans le but d'obtenir les coefficients C_n . La méthode consiste à déterminer les coefficients par ajustement, qui permettent d'avoir un module d'élasticité constant sur une certaine plage de profondeur prédéterminée [51].

Herrmann *et al.* [72] ainsi que Thurn et Cook [66] ont proposé de tracer la racine carrée de l'aire de contact théorique comme une fonction linéaire, où pour les premiers, les coefficients sont des paramètres d'ajustement, tandis que les deuxièmes attribuent une signification physique aux coefficients présentés dans l'Eq. I.23 :

$$\sqrt{A_c} = \frac{h_c}{c_1} + \frac{c_1}{c_2}; C_1 = \frac{1}{\sqrt{\pi} \tan \theta} \text{ et } C_2 = \frac{1}{2\pi R} \quad (\text{I.23})$$

Où R est le rayon de la pointe de l'indenteur.

Troyon et Huang [68] ont proposé une relation (Eq. I.24) pour la micro-indentation en considérant simplement le défaut de pointe h_b :

$$A_c = \pi \tan^2 \theta (h_c + h_b)^2 \quad (\text{I.24})$$

En s'inspirant des résultats précédents, Chicot *et al.* [73] ont obtenu une aire de contact uniquement dépendante de la hauteur tronquée de la pointe du pénétrateur (h_b) déterminée par microscopie haute résolution. Ils ont validé un défaut de pointe de 10 nm jusqu'à la plage de micro-indentation, en mesurant le module d'élasticité et la dureté dans la caractérisation d'un film TiHfCN de 2,6 μm d'épaisseur.

$$A_C = \pi \tan^2 \theta \left(h_c + h_b \left(1 - \exp\left(\frac{-2h_c}{h_b}\right) \right)^{3/2} \right)^2 \quad (\text{I.25})$$

A l'échelle macroscopique, Cagliero *et al.* [36] suggèrent d'ajouter un paramètre supplémentaire basé sur la longueur de la ligne de convergence des faces de la pyramide, en considérant que les quatre faces s'intersectent dans un segment de longueur t et non en un point unique (Eq. I.26).

$$A_C = \pi \tan^2 \theta h_c^2 + 2 \tan \theta h_c t \quad (\text{I.26})$$

Les relations I.20 à I.22 sont valables pour les indenteurs Vickers et Berkovich ayant un demi-angle du cône axisymétrique équivalent égal à $\theta=70,3^\circ$.

A.1.2.4. Mode de déformation :

Lors des essais d'indentation, deux modes de déformation principaux, Sink-in et Pile-up peuvent être développés au voisinage de l'empreinte. La Fig I.5 schématise ces deux modes de déformation bien qu'ils ne se côtoient jamais au même temps sous la même empreinte. En effet, l'enfoncement Sink-in, est le mode de déformation généralement observés pour les matériaux élastiques. Il consiste à tirer la surface vers l'intérieur et vers le bas sous le pénétrateur, il est aussi appelé écoulement ascendant de la surface du matériau. Le mode Pile-up se traduit par un bourrelet. Pour les matériaux élastiques-plastiques, la surface peut se déformer en mode Pile-up ou Sink-in. En régime de déformation entièrement plastique, le comportement dépend du rapport contrainte normale sur module d'Young, σ_y / E , et des propriétés d'écrouissage.

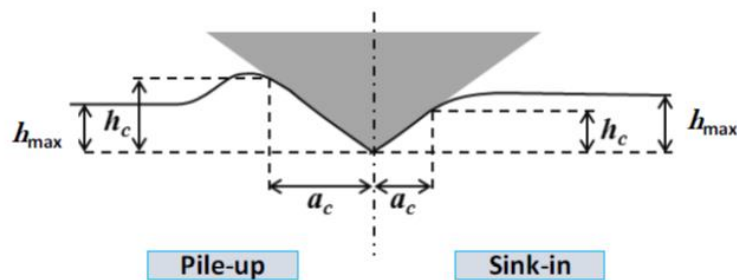


Fig. I.5. Représentation schématique des deux modes de déformation autour d'une empreinte : remontée Pile-up et enfoncement Sink-in, a_c : rayon de contact, h_{\max} : profondeur maximale, h_c : profondeur de contact

Il existe de nombreux mécanismes de déformation plastique. La relation de Hooke dans le domaine élastique et la relation d'Hollomon dans le domaine élasto-plastique (Eq I.27 et I.28) sont de bonnes approximations du comportement pour les métaux :

$$\sigma = E \cdot \varepsilon \text{ Pour } \varepsilon \leq \frac{\sigma_y}{E} \quad (\text{I.27})$$

$$\sigma = C \cdot \varepsilon^n \text{ Pour } \varepsilon \geq \frac{\sigma_y}{E} \quad (\text{I.28})$$

Où σ_y est la limite d'élasticité, C le coefficient de résistance et n le coefficient d'écrouissage. Pour des solides parfaitement plastiques $n = 0$ et pour la plupart des métaux n varie entre 0,1 et 0,5 [35].

La formation Pile-up ou Sink-in dépend du rapport σ_y / E et du coefficient d'écrouissage n. Lors de la prédominance du comportement Pile-up, la profondeur de contact est supérieure à la profondeur de pénétration maximale.

La forme des zones plastiques repose sur les propriétés du matériau. Pour des matériaux sans écrouissage et avec un rapport σ_y / E élevé la zone plastique a une forme hémisphérique bien étendue au-delà du cercle de contact. Ceci conduit à un bourrelet important et à une sous-estimation des mesures de la profondeur de contact selon la méthodologie d'Oliver et Pharr (Eq.I.11) [1,74]. Dans les matériaux de faible rapport σ_y / E , la zone plastique est limitée à la limite du cercle de contact, par conséquent, l'enfoncement Sink-in domine probablement.

L'estimation correcte de l'aire de contact dépend sensiblement de l'effet du bourrelet ou de l'enfoncement, et donc aussi du module d'élasticité et de la dureté. La méthode d'Oliver et Pharr pourrait conduire à des sous-estimations jusqu'à 60% de la surface de contact réelle. C'est pour cela, que de nombreux auteurs [74, 75, 76-79] ont cherché à y remédier, en prenant en compte l'effet d'empilement, ce qui s'avère difficile à faire. En effet, la norme ISO 14577 ne prend pas en compte ce mode de déformation. Souvent, les auteurs suggèrent que la meilleure façon d'envisager le bourrelet est de prendre en compte les empreintes résiduelles [30, 75, 76, 80].

Les travaux de Loubet *et al.* [71] et Hochstetter *et al.* [81] ont porté sur le développement de la relation I.29 pour estimer la hauteur de contact (h_c) pour la déformation Pile-up ou Sink-in du matériau. La relation considère une profondeur plastique ajoutée au défaut de pointe du pénétrateur multipliée par un facteur $\alpha = 1,2$ pour un indenteur Brinell :

$$h_c = \alpha \left(h_{max} - \frac{P_{max}}{S} + h_b \right) \quad (\text{I.29})$$

D'autres rapports tels que h_f / h_{max} ou W_e / W_t sont utilisés comme indicateurs du mode de déformation préférentiel, où W_e est le travail élastique et W_t le travail total. Oliver et Pharr [51] ont identifié que généralement pour $h_f / h_{max} > 0,7$, le matériau présente des déformations de type Pile-up. Yetna *et al.* [82] ont démontré que pour un grand nombre de matériaux, cette limite était plus élevée $h_f / h_{max} > 0,83$. Choi *et al.* [77] ont constaté que le matériau s'enfonce (Sink-in) de préférence lorsque $W_e / W_t < 0,15$.

A.1.3. Correction des données d'indentation

Les données force-déplacement issues des essais d'indentation instrumentée permettent d'estimer les propriétés mécaniques des matériaux. Cependant, les données enregistrées sont affectées par plusieurs erreurs qui se répercutent sur le calcul des propriétés souhaitées. Les erreurs les plus importantes sont liées à la mesure du déplacement du pénétrateur dans le matériau, aux changements environnementaux et à la forme non idéale du pénétrateur. Selon l'échelle de mesure, du macroscopique au nanoscopique, les résultats finaux sont plus ou moins sensibles à ces erreurs. Dans cette section, nous décrivons les principales corrections des données expérimentales afin d'obtenir des résultats fiables.

A.1.3.1 Complaisance du bâti

La complaisance du bâti, C_f , est un paramètre inconnu du système que l'on peut déterminer à travers l'étalonnage de la machine. Cette valeur diffère à chaque campagne d'essai, elle est donc recalculée pour chaque triplet machine/indenteur/matériau.

L'Eq I.30 indique que la complaisance totale mesurée C_t est la somme de la complaisance de contact C_c de l'échantillon (l'inverse de la rigidité), et de la complaisance du bâti C_f . C_t est généralement représentée par deux ressorts en série dont on peut additionner les inverses des raideurs [51,83] :

$$C_t = C_f + C_c = C_f + \frac{\sqrt{\pi}}{2E_R\sqrt{A_c}} \quad (\text{I.30})$$

Où A_c est la surface de contact projetée et E_R le module d'élasticité réduit.

Dans l'équation I.31, l'hypothèse est un module d'élasticité constant et une fonction d'aire connue. Cette relation est donnée si la dureté instrumentée est considérée comme une constante quelle que soit la charge, qui conduit à une relation constante de \sqrt{HIT} / E_R :

$$C_t = C_f + C_c = C_f + \frac{\sqrt{\pi}\sqrt{HIT}}{2E_R\sqrt{P_{max}}} \quad (I.31)$$

Dans l'Eq I.32, le déplacement mesuré h^* est directement affecté par la complaisance C_f . Ainsi la profondeur de pénétration mesurée est généralement plus élevée que la valeur réelle car elle inclut la déformation du bâti. Par conséquent, la rigidité de contact S diminue et conduit à une sous-estimation du module d'élasticité. La correction des données de déplacement est donnée par l'Eq. I.32:

$$h = h^* - C_f P \quad (I.32)$$

Où h est le déplacement réel du pénétrateur dans l'échantillon.

Dans la littérature, il existe de nombreuses méthodes pour prendre en compte la correction de la complaisance du bâti [36, 84-86], impliquant généralement l'utilisation d'échantillons homogènes et isotropes. Le Tableau I.2 résume trois méthodes fréquemment utilisées pour effectuer cette procédure d'étalonnage, incluses dans l'ISO 14577-4.

| Méthode | Hypothèse/Test | Tracer | Détermination de Cf |
|---------|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|------------------------------------------|----------------------------------------------------------------------|
| 1 | ER et HIT = constante à différentes charges du test multicyclique | C_t vs $1/\sqrt{P_{max}}$ (Eq.I.31) | Interception avec l'axe des y (extrapolation) $C_f =$ constante |
| 2 | ER = constante. Fonction de surface (A) connue ou déterminée par des techniques d'imagerie à haute résolution/standard à différentes charges ou tests multicycliques | C_t vs $1/\sqrt{A_C}$ (Eq.I.30) | Interception avec l'axe des y (extrapolation) $C_f =$ constante |
| 3 | ER et HIT = constante . Méthode de mesure de la rigidité | P/S^2 vs h (Eq.I.17) | Itération jusqu'à l'obtention d'une courbe plate à forte pénétration |

Tableau I.2. Trois méthodes pour calculer le C_f [39].

Les deux premières méthodes présentées dans le Tableau I.2 sont les plus utilisées pour l'indentation instrumentée et le protocole d'étalonnage peut être trouvé dans certains logiciels associés aux instruments (par exemple, Zwick Universal Hardness Machine). Les deux méthodes sont faciles à mettre en œuvre car les données sont directement extraites des résultats sans aucune procédure d'itération. Cependant, il est fortement recommandé d'utiliser les données les plus élevées pour les charges ou déplacements pour éviter les imperfections du pénétrateur, une existence possible de l'effet de taille d'indentation avec une variation de dureté avec la profondeur de pénétration, le bruit et les vibrations affectant les données de déplacement à faibles charges. Malheureusement, ce sont les données à faibles charges (et faibles

pénétrations) qui conditionnent le plus la valeur de C_f , car on représente des inverses de la charge ou de l'aire de contact.

Pour améliorer leur précédente procédure d'étalonnage, Oliver et Pharr [51] ont suggéré la méthode 3, basée sur une procédure itérative (Eq.I.17), qui consiste à calibrer la fonction d'aire et la complaisance à partir d'un ensemble de données provenant d'un seul échantillon de référence. Néanmoins, la méthode est limitée en raison du temps nécessaire à son aboutissement.

La complaisance du bâti est un paramètre très critique pour déterminer correctement les propriétés mécaniques par des tests d'indentation instrumentée. En effet, si C_f est plus petit que la valeur réelle, alors le déplacement corrigé sera supérieur au déplacement réel. De ce fait, le module élastique et la dureté seront sous-estimés.

Dans le cas des charges et déplacements élevés, la détermination précise de la complaisance du bâti devient plus importante, puisque le facteur dominant C_f a le même ordre de grandeur que la complaisance de contact, C_s [51, 83, 87]. De même, C_f affecte de manière significative la détermination du module élastique plus que la dureté, puisque pour la détermination du module, la correction concerne la rigidité et l'aire de contact.

A.1.4. Indentation de matériaux hétérogènes

A la différence des matériaux homogènes, les propriétés mécaniques des phases d'un matériau hétérogène ne peuvent pas être déterminées par un seul essai d'indentation si l'on ne connaît pas la phase exacte sur laquelle on indente. De plus, dans le cas où l'indenteur pénètre dans une zone à l'interface entre plusieurs phases, le résultat ne permet pas de caractériser une phase unique. Dans ce contexte, il est exigé d'effectuer un grand nombre d'essais d'indentation sur une zone quelconque de la surface de l'échantillon. Ces essais peuvent alors être représentés sous la forme de cartographie de propriétés [29]. Cette partie sera développée dans le chapitre B.

A.1.5. Conclusion

Cette partie bibliographique a permis de définir l'indentation, de décrire le protocole expérimental et de développer le mode de calcul utilisé pour extraire les résultats nécessaires pour caractériser les matériaux.

L'indentation instrumentée permet de déterminer des propriétés mécaniques. Dans un premier temps, la démarche sera adoptée pour un matériau homogène de référence, le cuivre. Dans un second temps, cette démarche sera élargie au matériau hétérogène de notre étude. En effet, suite à la courbe charge-décharge, qui représente l'évolution de la charge en fonction du déplacement, il est possible d'extraire la valeur du module d'Young E , en le calculant à partir de la pente à la décharge S , et l'aire de contact projetée A_c . De même, des critères pour déterminer le mode de déformation : Sink-in ou Pile-up ont été présentés, et à travers ceux-ci, la hauteur de contact h_c est déterminée. Afin d'éviter toute erreur lors des essais en faible charge, une correction avec une complaisance de la machine C_f sera proposée. Cette dernière est l'ordonnée à l'origine obtenue graphiquement en traçant l'évolution de $1/S$ en fonction de $1/\sqrt{A_c}$.

Cependant, même si cet essai semble donner des résultats précis, et permet une caractérisation à plusieurs échelles, les erreurs détectées sur les valeurs obtenues avec la macro-indentation sont bien présentes. En effet, le fait de devoir déterminer plusieurs paramètres de façon expérimentale induit des erreurs cumulées importantes, que ce soit lors de la détermination du mode de déformation ou du calcul de l'aire de contact, de la raideur, de la hauteur de contact h_c et surtout du facteur de correction sur les faibles charges C_f , qui reste une "boîte noire" liée à la machine, aux capteurs, aux jeux, et aux supports. C'est pour cela qu'une investigation plus profonde sera menée, dans le but d'éclaircir l'influence de chaque paramètre sur la précision des résultats obtenus par macro-indentation, puis validée avec un modèle numérique en éléments finis sur un matériau de référence. Nous verrons par la suite que ces corrections proposées dans la littérature ne sont pas toujours suffisantes pour obtenir des valeurs exemptes d'artefacts de mesure. En particulier, en macro indentation, nous verrons l'influence de chacune de ces corrections sur le résultat final. Un modèle numérique sera mis en œuvre pour étayer ces conclusions.

A.2. Validation de la démarche expérimentale

A.2.1. Macro-indentation (Machine ZHU 2.5)

La machine d'essai de dureté universelle ZHU 2.5 de Zwick Roell Group fonctionne dans la plage de charges entre 5 N et 2,5 kN. La tête de mesure contient une cellule de pesée, un système de mesure de déplacement à haute résolution, un pied de capteur conforme au principe de mesure d'Abbe [130] et un pénétrateur qui peut être facilement interchangeable. Une représentation schématique détaillée du système est présentée à la Fig. I.16. La précision de la cellule de pesée est de grade 1 (norme DIN EN ISO 7500-1) et la résolution de déplacement est de 0,02 μm . Les vitesses de chargement et de déchargement peuvent être contrôlées en force ou en déplacement, tout comme pour le maintien en fin de chargement. La machine est couplée à un microscope optique et à une table motorisée. La table permet de changer la position de l'échantillon (x et y) et de déplacer l'échantillon jusqu'à la tête de l'indenteur. Le schéma de principe de l'indenteur Zwick ZHU2.5 est schématisé sur la Fig. I.6.

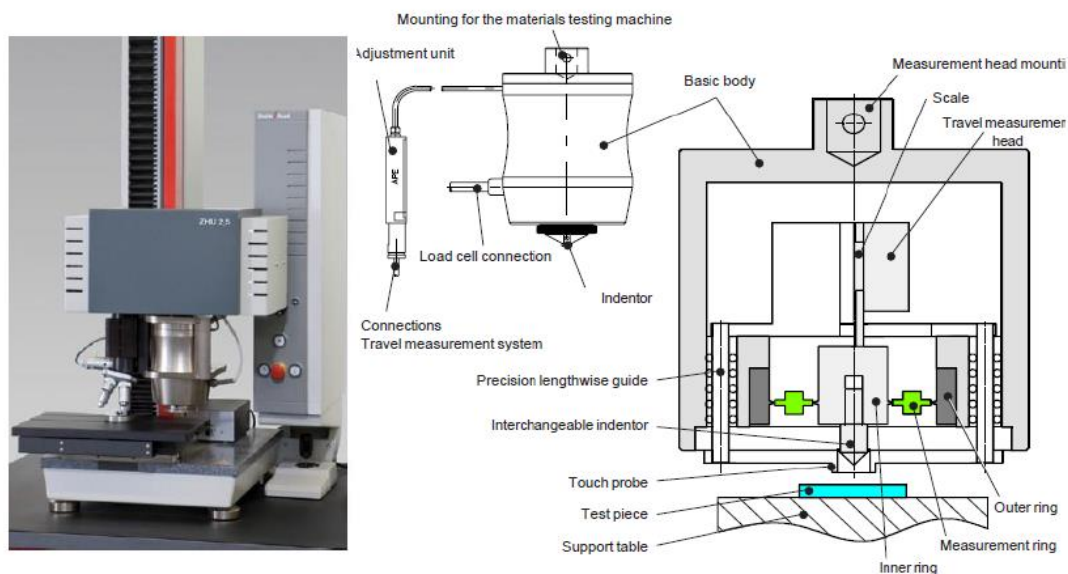


Fig. I.6 Macro indenteur Zwick ZHU 2.5 et schéma de principe du système.

A.2.2. Résultats de la Macro-indentation Brinell sur le Cuivre

Afin de s'affranchir des résultats trouvés pour le matériau de friction étudié au chapitre B, le cuivre, qui est un matériau homogène, est pris comme référence, dans tout ce chapitre. Le matériau est fourni par MDS (Métaux Détail Services) [88] sous l'appellation CuAg, répondant à la norme ISO Cu Ag 0,1

L'échantillon est indenté par un indenteur sphérique Brinell en carbure de tungstène de rayon $R=5\text{mm}$.

Afin de poursuivre les travaux réalisés par Kossman [95] la même démarche expérimentale a été adoptée, à savoir des tests multi-cycliques pour évaluer les propriétés mécaniques (E et H) en utilisant les conditions suivantes :

- Pour les faibles charges : 5 cycles de 50 à 250 N avec un pas croissant de 50 N ; temps de maintien de 15 s à charge maximale (Pmax) ; décharge partielle jusqu'à 10 N ; l'Eq I.33 permet de déterminer l'espace, Δe , entre les empreintes. Il est équivalent à 30 fois la profondeur de pénétration maximale ; la vitesse de chargement et de déchargement est de 300 N/min quelle que soit la charge maximale.

$$\Delta e = \sqrt{h_{max} \times R} \times 2 \times 3 \quad (I.33)$$

Avec h_{max} le déplacement maximal.

- Pour les fortes charges : 8 cycles de 50 à 1450 N avec un pas croissant de 200 N ; temps de maintien de 15 s à charge maximale (Pmax) ; décharge partielle jusqu'à 10 N ; espace entre les empreintes équivalent à 30 fois la profondeur de pénétration maximale ; la vitesse de chargement et de déchargement de 1500 N/min. Afin d'écartier l'hypothèse du fluage lors de l'essai, différents essais expérimentaux à 15s, 30s, 60s, 120s, ont été conduits pour définir un temps optimal de 15s de pause.

La Fig.I.7 présente les courbes charge-déplacement à faibles et fortes charges.

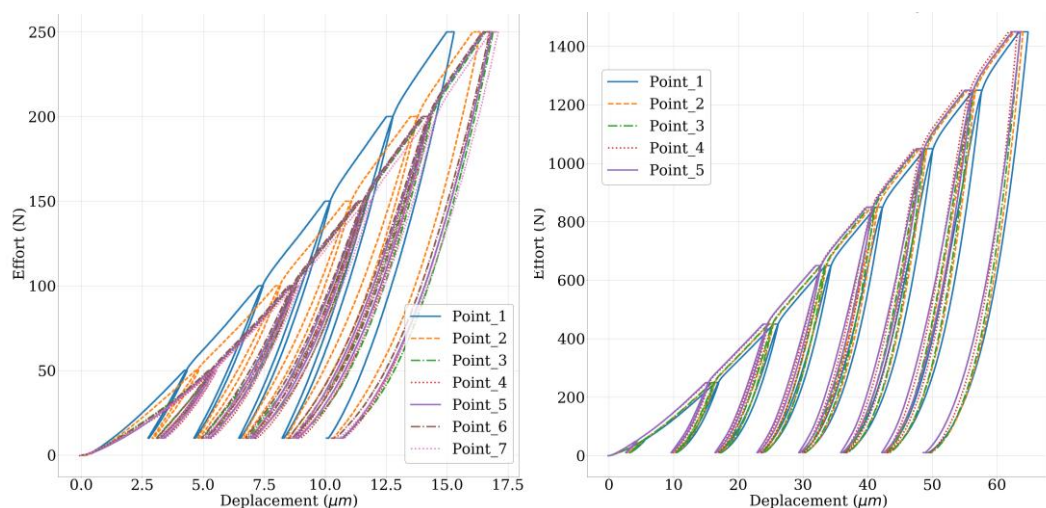


Fig. I.7 Courbes charge-déplacement pour le cuivre à faibles et fortes charges.

La figure I.7 montre que la réponse du matériau est homogène, car les courbes charge-déplacement sont similaires d'un essai à l'autre.

La détermination du module d'Young est réalisée sur la partie de déchargement de la courbe charge-décharge en se basant sur la méthode développée par Olivier et Pharr [51, 52] tout en appliquant les équations de contact élastique établies par Sneddon (Eq. I.15), le calcul de l'aire de contact sera fait en appliquant des équations de Hertz [31,32] (Eq. I.34).

$$A_{cp} = \pi(2 * h_c * R - h_c^2) \quad (\text{Eq. I.34})$$

La complaisance du bâti C_f utilisée dans cette étude est considérée comme constante, calculée à partir de l'équation I.26, quel que soit la charge appliquée. Sans la prise en compte de la complaisance du bâti, le module a une valeur moyenne de $48,6\text{GPa} \pm 3,9$ pour toutes les charges (50 à 1450 N), comme indiqué sur l'histogramme Fig I.8.

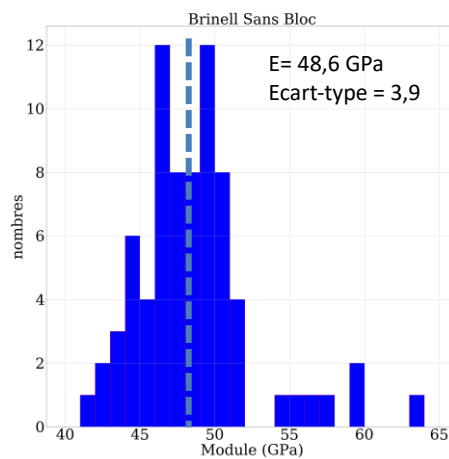


Fig. I.8 Histogramme du module d'élasticité pour toutes les charges de 50 à 1450 N avec un C_f constant.

Cependant dans l'annexe 1, différents calculs ont été investis pour le calcul du coefficient C_f à différents niveaux de charges. Il en ressort que les valeurs du module d'élasticité obtenues sans correction du C_f pour les très fortes charges (supérieures à 1050 N), donnent des résultats proches de la valeur de référence connue du cuivre, à savoir $E = 117\text{GPa}$ [88]. Une question se pose donc sur la nécessité ou pas de cette correction pour les niveaux de charges très élevés.

Comme vue précédemment dans l'étude bibliographique, cette différence peut être due :

- à la rigidité du bâti,
- au choix de l'indenteur,
- à un problème de la machine.

Ce sont tous ces questionnements qui sont abordés dans les prochains paragraphes.

A.2.3. Investigation sur l'influence des paramètres sur la valeur du module dans le cas d'un C_f constant

A.2.3.1. Influence de la rigidité de la machine

Oliver et Pharr [51] (cf. § A-1-3-1) ont mis en avant que la rigidité de la machine joue un rôle important dans la mesure des résultats. Pour identifier la complaisance liée à la machine ZWICK, Kossman [39] a démontré dans sa thèse que la table sur laquelle est positionné l'échantillon joue un rôle important dans les résultats car celle-ci se déforme sous fortes charges. Pour s'affranchir de cette déformation, un bloc rigide en acier (80mm*40mm*20mm) est positionné entre l'échantillon et le support de la machine (Fig. I.9) tout en gardant le même protocole d'essai défini au § A.2.2.

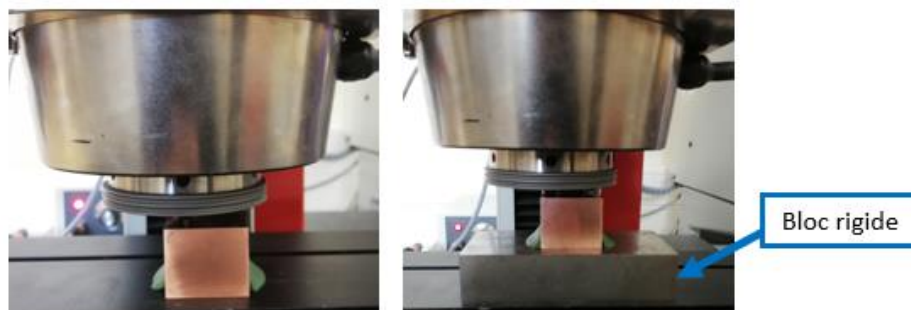
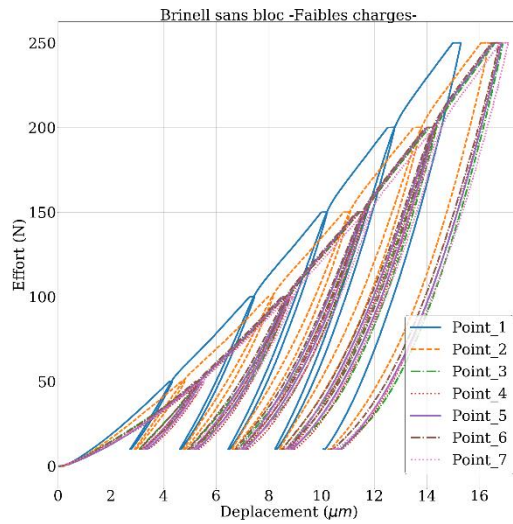
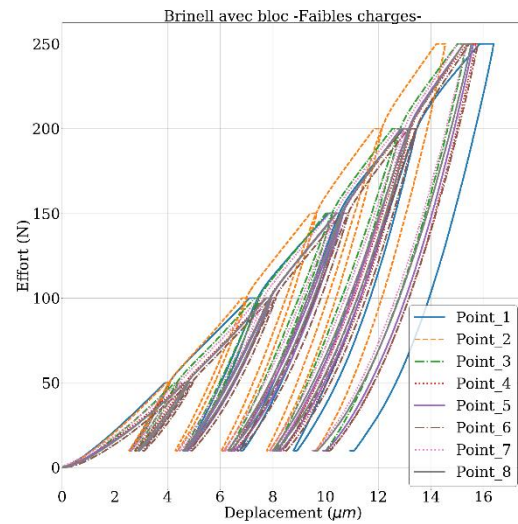


Fig. I.9 Essai de Macro-indentation Brinell a- sans bloc et b- avec bloc.

Les courbes de charge-déplacement I.10-a et b, à faibles et fortes charges montrent que l'ajout du bloc rigide ne change pas significativement les valeurs des déplacements maximum. Cette variation est respectivement de 5,8% et 1,6% pour les faibles et fortes charges, ce qui peut être associée à une dispersion expérimentale.

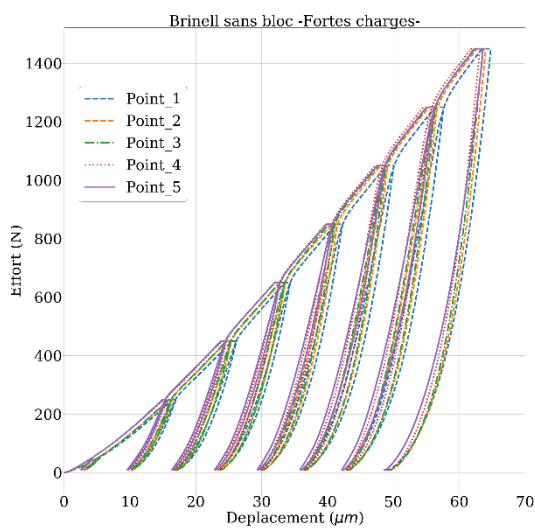


1 Sans bloc rigide

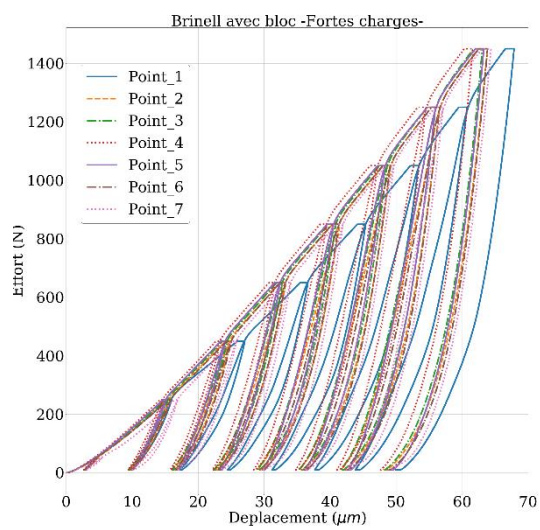


2 Avec bloc rigide

Fig. I.10-a Courbes charge-déplacement pour le cuivre à faibles charges (1) sans et (2) avec bloc rigide.



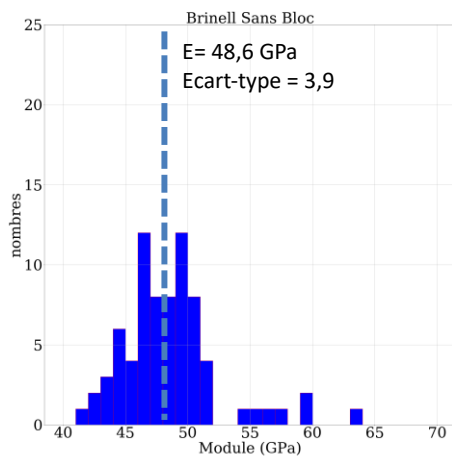
1. Sans bloc rigide



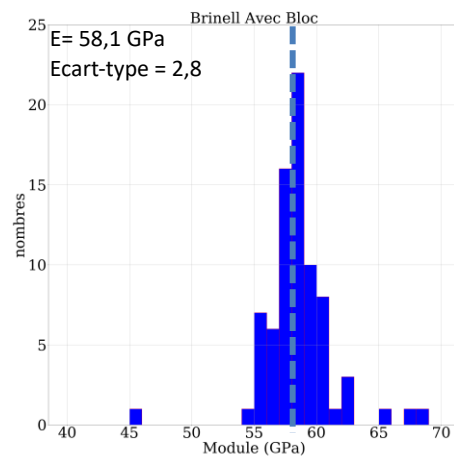
2. Avec bloc rigide

Fig. I.10-b Courbes charge-déplacement pour le cuivre à fortes charges (1) sans et (2) avec bloc rigide.

En supprimant les points les plus dispersés, c'est-à-dire, le « Point_1 » en faible et forte charge, avec bloc et sans bloc rigide, les valeurs relatives passent de 5,8% à 2,5% pour les faibles charges et de 1,6% à 1,2% pour les fortes charges.



1. Sans bloc rigide



2. Avec bloc rigide

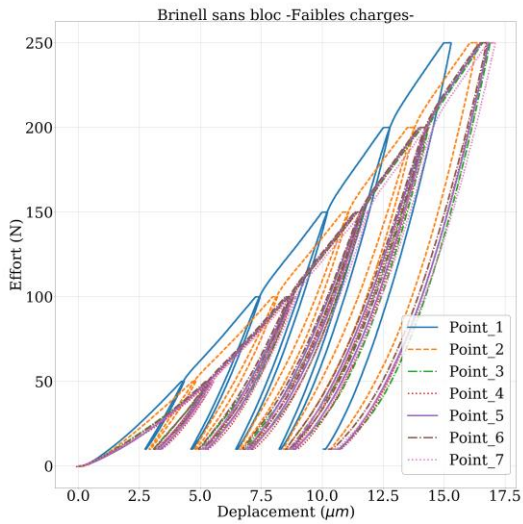
Fig. I.11 Histogramme du module d'élasticité pour toutes les charges (1) sans et (2) avec bloc rigide.

Les histogrammes I.11 1. et 2. montrent l'évolution du module d'Young, pour tous les niveaux de charges étudiés. Le module d'élasticité moyen avec le bloc rigide est de $58,1 \pm 2,8$ GPa contre $48,6 \pm 3,9$ GPa en l'absence de celui-ci. Cependant, même si cela induit une augmentation de la complaisance C_f de $-0,007709$ à $-0,004504$ $\mu\text{m}/\text{N}$, l'insertion du bloc entre la table et l'échantillon indenté ne permet pas d'atteindre le module d'Young de 117 GPa du Cuivre [88]. **Il est important de noter que la valeur négative du C_f est une valeur relative par rapport à celle qui existe sur la machine ($C_f = +0,034$ $\mu\text{m}/\text{N}$) et qui est définie par le constructeur. La valeur du C_f calculé vient donc corriger celle du constructeur, supposée très raide.**

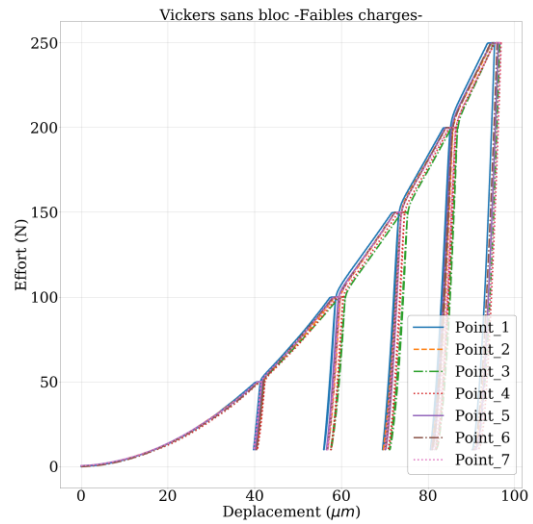
Enseignement tiré : Par la suite, les essais seront réalisés sans bloc rigide.

A.2.3.2. Influence du mode de calcul

Nix et Gao [89] ont démontré que la forme de l'indenteur joue un rôle sur la valeur de la dureté, et sur la valeur du module d'Young. Afin de s'affranchir de cela, des essais aux mêmes charges mais avec un indenteur Vickers ont été réalisés et comparés à ceux obtenus avec l'indenteur Brinell. La Fig I.12-a montre qu'une plus grande dispersion des résultats est observée pour les faibles charges dans le cas de l'essai Brinell sans bloc comparativement aux essais Vickers sans bloc. Il est à noter que pour tous les paliers de chargement, l'indenteur Vickers, en faibles et fortes charges, montre des résultats très faiblement dispersés.

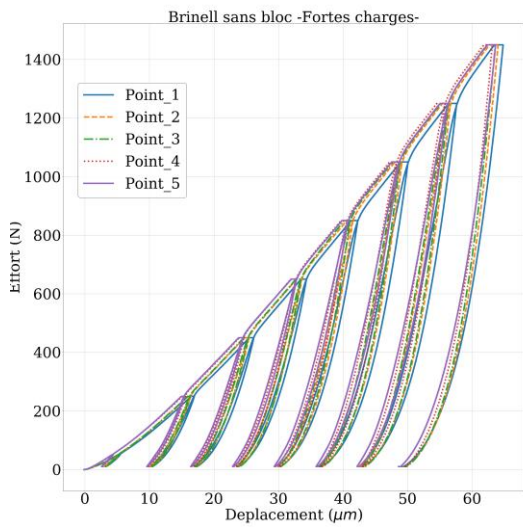


1. Indenteur Brinell

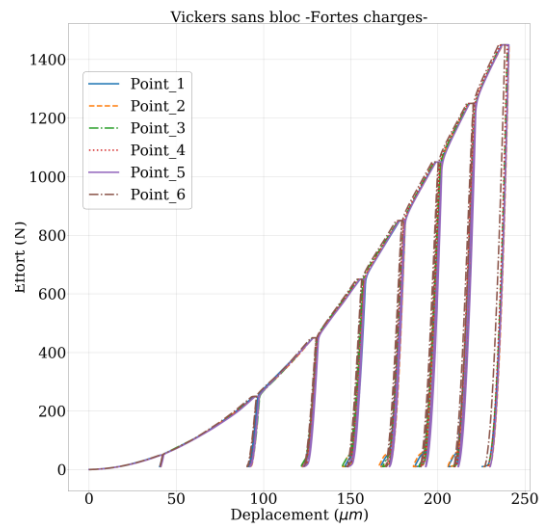


2. Indenteur Vickers

Fig. I.12-a Courbes charge-déplacement pour faibles charges sans bloc rigide pour (1) un indenteur Brinell et (2) un indenteur Vickers.



1. Indenteur Brinell



2. Indenteur Vickers

Fig. I.12-b Courbes charge-déplacement pour fortes charges sans bloc rigide pour (1) un indenteur Brinell et (2) un indenteur Vickers.

Même si les courbes charges-décharges Fig.I.12-a et b, montrent un comportement homogène entre les deux indenteurs. En appliquant l'Eq I.8 définie par Oliver et Pharr [51,52], c'est-à-dire le tracé de l'inverse de la raideur en fonction l'inverse de la racine de l'aire de contact (Fig I.13), cela montre que la complaisance de la machine C_f vaut $-0,007709 \mu\text{m}/\text{N}$ pour Brinell et $-0,002057 \mu\text{m}/\text{N}$ pour Vickers. Au travers des deux histogrammes (Fig. I.14) on constate que le module d'Young réalisé avec Brinell ($48 \pm 3.9 \text{ GPa}$) est plus faible que celui trouvé avec Vickers

(108.9 ±5.2 GPa). Ces résultats sont cohérents car pour les fortes charges, le déplacement maximal obtenu par Brinell est de 65 µm contre 225 µm pour Vickers. Cela corrobore bien que dans le cas de l'indenteur Vickers, la surface indentée sera plus importante, conduisant à une aire de contact supérieure à celle obtenue avec l'indenteur Brinell.

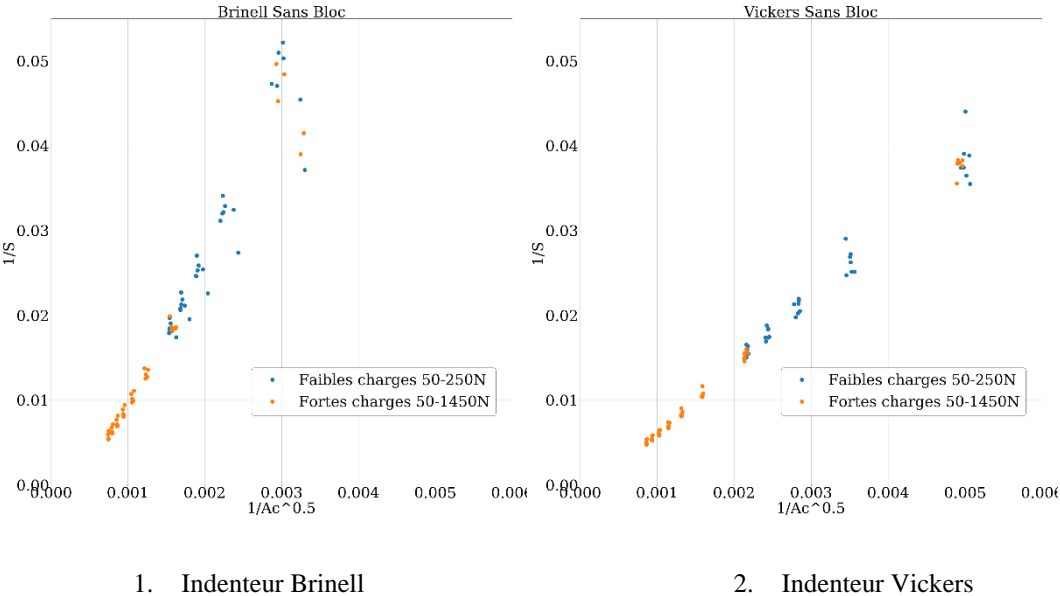


Fig. I.13 Courbes d'évolution de 1/S en fonction de $1/\sqrt{A_c}$ pour (1) un indenteur Brinell et (2) un indenteur Vickers.

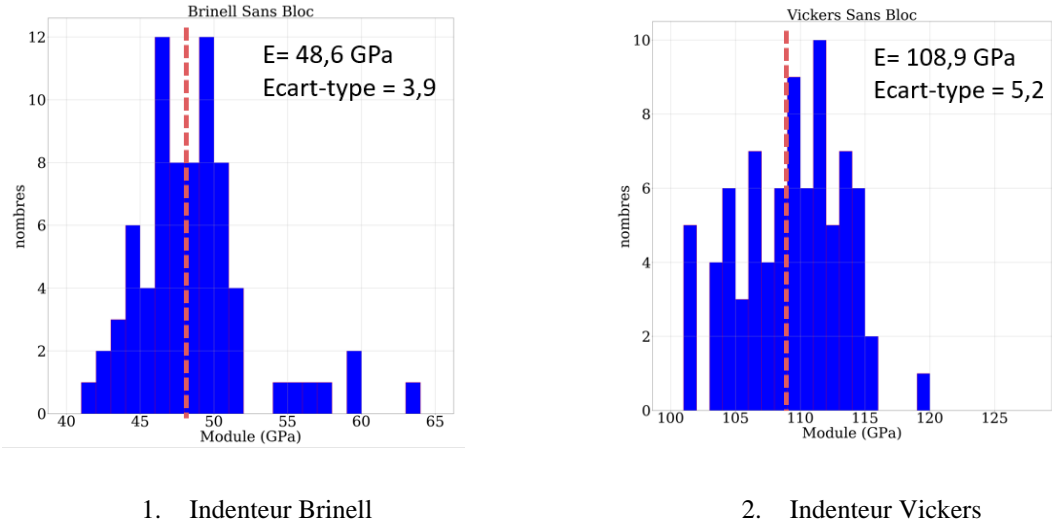


Fig. I.14 Histogrammes de la comparaison du module d'élasticité pour toutes les charges de 50 à 1450 N pour (1) un indenteur Brinell et (2) un indenteur Vickers.

Cette étude permet d'identifier que le problème de la mesure ne provient pas de la méthode de calcul du module d'élasticité mais qu'il est influencé par la géométrie de l'indenteur de la machine d'indentation ZWICK ZHU 2.5 en macro-indentation, avec une profondeur de

pénétration qui est nettement plus importante pour l'indenteur pyramidal Vickers, comparé aux Brinell.

Enseignement tiré : Pour la machine ZWICK, l'indenteur Vickers donne de bonnes valeurs du module d'élasticité alors que pour l'indenteur Brinell le module d'Young n'est pas correct.

A.2.3.3. Influence du couple machine/indenteur Brinell

Afin d'identifier l'origine des écarts à la valeur de référence E dans le cas d'indentation sphérique en macro-indentation, il est proposé dans cette partie de réaliser des tests multi-cycliques en micro-indentation (CSM MICRO-HARDNESS TESTER), avec une bille Brinell de rayon R=0.1mm, suivant les conditions :

- 20 cycles avec une charge variant de 0.5 à 15 N,
- temps de maintien de 15 s à la charge maximale (Pmax),
- décharge partielle jusqu'à 0.2 N avec une vitesse de chargement et de déchargement constante égale à 15 N/min.

Les exemples de courbes charge-déplacement sont présentés sur la Fig.I.15.

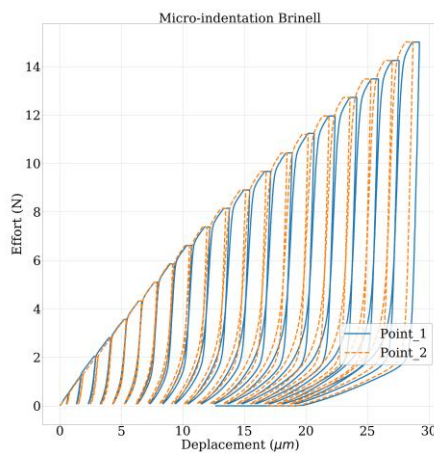


Fig. I.15 Courbes charge-déplacement.

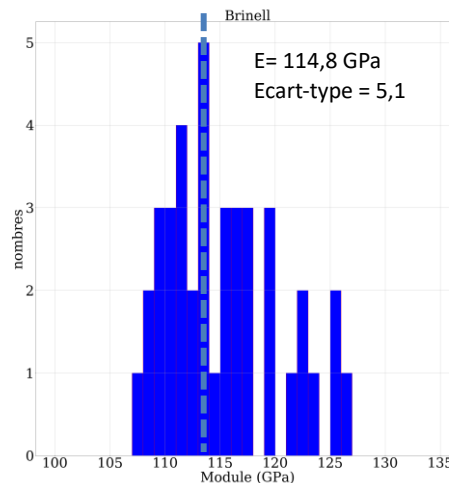


Fig. I.16 Histogramme du module d'Young.

La bonne reproductibilité des courbes de charge-déplacement confirme une réponse homogène du matériau.

La valeur moyenne du module d'Young déterminée depuis l'histogramme sur la Fig I.16 est estimée à $114,8 \pm 5,1$ GPa. Cette valeur est en adéquation avec la valeur de référence du cuivre de 117 GPa [88].

Enseignement tiré : Pour le module d'Young du cuivre, la machine de micro-indentation CSM, donne de bons résultats avec l'indenteur Brinell. Donc le problème vient du couple machine/indenteur en macro-indentation

Conclusion intermédiaire :

Les essais en micro-indentation avec indenteur Brinell ont permis d'identifier un module d'Young pour le cuivre de 114.8 GPa. Cela confirme que le protocole de calcul est correct et que le problème vient du couple machine/indenteur Brinell en macro-indentation. Celui-ci peut être lié à une incertitude de déplacement dont son pourcentage est plus important avec un indenteur Brinell. En effet, pour une même charge (§A.2.3.2.), la pénétration dans la matière est plus importante pour l'indenteur Vickers donc une erreur relative plus faible au niveau du déplacement, qui se traduit par un module d'élasticité de 108 GPa, voisine de la valeur de référence 117 GPa. Pour l'indenteur sphérique le module de Young est plus faible (48 GPa), cela peut s'expliquer par un mauvais sertissage de la bille en carbure de tungstène dans un corps en acier.

Dans le paragraphe A.2.3.4., pour s'affranchir du problème du couple indenteur/machine en macro-indentation, une méthode de correction sera proposée pour l'indenteur Brinell. Le choix de cet indenteur est justifié par la similitude de contact (plan-plan) par rapport à l'essai de compression, qui simule le contact du matériau de friction lors du freinage et par l'étendue de la surface de contact face au matériau hétérogène. L'approche expérimentale proposée concerne l'étude de l'évolution de la complaisance de la machine C_f en fonction de la charge, qui sera réalisée de façon à harmoniser les valeurs obtenues du module d'élasticité pour chaque niveau de charge, en corrigeant uniquement les résultats à faibles charges responsables de la chute du module d'élasticité moyen.

A.2.3.4. Complaisance de la machine en fonction du niveau de charge

Depuis le début des traitements expérimentaux en indentation instrumentée, la complaisance du bâti C_f a toujours été considérée comme constante avec la charge. Sa détermination a longtemps été calculée à partir des résultats obtenus lors des essais à fortes charges [36, 84-86]. En effet, l'équation permettant le calcul de cette complaisance se base sur la formule (I.30) [91], où les paramètres qui rentrent dans ce calcul sont la complaisance C_t égale à $1/S$, le module réduit E_R , et l'aire de contact A_c qui sont tous connus pour chaque niveau de charge.

$$C_t = C_f + C_c = C_f + \frac{\sqrt{\pi}}{2E_R\sqrt{A_c}} \quad (\text{I.30})$$

Comme le montre la Fig I.17, cette méthode est valable pour un essai où l'évolution de $1/S$ en fonction de $1/\sqrt{A_C}$ est linéaire comme cela est le cas pour la micro-indentation Brinell sur cuivre (§A.2.3.3.). En effet, le C_f représente l'ordonnée à l'origine de la courbe $1/S = f(1/\sqrt{A_C})$. Pour la Fig I.17 $C_f = -0.019 \mu\text{m}/\text{N}$. Cette valeur négative du C_f correspond à la valeur obtenue après comparaison du C_f de notre essai avec le C_f du constructeur qui est entrée dans le logiciel de la machine de micro-indentation.

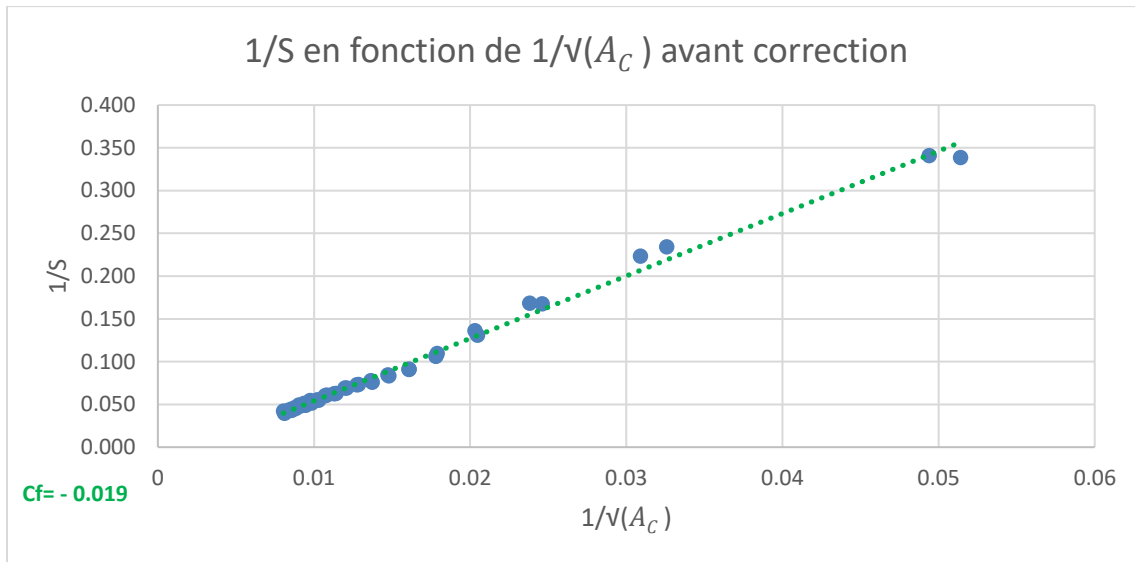


Fig. I.17 Evolution de $1/S$ en fonction de $1/\sqrt{A_C}$ pour la micro-indentation Brinell.

Dans le cas des essais en macro-indentation sur le cuivre, l'évolution de $1/S$ en fonction de $1/\sqrt{A_C}$ a montré un comportement non linéaire représenté dans la Fig I.13.a, où on voit une dispersion des points, en particulier aux faibles charges ou aux faibles profondeurs.

La Fig I.18 qui représente l'évolution du C_f en fonction de la charge, obtenu à partir de l'équation (I.30), en considérant E_R connu et le A_C et $1/S$ connus pour chaque niveau de charge, montre un comportement non linéaire de la fonction I.30 où la variation de la complaisance du bâti C_f dépend de la charge $F(N)$.

L'évolution de C_f en fonction de la charge appliquée F est ici décrite par deux lois : une loi exponentielle (Eq I.35) et une loi de puissance (Eq I.36). Les équations I.35 et I.36 expriment les valeurs des paramètres α et λ déterminés pour les deux lois. Cependant la loi puissance représente mieux l'évolution de la complaisance du bâti C_f en fonction de la charge tant sur la représentativité des points expérimentaux que sur la valeur du coefficient de régression R . De

plus, sur les fortes charges, le C_f tend vers 0, ce qui signifie qu'il n'est pas nécessaire d'ajouter une correction de la complaisance du bâti sur les résultats des essais expérimentaux.

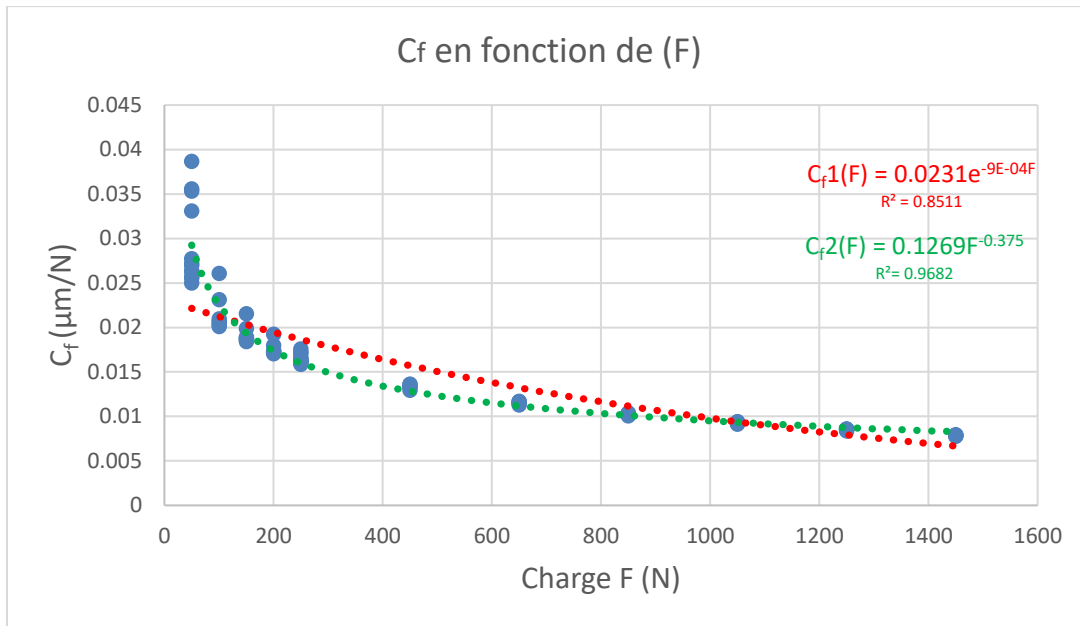


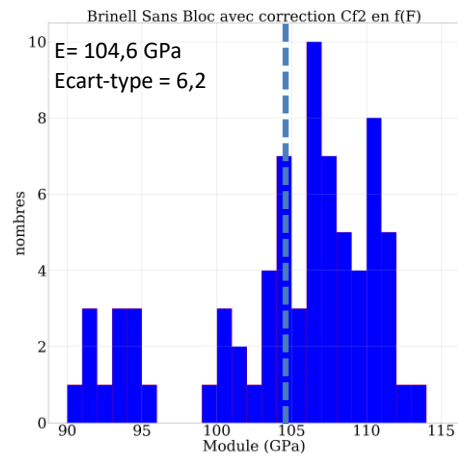
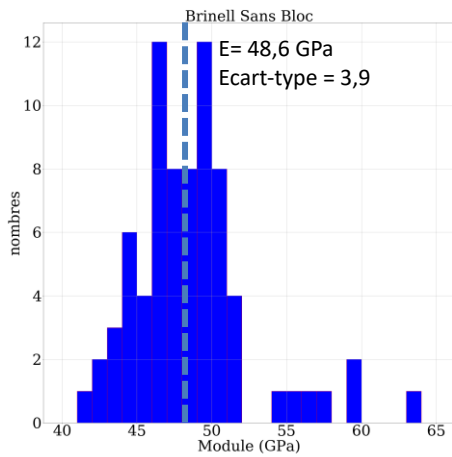
Fig. I.18 Courbe d'évolution de la complaisance de la machine C_f en fonction de la charge F .

$$C_f1(F) = \alpha e^{\lambda F} = 0,0231e^{-9 \times 10^{-04} F} \quad (I.35)$$

$$C_f2(F) = \alpha F^{\lambda} = 0,1269F^{-0,375} \quad (I.36)$$

La loi puissance $C_f2(F)$ (I.36) est retenue pour corriger les résultats de la macro-indentation Brinell sur le cuivre, car c'est celle qui prend mieux en compte le comportement expérimental de l'essai avec un coefficient de régression de 0,9682. On remarque cependant qu'à très faible charge, pour une force F inférieure à 50N, les valeurs de C_f trouvées ne suivent pas l'évolution de la loi en puissance, ce qui aura une conséquence pour la valeur du module calculé pour ces faibles charges.

L'historique (Fig. I.19) donne une comparaison entre les anciens résultats du cuivre avec un C_f constant pour tous les niveaux de charges, et le nouveau $C_f2(F)$ qui dépend de la charge. Une augmentation du module d'élasticité est observée qui passe de $48,6 \pm 3,9$ GPa à $104,6 \pm 6,2$ GPa, permettant ainsi de valider la démarche pour le calcul de $C_f(F)$, puisque le nouveau module se rapproche de celui des valeurs de référence.



1. C_f Constant

2. $C_f 2(F) = \alpha F^\lambda$

Fig. I.19 Histogrammes de la comparaison du module d'élasticité Brinell en macro-indentation avec (1) C_f constant et (2) $C_f 2(F)$ pour toutes les charges de 50 à 1450N.

La prise en compte des très faibles charges (inférieures à 50N) à tendance à sous-estimer la valeur du module d'Young, car la médiane ne se situe pas dans le centre du nuage des points de l'histogramme. Ceci peut s'expliquer par des non-linéarités de contact à ces faibles niveaux de charge. Ainsi, en choisissant d'écartier les valeurs obtenues pour de faibles charges (Fig I.19), le module l'élasticité moyen obtenu passe de $104,6 \pm 6,2$ GPa à $108,3 \pm 3,8$ GPa (Fig I.20), qui est une valeur similaire à celle de référence.

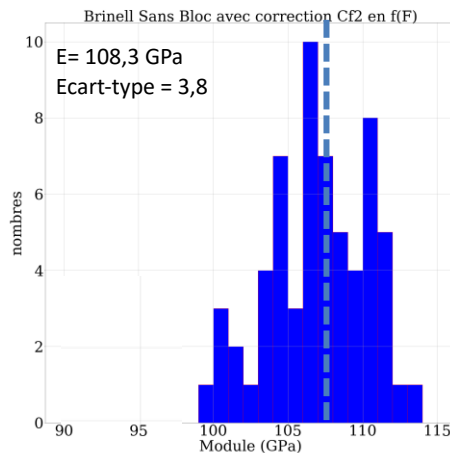


Fig. I.20 Histogramme du module d'élasticité sans les faibles charges pour $C_f 2(F) = \alpha F^\lambda$ en macro-indentation avec indenteur Brinell.

Conclusion intermédiaire :

La complaisance permet de corriger la mesure de déplacement afin d'évaluer l'enfoncement réel. Elle est rendue nécessaire par la déformation de la machine sous sa propre charge qui introduit un déplacement qui n'est pas lié à la pénétration de l'indenteur dans le matériau. Les méthodes de calculs qui considèrent le C_f constant, exploitent principalement les résultats obtenus en fortes charges. Cependant, nous avons pu démontrer que la complaisance de la machine dépend de la charge appliquée. Nos résultats sont cohérents avec la littérature : la complaisance varie de moins en moins avec la charge, ce qui peut expliquer, parfois, l'hypothèse d'une complaisance constante.

Une loi en puissance a été identifiée pour apporter une correction aux résultats expérimentaux trouvés par la macro-indentation Brinell sur le cuivre, en considérant la complaisance de la machine $C_f(F)$ non linéaire. Ainsi, le module d'élasticité a été corrigé et la valeur trouvée est du même ordre de grandeur que celle de référence. Cette correction C_f sera exploitée dans l'étude du matériau de friction hétérogène dans les prochains chapitres.

A.2.3.5. Simulation numérique avec un modèle élastoplastique :

Dans cette partie, la modélisation porte sur un échantillon cubique de 20 mm de côté (Fig I.21), ayant un comportement isotrope élastique, avec des propriétés mécaniques équivalentes au cuivre ($E = 117$ GPa et $\nu = 0.33$). Le modèle numérique est composé de 200.000 éléments, avec un maillage quadratique, plus fin au niveau du point d'indentation, et des conditions aux limites similaires à l'essai de la macro-indentation, qui se traduisent par un appui plan sur la surface inférieure et un encastrement du nœud au centre de cette surface. Les quatre faces latérales sont supposées numériquement libres. Un indenteur sphérique du type Brinell de 10 mm de diamètre a été ajouté au modèle avec une surface rigide non maillée, afin d'éviter le chevauchement des éléments maillés. Le contact est considéré sans frottement. Une charge maximale de 1450 N, a été appliquée sur l'indenteur, suivant le même protocole (charge-décharge) utilisé dans la partie expérimentale (§A.2.2).

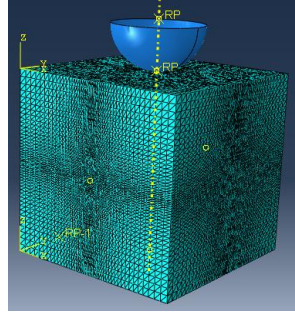


Fig I.21 : Modèle numérique par éléments finis : cube-indenteur Brinell.

Une première simulation numérique a permis de mettre en évidence une différence de déplacement pouvant aller jusqu'à 40 μm (soit 65% de h_{max}) pour les fortes charges entre les résultats trouvés analytiquement et expérimentalement. En effet, sur la fig I.22, la courbe orange montre un comportement mécanique élastique du modèle numérique, alors qu'en réalité un comportement plastique est observé expérimentalement comme le montre la courbe bleue en pointillée. De ce fait, le phénomène de plasticité doit impérativement être pris en compte lors de la simulation numérique. Comme l'ont suggéré Banerjee *et al.* [92] pour l'étude de la pénétration et en se basant sur les travaux de Remach *et al.* [93], le modèle de Johnson-Cook a été appliqué pour la modélisation de l'essai de macro-indentation sur le cuivre.

L'équation I.37 prend en compte la plasticité au travers ε_p^n .

$$\sigma = [A + B\varepsilon_p^n] \left[1 + C \ln \left(\frac{\dot{\varepsilon}}{\dot{\varepsilon}_0} \right) \right] [1 - T^m] \quad \text{Avec} \quad T^* = \frac{T - T_0}{T_m - T_0} \quad (\text{I.37})$$

Où A est la limite d'élasticité, B et n sont respectivement le module et le coefficient d'érouissage, C et m sont les constantes matériaux, ε_p est l'équivalent de la déformation plastique, $\dot{\varepsilon}$ et $\dot{\varepsilon}_0$ sont respectivement la vitesse de déformation plastique et la vitesse de référence de déformation plastique (c'est-à-dire qui correspond au test quasi-statique).

T^* est la température normalisée, T_0 est une référence (ou transition) c'est-à-dire la température ambiante dans un environnement de simulation quasi-statique, et T_m est la température de fusion.

Les expressions dans le second et le troisième ensemble de parenthèses représentent respectivement les effets des taux de déformation et de la température. L'essai d'indentation est un essai quasi-statique avec une vitesse $v = 1500 \text{ N/min}$, ainsi il peut être admis qu'il n'y a pas d'évolution thermique au cours de l'essai. De ce fait, le second et le troisième facteur de la relation constitutive ont été négligés. L'expression dans le premier ensemble de parenthèses

donne la contrainte sous forme de fonction de déformation pour $\dot{\epsilon} = \dot{\epsilon}_0$ et $T^* = 0$. Par conséquent, seules les constantes A, B et n ont dû être déterminées. La simulation numérique a été utilisée en conjonction avec un modèle de matériau élastique linéaire.

Les constantes A, B et n évoluent suivant la nature et la composition du matériau. Ainsi pour le cuivre, deux lois ont été utilisées comme l'indique le tableau I.3. Ces valeurs sont extraites de la bibliographie [94].

| | Limite d'élasticité A (MPa) | Module d'écrouissage B (MPa) | Coefficient d'écrouissage n |
|------------------------------------------------------------|----------------------------------------|---------------------------------------------|--------------------------------------------|
| 1^{er} jeu de paramètres (courbe rouge) | 95 | 280 | 0,35 |
| 2^{sd} jeu de paramètres (courbe verte) | 100 | 263 | 0,23 |

Tableau I.3 : Valeurs de la limite d'élasticité A, du module et coefficient d'écrouissage, B et n, pour le cuivre dans le modèle de Johnson-Cook [94].

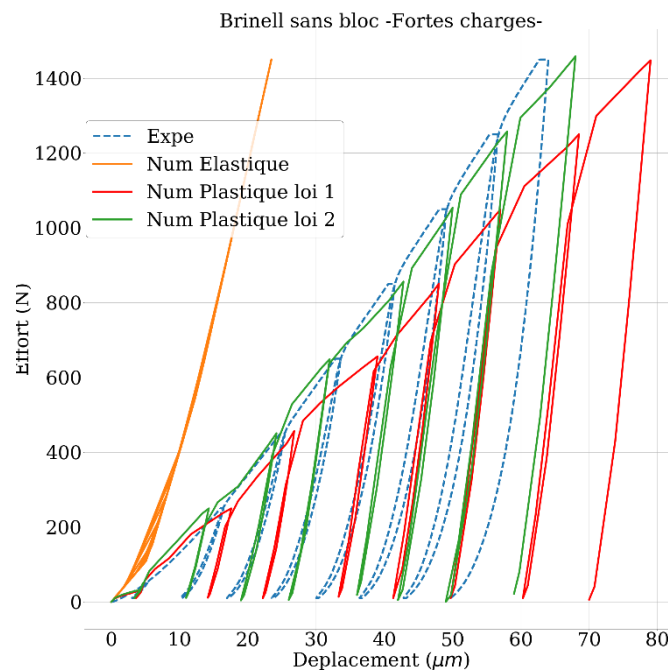


Fig. I.22 Comparaison pour les fortes charges des courbes charge-déplacement expérimentale/numérique : sans et avec plasticité suivant les deux jeux de paramètres de Johnson-Cook.

Sur la Fig I.22, le premier jeu de paramètres, en rouge, montre une bonne corrélation des courbes de décharge entre le modèle analytique et les résultats expérimentaux, contrairement au modèle purement élastique (en orange). Cependant, on constate une différence de déplacement maximal de 28%. Le deuxième jeu de paramètres, en vert donne une meilleure corrélation, à la fois sur les pentes à la décharge et sur les déplacements. Il donne un faible écart, moins de 6%, entre les déplacements expérimentaux et numériques, et une pente à la décharge quasi-identique à l'expérience. Il faut néanmoins nuancer ce résultat puisque plusieurs jeux de paramètres peuvent conduire au même résultat. Une identification de ces paramètres par des essais appropriés, normalisés, serait nécessaire, mais sort du cadre de cette étude.

A.3. Bilan et conclusion

Un ensemble d'essai de macro-indentation utilisant un indenteur Brinell a été effectué sur le cuivre qui est un matériau homogène et dont les propriétés mécaniques sont connues. Le cuivre a été choisi comme référence. Les résultats expérimentaux ont montré un faible module comparé aux valeurs de référence. Suite à cela, 3 hypothèses se sont établies :

- Influence de la rigidité du support.
- Influence du mode de calcul.
- Influence de la rigidité de la machine.

Une investigation a été faite pour identifier la nature du problème, qui a montré que la défaillance venait de la rigidité de la machine qui donne des mesures de déplacement erronées. Afin de corriger ces erreurs, une complaisance de la machine C_f non constante a été proposée. Cette correction s'avère non nécessaire à forte charge mais très sensible à faible charge. Ainsi pour les prochains chapitres, qui portent sur le matériau hétérogène de friction, cette correction sera appliquée lors du post-traitement des essais de macro-indentation Brinell.

Références :

- [1] A. C. Fischer-Cripps, *Nanoindentation*, 3rd ed. New York, NY: Springer New York, 2011.
- [2] I. M. Hutchings, “The contributions of David Tabor to the science of indentation hardness,” *J. Mater. Res.*, vol. 24, pp. 581–589, Mar. 2009.
- [3] K. Herrmann, *Hardness Testing: Principles and Applications*. ASM International, 2011.
- [4] S. M. Walley, “Historical origins of indentation hardness testing,” *Mater. Sci. Technol.*, vol. 28, pp. 1028–1044, Oct. 2012.
- [5] M. R. VanLandingham, “Review of instrumented indentation,” *J. Res. Natl. Inst. Stand. Technol.*, vol. 108, pp. 249–265, Aug. 2003.
- [6] J. B. Pethica, R. Hutchings, and W. C. Oliver, “Hardness measurement at penetration depths as small as 20 nm,” *Philos. Mag. A*, vol. 48, pp. 593–606, Apr. 1983.
- [7] J. R. Pratt, J. A. Kramar, D. B. Newell, and D. T. Smith, “Review of SI traceable force metrology for instrumented indentation and atomic force microscopy,” *Meas. Sci. Technol.*, vol. 16, pp. 2129–2137, Nov. 2005.
- [8] B. Moser, J. Kuebler, H. Meinhard, W. Muster, and J. Michler, “Observation of Instabilities during Plastic Deformation by in-situ SEM Indentation Experiments,” *Adv. Eng. Mater.*, vol. 7, pp. 388–392, May 2005.
- [9] M. A. Monclus, T. J. Young, and D. Di Maio, “AFM indentation method used for elastic modulus characterization of interfaces and thin layers,” *J. Mater. Sci.*, vol. 45, pp. 3190–3197, Jun. 2010.
- [10] H.-J. Albrecht, A. Juritza, K. Muller, W. H. Muller, J. Sterthaus, J. Villain, and A. Vogliano, “Interface reactions in microelectronic solder joints and associated intermetallic compounds: an investigation of their mechanical properties using nanoindentation,” in *Electronics Packaging Technology*, Singapore, 2003, pp. 726–731.
- [11] C. Z. Liu and J. Chen, “Nanoindentation of lead-free solders in microelectronic packaging,” *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 448, pp. 340–344, Mar. 2007.
- [12] V. Rizov, A. Shipsha, and D. Zenkert, “Indentation study of foam core sandwich composite panels,” *Compos. Struct.*, vol. 69, pp. 95–102, Jun. 2005.
- [13] E. A. Abdallah, C. Bouvet, S. Rivallant, B. Broll, and J.-J. Barrau, “Experimental analysis of damage creation and permanent indentation on highly oriented plates,” *Compos. Sci. Technol.*, vol. 69, pp. 1238–1245, Jun. 2009.
- [14] H. Fischer, “Fracture toughness of dental ceramics: comparison of bending and indentation method,” *Dent. Mater.*, vol. 18, pp. 12–19, Jan. 2002.
- [15] B. Van Meerbeek, G. Willems, J. P. Celis, J. R. Roos, M. Braem, P. Lambrechts, and G. Vanherle, “Assessment by Nano-indentation of the Hardness and Elasticity of the Resin-Dentin Bonding Area,” *J. Dent. Res.*, vol. 72, pp. 1434–1442, Oct. 1993.
- [16] M. V. Swain and B. R. Lawn, “Indentation fracture in brittle rocks and glasses,” *Int. J. Rock Mech. Min. Sci. Geomech. Abstr.*, vol. 13, pp. 311–319, Nov. 1976.
- [17] Y. Sun, M. Aman, and D. N. Espinoza, “Assessment of mechanical rock alteration caused by CO₂ water mixtures using indentation and scratch experiments,” *Int. J. Greenh. Gas Control*, vol. 45, pp. 9–17, Feb. 2016.

- [18] M. Lima, C. Godoy, P. Modenesi, J. Avelar-Batista, A. Davison, and A. Matthews, "Coating fracture toughness determined by Vickers indentation: an important parameter in cavitation erosion resistance of WC-Co thermally sprayed coatings," *Surf. Coat. Technol.*, vol. 177–178, pp. 489–496, Jan. 2004.
- [19] R. S. Lima, S. E. Kruger, G. Lamouche, and B. R. Marple, "Elastic Modulus Measurements via Laser-Ultrasonic and Knoop Indentation Techniques in Thermally Sprayed Coatings," *J. Therm. Spray Technol.*, vol. 14, pp. 52–60, Mar. 2005.
- [20] J. L. He and S. Veprek, "Finite element modeling of indentation into superhard coatings," *Surf. Coat. Technol.*, vol. 163–164, pp. 374–379, Jan. 2003.
- [21] D. Chicot, E. S. Puchi-Cabrera, R. Aumaitre, G. Bouscarrat, C. Dublanche-Tixier, F. Roudet, and M. H. Staia, "Elastic modulus of TiHfCN thin films by instrumented indentation," *Thin Solid Films*, vol. 522, pp. 304–313, Nov. 2012.
- [22] J. Zhang, M. M. Michalenko, E. Kuhl, and T. C. Ovaert, "Characterization of indentation response and stiffness reduction of bone using a continuum damage model," *J. Mech. Behav. Biomed. Mater.*, vol. 3, pp. 189–202, Feb. 2010.
- [23] M. Zhang, Y. P. Zheng, and A. F. T. Mak, "Estimating the effective Young's modulus of soft tissues from indentation tests—nonlinear finite element analysis of effects of friction and large deformation," *Med. Eng. Phys.*, vol. 19, pp. 512–517, Sep. 1997.
- [24] C. T. McKee, J. A. Last, P. Russell, and C. J. Murphy, "Indentation Versus Tensile Measurements of Young's Modulus for Soft Biological Tissues," *Tissue Eng. Part B Rev.*, vol. 17, pp. 155–164, Jun. 2011.
- [25] S. M. Goh, M. N. Charalambides, and J. G. Williams, "Characterization of the nonlinear viscoelastic constitutive properties of mild cheddar cheese from indentation tests," *J. Texture Stud.*, vol. 36, pp. 459–477, Dec. 2005.
- [26] N. Ozkan, H. Xin, and X. D. Chen, "Application of a Depth Sensing Indentation Hardness Test to Evaluate the Mechanical Properties of Food Materials," *J. Food Sci.*, vol. 67, pp. 1814–1820, Jun. 2002.
- [27] W. A. Curtin and R. E. Miller, "Atomistic/continuum coupling in computational materials science," *Model. Simul. Mater. Sci. Eng.*, vol. 11, pp. R33–R68, May 2003.
- [28] J. Knap and M. Ortiz, "Effect of Indenter-Radius Size on Au(001) Nanoindentation," *Phys. Rev. Lett.*, vol. 90, Jun. 2003.
- [29] M. Griepentrog, C. Ullner, and A. Duck, "Instrumented indentation test for hardness and materials parameter from millinewtons to kilonewtons," in *Proceedings of the International Conference on Force, Mass, Torque, Hardness and Civil Engineering Metrology in the Age Globalization*, Celle, Germany, 2002, vol. 1685, pp. 105–112.
- [30] Y.T. Cheng and C.-M. Cheng, "Scaling, dimensional analysis, and indentation measurements," *Mater. Sci. Eng. R Rep.*, vol. 44, pp. 91–149, Aug. 2004.
- [31] E. Herbert, G. Pharr, W. Oliver, B. Lucas, and J. Hay, "On the measurement of stress–strain curves by spherical indentation," *Proc. 28th Int. Conf. Metall. Coat. Thin Films*, vol. 398–399, pp. 331–335, Nov. 2001.
- [32] M. Beghini, L. Bertini, and V. Fontanari, "Evaluation of the stress–strain curve of metallic materials by spherical indentation," *Int. J. Solids Struct.*, vol. 43, pp. 2441–2459, Apr. 2006.
- [33] L. Riester, P. J. Blau, E. Lara-Curzio, and K. Breder, "Nanoindentation with a Knoop indenter," *Thin Solid Films*, vol. 377, pp. 635–639, Dec. 2000.

- [34] T. Chudoba, P. Schwaller, R. Rabe, J.-M. Breguet, and J. Michler, "Comparison of nanoindentation results obtained with Berkovich and cube-corner indenters," *Philos. Mag.*, vol. 86, pp. 5265–5283, Feb. 2006.
- [35] G. E. Dieter, *Mechanical metallurgy*. McGraw-Hill, 1976.
- [36] R. Cagliero, G. Barbato, G. Maizza, and G. Genta, "Measurement of elastic modulus by instrumented indentation in the macro-range: Uncertainty evaluation," *Int. J. Mech. Sci.*, vol. 101–102, pp. 161–169, Oct. 2015.
- [37] L. Riestler, T. J. Bell, and A. C. Fischer-Cripps, "Analysis of depth-sensing indentation tests with a Knoop indenter," *J. Mater. Res.*, vol. 16, pp. 1660–1667, Jun. 2001.
- [38] D. Ferro, S. M. Barinov, J. V. Rau, A. Latini, R. Scandurra, and B. Brunetti, "Vickers and Knoop hardness of electron beam deposited ZrC and HfC thin films on titanium," *Surf. Coat. Technol.*, vol. 200, pp. 4701–4707, Apr. 2006.
- [39] S. Kossman, D. Chicot, A. Iost, "Indentation instrumentée multi-échelles appliquée à l'étude des matériaux massifs métalliques" *Matériaux & techniques* 105.104 2017
- [40] Y. Cao, D. Ma, and D. Raabe, "The use of flat punch indentation to determine the viscoelastic properties in the time and frequency domains of a soft layer bonded to a rigid substrate," *Acta Biomater.*, vol. 5, pp. 240–248, Jan. 2009.
- [41] A. E. H. Love, "Boussinesq's problem for a rigid cone," *Q. J. Math.*, vol. 10, pp. 161–175, Jan. 1939.
- [42] I. N. Sneddon, "The relation between load and penetration in the axisymmetric Boussinesq problem for a punch of arbitrary profile," *Int. J. Eng. Sci.*, vol. 3, pp. 47–57, May 1965.
- [43] D. Tabor, "The hardness of solids," *Rev. Phys. Technol.*, vol. 1, pp. 145–179, Jan. 1970.
- [44] P.L. Larsson, A. E. Giannakopoulos, E. Söderlund, D. J. Rowcliffe, and R. Vestergaard, "Analysis of Berkovich indentation," *Int. J. Solids Struct.*, vol. 33, pp. 221–248, Jan. 1996.
- [45] K. Zeng and C.h. Chiu, "An analysis of load–penetration curves from instrumented indentation," *Acta Mater.*, vol. 49, pp. 3539–3551, Oct. 2001.
- [46] J. Gubicza, A. Juhász, P. Tasnádi, P. Arató, and G. Vörös, "Determination of the hardness and elastic modulus from continuous vickers indentation testing," *J. Mater. Sci.*, vol. 31, pp. 3109–3114, Jan. 1996.
- [47] M. Sakai, "Energy principle of the indentation-induced inelastic surface deformation and hardness of brittle materials," *Acta Metall. Mater.*, vol. 41, pp. 1751–1758, Jun. 1993.
- [48] J. Malzbender, G. de With, and J. den Toonder, "The P–h² relationship in indentation," *J. Mater. Res.*, vol. 15, pp. 1209–1212, May 2000.
- [49] C. Moussa, O. Bartier, G. Mauvoisin, G. Delattre, X. Hernot. *Revue bibliographique sur la caractérisation mécanique des matériaux utilisant la déformation représentative en indentation sphérique Literature review on mechanical characterization of materials using a representative strain in spherical indentation. Matériaux & Techniques*, EDP Sciences, 2013, 101 (302), pp.1-14. fihal-00996606f
- [50] M. F. Doerner and W. D. Nix, "A method for interpreting the data from depth-sensing indentation instruments," *J. Mater. Res.*, vol. 1, pp. 601–609, Aug. 1986.
- [51] W. C. Oliver and G. M. Pharr, "Measurement of hardness and elastic modulus by instrumented indentation: Advances in understanding and refinements to methodology," *J. Mater. Res.*, vol. 19, pp. 3–20, 2004.
- [52] W. C. Oliver and G. M. Pharr, "An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments," *J. Mater. Res.*, vol. 7, pp. 1564–1583, Jun. 1992.

- [53] G. M. Pharr and A. Bolshakov, "Understanding nanoindentation unloading curves," *J. Mater. Res.*, vol. 17, pp. 2660–2671, Oct. 2002.
- [54] T. Chudoba and N. M. Jennett, "Higher accuracy analysis of instrumented indentation data obtained with pointed indenters," *J. Phys. Appl. Phys.*, vol. 41, pp. 215407, Nov. 2008.
- [55] J. C. Hay, A. Bolshakov, and G. M. Pharr, "A critical examination of the fundamental relations used in the analysis of nanoindentation data," *J. Mater. Res.*, vol. 14, pp. 2296–2305, Jun. 1999.
- [56] R. B. King, "Elastic analysis of some punch problems for a layered medium," *Int. J. Solids Struct.*, vol. 23, pp. 1657–1664, Apr. 1987.
- [57] J. Gong, H. Miao, and Z. Peng, "Analysis of the nanoindentation data measured with a Berkovich indenter for brittle materials: effect of the residual contact stress," *Acta Mater.*, vol. 52, pp. 785–793, Feb. 2004.
- [58] F. Roudet, *Propriétés mécaniques par indentation multi-échelles des matériaux bio-sourcés aux céramiques*. Université de Lille, 2015. Français.
- [59] M. R. VanLandingham, "Review of instrumented indentation," *J. Res. Natl. Inst. Stand. Technol.*, vol. 108, pp. 249–265, Aug. 2003.
- [60] T. F. Page, G. M. Pharr, J. C. Hay, W. C. Oliver, B. N. Lucas, E. Herbert, and L. Riester, "Nanoindentation Characterization of Coated Systems: P/S2 - A New Approach Using the Continuous Stiffness Technique," *MRS Proc.*, vol. 522, Jan. 1998.
- [61] W. W. Gerberich, W. Yu, D. Kramer, A. Strojny, D. Bahr, E. Lilleodden, and J. Nelson, "Elastic loading and elastoplastic unloading from nanometer level indentations for modulus determinations," *J. Mater. Res.*, vol. 13, pp. 421–439, Feb. 1998.
- [62] M. Troyon and L. Huang, "Critical Examination of the Two-slope Method in Nanoindentation," *J. Mater. Res.*, vol. 20, pp. 2194–2198, Aug. 2005.
- [63] W. C. Oliver, "Alternative technique for analyzing instrumented indentation data," *J. Mater. Res.*, vol. 16, pp. 3202–3206, Nov. 2001.
- [64] J. Malzbender and G. de With, "Indentation load–displacement curve, plastic deformation, and energy," *J. Mater. Res.*, vol. 17, pp. 502–511, Feb. 2002.
- [65] K. Herrmann, N. Jennett, W. Wegener, J. Meneve, K. Hasche, and R. Seemann, "Progress in determination of the area function of indenters used for nanoindentation," *Thin Solid Films*, vol. 377–378, pp. 394–400, Dec. 2000.
- [66] J. Thurn and R. F. Cook, "Simplified Area Function for Sharp Indenter Tips in Depth-sensing Indentation," *J. Mater. Res.*, vol. 17, pp. 1143–1146, May 2002.
- [67] H. Bei, E. P. George, J. L. Hay, and G. M. Pharr, "Influence of Indenter Tip Geometry on Elastic Deformation during Nanoindentation," *Phys. Rev. Lett.*, vol. 95, Jul. 2005.
- [68] M. Troyon and L. Huang, "Correction factor for contact area in nanoindentation measurements," *J. Mater. Res.*, vol. 20, pp. 610–617, Mar. 2005.
- [69] A. R. Franco Jr., G. Pintaúde, A. Sinatora, C. E. Pinedo, and A. P. Tschiptschin, "The use of a vickers indenter in depth sensing indentation for measuring elastic modulus and vickers hardness," *Mater. Res.*, vol. 7, pp. 483–491, Sep. 2004.
- [70] J. Antunes, A. Cavaleiro, L. Menezes, M. Simões, and J. Fernandes, "Ultra-microhardness testing procedure with Vickers indenter," *Surf. Coat. Technol.*, vol. 149, pp. 27–35, Jan. 2002.

- [71] J. L. Loubet, M. Bauer, A. Tonck, S. Bec, and B. Gauthier-Manuel, "Nanoindentation with a surface force apparatus," in *Mechanical Properties and Deformation Behavior of Materials Having Ultra-Fine Microstructures*, Dordrecht: Springer, 1993, pp. 429–447.
- [72] K. Herrmann, K. Hasche, F. Pohlenz, and R. Seemann, "Characterisation of the geometry of indenters used for the micro- and nanoindentation method," *Measurement*, vol. 29, pp. 201–207, Apr. 2001.
- [73] D. Chicot, M. Yetna N'Jock, E. S. Puchi-Cabrera, A. Iost, M. H. Staia, G. Louis, G. Bouscarrat, and R. Aumaitre, "A contact area function for Berkovich nanoindentation: Application to hardness determination of a TiHfCN thin film," *Thin Solid Films*, vol. 558, pp. 259–266, May 2014.
- [74] A. Bolshakov and G. M. Pharr, "Influences of pileup on the measurement of mechanical properties by load and depth sensing indentation techniques," *J. Mater. Res.*, vol. 13, pp. 1049–1058, Apr. 1998.
- [75] A. Iost and R. Bigot, "Indentation size effect: reality or artefact?" *J. Mater. Sci.*, vol. 31, pp. 3573–3577, Jan. 1996.
- [76] X. Zhou, Z. Jiang, H. Wang, and R. Yu, "Investigation on methods for dealing with pile-up errors in evaluating the mechanical properties of thin metal films at sub-micron scale on hard substrates by nanoindentation technique," *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 488, pp. 318–332, Aug. 2008.
- [77] Y. Choi, H.-S. Lee, and D. Kwon, "Analysis of sharp-tip-indentation load–depth curve for contact area determination taking into account pile-up and sink-in effects," *J. Mater. Res.*, vol. 19, pp. 3307–3315, Nov. 2004.
- [78] J. L. Hay, W. C. Olive, A. Bolshakov, and G. M. Pharr, "Using the Ratio of Loading Slope and Elastic Stiffness to Predict Pile-Up and Constraint Factor During Indentation," *MRS Proc.*, vol. 522, Jan. 1998.
- [79] Y. H. Lee, J. H. Hahn, S. H. Nahm, J. I. Jang, and D. Kwon, "Investigations on indentation size effects using a pile-up corrected hardness," *J. Phys. Appl. Phys.*, vol. 41, pp. 074027, Apr. 2008.
- [80] M. Bigerelle, P. E. Mazeran, and M. Rachik, "The first indenter-sample contact and the indentation size effect in nano-hardness measurement," *Mater. Sci. Eng. C*, vol. 27, pp. 1448–1451, Sep. 2007.
- [81] G. Hochstetter, A. Jimenez, and J. L. Loubet, "Strain-rate effects on hardness of glassy polymers in the nanoscale range. Comparison between quasi-static and continuous stiffness measurements," *J. Macromol. Sci. Part B*, vol. 38, pp. 681–692, Sep. 1999.
- [82] M. Yetna N'jock, D. Chicot, J. M. Ndjaka, J. Lesage, X. Decoopman, F. Roudet, and A. Mejjias, "A criterion to identify sinking-in and piling-up in indentation of materials," *Int. J. Mech. Sci.*, vol. 90, pp. 145–150, Jan. 2015.
- [83] A. C. Fischer-Cripps, "Critical review of analysis and interpretation of nanoindentation test data," *Surf. Coat. Technol.*, vol. 200, pp. 4153–4165, Apr. 2006.
- [84] C. Ullner, E. Reimann, H. Kohlhoff, and A. Subaric-Leitis, "Effect and measurement of the machine compliance in the macro range of instrumented indentation test," *Measurement*, vol. 43, pp. 216–222, Feb. 2010.
- [85] G. Barbato, G. Genta, R. Cagliero, M. Galetto, M. J. Klopstein, D. A. Lucca, and R. Levi, "Uncertainty evaluation of indentation modulus in the nano-range: Contact stiffness contribution," *CIRP Ann. - Manuf. Technol.*, vol. 66, pp. 495–498, Apr. 2017.
- [86] G. A. Crawford, N. Chawla, M. Koopman, K. Carlisle, and K. K. Chawla, "Effect of Mounting Material Compliance on Nanoindentation Response of Metallic Materials," *Adv. Eng. Mater.*, vol. 11, pp. 45–51, Jan. 2009.
- [87] J. Hay, "Introduction to Instrumented Indentation Testing," *Exp. Tech.*, vol. 33, pp. 66–72, Nov. 2009.
- [88] <http://www.metaux-detail.com/>

- [89] W. D. Nix and H. Gao, "Indentation size effects in crystalline materials: A law for strain gradient plasticity," *J. Mech. Phys. Solids*, vol. 46, pp. 411–425, Mar. 1998.
- [90] ABAQUS 6.14, Dassault <http://abaqus.software.polimi.it/v6.14/index.html>
- [91] K. J. Van Vliet, L. Prchlik, and J. F. Smith, "Direct measurement of indentation frame compliance," *J. Mater. Res.*, vol. 19, pp. 325–331, Jan. 2004.
- [92] A. Banerjee, S. Dhar, S. Acharyya, D. Datta, N. Nayak, 2015. Determination of Johnson-Cook material and failure model constants and numerical modelling of Charpy impact test of armour steel. *Mater. Sci. Eng. A* 640, 200–209.
- [93] D. Remache, M. Semaan, J.M. Rossi, M. Pithioux, J.L. Milan Application of the Johnson-Cook plasticity model in the finite element simulations of the nanoindentation of the cortical bone *Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials* 101 (2020) 103426
- [94] A. Banerjee 2005 . An evaluation of plastic flow stress models for the simulation of high-temperature and high-strain-rate deformation of metals. *Mater Sci* 10.1016
- [95] S. Kossman Multiscale instrumented indentation of homogeneous materials and multimaterials. PhD thesis, Lille, France, 2017

Chapitre B : Caractérisation macroscopique du matériau de friction

B.1. Les matériaux de friction pour les applications ferroviaires

Les besoins croissants dans le domaine du transport ferroviaire entraînent des améliorations sur les organes de frottement comme les matériaux de friction. Ces derniers doivent satisfaire certaines performances (durabilité, taux d'usure, un certain niveau de coefficient de frottement stable quel que soit le niveau de température atteint, non agressivité vis-à-vis du disque, coût et disponibilité de la matière première sur le marché mondial etc.). Pour répondre à ces différents besoins, les constructeurs ont recours à des matériaux composites dont les formulations contiennent une trentaine de composants. Leur composition conduit donc à une forte hétérogénéité du matériau du fait notamment de la forte diversité de taille, morphologie et composition chimique des composants. Une difficulté supplémentaire se situe au niveau du procédé de fabrication qui consiste en un frittage compressif qui a pour conséquence de rendre le matériau globalement isotrope transverse suite à l'alignement des composants non sphériques orthogonalement à la direction de frittage. A ce jour, le développement de ces matériaux de friction est toujours réalisé par des méthodes de type « Essai-erreur » rendant la compréhension et donc l'optimisation difficile à établir. Pour simplifier l'interprétation des mécanismes mis en jeu au sein du matériau, une version simplifiée du matériau standard sera utilisée au sein de cette thèse au sens où seule une dizaine de composants sera présente [1,2].

Lors de travaux précédents menés au laboratoire, des analyses microstructurales de ces matériaux ont été menés, par micrographie en coupe et tomographie, ainsi que différents tests de compression uniaxiale [3, 4, 5] et d'indentation nano, micro et macro [6, 7] afin d'identifier leurs propriétés mécaniques. Les essais d'indentation multi-échelle ont révélé, à l'échelle macro, un module élastique proche de celui obtenu en compression uniaxiale et à l'échelle nano, des propriétés élastiques d'amplitude très variables, correspondantes aux différents composants du matériau (céramiques, graphites, différentes phases métalliques...). Le module élastique macroscopique est très faible par rapport à ceux de la majorité des composants. Il a été montré également, grâce à des mesures menées dans différentes directions, que le matériau présente une forte anisotropie.

L'origine du faible module d'élasticité ainsi que l'anisotropie sont mal comprises, même si respectivement la présence d'une porosité élevée (supérieure à 10%) et le procédé de frittage sous compression uniaxiale ont été respectivement incriminés.

Dans ce chapitre, on propose de mener une investigation détaillée sur la nature de l'anisotropie du matériau de friction G36 en utilisant la méthodologie d'indentation macro validée dans le chapitre précédent. Les résultats de cette mesure seront confrontés à d'autres mesures obtenues par compression uniaxiale (avec mesures de champs) et méthode ultrason (sous-traitance). En raison de la complexité des matériaux de friction, qui possède plus de 10 constituants, l'identification du rôle de ces constituants est très complexe. Pour cela nous avons choisi de travailler sur différentes formulations de complexité croissante, en commençant par la matrice métallique seule, puis de plus en plus chargée (ces différentes versions de matériaux sont fournies par le partenaire industriel et sont élaborées à iso-procédé). Nous nommerons cette méthodologie « matériaux simplifiés ». Le matériau de friction complet, c'est-à-dire le plus complexe, sera nommé MmCG1G2. Il s'agit en fait d'une version légèrement simplifiée du matériau industriel G36 (amputé de quelques composants de taille réduite).

Dans la première partie, une caractérisation mécanique du matériau de friction MmCG1G2 sera effectuée, à travers la réalisation d'un ensemble d'essais uniaxiaux (compression avec corrélation d'image), et multiaxiaux (macro-indentation Brinell). Une comparaison avec les résultats obtenus pour l'ancien lot (2015), validera la composition du nouvel arrivage du MmCG1G2 (2017). Une caractérisation par ultrasons sera effectuée, dans le but de déterminer les modules d'élasticité et les coefficients de Poisson, pour pouvoir ensuite les comparer avec les modules obtenus en macro-indentation à faibles charges.

Dans l'intérêt de cibler l'influence de chaque composant du matériau de friction, une étude globale sur les matériaux simplifiés, puis une étude locale à l'échelle des composants seront réalisées.

B.2. Elaboration du matériau simplifié de friction

La formulation des matériaux de friction a évolué avec le temps. En effet, la formulation traditionnelle, appelée G35 [1], est composée de 77% de matrice métallique fer-cuivre, dont 54,5% de cuivre (Tableau II.1). Cette formulation a largement fait ses preuves dans le système de freinage des trains à grande vitesse.

| Cu | Fe | Sn | Mn | C | Si | Al | O | W | Mo | Cr | Zn |
|--------------|-----------|-----------|-----------|----------|-----------|-----------|----------|----------|-----------|-----------|-----------|
| 54,5% | 19,92% | 2,70% | 0,08% | 7,70% | 3,30% | 2,30% | 5,61% | 2,78% | 0,56% | 0,42% | 0,10% |

Tableau II.1 : Composition massique du G35 [1]

Suite aux nouvelles réglementations de certains pays, qui imposent une réduction de la teneur en cuivre et aussi les nouvelles conditions d'utilisation (augmentation de vitesse et de capacité avec par exemple des TGV à deux niveaux), la formulation du matériau fritté a évolué, d'où la nouvelle composition G36, réduite en cuivre, avec 70% de matrice métallique, 10% de graphite et 20% du reste à majorité constitué de céramiques.

Le tableau II.2 indique les pourcentages massique et volumique ainsi que la taille des particules pour chaque composant du matériau de friction G36S (ou MmCG1G2). Le G36S est le matériau simplifié du G36 et développé spécialement par le partenaire industriel. Ce matériau MmCG1G2 (ou G36S), est constitué d'une matrice métallique à base de fer-cuivre (Mm) incluant des graphites (G1 et G2) de forme allongés et alignés perpendiculairement à la direction d'application de la charge pendant le frittage, et des particules céramiques (C) sphériques.

| Composants | Pourcentage massique (%) | Pourcentage volumique (%) | Taille (µm) |
|------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|---------------------------------|----------------------------------|--------------------|
| Matrice métallique Mm : Composants métalliques (Fe+Cu) + Liants (Sn + MnS₂) + Fibres (Laine d'acier) | 70 | 62,9 | |
| Graphite G1 | 7 | 11,2 | G1 : 100-600 |
| Graphite G2 | 13 | 20,9 | G2 : 400-1100 |
| Céramique C | 10 | 5 | C : 100-250 |

Tableau II.2 : Composition de base de matériau fritté MmCG1G2

Avec :

- G1 : graphite chargé en résine
- G2 : graphite avec porosité

La Fig II.1 représente l'observation MEB des graphites G1 et G2 : le graphite 1 est sous forme de particule (Fig II.1.a) avec une taille inférieure à 600 µm et le graphite G2 est sous forme de particule (Fig II.1.b) non sphérique de taille supérieure à 1000 µm.

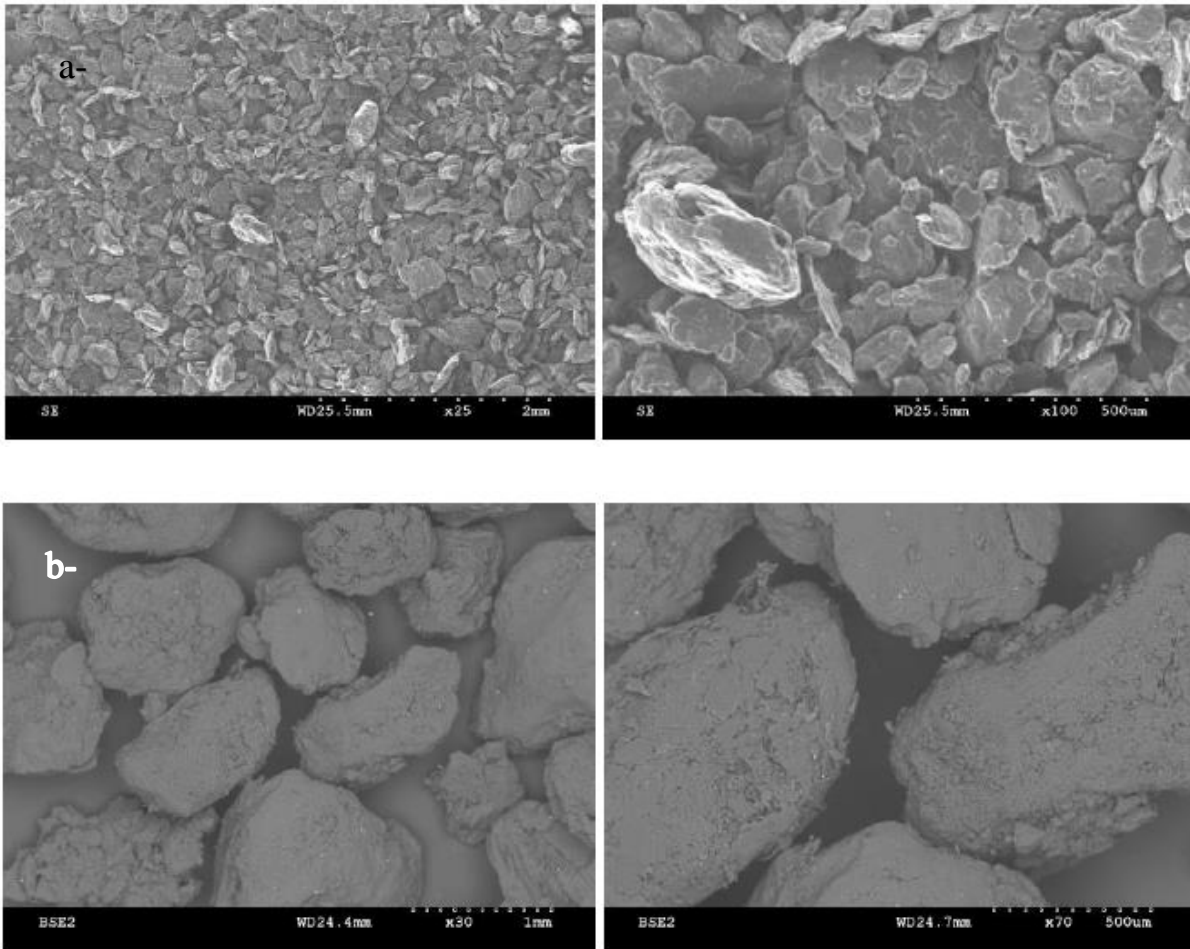


Fig II.1 : Observations MEB : a- Graphite 1 (x25 et x100), b- Graphite 2 (x30 et x70) [8]

Le matériau de friction MmCG1G2 (ou G36S) est obtenu par un procédé de frittage en 3 étapes : mélange de poudre, pression à froid, suivi d'un frittage à chaud sous contrainte et à une température de 1100°C durant 8 heures comme présenté dans la Fig II.2.

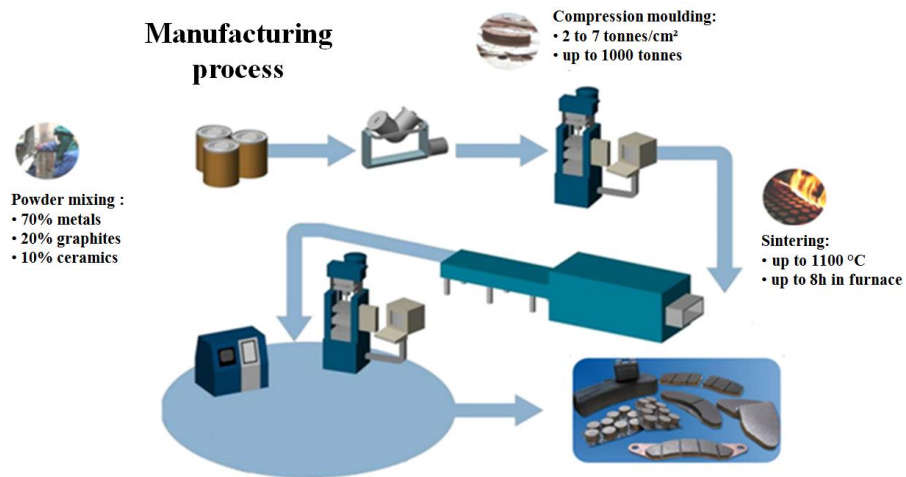


Fig II.2 : Procédé de fabrication des plaquettes de frein [3]

La microstructure du matériau de friction est très complexe, avec un haut degré d'hétérogénéité, et des composants avec des longueurs caractéristiques différentes. La Fig II.3 présente une observation du matériau obtenue en tomographie, issue des travaux de Dufrenoy *et al.* [4], avec σ qui est la charge appliquée pendant le frittage.

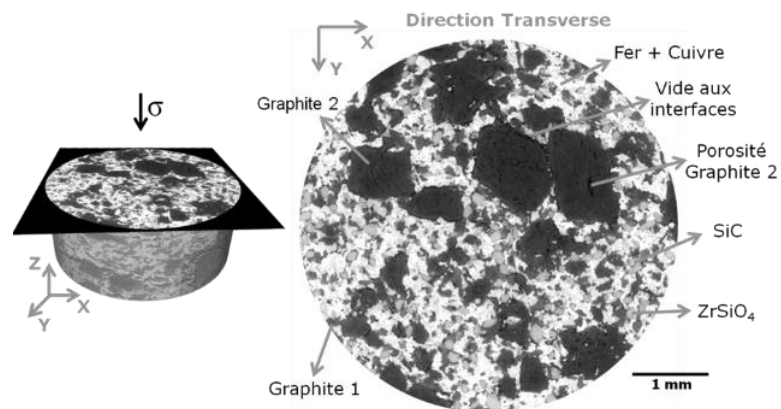


Fig. II.3 : Micro-tomographie X de la MmCG1G2 (ou G36S) Direction transverse [4]

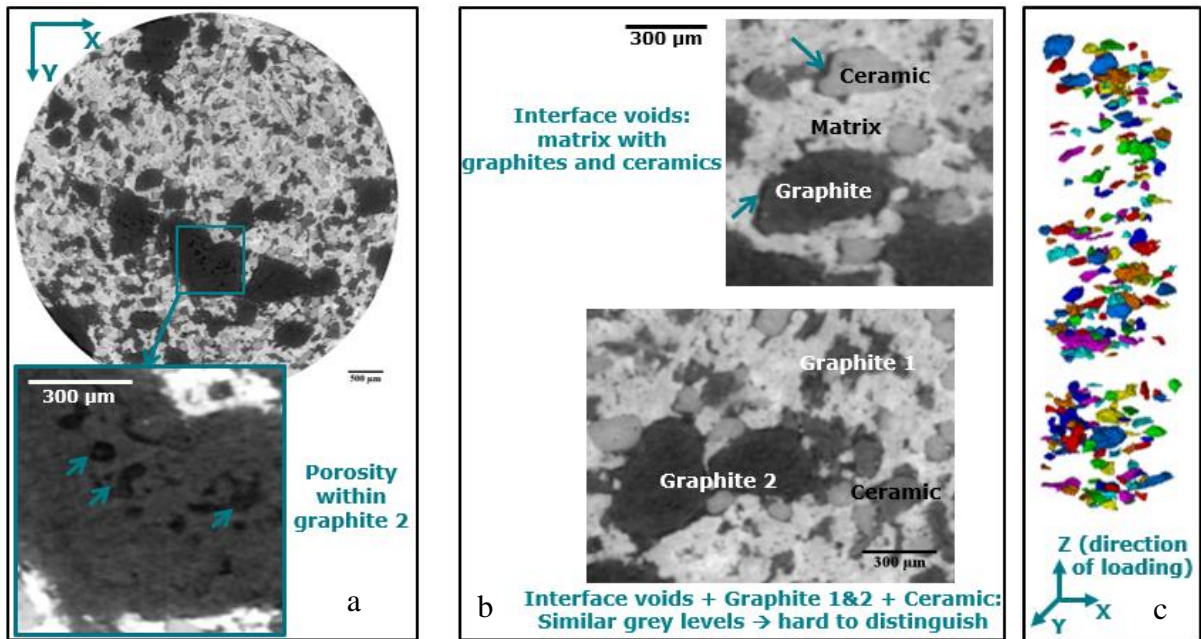


Fig. II.4 : Image micro-tomographique de la MmCG1G2 (ou G36S) : a- zoom sur la zone des porosités autour du graphite G2, b-les vides interfaces, c- extraction et orientation des graphite [4]

En effet, les observations (Fig II.4- a) font apparaître des macroporosités autour du Graphite 2 et (b) montrent l'existence d'interfaces discontinues entre les principaux composants du G36S. Ce sont donc forcément des zones de faible cohésion. De même, le graphite montre une orientation d'allongement perpendiculaire à la charge de frittage (c), dû au procédé de frittage sous charge [4].

B.3 Caractérisation mécanique du matériau MmCG1G2

La caractérisation mécanique du matériau de friction MmCG1G2 permet de bien comprendre son comportement face aux sollicitations que ce soit en sollicitation « uni axiale » ou en sollicitation multiaxiale. Dans cette partie, le but est de dresser l'ensemble des caractérisations déjà effectuées sur ce matériau et de vérifier notre protocole d'essais expérimental. Des essais de compressibilité et d'indentation ainsi que des caractérisations ultrasonores seront proposés. Par la suite, un modèle numérique représentant la microstructure réelle, servira de base afin de reproduire les essais. Les résultats numériques sont comparés avec ceux obtenus expérimentalement, dans le but de valider le modèle.

B.3.1. Travaux antérieurs

B.3.1.1. Sollicitation uniaxiale : compression avec corrélation d'images 2D DIC

Pendant le freinage, le matériau de friction est soumis à une charge de compression par le disque. Une technique pour caractériser son comportement est de passer des échantillons cubiques extraits des plaquettes de frein en compression. Mann [3] a réalisé ce type d'essais en plaçant un échantillon entre deux plaques rigides et le soumettant à une charge de compression sous une vitesse de déformation lente (0,01 mm/s). La déformation est mesurée par corrélation d'images. Une illustration de l'essai est présentée à la Fig II.5. L'essai, son protocole et différents résultats sont détaillés dans la suite car ils vont être déclinés dans ce travail sur nos échantillons de matériaux.

Le dispositif de l'essai est composé de :

- Un capteur de force pour mesurer la charge appliquée sur l'échantillon cubique,
- Une lumière à fibre optique donnant une projection constante sur la face avant,
- Une caméra Ximea (4 millions de pixels) pour prendre des photos pendant le test.

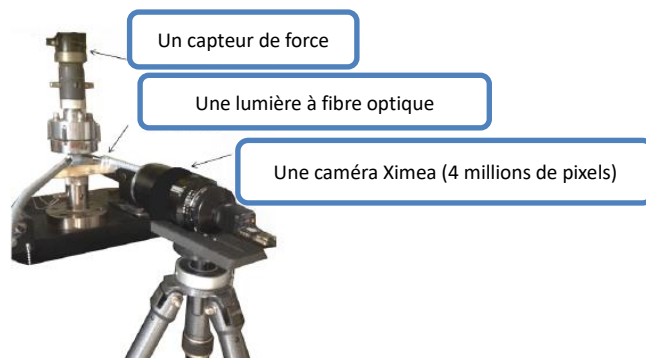


Fig II.5 : Dispositif de l'essai de compression suivant Mann *et al.* [3]

Pour déterminer l'évolution des propriétés mécaniques, le principe est de se baser sur les photos prises par la caméra pour identifier le champ de déplacement avec le DIC (Digital Image Correlation) [9, 10]. C'est une méthode qui permet de trouver la transformation entre une image de référence et une image déformée, en analysant le déplacement en pixel d'un modèle de surface. Le logiciel YaDICs est utilisé (YetAnother Digital Image Correlation Software) [11]. La Fig II.6 représente un exemple de l'évolution de la charge en fonction du temps pour un essai cyclique, avec l'ensemble des points utilisés pour la corrélation d'images.

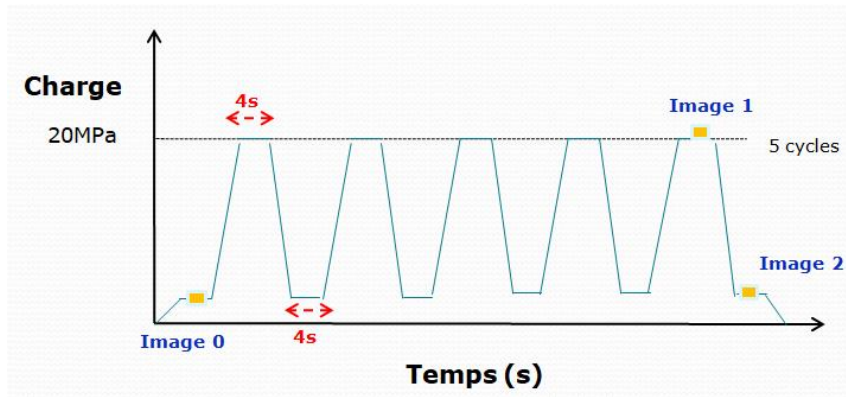


Fig II.6 : Exemple de cycle de chargement utilisé pour la caractérisation en compression, avec les instants de prise d'image pour la corrélation

Afin d'évaluer l'effet de l'historique de chargement, une procédure d'essai a été établie avec différents niveaux de charge appliqués au même échantillon. Les niveaux de charge de compression sont donnés dans le Tableau II.3. Plusieurs cycles ont été appliqués à chaque niveau de charge. Une précharge de 0,3 MPa a été appliquée avant chaque niveau de charge pour empêcher l'échantillon de tourner.

Avant de commencer l'essai, il est indispensable de respecter toutes les étapes de préparation de l'échantillon, à savoir, dimensionnement et tolérance, prélèvement, réalisation de parallélisme, contrôle de l'échantillon, contrôle de la machine de compression, mise en place des plateaux, de l'éclairage, de la caméra et du mouchetis pour déterminer les déplacements afin de calculer la déformation élastique.

| | | | | | |
|------------------|-----|-----|-----|-----|-----|
| Précharge (MPa) | 0,3 | 0,3 | 0,3 | 0,3 | 0,3 |
| Charge (MPa) | 3 | 5 | 10 | 15 | 20 |
| Nombre de cycles | 4 | 4 | 10 | 10 | 10 |

Tableau II.3 : Procédure de l'essai de compression

La déformation élastique peut être déterminée pendant le déchargement pour chaque niveau de charge par une corrélation entre les images 1 et 2 (illustrée sur la Fig II.6). Ces images correspondent au dernier cycle d'un niveau de charge.

Les Fig II.7-a et -b. présentent le résultat obtenu pour la dernière décharge du dernier cycle de l'essai à 20 MPa. La Fig II.7-a permet de vérifier que l'échantillon n'a pas subi une rotation à l'aide du champ de déplacement, et la Fig II.7-b présente le champ de déformation verticale (ϵ_{yy}).

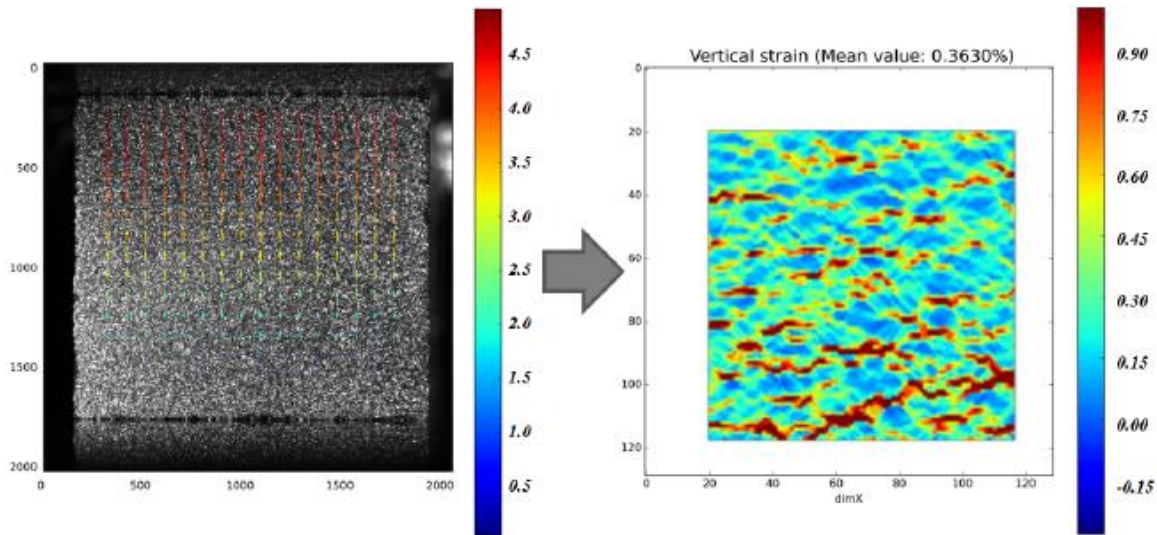


Fig II.7-a : Champ de déplacement vertical pour 20 MPa

Fig II.7-b : Champ de déformation verticale ϵ_{yy} pour 20 MPa

La Fig II.8 présente les résultats de la corrélation pour le champ de déformation verticale avec une charge croissante.

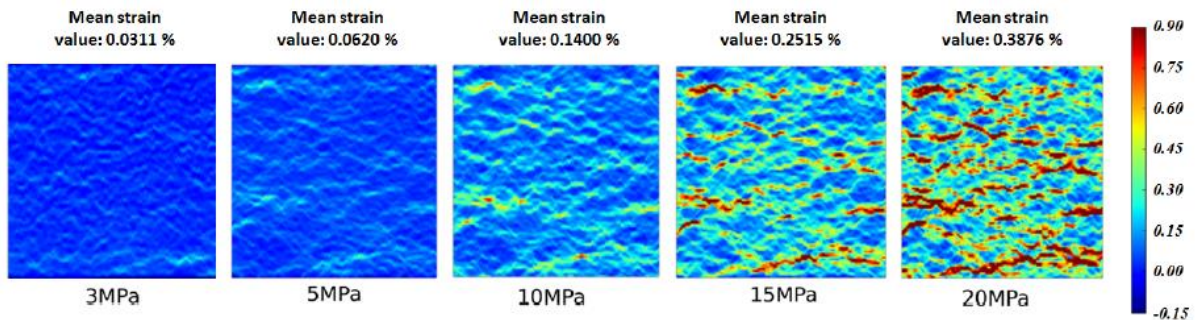


Fig II.8 : Champs de déformation verticale pour chaque niveau de chargement [3]

On remarque l'apparition des bandes qui correspondent à de fortes concentrations de déformations dans le matériau, ces zones coïncident avec les emplacements des particules de graphite, qui se visualisent sur la Fig II.8 par les lignes horizontales rouges.

Afin d'évaluer d'évolution du module d'élasticité du matériau deux méthodes ont été utilisées par Mann : la première à l'aide des jauges de déformations collées sur les faces latérales du cube comprimé (Fig II.9-a), la deuxième à partir des valeurs moyennes des champs de déformation verticale pour chaque niveau de chargement (Fig II.9-b)

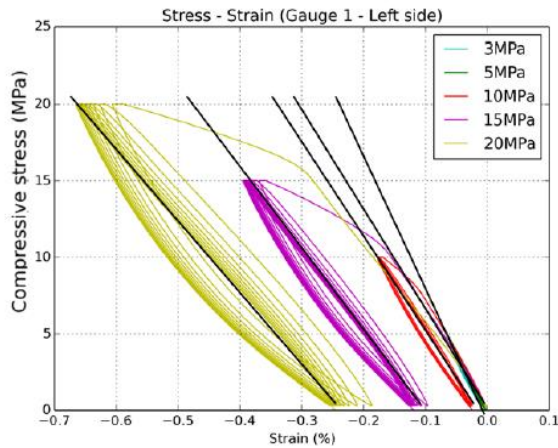


Fig II.9-a : Courbe contrainte-déformation à partir des jauges de déformation [3]

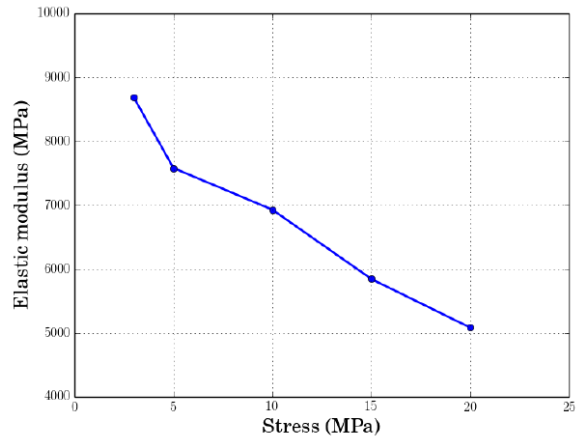


Fig II.9-b : Evolution du module d'élasticité pour une charge croissante résultats DIC [3]

A partir des courbes contrainte-déformation on peut remarquer que pour chaque nouveau niveau de charge maximal, un comportement non linéaire a été observé pour le premier cycle lorsque la pression appliquée était plus élevée que le niveau de charge précédent. Cette modification du comportement peut s'expliquer par une plasticité, car cette non-linéarité apparaît seulement pendant le premier cycle et au-dessus du seuil de la pression précédemment appliquée. On remarque aussi la modification de la pente des courbes de charge avec une charge croissante, une diminution de la pente qui traduit une diminution du module d'élasticité lors de l'augmentation de la charge et une stabilisation du module d'élasticité pendant chaque charge cyclique. Cette évolution coïncide avec la baisse du module élastique présentée dans la Fig II.9-b. La figure confirme la diminution du module d'élasticité lorsque la charge augmente. Les valeurs obtenues à l'aide des jauges et par corrélation d'images sont proches. Cette baisse du module élastique est associée à un mécanisme d'endommagement progressif du matériau [5].

Dans le but de mieux comprendre la localisation des bandes de déformation, et l'évolution du module d'élasticité global en fonction de la charge, une étude de compression plus poussée sous micro-tomographe a été réalisée, à travers la corrélation d'images en 3D DVC.

B.3.1.2. Sollicitation uniaxiale InSitu : compression avec corrélation d'images 3D DVC

Cette partie détaille les travaux menés au laboratoire, précédant les miens, et dont le protocole sera repris pour mes investigations en tomographie. La Fig II.10-a représente le dispositif de l'essai [12], la Fig II.10-b la radiographie de l'échantillon et la Fig II.10-c le protocole suivi lors de cet essai.

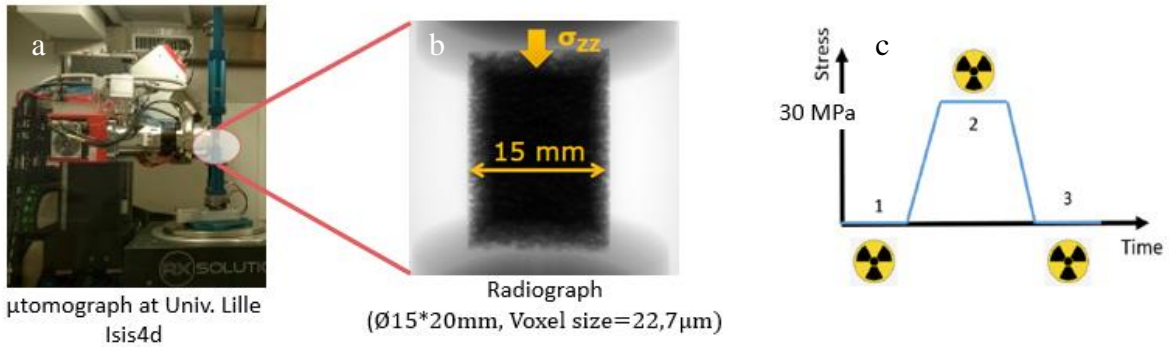


Fig II.10 : a-Dispositif de l'essai b-Image radiographique de l'échantillon c-Protocole de l'essai

L'expérience de compression InSitu monotone est composée de trois étapes différentes :

- 1) Une analyse tomographique est effectuée avant l'application de la compression sur l'échantillon.
- 2) Une contrainte de compression de 30 MPa est appliquée à l'aide d'une machine Instron-4500. Un niveau de contrainte aussi élevé est nécessaire pour induire une déformation résiduelle dans l'échantillon.
- 3) Après compression, une autre tomographie est réalisée sur l'échantillon déchargé.

Le logiciel de corrélation YaDICs [11] est le même que celui utilisé pour la corrélation 2D. Contrairement à la corrélation 2D où un mouchetis est appliqué sur la surface étudiée, les couleurs obtenues à partir des niveaux de gris lors de la corrélation 3D sont naturelles. Les résultats de corrélation 3D sont représentés sur la Fig II.11 qui représente la microstructure en 3D et le résultat de la DVC en 3D et sur le plan YZ.

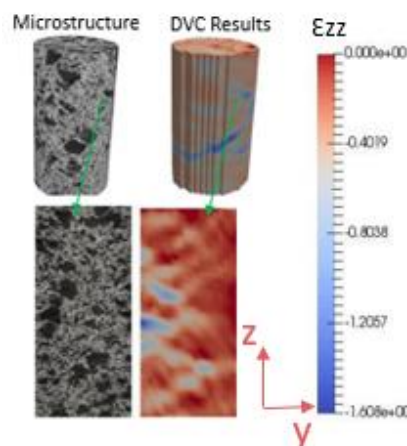


Fig II.11 : Microstructure et résultats de la DVC en 3D du matériau fritté G36S [4]

Similaire aux résultats de corrélation 2D, la déformation est localisée autour des particules de graphite. Bien que cela ne soit pas montré ici, il a été observé que la localisation est plus importante lorsque certaines particules de graphite sont proches les unes des autres. Cet agglomérat forme des grappes où la présence de la porosité est plus importante, entraînant une influence moins importante des autres composants au voisinage des graphites. De plus la rigidité des graphites est bien inférieure à celle des autres composants. C'est la raison pour laquelle certaines particules de graphite de la Fig II.11 présentent des valeurs de déformation plus importantes. A partir du champ de déformation moyen, un module d'Young équivalent de 5,6 GPa a été calculé.

Sur ce même travail, Serrano [4], a utilisé le logiciel Avizo [13] pour générer une surface de maillage à partir d'images segmentées qui décrivent le contour de chaque composant. Ensuite, un maillage volumique a été généré par GMSH [14] dans le but d'avoir une optimisation du nombre et de la qualité des éléments de maillage, allant jusqu'à $3 \cdot 10^6$ tétraèdres. Ainsi, un maillage de la microstructure du matériau fritté a été réalisé, ce qui a permis d'avoir un modèle numérique biphasé, composé de deux phases : Phase 1 matrice et phase 2 graphite 2. Ce dernier sera utilisé comme modèle numérique pour les calculs en éléments finis par la suite (§B.4.2).

B.3.1.3. Sollicitation multiaxiale macro-indentation Brinell

Cette partie est basée sur les résultats de Kossman [6], obtenus par sollicitation multiaxiale à travers la macro-indentation Brinell, avec une complaisance de machine C_f constante.

Les courbes charge-déplacement (Fig II.12 a et b) montrent une différence importante entre les courbes dues au comportement hétérogène du matériau fritté lors de l'indentation, que ce soit en fortes ou faibles charges.

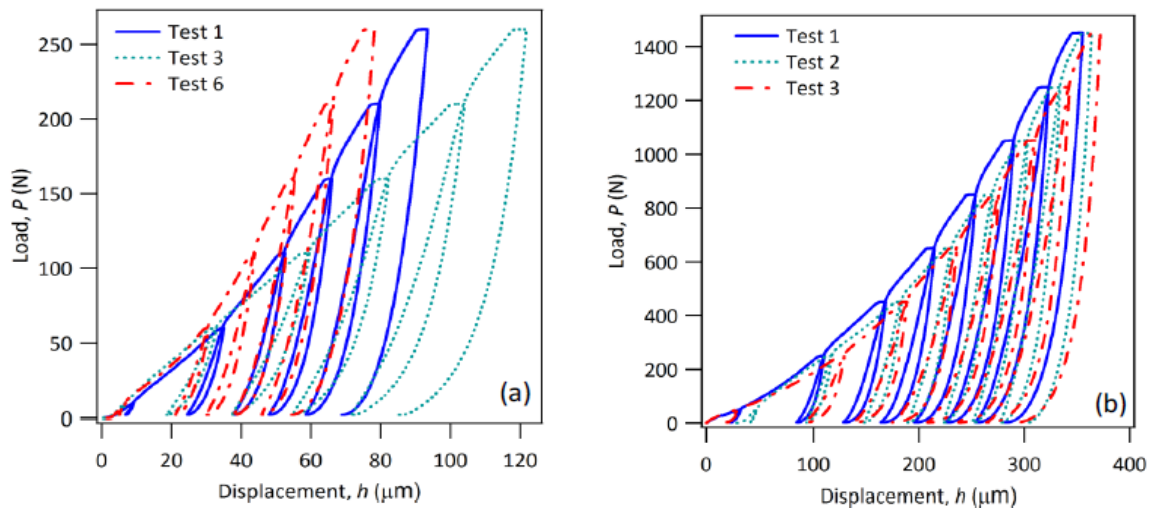


Fig II.12 Effort-déplacement par macro-indentation Brinell sur le MmCG1G2 :
a-faibles charges, b- fortes charges [6]

L'ensemble des modules d'élasticité trouvés est listé dans un histogramme (Fig II.13), qui montre une valeur moyenne de 9.6 GPa pour les travaux de Kossman [6]. Ces résultats sont très proches de ceux de l'essai de compression de Mann [3], pour rappel, le module d'élasticité vaut 9 GPa pour une contrainte de 3 MPa.

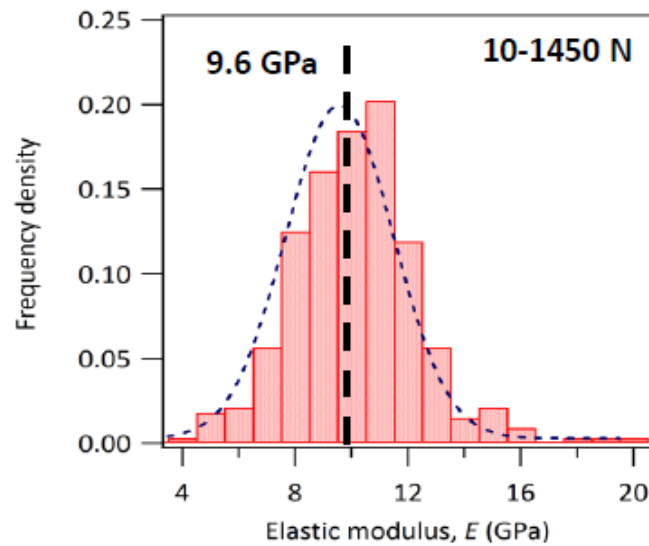


Fig II.13 Histogramme faibles et fortes charges [6]

B.3.2. Travaux actuels

L'ensemble des essais décrits précédemment ont été reproduits sur des échantillons d'un nouveau lot du matériau de friction élaboré en 2017. Le but est de comparer les propriétés du MmCG1G2 du lot de 2015 à celui de 2017. En effet, une simple modification lors du procédé de fabrication, comme par exemple l'impact du mélange, étudié dans le travail de Makni et *al.* [15], pourrait éventuellement induire des différences notables au niveau de la réponse mécanique du matériau. Ainsi, des essais uniaxiaux de compression et multiaxiaux de macro-indentation Brinell ont été réalisés. Les résultats obtenus sont décrits dans la partie suivante.

B.3.2.1. Sollicitation uniaxiale : compression avec corrélation d'images 2D DIC

Les travaux réalisés pour cette partie expérimentale sont des essais de compression sur le matériau MmCG1G2, en suivant le même protocole que celui des travaux de thèse de Mann [3].

Les Fig II.14-a et -b. présentent le résultat obtenu pour la dernière décharge du dernier cycle de l'essai à 20 MPa (entre l'image 1 et l'image 2 de la Fig II.6). La fig II.14-a permet de vérifier que l'échantillon n'a pas subi une rotation à l'aide du champ de déplacement, et la Fig II.14-b présente le champ de déformation verticale (ϵ_{yy}).

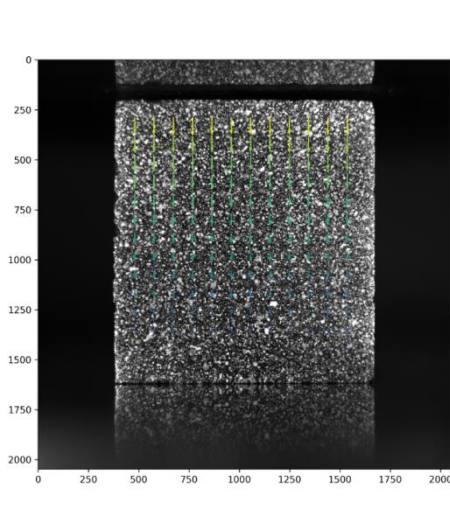


Fig II.14- a : Champ de déplacement vertical pour l'essai de compression uniaxiale sur le MmCG1G2 pour une charge de 20MPa

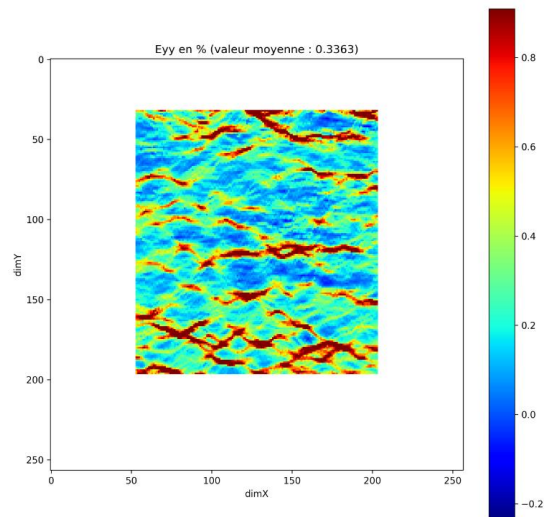


Fig II.14- b : Champ de déformation verticale, ϵ_{yy} , pour l'essai de compression uniaxiale sur le MmCG1G2 pour une charge de 20MPa

La Fig II.15 présente les résultats de la corrélation pour le champ de déformation verticale avec une charge croissante allant de 3 MPa à 20 MPa.

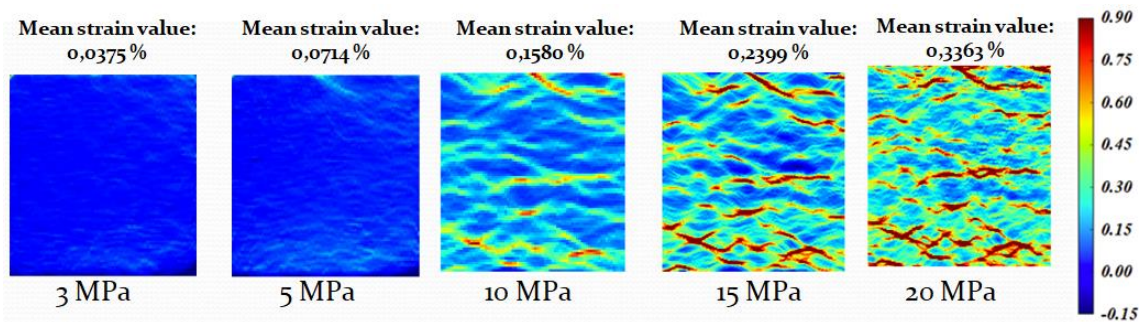


Fig II.15: Champs de déformation verticale pour chaque niveau de chargement pour l'essai de compression uniaxiale sur le MmCG1G2

La comparaison entre les résultats obtenus lors de l'essai de compression et ceux présents dans le travail de Mann [3] (Fig II.8) montre des valeurs de déformation moyenne proches pour chaque niveau de charge. Ainsi, le protocole a été bien respecté et le lot 2017 montre une réponse quasi identique à celui de 2015 utilisé dans les travaux antérieurs.

La comparaison des images obtenues par le champ de déformation Fig II.16-a et celles de la microstructure Fig II.16-b, montre l'apparition des bandes de déformations en rouge Fig II.16.a, qui correspondent à de fortes concentrations de déformation dans le matériau. Ces zones coïncident avec les zones d'emplacements des particules de graphite, comme constaté sur la Fig II.16-b.

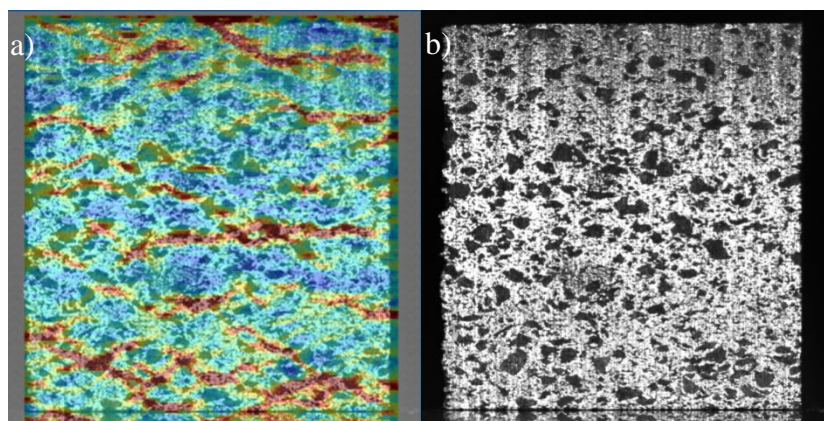


Fig II.16 : Champ de déformation obtenu par essai de compression uniaxiale sur le MmCG1G2 à une charge de 20 MPa composé avec l'image de la microstructure

Afin d'avoir l'évolution du module d'élasticité, les courbes contrainte – déformation moyenne ont été tracées pour tous les cycles de niveau de charge croissante 5-10-20 MPa. Pour des

raisons de lisibilité, la contrainte tracée est positive même si en réalité la sollicitation est de compression.

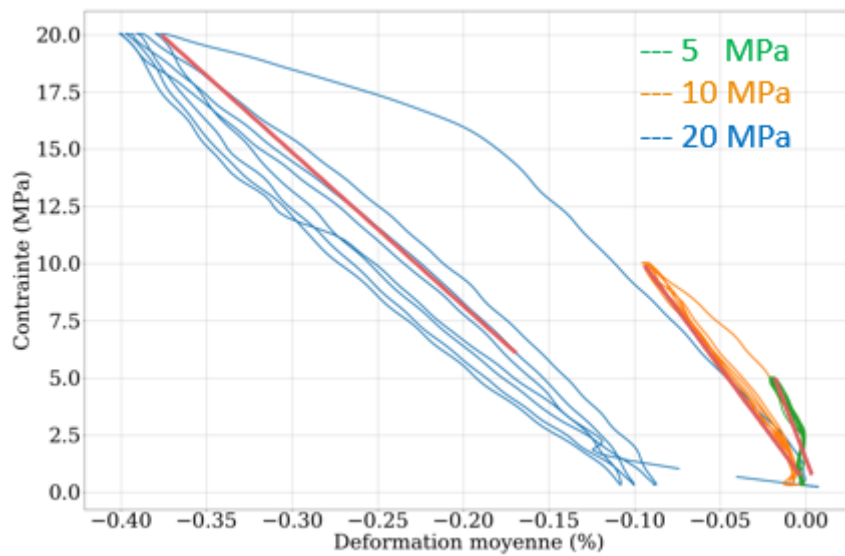


Fig II.17 : Courbe contrainte – déformation moyenne pour un essai de compression uniaxiale sur le MmCG1G2 pour des charges de 5, 10 et 20 MPa

A partir des courbes contrainte-déformation de la Fig II.17, un comportement non linéaire pour le premier cycle a été remarqué pour chaque nouveau niveau de charge maximale. Cela correspond à la pression appliquée, qui est plus élevée que le niveau de charge précédent. Comme la non-linéarité n'apparaît que pendant le premier cycle au-dessus du seuil de la pression appliquée, ceci peut être lié à la plastification du matériau. De même, le module d'élasticité se voit diminuer à l'augmentation de la charge, avant de se stabiliser.

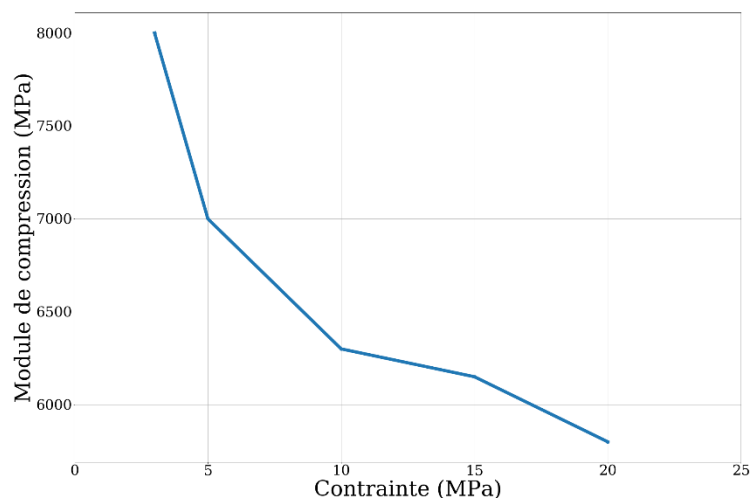


Fig II.18 : Evolution du module d'élasticité pour un essai de compression uniaxiale sur le MmCG1G2 en fonction de la contrainte appliquée

Cette évolution est présentée aussi dans la Fig II.18, qui confirme la diminution du module d'élasticité lorsque la charge a été augmentée. Ces résultats sont en accord global avec ceux de Mann [3,5].

B.3.2.2. Sollicitation multiaxiale macro-indentation Brinell

Le même protocole de macro-indentation que celui utilisé par Kossman [6], décrit sur le paragraphe B.3.3 a été suivi, à l'exception de la complaisance de la machine Cf qui ici, varie en fonction de la charge appliquée, tel que cela a été mis en évidence dans le chapitre précédent (Eq I.36, §A.2.3.4).

Les courbes charge-déplacement (Fig II.19) montrent une différence importante entre les courbes due à l'hétérogénéité du matériau fritté. De plus, les résultats obtenus lors de ce travail correspondent bien à ceux des travaux antérieurs de Kossman [6]. Puisqu'on observe des pentes similaires que ce soit en charge ou en décharge, et des déplacements très proches pour les différents niveaux de charges que ce soit en fortes ou en faibles charges.

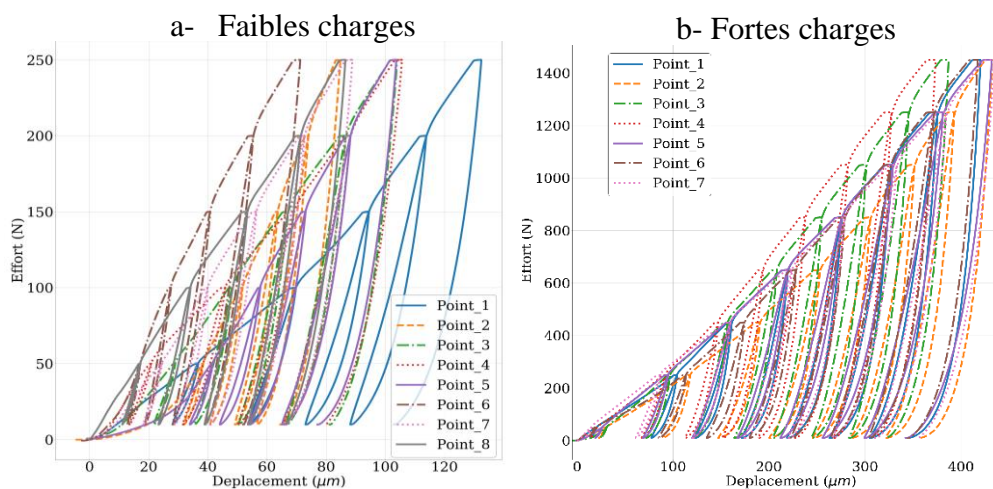


Fig II.19 Effort-déplacement par macro-indentation Brinell sur le MmCG1G2 :

a- faibles charges, b- fortes charges

L'ensemble des modules d'élasticité obtenus a été listé dans un histogramme (Fig II.20), qui montre une valeur moyenne de 9,8 GPa pour ce travail comparé à 9,6 GPa pour les travaux de Kossman [6] (Fig II.13).

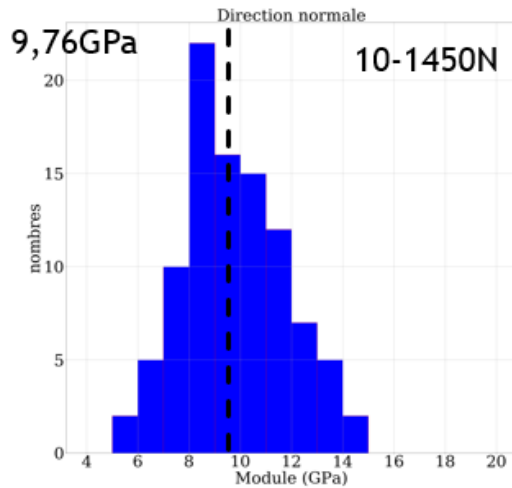


Fig II.20 : Histogramme du module d'élasticité du MmCG1G2 obtenu par essai multiaxial de macro-indentation Brinell à faibles et fortes charges

En distinguant les résultats du module obtenu par macro-indentation Brinell en fonction à faibles et fortes charges (Fig II.21), il est constaté une diminution de celui-ci. Il est intéressant de noter que le même comportement a été constaté pour les essais uniaxiaux de compression (Fig II.18).

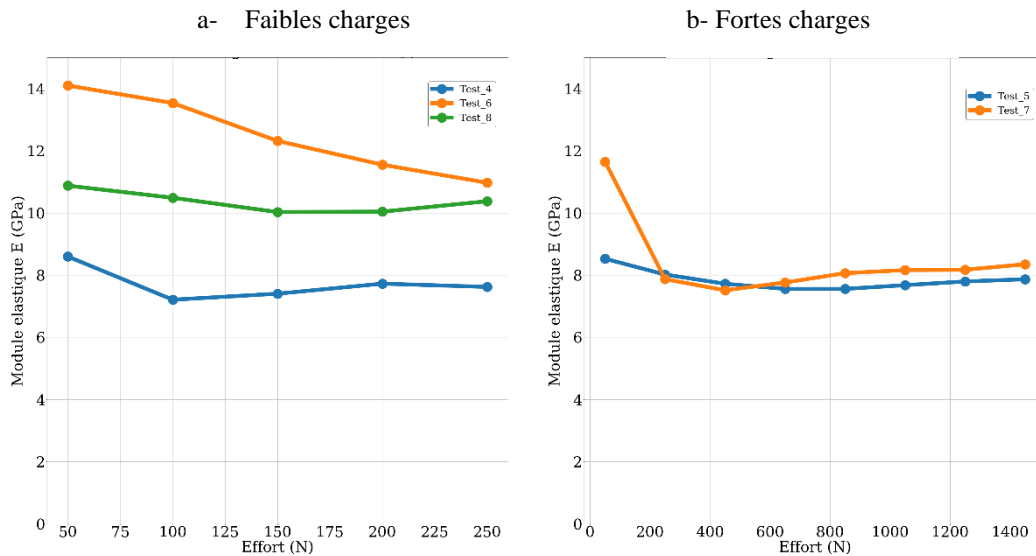


Fig II.21 Evolution du module d'Young obtenu par macro-indentation Brinell sur le MmCG1G2 en fonction de la charge avec $C_f(F)$ corrigé : a- faibles charges, b- fortes charges

B.3.2.3. Caractérisation par Ultrasons

La SAE (Society of Automotive Engineers) [16] a déterminé une norme qui spécifie une méthode pour tester et mesurer les constantes élastiques des matériaux de friction par des mesures de vitesse ultrasonore. Cette spécification a été modifiée pour inclure la mesure du module hors plan en fonction de la précharge ainsi que la mesure des constantes techniques en

fonction de la température. Enfin, des formules déterminent les constantes d'ingénierie en fonction de la précharge et de la température. Cette étude a été réalisée en collaboration avec D. Yuhas de Industrial Measurement Systems, INC [17].

B.3.2.3.1. Principe de l'essai

Dans cet essai, les constantes élastiques des matériaux de friction sont déterminées en mesurant les vitesses des ondes longitudinales et de cisaillement se propageant dans différentes directions dans le matériau de friction. Il est important d'enregistrer et de maintenir la relation entre la direction de la propagation des ultrasons, la polarisation des ondes et les principaux axes du matériau de friction. À partir des vitesses ultrasonores mesurées et de la symétrie du matériau de friction, on peut calculer les constantes élastiques ainsi que les constantes d'ingénierie, c'est-à-dire les modules d'Young, les modules de cisaillement et les coefficients de Poisson. Plus de détails sur le protocole de cet essai sont donnés par SAE [17] et Ledbetter [16-18].

B.3.2.3.2. Application de la caractérisation par ultrasons sur le MmCG1G2

Les vitesses ultrasonores ont été mesurées, pour un échantillon MmCG1G2 de dimensions (20,3mm x20,3mm x19,9mm), pour un cisaillement à la fois longitudinal et linéairement polarisé des modes d'ondes utilisant des capteurs dans la gamme de fréquences de 1 MHz à 2,25 MHz. Les mesures ont été effectuées par propagation des ultrasons le long des 3 axes principaux.

La Fig II.22 montre la définition du système de coordonnées adopté pour l'analyse.

La terminologie est différente de la terminologie standard de l'IMS [17]. Le tableau II.4 indique les dimensions de l'échantillon et la densité (masse volumique) du matériau.

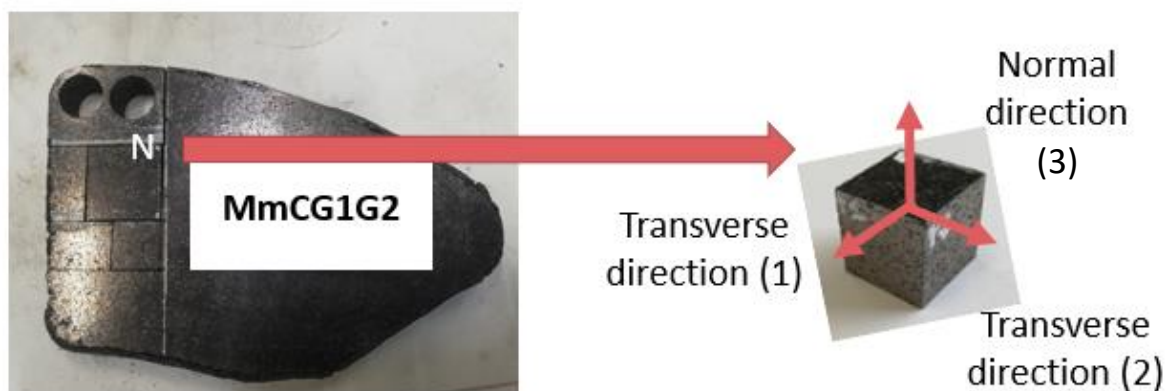


Fig II.22 : Échantillon du matériau de friction MmCG1G2 et les directions de normale et transverses

| Echantillon | Direction X Transverse 1 (mm) | Direction Y Transverse 2 (mm) | Direction Z Normale 3 (mm) | Masse (g) | Densité (g/cc) |
|-------------|-------------------------------------|-------------------------------------|----------------------------------|--------------|-------------------|
| MmCG1G2 | 20,30 | 20,30 | 19,90 | 32,70 | 3,99 |

Tableau II.4 : Echantillon MmCG1G2 : dimensions, masse et densité.

Le travail initial s'est concentré sur des expériences visant à déterminer l'isotropie de l'échantillon en mesurant la vitesse de propagation des ultrasons le long des différents axes principaux. Pour identifier les différents modes de vitesse, une notation conventionnelle du tenseur, V_{ij} , est utilisée, où "i" indique la direction de la propagation et "j" la polarisation du mode ultrasonore.

V_{33} - Propagation du mode longitudinal dans la direction "3" avec polarisation le long de "3"

V_{11} - Propagation du mode longitudinal dans la direction "1" avec polarisation le long de "1"

V_{22} - Propagation du mode longitudinal dans la direction "2" avec polarisation le long de "2"

V_{31} - Mode de cisaillement se propageant dans la direction "3" polarisé dans la direction "1"

V_{32} - Mode de cisaillement se propageant dans la direction "3" polarisé dans la direction "2"

V_{21} - Mode de cisaillement se propageant dans la direction "2" polarisé dans la direction "1"

V_{12} - Mode de cisaillement se propageant dans la direction "1" polarisé dans la direction "2"

Les données relatives à la vitesse sont présentées dans le tableau II.6. Les mesures ont été effectuées à l'aide de capteurs d'un diamètre de 15 mm, ce qui est comparable aux dimensions de la section transversale des échantillons. Les capteurs d'ondes longitudinales ont une fréquence centrale de 1 MHz tandis que les capteurs de cisaillement ont une fréquence centrale de 2,25 MHz. Quatre mesures répétées ont été effectuées sur chaque mode. Les constantes élastiques résultantes sont données dans le tableau II.7. Certaines combinaisons des modes de vitesse suivantes sont utilisées dans le calcul des constantes élastiques.

$$V_{21} = \text{Moyenne } (V_{12}, V_{21})$$

$$V_{31} = \text{Moyenne } (V_{31}, V_{32})$$

$$V_{11} = V_{22} = \text{Moyenne } (V_{11}, V_{22})$$

Le calcul des constantes élastiques sont extraites du SAE J2725 [17].

$$C_{33} = \rho V_{33}^2$$

$$C_{11} = C_{22} = \rho(\langle V_{11}, V_{22} \rangle)^2$$

$$C_{66} = \rho(\langle V_{21}, V_{12} \rangle)^2$$

$$C_{44} = C_{55} = \rho(\langle V_{31}, V_{32}, V_{13}, V_{23} \rangle)^2$$

$$C_{12} = C_{11} - 2C_{66}$$

$$C_{13} = \sqrt{\left[(2\rho V_{12}^2 - 0,5(C_{33} + C_{22} + 2C_{44}))^2 - 0,25(C_{33} - C_{22})^2 \right]} - C_{44}$$

| Echantillon | Résultat | Cisaillement V ₁₂ (km/s) | Cisaillement V ₂₁ (km/s) | Cisaillement V ₃₁ (km/s) | Cisaillement V ₃₂ (km/s) | Longitudinal V ₁₁ (km/s) | Longitudinal V ₂₂ (km/s) | Longitudinal V ₃₃ (km/s) |
|-------------|------------|----------------------------------------|----------------------------------------|----------------------------------------|----------------------------------------|----------------------------------------|----------------------------------------|----------------------------------------|
| MmCG1G2 | Moyenne | 1,802 | 1,738 | 1,339 | 1,308 | 2,887 | 2,820 | 1,658 |
| | Ecart type | 0,005 | 0,008 | 0,003 | 0,003 | 0,004 | 0,004 | 0,002 |

Tableau II.5 : Vitesse des ultrasons pour les modes de cisaillement et longitudinal le long des axes principaux.

| Echantillon | C11 (GPa) | C22 (GPa) | C33 (GPa) | C44 (GPa) | C55 (GPa) | C66 (GPa) | C12 (GPa) | C13 (GPa) |
|-------------|--------------|--------------|--------------|--------------|--------------|--------------|--------------|--------------|
| MmCG1G2 | 32,5 | 32,5 | 11,0 | 7,0 | 7,0 | 12,5 | 7,5 | 4,7 |

Tableau II.6 : Constantes élastiques calculées à partir de la symétrie isotrope transversale.

Pour les matériaux isotropes :

$$V_{11} = V_{22} = V_{33} \text{ et } V_{31} = V_{32} = V_{21} = V_{12}$$

Pour les matériaux transversaux isotropes avec l'axe (N=Z=3) comme axe unique. Ainsi, les vitesses peuvent avoir les équivalences suivantes :

$$V_{11} \sim V_{22} \text{ et } V_{32} \sim V_{31} \text{ et } V_{21} \sim V_{12}$$

Le tableau II.5 permet de valider les conditions d'isotropie transverse pour l'échantillon du matériau fritté MmCG1G2. Dans ce cas, les modules de cisaillement dans les directions dans le plan G₁₂ et hors plan G₁₃ = G₂₃ peuvent être calculés, ainsi que les modules d'Young (E₁ = E₂ et E₃). Le tableau II.7 donne les constantes d'ingénierie.

| Échantillon | $E_1=E_2$ (GPa) | E_3 (GPa) | $G_{13}=G_{23}$ (GPa) | G_{12} (GPa) | $\nu_{12}=\nu_{21}$ | $\nu_{31}=\nu_{32}$ | $\nu_{23}=\nu_{13}$ |
|-------------|--------------------|----------------|--------------------------|-------------------|---------------------|---------------------|---------------------|
| MmCG1G2 | 29,3 | 9,9 | 7,0 | 12,5 | 0,18 | 0,12 | 0,35 |

Tableau II.7 : Constantes d'ingénierie calculées à partir des essais ultrasons pour le MmCG1G2

Conclusion intermédiaire :

Les mesures à Ultrason permettent une caractérisation sans sollicitation mécanique. En effet, il est judicieux de comparer ses résultats avec ceux des essais à faibles charges. De ce fait, les résultats de l'essai ultrason dans la direction normale (10 GPa) sont en concordance avec ceux des essais précédents de compression et d'indentation. Pour l'essai de compression à 3 MPa, le module obtenu est de 8,2 GPa et pour la macro-indentation Brinell à 50 N, le module calculé est de 11 GPa. De même, cette méthode permet aussi de calculer les modules transverses. Ainsi, le matériau fritté montre un comportement isotrope transverse, avec des modules d'Young de l'ordre de 10 GPa en direction normale et 30 GPa en directions transverses.

B.3.2.5. Discussion

Un ensemble d'essais a été appliqué au matériau de friction MmCG1G2, dans le but de bien maîtriser le protocole expérimental. La Fig II.23 donne une comparaison entre les résultats obtenus lors de ces travaux, qui ont montré des valeurs très proches de celles trouvées antérieurement, que ce soit en compression uniaxiale (Mann [3], Serrano [4]), ou en macro-indentation Brinell (Kossman [6]).

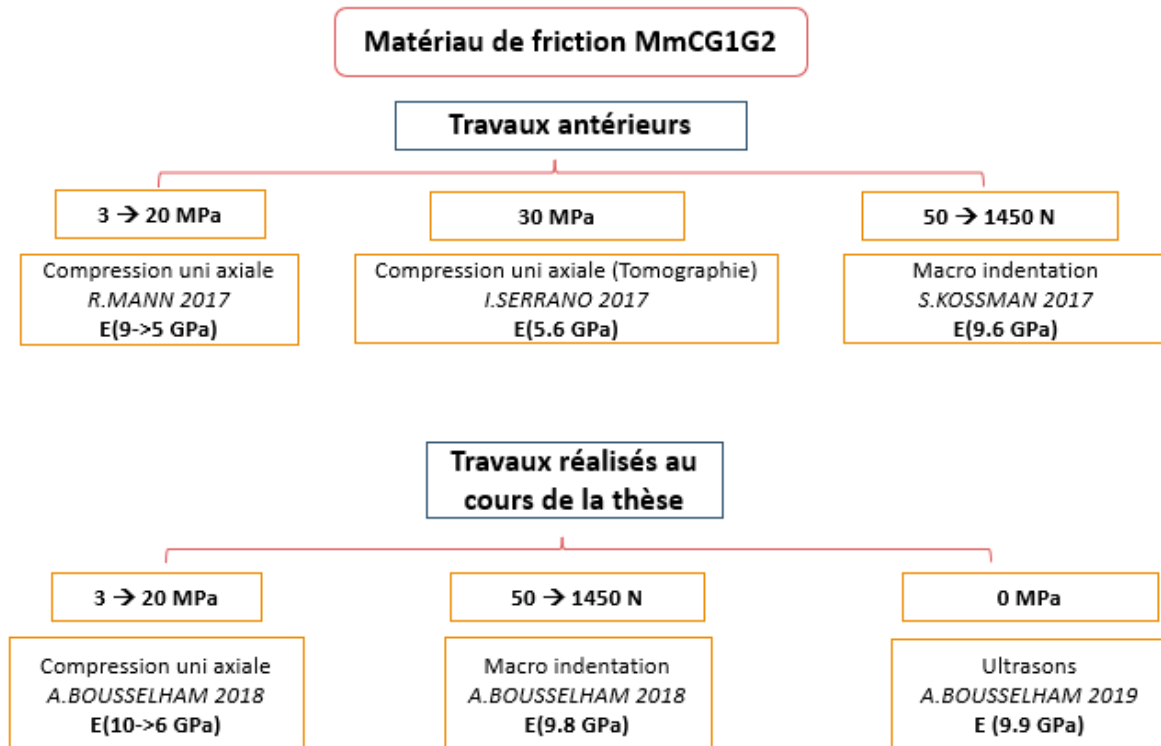


Fig II.23 : Comparaison des modules d'élasticité du MmCG1G2 des travaux antérieurs (en haut) et travaux de ma thèse (en bas)

Deux aspects sont à prendre en compte lors des comparaisons à fortes et à faibles charges.

A faibles charges, les résultats de l'ultrason ont donné des valeurs de modules d'Young dans la direction normale de 9,9 GPa, qui sont comparables aux valeurs obtenues expérimentalement en compression et macro-indentation à faibles charges, proches de 10 et 12 GPa (pour des charges respectives de 3 MPa et 50 N). Le comportement isotrope transverse du matériau de friction MmCG1G2 a été mis en avant par les mesures ultrasons.

A fortes charges, les résultats les modules d'élasticité obtenus en compression à 20 MPa (6 GPa) et en macro-indentation Brinell à 1450 N (9,1 GPa) sont inférieurs à ceux à faible charge en raison d'un endommagement du matériau.

Cependant, même si l'ensemble des résultats obtenus par les différents essais montre des valeurs de l'ordre de 10 GPa, celle-ci reste très faible au regard des composants du matériau de friction MmCG1G2, qui est principalement composé d'une matrice métallique Fer-Cuivre avec un pourcentage de 70%. Pour comprendre le phénomène physique, une étude de caractérisation de matériaux simplifiés a été entreprise. Dans un premier temps, la matrice métallique seule Mm est étudiée, puis est ajouté graduellement les composants céramiques (C), et graphites (G1 et G2), pour détecter l'influence de chaque composant sur le comportement mécanique global et local des matériaux simplifiés.

B.4. Caractérisation mécanique des matériaux simplifiés

B.4.1. Comportement global

B.4.1.1. Les matériaux simplifiés

Le matériau de friction MmCG1G2 est un mélange composé d'une matrice métallique Fer-Cuivre (Mm), deux types de graphite (G1 et G2) et des céramiques (C). Afin de comprendre l'influence des différents composants sur le comportement mécanique, plusieurs échantillons ont été élaborés en réalisant des compositions différentes à partir de la matrice de métallique en ajoutant ou supprimant les céramiques et les graphites. Le récapitulatif des notations adoptées par la suite est présenté dans le tableau II.8.

| Dénomination du matériau étudié | Pourcentage volumique (%) | | | |
|---------------------------------------|-------------------------------|-------------------|--------------------|--------------------|
| | Matrice métallique (Mm) | Céramiques (C) | Graphite 1 (G1) | Graphite 2 (G2) |
| Mm | 100,0 | | | |
| MmC | 92,6 | 7,4 | | |
| MmCG1 | 79,6 | 6,3 | 14,2 | |
| MmCG2 | 70,8 | 5,6 | | 23,5 |
| MmG1G2 | 66,2 | | 11,8 | 22,0 |

Tableau II.8 : Composition et pourcentage volumique des matériaux simplifiés étudiés.

Ces matériaux ont été fabriqués par la société Alstom-Flertex utilisant le même protocole que le matériau de friction MmCG1G2.

L'élaboration des matériaux simplifiés est faite sur le principe suivant : quand un ou plusieurs composants est absent de la formulation son pourcentage volumique est réparti dans les

composants restants au prorata de leurs pourcentage volumique respectif. Par exemple, pour le MmG1G2 les 5% de céramique (C) sont répartis en augmentant le pourcentage volumique de matrice métallique (Mm), de graphites G1 et G2.

Cependant, bien que les matériaux simplifiés soient élaborés avec les mêmes paramètres, la différence de formulation peut impacter le matériau final en termes de microstructure. En effet, une variation de formulation va impacter le mélange et la manière dont les composants vont s'arranger au sein de la microstructure, cela peut se traduire par des différences en termes de porosité.

B.4.1.2. Méthodologie

Cinq échantillons de taille moyenne de 20mm*20mm*20mm de l'ensemble des matériaux simplifiés ont subi des caractérisations en ultrasons, puis en macro-indentation Brinell dans les directions normale et transverses, dans le but de déterminer le comportement mécanique afin d'en ressortir les propriétés mécaniques (module d'Young) en suivant l'hypothèse d'Oliver & Pharr [19, 20]. L'idée est de comparer les 2 modules d'élasticité trouvés et de vérifier le comportement mécanique global. Le schéma de la Fig II.24, résume cette méthodologie.

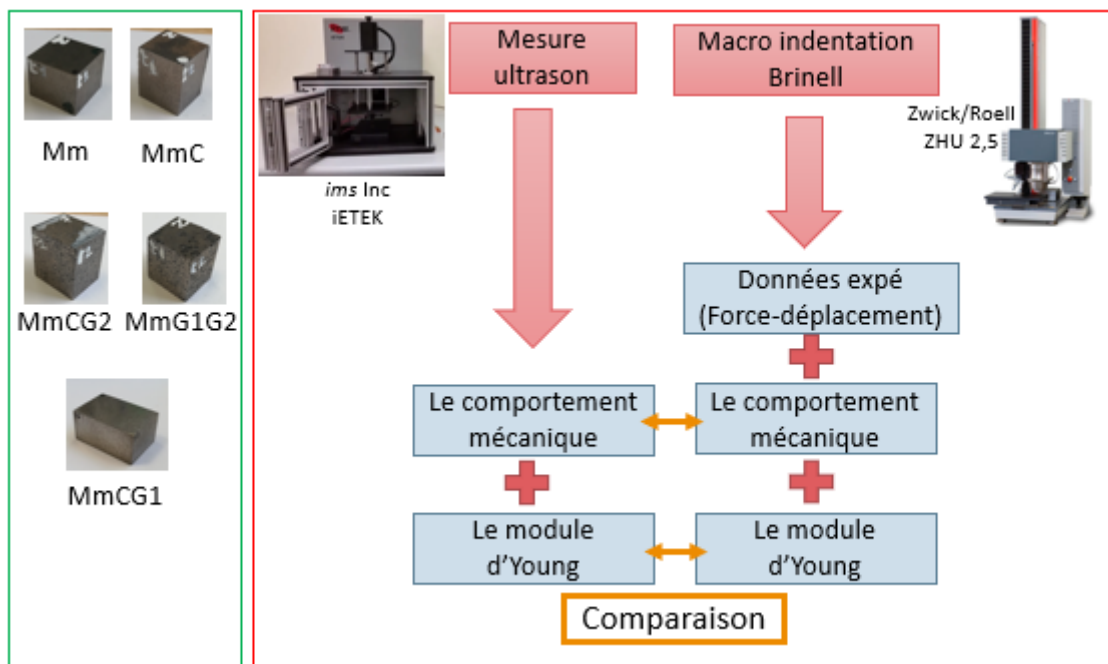


Fig II.24 : Méthodologie de la caractérisation et la comparaison des modules d'élasticité obtenus par les trois méthodes

B.4.1.3. Résultats

B.4.1.3.1. Mesures ultrasons

Le principe est le même que celui détaillé précédemment dans le paragraphe B.3.4. En l'appliquant sur 4 des 5 échantillons des matériaux simplifiés (le MmCG1 n'a pas été étudié en ultrasons suite à un problème de logistique dû à la crise sanitaire), le tableau II.9 regroupe l'ensemble des informations sur les 4 échantillons.

| | Direction X Transverse 1 (mm) | Direction Y Transverse 2 (mm) | Direction Z Normale (mm) | Masse (g) | Densité (g/cc) |
|--------|-------------------------------------|-------------------------------------|--------------------------------|--------------|-------------------|
| Mm | 20,25 | 20,87 | 17,30 | 52,89 | 7,25 |
| MmC | 14,92 | 16,22 | 19,65 | 28,80 | 6,06 |
| MmCG2 | 18,45 | 22,25 | 25,00 | 39,37 | 3,84 |
| MmG1G2 | 17,05 | 18,50 | 20,50 | 26,13 | 4,04 |

Tableau II.9 : Matériaux simplifiés : dimensions, masses et densités.

Le tableau II.10 indique les vitesses des ultrasons pour toutes les directions et le tableau II.11 récapitule le calcul des constantes élastiques qui sont extraites du SAE J2725 [17].

| Echantillon | Résultat | Cisaillement V ₁₂ (km/s) | Cisaillement V ₂₁ (km/s) | Cisaillement V ₃₁ (km/s) | Cisaillement V ₃₂ (km/s) | Longitudinal V ₁₁ (km/s) | Longitudinal V ₂₂ (km/s) | Longitudinal V ₃₃ (km/s) |
|-------------|------------|----------------------------------------|----------------------------------------|----------------------------------------|----------------------------------------|----------------------------------------|----------------------------------------|----------------------------------------|
| Mm | Moyenne | 2,519 | 2,523 | 2,483 | 2,485 | 4,358 | 4,422 | 4,254 |
| | Ecart type | 0,000 | 0,003 | 0,002 | 0,003 | 0,027 | 0,032 | 0,023 |
| MmC | Moyenne | 2,389 | 2,384 | 2,314 | 2,322 | 3,822 | 3,888 | 3,763 |
| | Ecart type | 0,007 | 0,012 | 0,002 | 0,003 | 0,049 | 0,038 | 0,004 |
| MmCG2 | Moyenne | 1,578 | 1,568 | 1,059 | 1,119 | 2,508 | 2,595 | 1,331 |
| | Ecart type | 0,004 | 0,006 | 0,008 | 0,005 | 0,012 | 0,014 | 0,005 |
| MmG1G2 | Moyenne | 1,728 | 1,649 | 1,326 | 1,326 | 2,732 | 2,737 | 1,730 |
| | Ecart type | 0,006 | 0,074 | 0,003 | 0,001 | 0,014 | 0,010 | 0,003 |

Tableau II.10 : Vitesse des ultrasons le long des axes principaux pour les modes de cisaillement et longitudinal

| Echantillon | C11 (GPa) | C22 (GPa) | C33 (GPa) | C44 (GPa) | C55 (GPa) | C66 (GPa) | C12 (GPa) | C13 (GPa) |
|-------------|--------------|--------------|--------------|--------------|--------------|--------------|--------------|--------------|
| Mm | 139,7 | 139,7 | 131,1 | 44,7 | 44,7 | 46,0 | 47,6 | 47,6 |
| MmC | 90,0 | 90,0 | 85,8 | 32,5 | 32,5 | 34,5 | 21,0 | 21,0 |
| MmCG2 | 25,0 | 25,0 | 6,8 | 4,6 | 4,6 | 9,5 | 6,0 | 2,8 |
| MmG1G2 | 30,2 | 30,2 | 12,1 | 7,1 | 7,1 | 11,5 | 7,2 | 4,5 |

Tableau II.11 : Constantes élastiques calculées à partir de la symétrie isotrope transversale.

Pour les matériaux simplifiés Mm et MmC, les vitesses sont identiques pour $V_{11}=V_{22}=V_{33}$ et $V_{31}=V_{32}=V_{21}=V_{12}$ permettant de conclure à un comportement isotrope, avec un module d'élasticité de l'ordre de 100 GPa (113 GPa pour Mm et 80 GPa pour MmC).

Alors que, pour les autres compositions, MmCG2 et MmG1G2, les vitesses indiquent un comportement isotrope transverse ($V_{11}\sim V_{22}$ et $V_{32}\sim V_{31}$ et $V_{21}\sim V_{12}$). Dans ce cas, les modules de cisaillement dans les directions dans le plan G_{12} et hors plan $G_{13} = G_{23}$ peuvent être calculés, ainsi que les modules d'Young ($E_1 = E_2$ et E_3). Les modules d'Young sont de l'ordre de 10 GPa (6,3 GPa pour MmCG2 et 11,1 GPa pour MmG1G2) en direction normale et de 25 GPa en direction transverse (22,9 GPa pour le MmCG2 et 27,5 GPa pour le MmG1G2). Le tableau II.12 donne les constantes d'ingénierie.

| Echantillon | $E_1=E_2$ (GPa) | E_3 (GPa) | $G_{13} = G_{23}$ (GPa) | G_{12} (GPa) | $\nu_{12} = \nu_{21}$ | $\nu_{31} = \nu_{32}$ | $\nu_{23} = \nu_{13}$ |
|-------------|--------------------|----------------|----------------------------|-------------------|-----------------------|-----------------------|-----------------------|
| Mm | 113,6 | 113,6 | 45,4 | 45,4 | 0,25 | 0,25 | 0,25 |
| MmC | 80,1 | 80,1 | 33,5 | 33,5 | 0,20 | 0,20 | 0,20 |
| MmCG2 | 22,9 | 6,3 | 4,6 | 9,5 | 0,20 | 0,09 | 0,33 |
| MmG1G2 | 27,5 | 11,1 | 7,1 | 12,5 | 0,19 | 0,12 | 0,30 |

Tableau II.12 : Constantes d'ingénierie calculées à partir des essais ultrasons

Conclusion intermédiaire :

Les matériaux Mm et MmC ont un comportement isotrope, les compositions MmCG2 et MmG1G2 ont un comportement isotrope transverse, à l'image du matériau complet MmCG1G2. En effet la matrice élaborée seule est isotrope, l'ajout de la céramique ne modifie pas cette anisotropie parce que les céramiques sont de petites taille (100-250 μ m) et plutôt sphériques, entraînant une répartition plus homogène dans le matériau. Cependant l'ajout du graphite G2 induit une anisotropie liée à l'anisotropie de la microstructure comme vue précédemment au paragraphe B.2, la combinaison des graphites G1 et G2 induit une anisotropie. Les matériaux incluant des graphites ont montré des modules d'élasticité faibles par rapport aux matériaux sans graphite, de comportement isotrope. De ce fait, l'ajout du graphite rend le matériau isotrope transverse et fait chuter le module d'élasticité.

B.4.1.3.2. Mesures par macro-indentation Brinell

Ces mesures ont été réalisées sur l'ensemble des échantillons de matériaux simplifiés. Le protocole suivi est celui appliqué sur le matériau de référence le cuivre dans le chapitre A, et pour le matériau de friction MmCG1G2 dans le paragraphe B.3.3. Pour une raison de clarté, la méthodologie sera expliquée uniquement sur l'échantillon du MmG1G2.

a- Méthodologie

Le protocole de l'essai de la macro-indentation est le même que celui détaillé dans le chapitre A [19, 20]. Cependant, l'indentation se fera sur les 3 directions à savoir, normale et transverses, dans le but d'observer l'anisotropie du matériau. La Fig II.25, montre les positions des points d'indentation, sur les 6 faces indentées, que ce soit en fortes (250-1450N) ou faibles charges (50-250N). Par exemple, pour la direction normale, la face supérieure sera indentée en faibles charges, et la face inférieure en fortes charges, dans le but de ne pas avoir d'interaction des zones de plasticités résiduelles sous chaque point d'indentation.

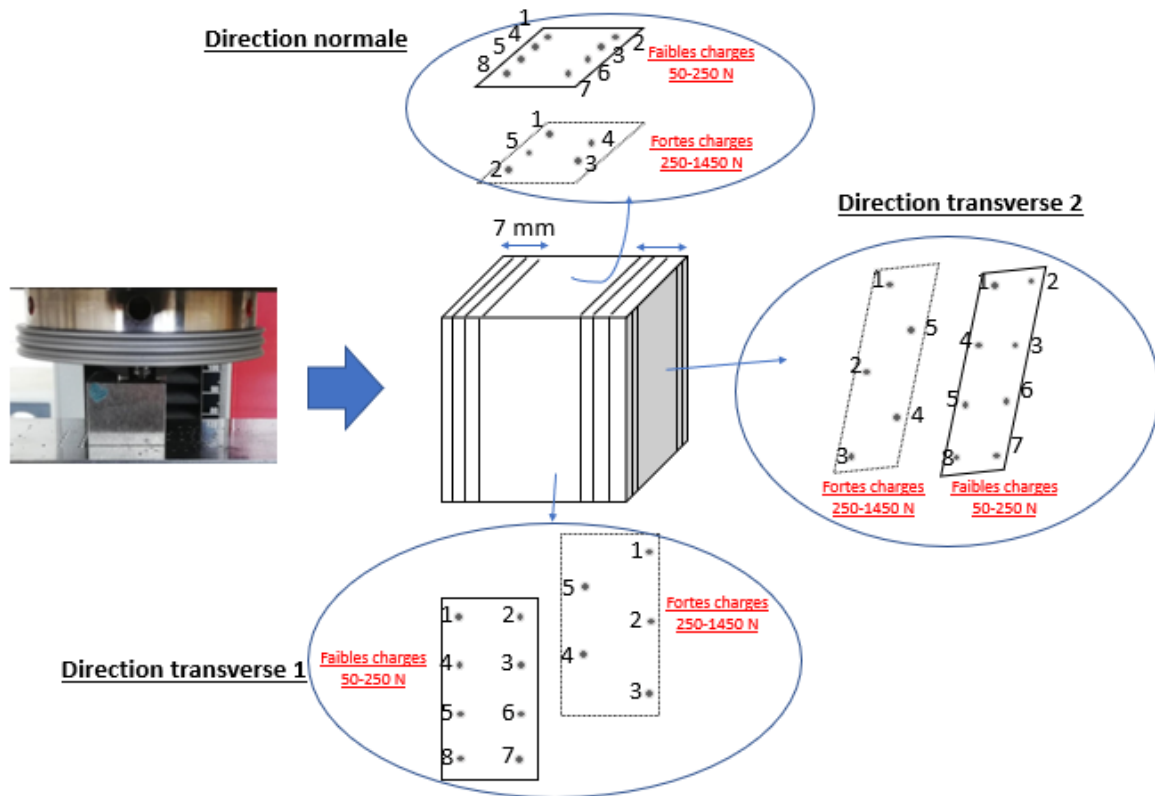


Fig II.25 : Positions des points d'indentation lors de l'essai de macro-indentation Brinell sur le MmG1G2 à fortes et faibles charges

b- Résultats

Les résultats sont présentés dans les 3 directions, pour les 6 faces indentées, que ce soit en faibles ou fortes charges (Fig II.26 à II.28). Les résultats de la macro-indentation dans les 3 directions montrent un comportement hétérogène, représenté par la non-superposition des courbes que ce soit à fortes ou à faibles charges. Cependant, cet effet d'hétérogénéité est plus marquant sur les indentations à faibles charges. Ainsi, les résultats dépendent fortement du composant présent sous l'indenteur, en particulier le début de courbe. De même, les déplacements en direction normale sont plus importants que dans les directions transverses, que ce soit en fortes ou faibles charges. Ceci montre que le matériau est plus raide dans les directions transverses. Les déplacements et les pentes, dans les deux directions transverses sont identiques que ce soit en fortes ou faibles charges. De ce fait, le matériau montre un comportement isotrope-transverse.

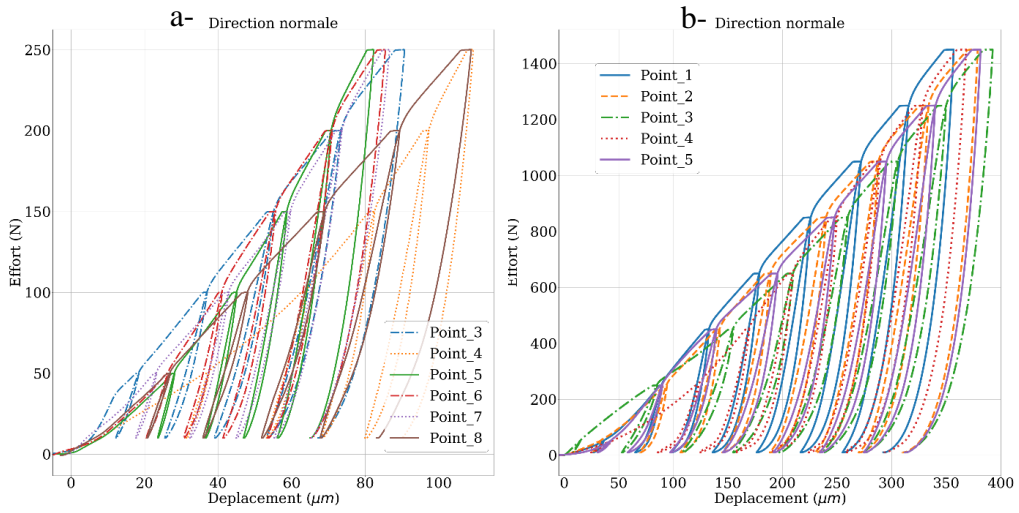


Fig II.26 : Matériau MmG1G2 : courbe charges-déplacement direction normale :

a- faibles charges , b- fortes charges

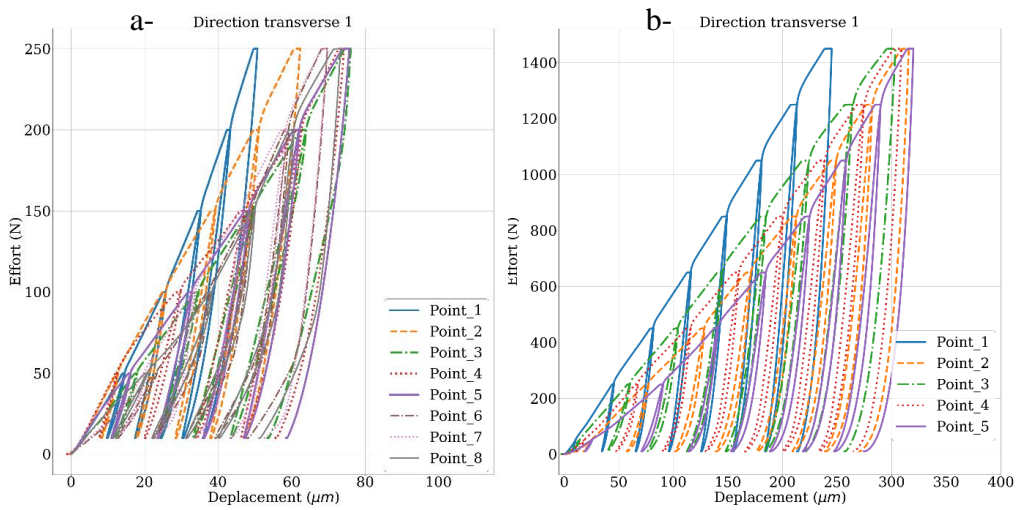


Fig II.27 : Matériau MmG1G2 : courbe charges-déplacement direction transverse 1 :

a- faibles charges, b-fortes charges

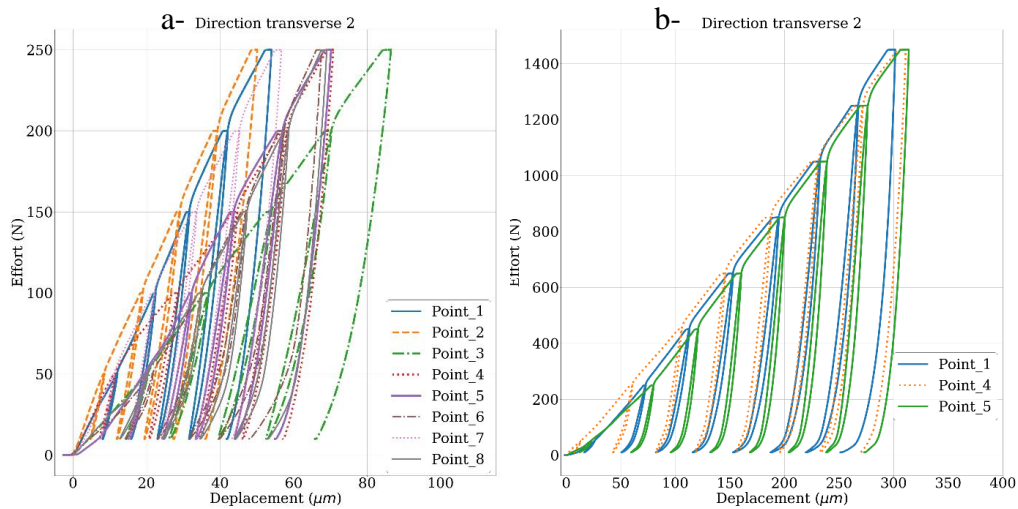


Fig II.28 : Matériau MmG1G2 ; courbe charges-déplacement direction transverse 2 :

a- faibles charges, b- fortes charges

La détermination du module d'Young a été faite depuis les courbes charges-déplacement, en se basant sur la méthode d'Oliver et Pharr [19, 20]. L'histogramme obtenu par macro-indentation dans la direction normale (Fig II.29) donne une valeur moyenne de module $E_{\text{moy}} = 6,3 \text{ GPa}$ avec un écart type de $0,9 \text{ GPa}$. De même pour les histogrammes des deux directions transverses (Fig II.30), qui donnent des modules moyens $E_{\text{moy}} = 12,1 \pm 2,2 \text{ GPa}$ pour la direction 1 contre, $11,7 \pm 2,0 \text{ GPa}$ pour la deuxième direction. Les modules d'élasticité, confirment ce qui a été déduit des courbes de charge-déplacement : dans les directions transverses les modules d'Young sont très proches. Leur valeur est nettement supérieure à celle obtenue en direction normale. Le matériau MmG1G2 montre un comportement isotrope-transverse, plus raide dans les directions transverses.

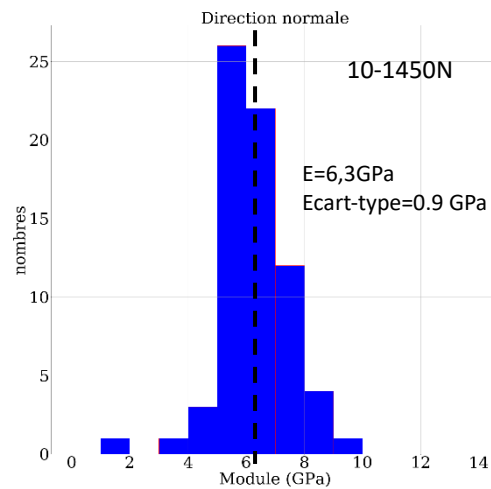


Fig II.29 : Matériau MmG1G2 : histogramme du module élastique pour toutes les charges dans la direction normale

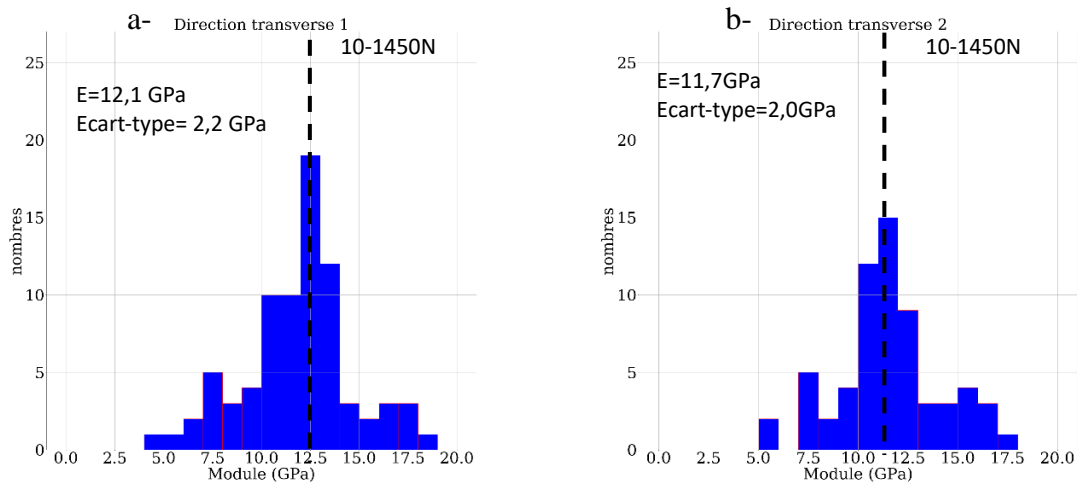


Fig II.30 : Matériau MmG1G2 : histogramme du module élastique pour toutes les charges :

a- direction transverse 1, b- direction transverse 2

c- Extension des résultats aux échantillons de formulations simplifiées

Le tableau II.13 résume l'ensemble des résultats des matériaux simplifiés. Les modules obtenus montrent que la matrice métallique (Mm) ainsi que la matrice métallique + céramique (MmC) ont un comportement isotrope, car le module d'Young est quasiment identique dans les 3 directions. Cependant on constate une baisse de l'ordre de 10% du module d'élasticité malgré le fait que les céramiques soient des composants durs. Ceci peut s'expliquer par la non cohésion

aux interfaces. En effet la matrice seule Mm à un module de 105 GPa, le module théorique de la céramique est de $E_{th} = 300$ GPa [6, 21-28] donc on pourrait s'attendre à une augmentation du module pour le MmC. Cependant le module trouvé pour le MmC est de 88 GPa inférieur au module de Mm. Deux hypothèses peuvent expliquer cette diminution :

- La première est liée aux interfaces discontinues entre les principaux composants. Ce sont donc forcément des zones de faible cohésion.
- La deuxième est liée au fait qu'entre les deux matériaux Mm et MmC, la matrice n'est pas tout à fait la même. En effet, bien que les matériaux simplifiés soient élaborés avec les mêmes paramètres, la différence de formulation peut impacter le matériau final en termes de microstructure. C'est-à-dire qu'on n'obtient pas forcément la même matrice en termes de porosité par exemple.

Par ailleurs, l'ajout de graphite à ces matrices, rend le matériau anisotrope. Le module d'Young, dans la direction normale, passe de l'ordre de 100 GPa pour le Mm et le MmC, à des valeurs proches de 10 GPa pour les matériaux incluant le graphite. En effet pour ces matériaux incluant du graphite (G1 ou G2), le module théorique de ces deux graphites varie de 4 à 17 GPa [6, 29]. Ce qui explique la diminution des modules et leurs valeurs proches de 10 GPa pour les matériaux incluant le graphite.

| Echantillons | Direction normale (GPa) | Direction transverse 1 (GPa) | Direction transverse 2 (GPa) |
|--------------|----------------------------|---------------------------------|---------------------------------|
| Mm | $106,3 \pm 3,4$ | $104,2 \pm 2,6$ | $103,6 \pm 3,1$ |
| MmC | $89,4 \pm 2,8$ | $86,9 \pm 3,3$ | $87,5 \pm 4,2$ |
| MmCG1 | $15,5 \pm 1,4$ | $30,9 \pm 3,2$ | $31,5 \pm 3,6$ |
| MmCG2 | $5,7 \pm 1,1$ | $12,4 \pm 2,5$ | $13,8 \pm 2,6$ |
| MmG1G2 | $6,3 \pm 0,9$ | $12,1 \pm 2,2$ | $11,7 \pm 2,0$ |

Tableau II.13 : Modules d'élasticités des matériaux simplifiés

Conclusion intermédiaire :

Les mesures de macro-indentation dans les trois directions sur les 6 faces en fortes et faibles charges, sur les matériaux simplifiés, ont montré un comportement isotrope des matériaux Mm et MmC, contre un comportement anisotrope transverse pour les matériaux MmCG1, MmCG2 et MmG1G2. Ceci confirme la tendance retrouvée par les essais ultrasons précédents. Ainsi, l'ajout du graphite a encore une fois montré une chute importante de la valeur des modules, et

a ajouté un aspect d'isotropie transverse aux matériaux le comprenant. Cependant, les valeurs des modules d'élasticité trouvées par les deux méthodes (ultrasons et macro-indentation Brinell) peuvent différer. Cela peut être dû au fait que l'ultrason est une mesure qui se fait sans sollicitation, alors que les résultats de la macro-indentation se basent sur une large gamme de charges (faibles et fortes charges, entre 50 et 1450N). Une vérification a été faite en calculant les modules d'élasticité moyens en utilisant uniquement les très faibles charges (50N), et les résultats ont montré des modules proches de l'ultrason. Par ailleurs, l'hypothèse d'isotropie dans le traitement des données de la macro-indentation Brinell, peuvent aussi avoir un impact sur la sensibilité des résultats (annexe 2).

Le fait d'ajouter du graphite aux matériaux, le rend isotrope transverse, et fait aussi chuter le module d'Young vers une valeur moyenne de 10 GPa, au lieu de 100 GPa. Il est donc important de faire une investigation détaillée pour comprendre l'influence du graphite à l'échelle locale.

Conclusion intermédiaire :

Le tableau II.14 regroupe l'ensemble des résultats obtenus en GPa avec les différents essais réalisés.

| Echantillons | Mesure Ultrason & Indentation Brinell | Mesure Ultrason | Indentation Brinell + Cf(F) |
|---------------|---------------------------------------|--------------------------------------|--------------------------------------|
| Mm | Isotrope | 113.6 | 106.3 |
| MmC | Isotrope | 80.1 | 89.4 |
| MmCG1 | Isotrope transverse | - | En = 15.5 Et = 30.9 |
| MmCG2 | Isotrope transverse | En=6.3 Et=22.8 | En=5.7 Et=12.4 |
| MmG1G2 | Isotrope transverse | En = 11.2 Et = 27.6 | En = 6.3 Et = 12.1 |
| MmCG1G2 | Isotrope transverse | En = 9.9 Et = 29.3 | En = 9.8 Et = 15.2 |

Tableau II.14 : Comparaison des modules d'élasticité obtenus par les trois méthodes de caractérisation pour les différents matériaux

D'après le tableau II.14, on remarque que pour les matériaux isotropes, les modules obtenus par les différentes méthodes ont des valeurs plutôt proches, alors que pour les matériaux isotropes transverses, les différences de modules sont plus importantes. Ces écarts s'expliquent par deux hypothèses :

- Le fait que les mesures ultrasons se font sans sollicitation, et donc ne sont comparables qu'avec les essais de macro-indentation à faibles charges, alors que les valeurs de modules obtenues par indentation sont calculées via une moyenne regroupant l'ensemble des paliers de charges.
- Le fait que l'essai de macro-indentation se fait suivant l'hypothèse d'Oliver & Pharr [19, 20], considérant le matériau comme isotrope. Or, nos matériaux ont des comportements isotropes transverses, et ceci influence donc les résultats. Afin d'éclaircir ce point, une étude numérique sur l'influence du comportement mécanique du matériau sur le calcul des modules d'élasticité par macro-indentation Brinell, en utilisant l'hypothèse d'Oliver & Pharr, a été réalisée. Cette étude est détaillée en annexe 2.

B.4.2. Comportement local

Dans cette partie, une investigation détaillée sur l'influence de l'anisotropie du graphite G2 et de la matrice MmCG1, sur le comportement global du matériau de friction MmCG1G2 a été effectuée. Pour ceci, une simulation numérique par éléments finis d'un essai de compression et d'indentation suivant les trois directions a été réalisée, en intégrant cette fois-ci une description hétérogène du matériau. Le modèle cubique (20mm*20mm*20mm) du matériau fritté MmCG1G2 est issu d'une analyse en tomographie, tel que représenté sur la Fig II.31-a, la microstructure maillée est visualisée en Fig II.31-b. En raison de la complexité du matériau, on considère que la microstructure est constituée de deux éléments : le graphite 2 en bleu et la matrice en grise, et sera appelé par la suite matériau biphasé. Ce modèle est basé sur le travail de Serrano [4], comme détaillé précédemment dans le paragraphe B.3.1.2.

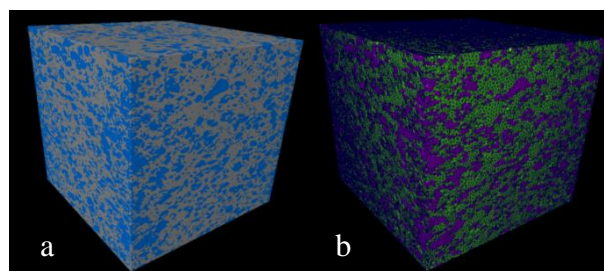


Fig II.31 : Microstructure : a- issue de la Tomographie b- maillée

Deux types de simulation numérique ont été appliqués sur la microstructure : un test de compression et un test d'indentation Brinell. Ces deux simulations seront appliquées dans les 3 directions, afin de déterminer les modules d'élasticité.

a- Compression

La simulation sur Abaqus [30] se fait suivant les 3 directions, avec des conditions aux limites : appui plan sur toute la face inférieure, avec un nœud bloqué au centre. Le pilotage de l'essai de simulation se fait en effort avec une force $F = 8000\text{N}$ équivalente à 20 MPa, en créant un point de référence couplé avec tous les nœuds de la surface supérieure (Fig II.32).

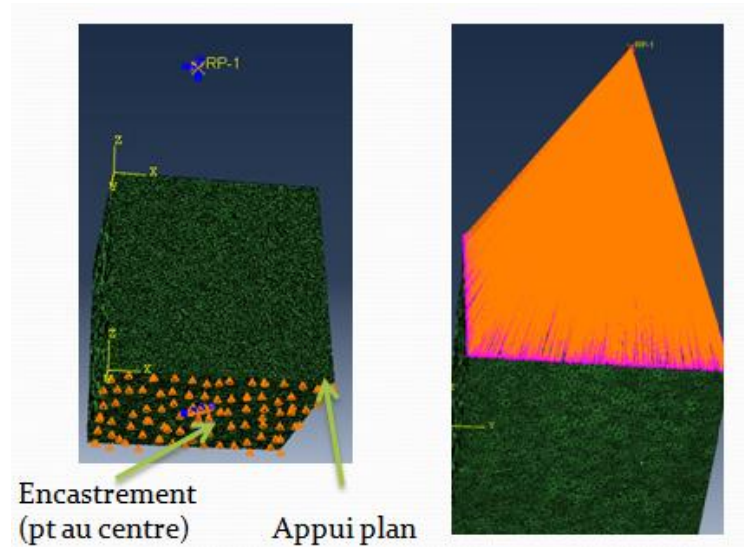


Fig II.32 : Conditions aux limites appliquées au modèle biphasé pour la simulation numérique de compression

En première approche, le module équivalent $E_{\text{éq}}$ du matériau dans l'axe de la sollicitation est déterminé via une équation en raideur (II.1). Le module équivalent $E_{\text{éq}}$ dépend de : la force appliquée $F = 8000\text{N}$, la surface $S = 400\text{ mm}^2$, du champ de déplacement U_{moy} et de la longueur initiale $l_0 = 20\text{ mm}$.

$$E_{\text{éq}} = \frac{F/S}{U_{\text{moy}}/l_0} \quad (\text{II.1})$$

b- Indentation Brinell

Un modèle par élément fini d'une simulation numérique de l'essai d'indentation Brinell (Fig II.33) a été déterminé avec ajout d'un indenteur sphérique au modèle précédent. L'indentation se fait suivant les 3 directions, avec les mêmes conditions aux limites utilisées pour la compression. Dans cette simulation, le pilotage se fait par déplacement directionnel de l'indenteur $U = 0,5\text{mm}$ conformément aux données expérimentales.

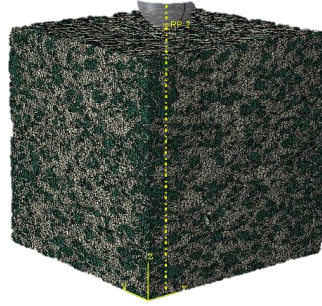


Fig II.33 : Modèle numérique de la microstructure du MmCG1G2 avec indenteur Brinell

Le modèle numérique permet de déterminer l'aire de contact numérique A_{cp} et la profondeur de pénétration h_{max} . L'identification de la raideur de contact S se fait à partir de la pente de la courbe charge-déplacement $P=f(h)$. Le module réduit E_R peut être calculé avec la relation :

$$E_R = \frac{S}{2} \sqrt{\frac{\pi}{A_{cp}}} \quad (\text{II.2})$$

Le module d'élasticité du matériau est donc déduit, à partir du module réduit, en utilisant l'équation suivante :

$$\frac{1}{E_R} = \frac{(1-\nu^2)}{E} + \frac{(1-\nu_{ind}^2)}{E_{ind}} \quad (\text{II.3})$$

Avec : $E_{ind} = 1140$ GPa, $\nu_{ind} = 0,07$ et $\nu = 0,22$

Le coefficient de Poisson du matériau MmCG1G2, fixé à $\nu = 0,22$ est une hypothèse faite à partir de la moyenne des trois coefficients de Poisson obtenus en ultrasons au paragraphe B.3.2.3.2.

La Fig II.34 résume le principe de la simulation.

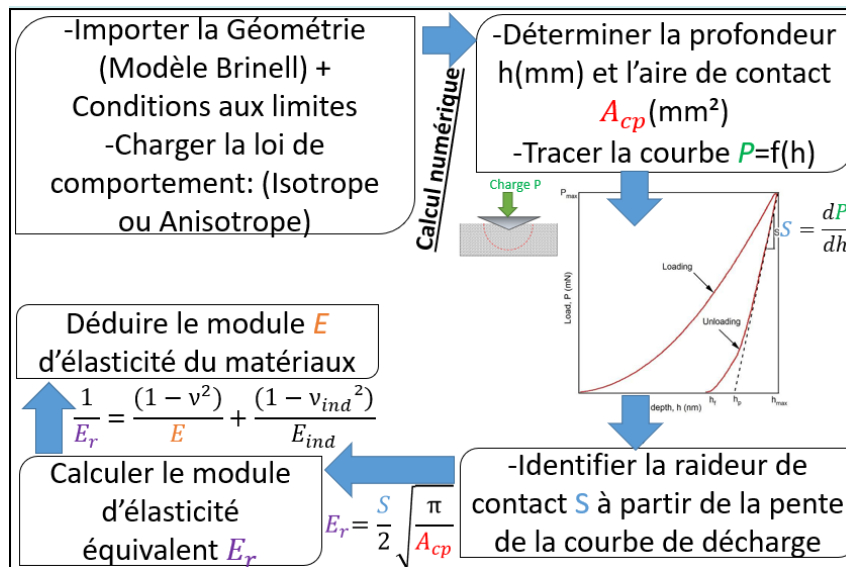


Fig II.34 : Méthodologie d'identification du module d'élasticité par indentation

L'étude est ici limitée au cas élastique car d'une part le comportement inélastique n'est pas connu et d'autre part il ne s'agit pas d'une étude quantitative mais qualitative d'identification des paramètres influents sur l'anisotropie.

c- Paramètres de comportement

Quatre cas seront étudiés :

- Cas 1 : Effet de la morphologie des graphites : Graphite G2 isotrope et Matrice MmCG1 isotrope
- Cas 2 : Effet de l'anisotropie des graphites : Graphite G2 isotrope transverse et matrice MmCG1 isotrope
- Cas 3 : Effet de l'anisotropie de la matrice : Graphite G2 isotrope et matrice MmCG1 isotrope transverse
- Cas 4 : Effet de l'anisotropie des deux : Graphite G2 isotrope transverse et matrice MmCG1 isotrope transverse

Pour le graphite G2, la valeur du module dans la direction normale $E_n = 2500\text{MPa}$, ainsi que le coefficient de Poisson $\nu = 0,1$, sont issus des résultats des travaux de Serrano de la compression sous micro-tomographe [4]. Le module transverse quant à lui, est défini suivant une hypothèse basée sur le fait que l'ultrason du matériau fritté complet MmCG1G2 a donné un module transverse 3 fois plus grand que celui en direction normale.

Concernant la matrice MmCG1, les valeurs des modules sont celles trouvées ultérieurement en macro-indentation Brinell comme indiqué dans le paragraphe B.4.1.3.2.

Les propriétés mécaniques des quatre cas sont résumées dans le tableau II.15.

| | Cas 1 | Cas 2 | Cas 3 | Cas 4 |
|----------------------|------------------------------|-----------------------------------------------|-------------------------------------------------|-------------------------------------------------|
| Graphite G2 | E = 2500 MPa $\nu = 0,1$ | En = 2500 MPa Et = 7500 MPa $\nu = 0,1$ | E = 2500 MPa $\nu = 0,1$ | En = 2500 MPa Et = 7500 MPa $\nu = 0,1$ |
| Matrice MmCG1 | E = 15000 MPa $\nu = 0,3$ | E = 15000 MPa $\nu = 0,3$ | En = 15000 MPa Et = 30000 MPa $\nu = 0,3$ | En = 15000 MPa Et = 30000 MPa $\nu = 0,3$ |

Tableau II.15 : Propriétés mécaniques des deux phases du matériau de friction MmCG1G2 selon les 4 cas d'étude

B.4.2.1. Cas 1 : Effet de la morphologie des graphites

a- Compression

La Fig II.35 montre la cartographie du champ de déplacement pour la compression suivant : la direction normale (Fig II.35-a), la première direction transverse $1 = x$ (Fig II.35-b) et la deuxième direction transverse $2 = y$ (Fig II.35-c).

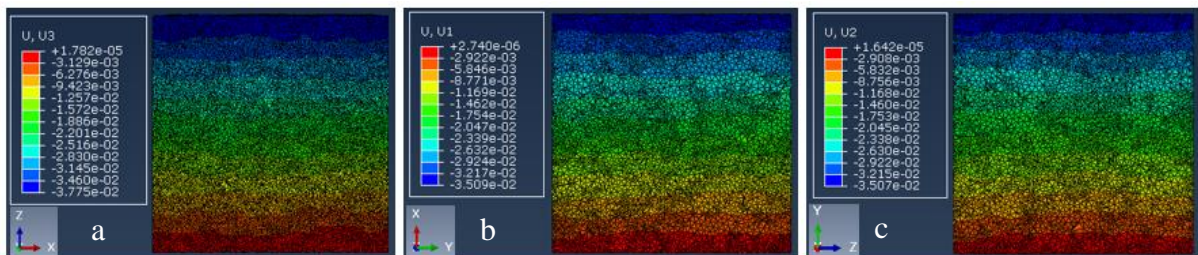


Fig II.35: Champ de déplacement a- direction normale b- transverse 1 et c- transverse 2

A partir de ces trois champs de déplacement moyen sur la surface supérieure U_{moy} , on procède au calcul des modules équivalents E_{eq} qui donne les modules équivalents suivants :

- Pour la compression suivant la direction normale ($3 = z$) : $E_{eq,n} = 10,59$ GPa
- Pour la compression suivant la 1^{ère} direction transverse ($1 = x$) : $E_{eq,t1} = 11,40$ GPa
- Pour la compression suivant la 2^{ème} direction transverse ($2 = y$) : $E_{eq,t2} = 11,39$ GPa

Le même module équivalent pour les trois directions est du même ordre de grandeur, ce qui montre que la morphologie du graphite G2, orientés préférentiellement dans le plan X-Y à cause

du process, n'a pas d'influence sur le comportement anisotrope du matériau fritté MmCG1G2. Par contre, ces résultats sont en contradiction avec les résultats expérimentaux de ce matériau qui est plus raide dans la direction transverse par rapport à la direction normale. (§B.3.4.1).

b- Indentation

Dans le cas de l'indentation, les courbes efforts déplacement des 3 directions (Fig II.36) montrent un comportement isotrope du matériau biphasé.

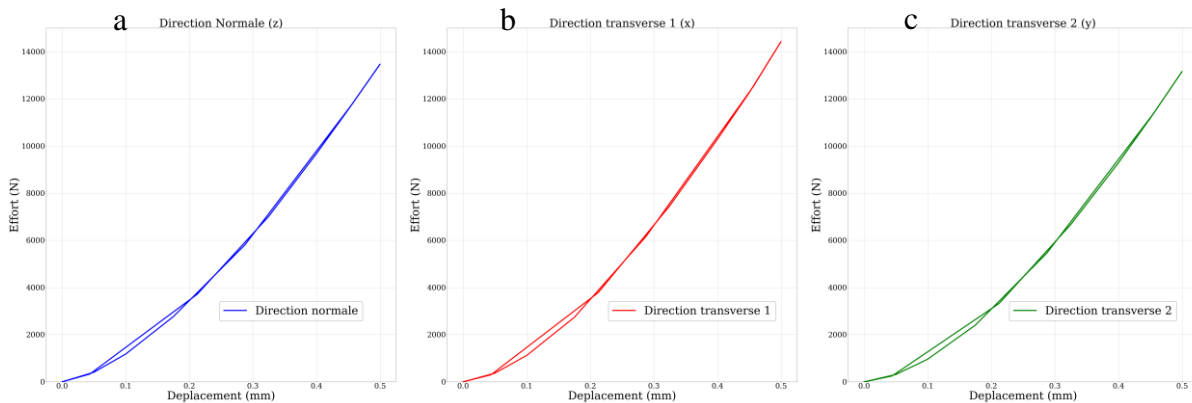


Fig II.36 : Courbes charges déplacements a- direction normale b- transverse 1 et c- transverse 2

Le tableau II.16 regroupe l'ensemble des paramètres déterminés pour calculer le module d'élasticité, qui converge vers 11GPa.

| | Direction normale $z = 3$ | Direction transverse $1 = x$ | Direction transverse $2 = y$ |
|----------------------------|------------------------------|---------------------------------|---------------------------------|
| S (N/ μm) | 32,57 | 34,87 | 31,45 |
| A_{cp} (mm^2) | 5,849 | 5,845 | 5,738 |
| E_R (GPa) | 11,43 | 12,25 | 11,15 |
| E (GPa) | 11,18 | 11,99 | 10,89 |

Tableau II.16 : Valeurs de : raideur, aire de contact, module réduit et module d'élasticité, obtenues par simulation numérique de l'essai d'indentation pour les trois directions pour le cas 1

Les résultats de l'indentation sont en adéquation avec ceux de la compression. Ainsi, la morphologie du graphite n'a pas d'influence sur l'anisotropie du matériau fritté MmCG1G2.

B.4.2.2. Cas 2 : Effet de l'anisotropie des graphites

a- Compression

La Fig II.37 représente la cartographie des déplacements suivant les 3 directions, normale : z, et transverses : x et y.

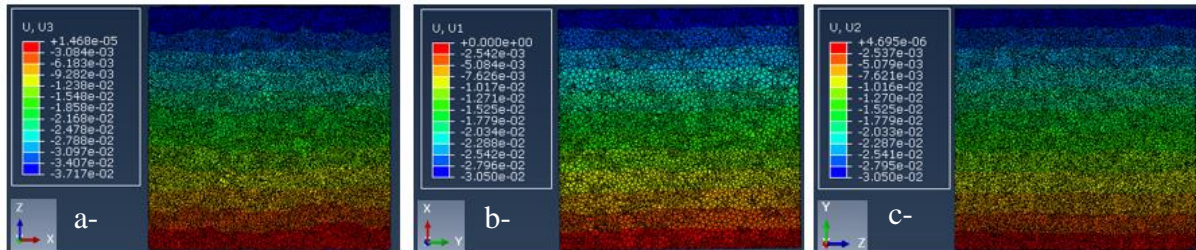


Fig II.37 Champ de déplacement a- direction normale b- transverse 1 et c- transverse 2

Les modules équivalents E_{eq} sont calculés à partir des champs de déplacements. Ainsi pour la compression dans :

- La direction normale z : $E_{eq,n} = 10,76$ GPa
- La direction transverse 1 = x : $E_{eq,t1} = 13,11$ GPa
- La direction transverse 2 = y : $E_{eq,t2} = 13,11$ GPa

Les valeurs des modules d'élasticité équivalents trouvés montrent une légère anisotropie.

b-Indentation

Les courbes d'effort-déplacement (Fig II.38) confirment le comportement légèrement anisotrope du matériau biphasé.

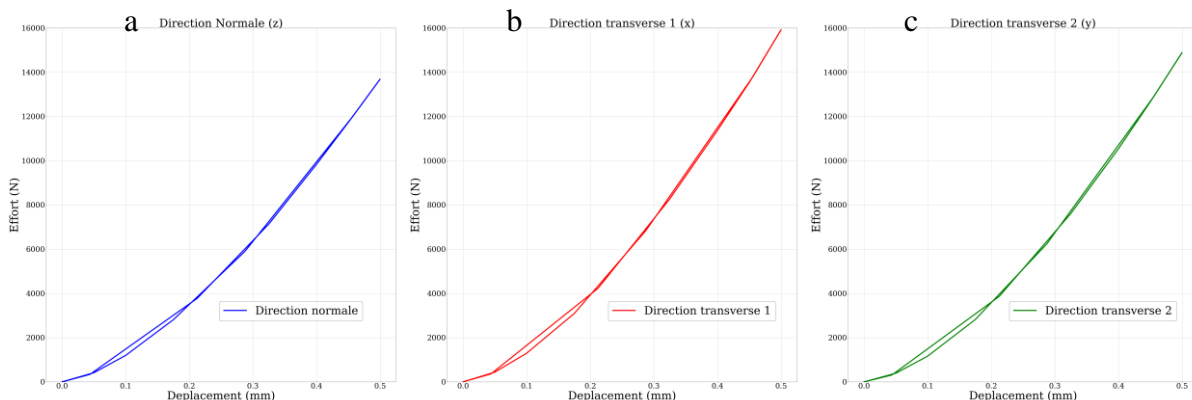


Fig II.38 Courbes charges déplacements a- direction normale b- transverse 1 et c- transverse 2

Le tableau II.17 regroupe l'ensemble des paramètres permettant de calculer les modules d'élasticité.

| | Direction normale $z = 3$ | Direction transverse $1 = x$ | Direction transverse $2 = y$ |
|------------------------------------|------------------------------|---------------------------------|---------------------------------|
| S (N/ μm) | 33,13 | 38,80 | 35,96 |
| A _{cp} (mm ²) | 5,859 | 5,924 | 5,839 |
| E _r (GPa) | 11,62 | 13,53 | 12,64 |
| E (GPa) | 11,36 | 13,27 | 12,38 |

Tableau II.17 : Valeurs de : raideur, aire de contact, module réduit et module d'élasticité, obtenues par simulation numérique de l'essai d'indentation pour les trois directions pour le cas 2

Les modules retrouvés avec indentation Brinell sont proches de ceux trouvés par compression. En effet, pour la direction normale le module converge vers 11 GPa et pour les directions transverses 1 et 2, convergent vers 13 GPa, que ce soit par compression ou par macro-indentation Brinell.

B.4.2.3. Cas 3 : Effet de l'anisotropie de la matrice

a-Compression

Les résultats trouvés montrent un comportement isotrope transverse du matériau fritté, puisque les déplacements U1 et U2 sont quasi-identiques dans les directions transverses 1 et 2. Cependant, dans la direction normale z, le déplacement U3 est 3 fois plus important (Fig II.39).

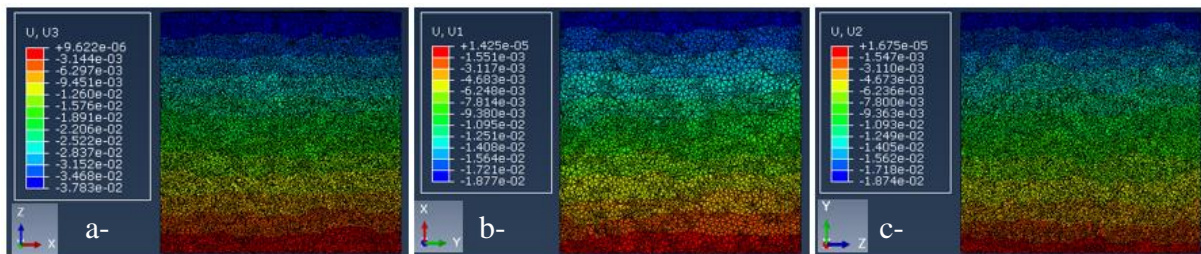


Fig II.39 Champ de déplacement a- direction normale b- transverse 1 et c- transverse 2

Les modules équivalents suivants sont obtenus pour la compression :

- La direction normale (z) : $E_{\text{éq},n} = 10,57$ GPa
- La 1^{ère} direction transverse (x) : $E_{\text{éq},t1} = 21,34$ GPa
- La 2^{ème} direction transverse (y) : $E_{\text{éq},t2} = 21,31$ GPa

Les modules équivalents pour les deux directions transverses sont supérieurs à celui de la direction normale et avec un coefficient de 2. Ainsi, le comportement anisotrope est clairement détecté et il ne s'agit pas d'un effet géométrique. De ce fait, l'anisotropie de la matrice influence

directement le comportement global du matériau fritté, qui reprend le comportement mécanique de la matrice et devient donc isotrope transverse.

b-Indentation

Les courbes effort-déplacement (Fig II.40) montrent un comportement isotrope transverse du matériau biphasé, plus raide dans les directions transverses.

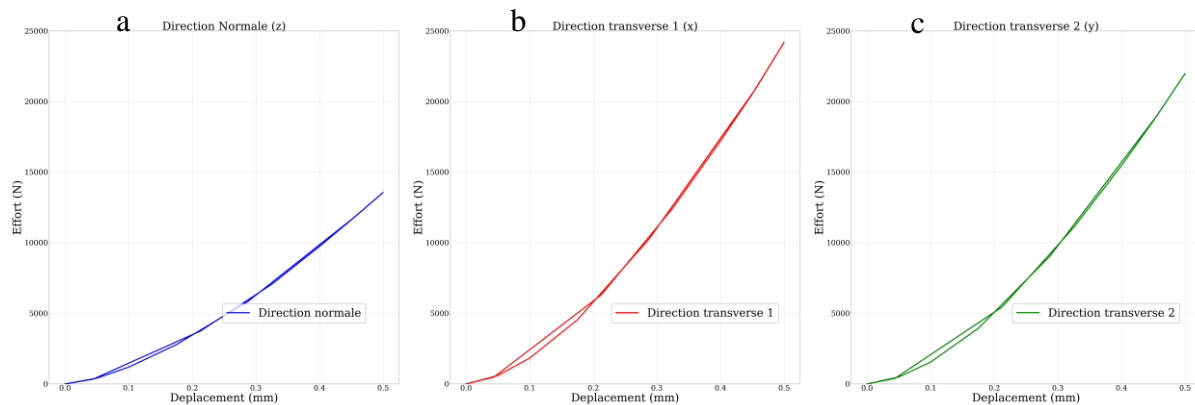


Fig II.40 Courbes charges déplacements a- direction normale b- transverse 1 et c- transverse 2

Le tableau II.18 regroupe les paramètres de calculs des modules d'élasticité :

| | Direction normale $z = 3$ | Direction transverse $1 = x$ | Direction transverse $2 = y$ |
|-----------------------------|------------------------------|---------------------------------|---------------------------------|
| S (N/ μm) | 32,79 | 60,59 | 54,40 |
| A_{cp} (mm ²) | 5,853 | 6,169 | 6,062 |
| E_R (GPa) | 11,51 | 20,69 | 18,75 |
| E (GPa) | 11,26 | 20,53 | 18,55 |

Tableau II.18 : Valeurs de : raideur, aire de contact, module réduit et module d'élasticité, obtenues par simulation numérique de l'essai d'indentation pour les trois directions pour le cas 3

Les modules d'élasticité trouvés par indentation Brinell confirment le comportement anisotrope du matériau biphasé. De plus, les modules d'Young trouvés par indentation dans les 3 directions convergent vers des valeurs proches de celles trouvées par compression. Ainsi, l'anisotropie du matériau fritté est liée au comportement isotrope transverse de la matrice.

B.4.2.4. Cas 4 : Effet de l'anisotropie du graphite et de la matrice

a-Compression

Les champs de déplacement obtenus dans les 3 directions (Fig II.41), permettent de calculer les modules élastiques équivalents.

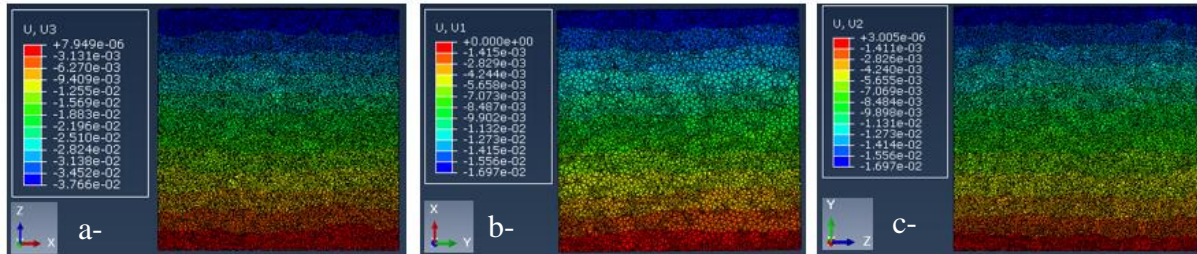


Fig II.41 Champ de déplacement a- direction normale b- transverse 1 et c- transverse 2

Suivant chaque direction, les modules équivalents sont pour la compression suivant :

- La direction normale (z) : $E_{\text{eq},n} = 10,62 \text{ GPa}$
- La 1^{ère} direction transverse (x) : $E_{\text{eq},t1} = 23,57 \text{ GPa}$
- La 2^{ème} direction transverse (y) : $E_{\text{eq},t2} = 23,57 \text{ GPa}$

Les modules équivalents retrouvés sont proches des valeurs trouvées dans le cas précédent à savoir une matrice anisotrope et un graphite isotrope. Ainsi, l'hypothèse que l'anisotropie du matériau fritté est liée au comportement isotrope transverse de la matrice, et que l'effet de l'anisotropie du graphite peut parfaitement être négligé, est confirmée.

b-Indentation

Les courbes d'effort-déplacement (Fig II.42) montrent encore une fois un comportement isotrope transverse plus rigide dans les directions transverses.

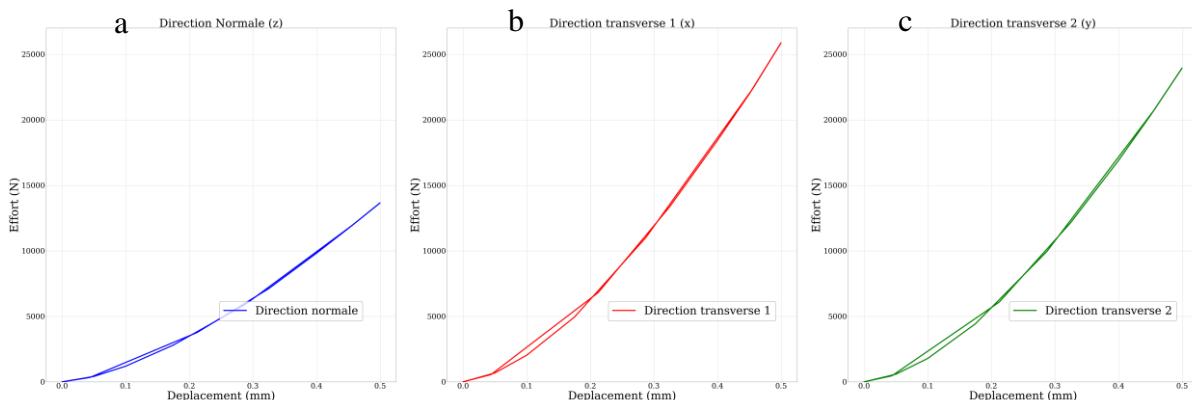


Fig II.42 Courbes charges déplacements a- direction normale b- transverse 1 et c- transverse 2

Le tableau II.19 regroupe les valeurs des différents paramètres de calculs des modules élastiques dans les 3 directions, après indentation.

| | Direction normale $z = 3$ | Direction transverse $1 = x$ | Direction transverse $2 = y$ |
|------------------------------------|------------------------------|---------------------------------|---------------------------------|
| S (N/ μm) | 33,05 | 65,13 | 59,68 |
| A _{cp} (mm ²) | 5,858 | 6,218 | 6,128 |
| E _R (GPa) | 11,59 | 22,15 | 20,45 |
| E (GPa) | 11,34 | 22,03 | 20,29 |

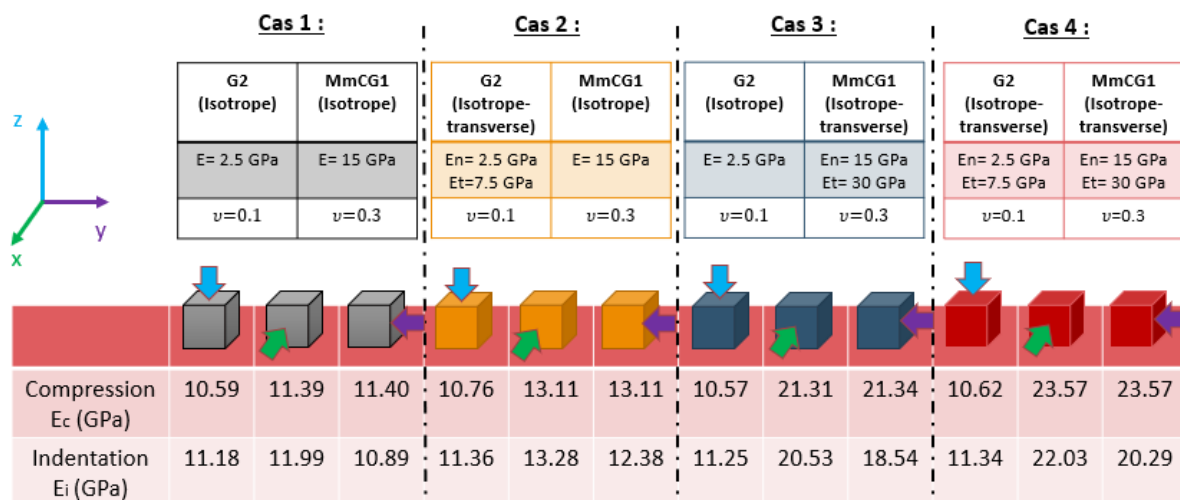
Tableau II.19 : Valeurs de : raideur, aire de contact, module réduit et module d'élasticité, obtenues par simulation numérique de l'essai d'indentation pour les trois directions pour le cas 4

Les valeurs des modules dans la direction normale convergent vers 11 GPa contre 22 GPa pour les directions transverses, que ce soit en compression ou en indentation. Ainsi, les deux méthodes de simulation donnent des résultats équivalents et très proches. Ceci confirme le comportement anisotrope du matériau biphasé qui induit l'anisotropie du matériau fritté MmCG1G2.

Conclusion intermédiaire

L'ensemble des études qui ont été faites sur les matériaux simplifiés (§ B.4.1) ont montré qu'effectivement, la variation du module d'Young provient du graphite. Cependant, une investigation plus profonde a montré que cette particularité est plutôt liée à l'anisotropie de la matrice MmCG1, et non à la morphologie ou l'anisotropie du graphite G2 comme cela peut être vu dans le tableau II.20 (cas 3 avec anisotropie matrice par rapport au cas 2 avec anisotropie graphite). Ces résultats ont été confirmés dans le cas de sollicitations uniaxiales à savoir la compression, et multiaxiales avec la simulation de l'essai d'indentation. Même si ces calculs sont en nombre réduits, l'ensemble des résultats a permis d'associer l'anisotropie globale du matériau à l'anisotropie de la matrice MmCG1, malgré le choix arbitraire des valeurs d'entrée, surtout pour le graphite G2. Ce constat peut sembler surprenant si l'on considère la nature généralement anisotrope des graphites en raison de leur structure lamellaire. Cependant les graphites peuvent être complexes et eux-mêmes chargés d'autres composants. Ainsi Itziar, dans [4] souligne que pour les matériaux étudiés ici, le graphite G1 est notamment chargé en résine et que le graphite G2 présente une porosité élevée et des sous-structures lamellaires d'orientations aléatoires (cf. Fig. 2.4). Sans pouvoir avoir plus d'information sur sa composition il apparaît que ce graphite possède une structure complexe qui pourrait effectivement conduire à un comportement potentiellement proche de l'isotropie.

Par la suite, une caractérisation multiaxiale sous micro-tomographe sera effectuée, et permettra de déterminer les valeurs exactes des modules pour les différents composants du matériau de friction.



| | Cas 1 : | | | Cas 2 : | | | Cas 3 : | | | Cas 4 : | | |
|----------------------------|---------------|------------------|-------|---------------------------|------------------|-------|---------------|-----------------------------|-------|---------------------------|-----------------------------|-------|
| | G2 (Isotrope) | MmCG1 (Isotrope) | | G2 (Isotrope-transverse) | MmCG1 (Isotrope) | | G2 (Isotrope) | MmCG1 (Isotrope-transverse) | | G2 (Isotrope-transverse) | MmCG1 (Isotrope-transverse) | |
| | E= 2.5 GPa | E= 15 GPa | | En= 2.5 GPa Et=7.5 GPa | E= 15 GPa | | E= 2.5 GPa | En= 15 GPa Et= 30 GPa | | En= 2.5 GPa Et=7.5 GPa | En= 15 GPa Et= 30 GPa | |
| | $\nu=0.1$ | $\nu=0.3$ | | $\nu=0.1$ | $\nu=0.3$ | | $\nu=0.1$ | $\nu=0.3$ | | $\nu=0.1$ | $\nu=0.3$ | |
| Compression E_c (GPa) | 10.59 | 11.39 | 11.40 | 10.76 | 13.11 | 13.11 | 10.57 | 21.31 | 21.34 | 10.62 | 23.57 | 23.57 |
| Indentation E_i (GPa) | 11.18 | 11.99 | 10.89 | 11.36 | 13.28 | 12.38 | 11.25 | 20.53 | 18.54 | 11.34 | 22.03 | 20.29 |

Tableau II.20 : Résultats des modules obtenus par simulation de compression et indentation MmCG1 + G2 dans les 4 cas d'étude suivant les trois directions

B-4. Conclusion

Dans ce chapitre, un ensemble d'essais a été réalisé pour caractériser le comportement du matériau fritté MmCG1G2. En effet, des essais de compression, d'ultrasons et de macro-indentation Brinell ont été menés. Les résultats de ces expérimentations ont permis de valider les protocoles suivis et de vérifier la conformité du nouveau lot de 2017 comparé à celui de 2015, puisque les valeurs obtenues s'approchent de celles des travaux antérieurs. De même, les résultats des essais de compression et macro-indentation à faibles charges (respectivement 3MPa et 50N) sont proches des résultats de l'ultrason, qui est une mesure sans sollicitation.

Cependant, ces valeurs de modules obtenues sont plutôt faibles comparées à la nature de la composition du matériau de friction MmCG1G2. En effet, le module moyen calculé pour le matériau fritté est de l'ordre de 10 GPa, alors que ce dernier est composé de 70% de matière métallique (Fer-Cuivre). De même, le matériau complet a montré un comportement isotrope transverse, alors que 70% de ses composants sont isotropes. Pour comprendre ce changement de comportement, une proposition d'étudier l'anisotropie et la variation du module en fonction des composants introduits au fur et à mesure, permet de répondre à cette interrogation.

En effet, une étude globale du comportement mécanique du matériau fritté, à travers l'étude de matériaux simplifiés, garnis de façon progressive, en ajoutant des composants au fur et à mesure : Mm, MmC, MmCG1, MmCG2, MmG1G2, a montré une réponse isotrope avec un module de l'ordre des 100 GPa pour les matériaux n'incluant pas le graphite et isotrope transverse avec un faible module d'élasticité, de l'ordre de 10 GPa, dans le cas de l'ajout du graphite.

Une autre investigation a été réalisée, à travers une étude locale du matériau hétérogène biphasé (Phase 1 : MmCG1, phase 2 : Graphite G2), cette démarche avec une modélisation numérique a permis de tester des hypothèses pour déterminer l'origine de cette anisotropie. L'étude de 4 cas a été réalisée :

- Effet de la morphologie des graphites G2
- Effet de l'anisotropie des graphites G2
- Effet de l'anisotropie de la matrice MmCG1
- Effet de l'anisotropie des deux

Cette étude a permis de conclure que ceci vient plutôt du comportement isotrope transverse de la matrice MmCG1 et non de la morphologie ou de l'anisotropie du graphite G2. En effet la

présence du graphite crée une anisotropie dans la matrice elle-même et rend son comportement isotrope transverse. Et c'est ce dernier qui induit un comportement isotrope transverse global du matériau de friction. Ainsi, le fait d'introduire un élément change la morphologie du matériau et induit un changement de comportements mécaniques des autres composants, ce qui rend le matériau encore plus complexe à caractériser.

Dans le chapitre C, une caractérisation multiaxiale sous micro-tomographe permettra d'appréhender les mécanismes associés à ce comportement à l'échelle des composants de plus grande taille du matériau fritté MmCG1G2.

Références :

- [1] J. Rapontchombo Omanda. Performances des garnitures frittées métalliques à basse teneur en cuivre pour les applications de freinage ferroviaire haute énergie. PhD thesis, Lille, France, 2019
- [2] R. Copin, Etude du comportement tribologique du couples de matériaux industriels sur tribomètres reproduisant les conditions de freinage ferroviaire. PhD thesis, Lille, France, 2000
- [3] R. Mann. Experiments and thermomechanical modelling of braking application & friction material characterization with loading history effect. PhD thesis, Lille, France, 2017
- [4] P. Dufrenoy, V. Magnier, R. Mann, A.-L. Cristol, and I. Serrano, "Methodology Linking Formulation, Microstructure and Mechanical Properties of Friction Materials," SAE Technical Paper, SAE Inter., Sep. 2016.
- [5] R. Mann, V. Magnier, J.-F. Brunel, F. Brunel, P. Dufrenoy, and M. Henrion, "Relation between mechanical behavior and microstructure of a sintered material for braking application," *Wear*, vol. 386–387, pp. 1–16, Sep. 2017.
- [6] S. Kossman. Multiscale instrumented indentation of homogeneous materials and multimaterials. PhD thesis, Lille, France, 2017
- [7] S. Kossman and all "Indentation instrumentée multi-échelles appliquée à l'étude des matériaux massifs métalliques" *Matériaux & techniques* 105.104 2017
- [8] I. Serrano, Microstructural Analysis and Thermophysical Properties of a Sintered Friction Material EuroBrake 2015 EB2015-FMC-024
- [9] F. Hild and S. Roux. Digital image correlation: from displacement measurement to identification of elastic properties—a review. *Strain*, 42(2):69–80, 2006.
- [10] J-F. Witz, S. Roux et F. Hild. "Mechanical properties of crimped mineral wools : Identification from digital image correlation", *Journal of Engineering Materials and Technology*, vol. 130, pages 1-7, 2008
- [11] R. Seghir, J-F Witz, and S. Coudert, (2014), YaDICs - Digital Image Correlation 2/3D software, <http://www.yadics.univ-lille1.fr>.
- [12] Plateforme d'imagerie par rayons X ISIS4D In Situ Innovative set-ups under Xray microtomography
- [13] AVIZO 3D, FEI <http://www.fei.com/software/avizo3d/>
- [14] GSMH software <http://gmsh.info/>
- [15] F. Makni. Hétérogénéité microstructurale de garnitures de frein : lien avec les propriétés thermo physiques et mécaniques et le comportement tribologique. Ph.D. thesis, Lille, France, 2017.
- [16] H.M. Ledbetter and M. Lei, "Elastic Constants of Fiber-Reinforced Composites: A Fresh Measurement Approach, 1990 IEEE Ultrasonics Symposium
- [17] SAE International by Donald Yuhas, Thursday, April 12, 2018
- [18] H.M. Ledbetter and D.T. Read, "Orthorhombic Elastic Constants of an NbTi/Cu composite Superconductor", *Jour. App. Phys.*, #5 May, 1977
- [19] W. C. Oliver and G. M. Pharr, "An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments," *J. Mater. Res.*, vol. 7, pp. 1564–1583, Jun. 1992.
- [20] W. C. Oliver and G. M. Pharr, "Measurement of hardness and elastic modulus by instrumented indentation: Advances in understanding and refinements to methodology," *J. Mater. Res.*, vol. 19, pp. 3–20, 2004.

- [21] V. V. Bannikov, I. R. Shein, and A. L. Ivanovskii, "Mechanical properties and electronic structure of zircon: Ab initio FLAPW-GGA calculations," *Inorg. Mater. Appl. Res.*, vol. 3, pp. 7–10, Jan. 2012.
- [22] B. C. Chakoumakos, W. C. Oliver, G. R. Lumpkin, and R. C. Ewing, "Hardness and elastic modulus of zircon as a function of heavy-particle irradiation dose: I. *In situ*-decay event damage," *Radiat. Eff. Defects Solids*, vol. 118, pp. 393–403, Nov. 1991.
- [23] D. B. Sirdeshmukh and K. G. Subhadra, "Note on the elastic properties of zircon," *J. Appl. Phys.*, vol. 46, pp. 3681–3682, Aug. 1975.
- [24] W. C. Oliver, J. C. McCallum, B. C. Chakoumakos, and L. A. Boatner, "Hardness and elastic modulus of zircon as a function of heavy-particle irradiation dose: II. Pb-ion implantation damage," *Radiat. Eff. Defects Solids*, vol. 132, pp. 131–141, Oct. 1994.
- [25] H. Xiang, Z. Feng, Z. Li, and Y. Zhou, "Theoretical investigations on mechanical and thermal properties of MSiO₄ (M = Zr, Hf)," *J. Mater. Res.*, vol. 30, pp. 2030–2039, Jul. 2015.
- [26] D. Mercier, J.-F. Vanhumbecq, M. Caruso, and X. V. Eyndes, "Caractérisation mécanique par nanoindentation d'un revêtement composite ? matrice nickel électrodéposé ?," *Matériaux Tech.*, vol. 105, , pp. 106, Feb. 2017.
- [27] R. G. Munro, "Materials properties of a sintered α -SiC," *J. Phys. Chem. Ref. Data*, vol. 26, pp. 1195–1203, May 1997.
- [28] "CRC Materials Science and Engineering Handbook, Third Edition," *CRC Press*, 26-Dec-2000. [Online]. Available:<https://www.crcpress.com/CRC-Materials-Science-and-Engineering-Handbook-Third-Edition/ShackelfordAlexander/p/book/9780849326967>. [Accessed: 30-Jun-2017].
- [29] Application note: "Properties and characteristics of graphite for industrial applications," Entegris, Inc, Massachusetts, USA, 2015.
- [30] ABAQUS 6.14, Dassault <http://abaqus.software.polimi.it/v6.14/index.html>

Chapitre C : Caractérisation Multiaxiale sous micro-tomographe In-Situ de matériaux hétérogènes

Introduction :

Le matériau fritté est composé d'un ensemble de composants diversifiés entre une matrice métallique à 70%, de la céramique à 10%, et du graphite à 20%. Malgré l'imposante quantité d'éléments métalliques dans le mélange, les propriétés mécaniques du matériau fritté s'approchent plus des modules du graphite G2 de l'ordre de 10 GPa. De plus, l'étude globale et locale du matériau biphasé (Phase 1 : matrice MmCG1 et phase 2 : graphite G2) a montré l'influence de l'anisotropie de la matrice céramo-métallique sur l'anisotropie générale du matériau de friction. Ainsi, un modèle biphasé a été créé en tenant compte des effets des composants les plus influents sur le comportement général du matériau MmCG1G2, à savoir la matrice MmCG1 et le graphite G2. Cependant, ce type de caractérisation (compression, indentation macroscopique) ne permet pas une compréhension in-situ lors des essais.

Au cours des dernières décennies, différents types de techniques non destructives ont été développés pour la caractérisation des déformations non uniformes et l'évolution microstructurale. Par exemple, la microscopie optique, la microscopie électronique à balayage et d'autres techniques ont été utilisées pour étudier les évolutions micro-structurelles sur des coupes bidimensionnelles sélectionnées [1–5]. Afin d'obtenir les évolutions tridimensionnelles de la microstructure, la micro-tomographie aux rayons X est de plus en plus utilisée dans une très large gamme de matériaux [6-10]. D'autre part, afin de calculer quantitativement les champs de déformation locaux provenant d'images obtenues à partir des différents types de techniques d'observation, la méthode de corrélation d'images numériques (DIC) [11] a été développée pour les images bidimensionnelles [12]. DIC a été étendue à la corrélation de volume numérique (DVC) [13,14] pour traiter des processus de déformation tridimensionnelle [6,15].

Dans les travaux de Serrano [16], une étude de caractérisation uni-axiale sous micro-tomographe a été réalisée et a permis d'identifier les modules d'élasticité des deux phases composant le matériau fritté, à savoir $E_{\text{graphite2}} = 2500 \text{ MPa}$ et $E_{\text{matrice}} = 10000 \text{ MPa}$. Cependant, cette étude a considéré que les deux matériaux étaient parfaitement isotropes. Dans le chapitre B, lors des études globales et locales du matériau biphasé, il a été démontré qu'un comportement isotrope transverse global est bien présent dans le matériau.

Dans un souci de meilleure compréhension et donc d'optimisation de la composition des garnitures pour les industriels, il est indispensable dans un premier temps de connaître les propriétés des principaux composants et dans un second temps d'identifier les différents mécanismes de déformation liés aux différents composants.

La détermination d'une caractérisation multiaxiale, avec l'essai d'indentation Brinell, sous micro-tomographe, permettra de :

- Visualiser les déformations en profondeur et à la surface de contact lors de l'essai d'indentation Brinell sous micro-tomographe.
- Créer un modèle numérique qui prenne en compte l'anisotropie du matériau biphasé.
- Coupler une méthode d'identification inverse FEMU et de décomposition en mode de Kelvin.
- Identifier les propriétés anisotropes, voire isotrope transverse, des deux phases du matériau biphasé.
- Identifier les mécanismes des matériaux à l'origine du comportement linéaire et non linéaire et le rôle majeur de chaque composant.

Cette démarche permettra d'identifier l'ensemble des paramètres anisotropes du matériau étudié en n'utilisant qu'un seul essai.

C.1. Dispositif des essais In-Situ sous micro-tomographe :

C.1.1. Micro-tomographe sous rayons X :

La micro-tomographie sous rayons X est un outil d'imagerie polyvalent et non destructif qui vise à obtenir une carte tridimensionnelle du coefficient d'absorption des rayons X des composants matériels. Fondamentalement, l'échantillon est irradié par un faisceau provenant d'une source de rayons X. Un détecteur généralement plan mesure l'intensité transmise. Une projection 2D (radiographie) de l'échantillon est obtenue, contenant les informations sur les atténuations moyennes le long des différents trajets de la source au détecteur à travers le matériau. Cette acquisition est effectuée pour différents angles de balayage. Habituellement, l'échantillon est tourné d'une fraction de degré le long de son axe vertical jusqu'à atteindre une rotation de 180 ou 360 degrés. La série des acquisitions 2D des radiographies permet une reconstruction 3D grâce à différentes méthodes de calcul existantes telles que les algorithmes de rétroprojection filtrées [17]. La résolution de cette carte en 3D dépend fortement de la configuration de l'acquisition réalisée : taille de l'échantillon, taille de la tâche focale, taille du

détecteur, grossissement utilisé (rapport entre les distances échantillon-détecteur et échantillon-source)... Tous ces paramètres jouent une importance sur le contraste d'atténuation. De plus, l'atténuation des rayons X d'un constituant donné est liée à ses propriétés chimiques comme son nombre atomes et sa densité, et, à l'énergie des rayons X [18]. Le contraste d'atténuation entre les constituants doit être suffisamment élevé pour pouvoir identifier la microstructure. Les acquisitions ont été effectuées en In Situ, en utilisant un système de tomographie Ultra TomR de RX Solutions.

C.1.2. Dispositif de l'essai de traction/compression sous micro-tomographe

La plateforme ISIS4D [19] a été essentiellement utilisée que ce soit pour des essais de traction [20] ou de compression [16] (Fig.III.1). Cet appareil permet de scanner une large gamme de matériaux et tailles d'échantillons (de la centaine de micromètres à plusieurs dizaines de centimètres) sous diverses conditions de charge grâce aux différents générateurs de rayons X, détecteurs, dispositifs in situ et paramètres d'acquisition. Pour cette étude, la source de rayons X est un tube à rayons X nanofocus de Hamamatsu. La tension de fonctionnement a été fixée à 100 kV afin de discerner les constituants du matériau de friction. Le grossissement géométrique est un compromis entre le diamètre de l'échantillon et la durée de chaque acquisition. L'échantillon est placé au plus près de la source. Celle-ci irradie sur un diamètre limité de 5 mm. Un détecteur à écran plat (1874 1496 pixels, taille de pixel 127 μm) a été sélectionné et 1440 radiographies ont été prises lors d'une rotation de l'échantillon à 360 degrés.

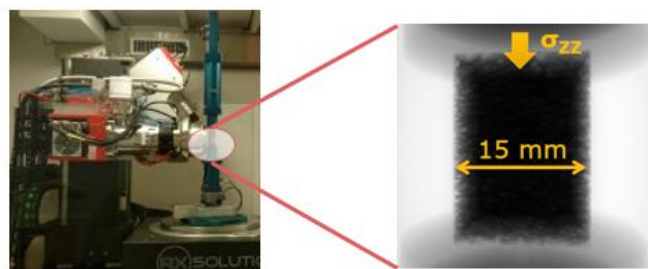


Fig.III.1. Dispositif de l'essai de compression sous micro-tomographe

C.1.3. Dispositif pour l'essai d'indentation sous micro-tomographe

Les dispositifs de traction et compression sous tomographie ne répondaient pas aux attentes de ce travail à savoir, la caractérisation avec un essai multiaxial. Dans cet esprit, la conception d'un nouveau support adapté pour l'essai d'indentation capable d'accueillir un indenteur sphérique Brinell de diamètre 10mm, a été réalisée.

C.1.2.1. Conception du support de l'indenteur

La conception du support d'indenteur s'est basée sur le fait de garder au maximum les pièces de l'ancien dispositif, pour éviter tout surcoût. Pour cela, le plateau inférieur de l'essai de compression a été gardé. Un premier travail de conception sur CATIA [21] de la pièce supérieure du support a été réalisé.

La conception du support de la bille Brinell pour réaliser l'essai d'indentation est conçue en trois parties (Fig.III.2.a). La partie bleue est une pièce universelle liée au tomographe, ce qui lui permet une utilisation pour tous les diamètres de billes d'indenteur Brinell. Les pièces jaune et orange dépendent du diamètre de l'indenteur. Le fait de les séparer a pour but de pouvoir adapter ce support à tout essai d'indentation. L'ensemble des pièces est fabriqué en aluminium car le numéro atomique ne correspond pas au matériau étudié, de plus le grippage entre les pièces peut être évité lors du serrage des pièces. La Fig.III.2-b montre le montage de ce dispositif in-situ. Le plan d'ensemble est disponible en annexe 3.

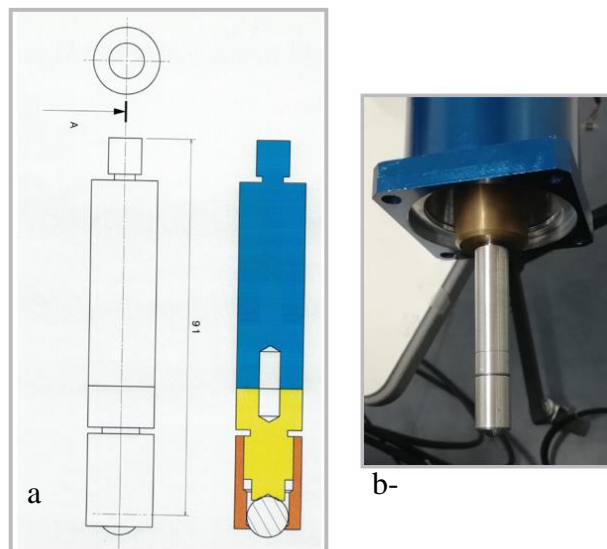


Fig.III.2. Support de l'indenteur : a- Plan d'ensemble de l'indenteur, b- Montage du dispositif

C.1.2.2. Conception du pénétrateur

Le choix des matériaux utilisés lors de la conception du nouveau dispositif (support + indenteur) doit avoir des matériaux de nature différente de celle du matériau fritté en termes de numéros atomiques, d'absorbance et donc de contraste. En raison de sa structure amorphe, les verres produisent, en diffraction des Rayons X (DRX), un halo de diffusion, contrairement aux

structures cristallines qui donnent des pics étroits et intenses. La bille de l'indenteur est choisie en verre, ainsi il n'y aura pas d'interférence avec le matériau étudié. La bille en diamant permet d'éviter le halo de diffusion mais son coût très onéreux nous l'a écarté de ce choix. Un essai de compression a été réalisé sur la bille en verre, qui sert d'indenteur, dans le but de déterminer la charge maximale qu'elle peut supporter. En effet, la bille doit être plus rigide que le matériau à étudier afin que celle-ci ne se déforme pas pendant l'essai d'indentation. La Fig.III.3, montre les résultats de cet essai. Plus la surface de contact appliquée est grande, moins l'effet d'hétérogénéité est apparent dans les résultats. En se basant sur les études faites dans les chapitres A et B, le choix du diamètre de l'indenteur est fixé à 10 mm.

D'après le graphe effort-déplacement (Fig III.3), la bille arrive à rupture au bout de 9 000N. Les niveaux de charges appliqués lors de cette étude sont compris entre 10 et 1450 N, ce qui rentre parfaitement dans le domaine élastique de la bille. De ce fait, le choix du verre pour l'indenteur est validé.

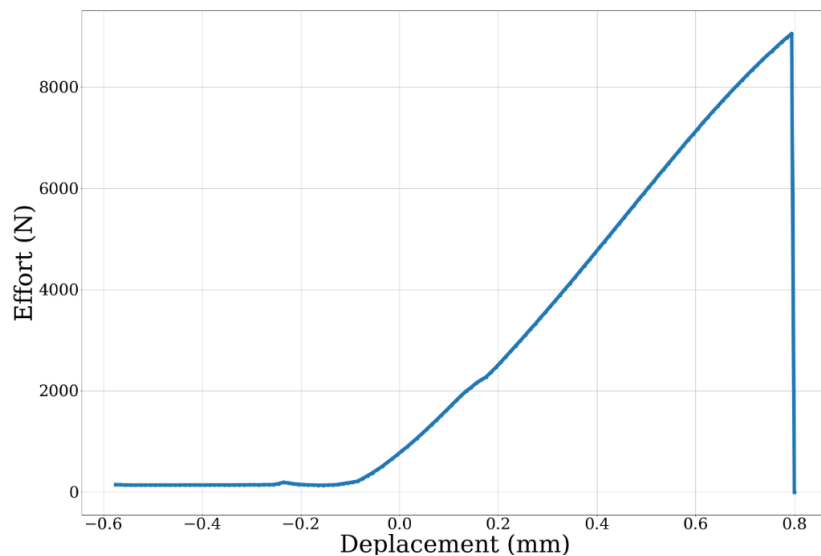


Fig.III.3 : Graphe effort-déplacement de l'essai de compression de la bille en verre

Le choix d'un échantillon cubique a été évincé dès le début, à cause de la perpendicularité des arêtes qui induisent une réflexion des rayons X, ce qui trouble l'image à la sortie. Le choix s'est orienté vers un échantillon cylindrique.

Un premier scan a été réalisé sur un échantillon cylindrique de diamètre 20 mm et une hauteur de 20 mm du matériau MmCG1G2. Ces dimensions géométriques n'ont pas été concluantes. Plusieurs essais à différentes épaisseurs ont permis de conclure que ce matériau empêche le passage des rayons X pour des épaisseurs supérieures à 15 mm. La solution retenue pour

l'échantillon cylindrique est un diamètre de 13 mm et une hauteur de 11 mm (Fig.III.4). La réduction de la hauteur a le double avantage de réduire la taille des fichiers générés lors des scans, et de diminuer le temps de la reconstitution 3D. L'image obtenue du 1^{er} scan démontre que le choix des matériaux pour le support et l'indenteur sont bien définis, puisque la distinction entre les différents éléments : support en aluminium, bille en verre et matériau de friction MmCG1G2, se réalise clairement.

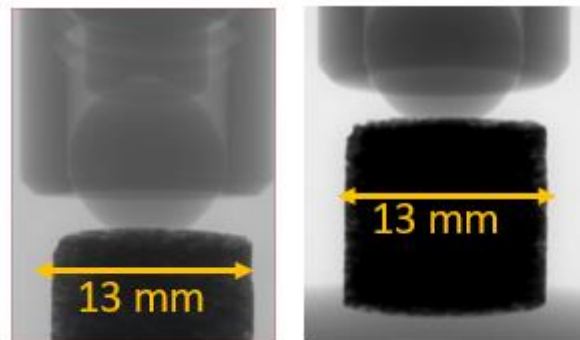


Fig.III.4 : Reconstitution 3D des images tomographiques 2D de l'essai d'indentation

La fig.III.5 montre l'échantillon et l'indenteur en position sous le tomographe.

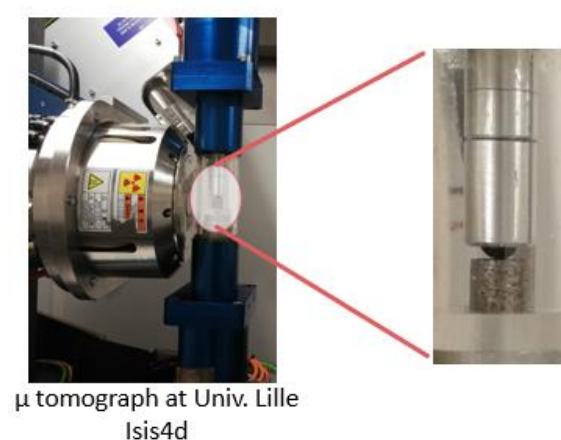


Fig.III.5 : Dispositif de l'essai d'indentation sous micro-tomographe – Zoom sur l'ensemble montage+ échantillon

C.1.3. Niveau de chargement

L'essai se fait sur 13 scans se visualisant par ce pictogramme ☢ sur la fig.III.6. Ces scans sont répartis entre trois grandes parties :

- L'état zéro : où une précharge de 10N est appliquée pour éviter que l'échantillon ne bouge.
- L'état sous contrainte : six paliers de charges sont appliqués : 50 N, 100 N, 200 N, 650 N, 1050 N et 1450 N. Les mêmes niveaux de chargement sont appliqués pour les essais de macro-indentation Brinell dans le chapitre B).
- L'état à la décharge : où l'échantillon est de nouveau soumis à la précharge de 10 N.

Lorsque le dispositif est positionné, le temps total nécessaire pour réaliser un essai sous tomographie in-situ est d'environ 1 heure. Sur la Fig.III.6 le temps de stabilisation de chargement ou déchargement ne sont pas pris en compte.

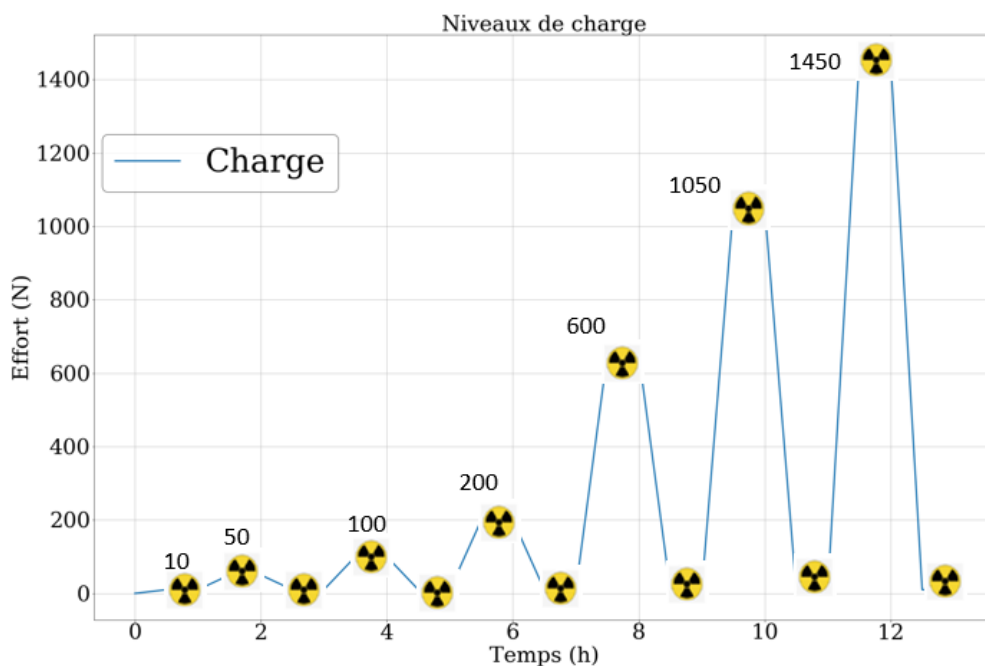


Fig.III.6 : Niveaux de chargement de l'essai d'indentation sous micro-tomographe en fonction du temps

C.1.4. Corrélation d'image DVC

La construction de l'image 3D de la microstructure du matériau fritté MmCG1G2, se fait à travers les images obtenues des 13 scans en utilisant le logiciel AVIZO [22]. Le réglage avec la machine in situ détermine une taille de voxel de $22,7\mu\text{m}^3$. De ce fait, la matrice en grise, et le graphite 2 en noir peuvent être facilement distingués. (Fig.III.7).

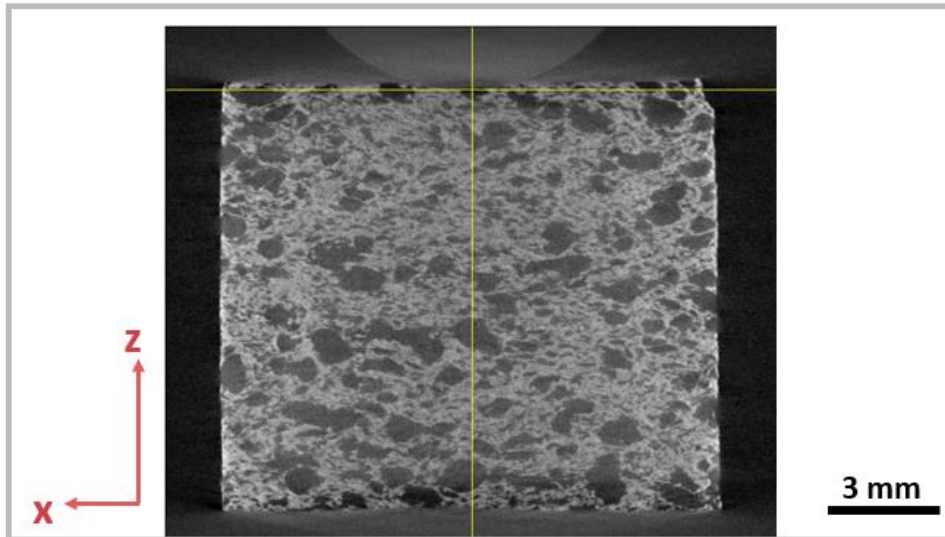


Fig.III.7 : Micro-tomographie X du matériau de friction MmCG1G2 – Matrice (grise) et Graphite 2 (noir)

L'approche de la corrélation de volume numérique (DVC) correspond à l'extension de la méthode DIC bidimensionnelle en trois dimensions [23]. Dans cette étude, la DVC a été réalisée avec Logiciel YaDICs, développé au Laboratoire [24]. La plate-forme était écrite sur C++, et optimisée pour traiter des volumes 3D en un temps réduit. Pour identifier les déplacements, plusieurs paramètres doivent être définis : une métrique, un échantillonnage, un interpolateur, une transformation, un optimiseur et enfin une méthode de régularisation (Fig.III.8). Plus de détails peuvent être trouvés dans [24].

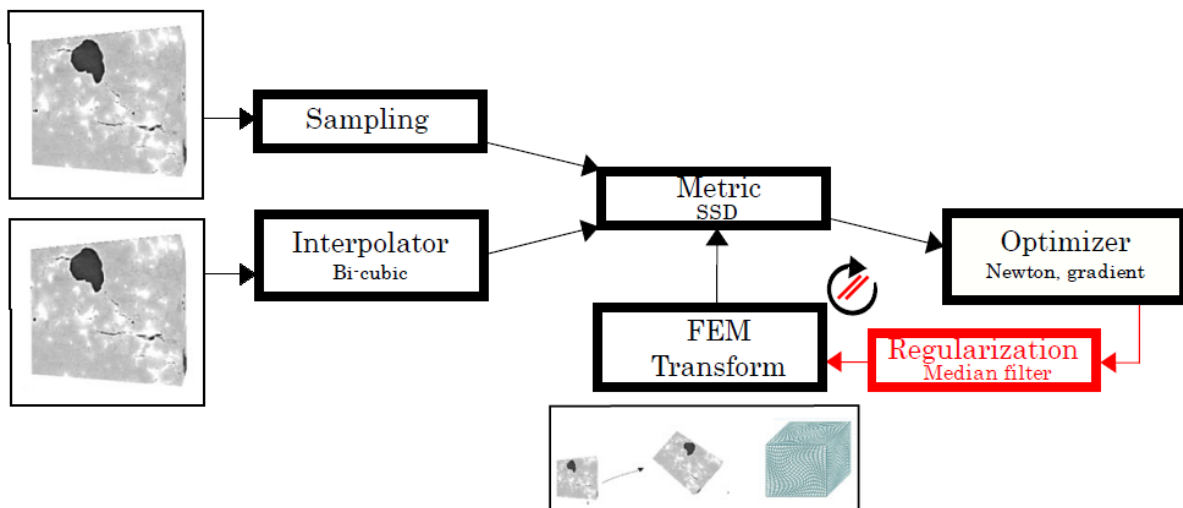


Fig III.8 Différentes étapes du processus de corrélation de volume numérique (DVC) avec le logiciel YaDICs [25]

Contrairement à ce qui se fait pour les images 2D, où l'on a besoin d'un mouchetis artificiel pour déterminer les déplacements et calculer la déformation élastique, dans le cas de la DVC (Digital Volume Correlation), le contraste entre le graphite (en noir) et la matrice (en gris) forme un mouchetis naturel. Ainsi, la déformation peut être déterminée pendant le déchargement pour chaque niveau de charge par une corrélation entre les images à l'état sous contrainte et à la décharge.

C.2. Résultats expérimentaux pour une charge donnée

Dans un premier temps, une simulation numérique sous ABAQUS, dans le cas homogène, a été entreprise pour rappeler la forme des champs de déformation attendue. Dans le cas d'un essai de compression uniaxiale le champ de déformation forme des lignes horizontales. En revanche, pour un essai d'indentation Brinell, l'évolution dégressive de l'intensité de la déformation forme une « goutte » qui s'éloigne du point d'application de la charge. La Fig.III.9 représente le champ de déformation suivant la direction d'indentation (zz) pour une simulation numérique d'un essai d'indentation Brinell sur un matériau homogène.

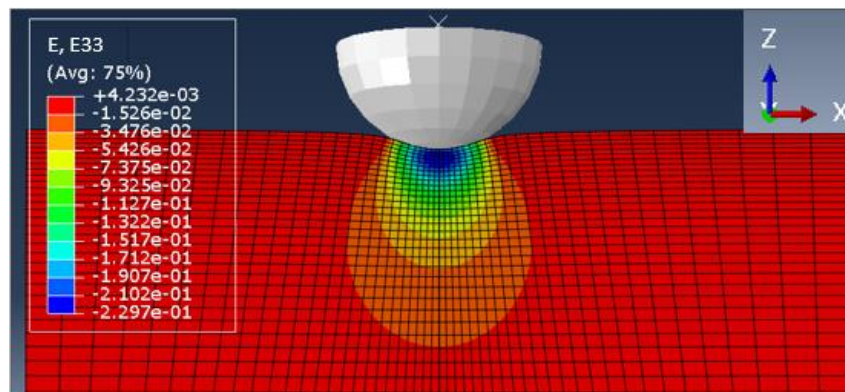


Fig III.9 : Champ de déformation suivant la direction d'indentation ϵ_{zz} pour une simulation numérique d'un essai d'indentation Brinell sur un matériau homogène

Une première corrélation d'images volumique DVC a été réalisée entre l'image déformée à 1450 N et l'image de référence à 10 N pendant la décharge pour être plus aux moins dans la partie élastique. Les Fig III.10.a et III.11.a représentent respectivement la déformation volumique équivalente de Von Mises, ϵ_{VM} , et la déformation volumique suivant la direction d'indentation, ϵ_{zz} . Sur les deux images, apparaît une forte hétérogénéité des champs de déformations, liée à la microstructure complexe et hétérogène du matériau de friction. Ceci se caractérise par une déformée sous forme de « goutte » près du point d'indentation et d'autres bandes horizontales plus en profondeur de la microstructure, qui peuvent correspondre aux positions de graphite.

Les Fig III.10.b et 11.b mettent en évidence le projeté des deux déformations sur le plan xz, qui coupe la microstructure en deux. Les déformations suivant le plan xz, sont en concordance avec celles en volume, montrant des zones de fortes déformations sous formes de bandes, à l'exception de celles présentes à la surface de contact, qui n'est autre que la réflexion de la lumière sur la surface du matériau.

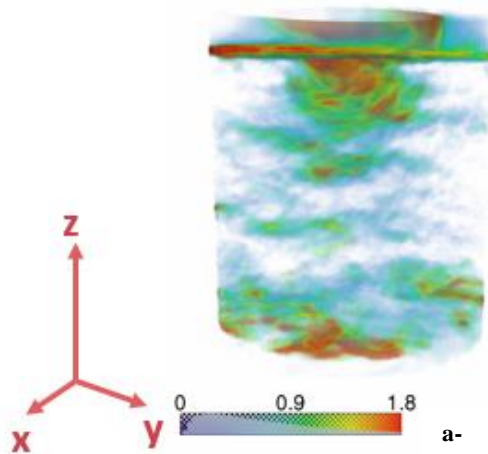


Fig.III.10. a- Déformation volumique de Von Mises ϵ_{VM}

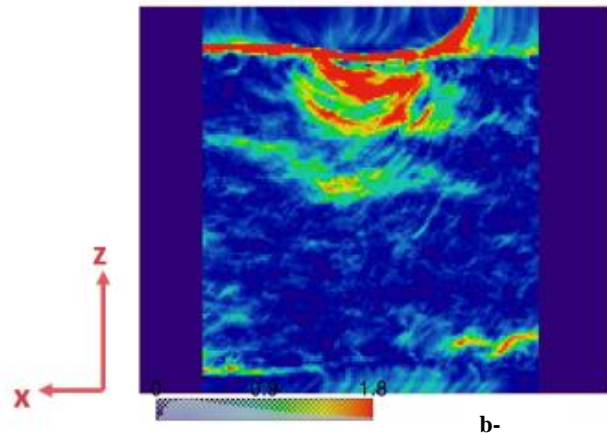


Fig.III.10. b- Projetée de la déformation de Von Mises ϵ_{VM} sur le plan xz

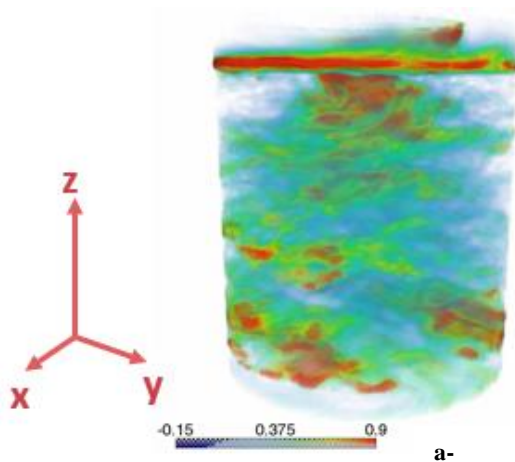


Fig.III.11. a- Déformation volumique suivant la direction d'indentation ϵ_{zz}

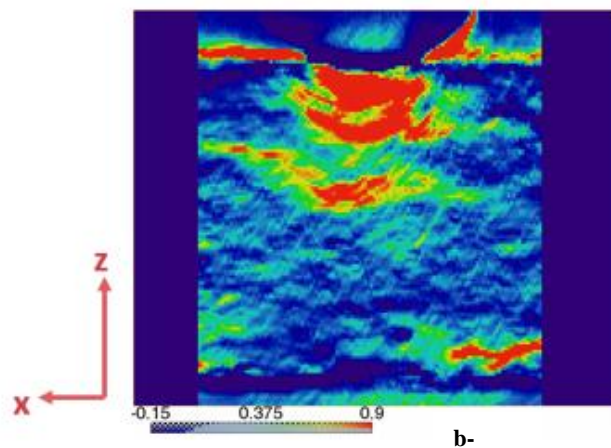


Fig.III.11. b- Projetée de la déformation suivant la direction d'indentation ϵ_{zz} sur le plan xz

Une investigation a été faite dans le but de voir à quoi correspondent ces zones de hautes déformations. Ainsi, en utilisant la microstructure identifiée sur la Fig III.7 (matrice en grise et le graphite 2 en noir), et en appliquant une pigmentation dessus les faces, les différents composants du matériau étudié pour mettre en évidence. La Fig.III.12 montre l'image obtenue à la suite d'une superposition de la microstructure avec l'image de la déformation ϵ_{zz} à 1450N. Cette superposition montre que les zones les plus déformées correspondent a priori à l'emplacement des graphites. En effet, les déformations autour de la zone de contact, forment une « goutte » de déformée dégressive en s'éloignant du point d'indentation. Une seconde zone de déformation élevée apparaît aussi au milieu de l'échantillon, à cause de la présence de porosités provenant de chaînes de graphites (§B.3.1.2). Les résultats obtenus par indentation sous micro-tomographe, concordent avec ceux de la compression avec corrélation d'image 2D. Il est alors important de voir si les bandes de déformations suivent les positions de graphite en volume.

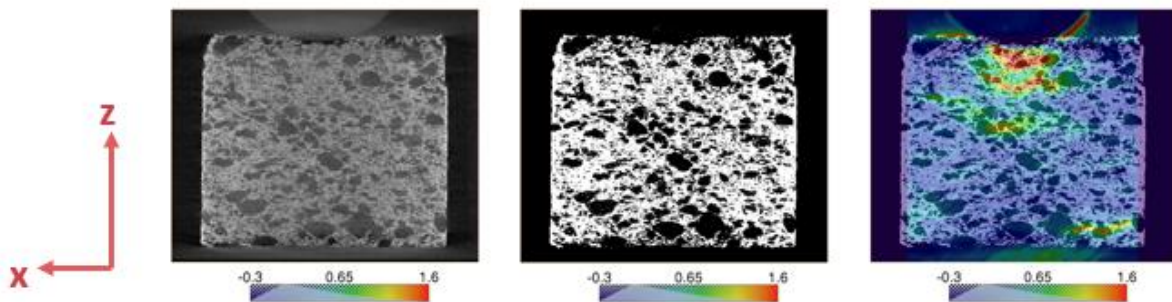


Fig.III.12 : Superposition du champ de déformation ϵ_{zz} avec la microstructure

Une double coupe sur les plans de cisaillement (XZ) et (YZ) (Figure 13-a) a été réalisée. La Fig.III.13-b montre une rotation de 90° autour de l'axe z de cette double coupe. Les déformations les plus élevées se localisent près de la zone sollicitée dans l'échantillon du matériau fritté, qui correspondent aux graphites. Ceci s'explique par le fait que le graphite est un matériau avec un module d'élasticité faible estimé proche de 2,5 GPa [16], comparé à la matrice MmC, qui regroupe la partie métallique et céramique du matériau de friction, qui a un module aux alentours de 100 GPa.

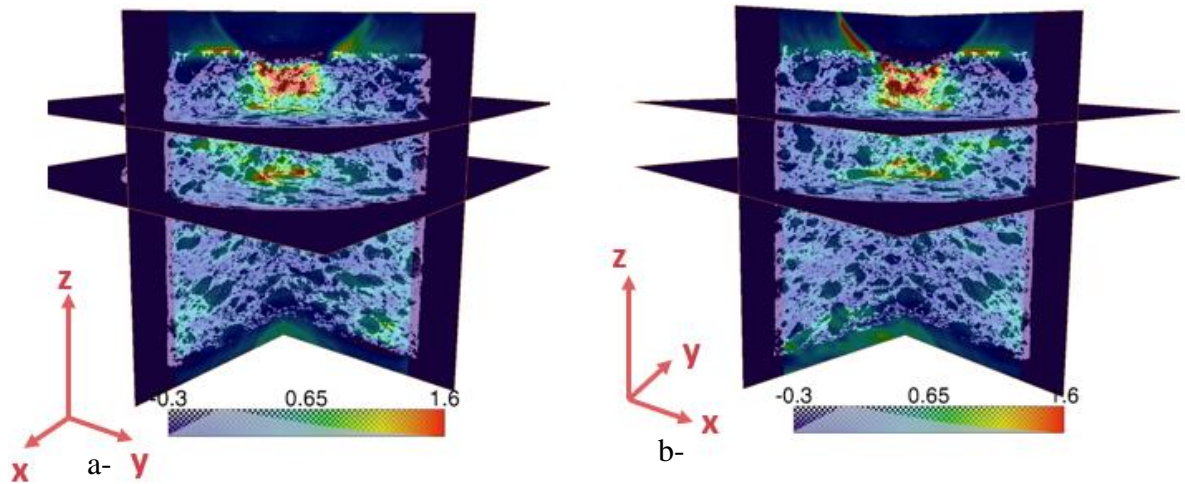


Fig.III.13 : Superposition du champ de déformation ϵ_{zz} avec la microstructure : **a-** double coupe des plans (xz) et (yz), **b-** rotation de 90° autour de l'axe z

Afin de mieux comprendre le mécanisme de déformation, une visualisation des champs de déformations sur l'ensemble des directions sollicitées est nécessaire. Sur la Fig.III.14, est indiqué sous chaque image le pourcentage de déformation maximale admis dans l'échantillon. Une différence importante au niveau des déformations est constatée entre les différentes directions. En effet, les déformations ϵ_{xx} , ϵ_{yy} et ϵ_{xy} sont faibles (0,25%) comparé aux déformations ϵ_{zz} (1,6%), ϵ_{xz} et ϵ_{yz} (0,75%). Ceci montre que lors de l'indentation, le matériau se déforme suivant la direction de pénétration et induit aussi des déformations dans les plans de cisaillement (XZ) et (YZ). L'essai d'indentation est effectivement un essai multiaxial. De même, la superposition avec la microstructure montre que contrairement à la déformation axiale ϵ_{zz} qui sollicite principalement le graphite, dans les plans de cisaillement ϵ_{xz} et ϵ_{yz} , c'est la matrice métallique qui est sollicitée en priorité.

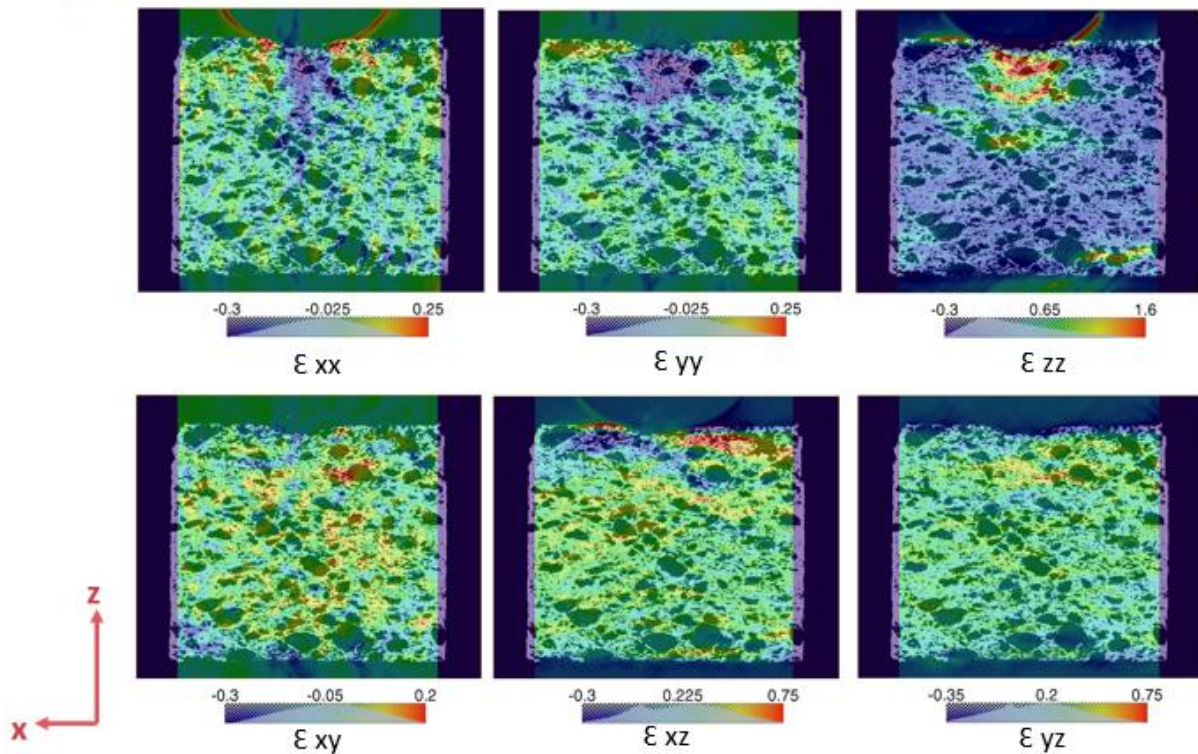


Fig.III.14 : Ensemble des champs de déformation dans le plan xz pour une charge de 1450 N

C.3 Résultats expérimentaux pour une charge croissante

La Fig.III.15, représente l'évolution de la déformation ϵ_{zz} pour tous les niveaux de charges, avec une représentation volumique en 3D, ainsi qu'une coupe dans le plan (XZ). Cela valide ce qui a été dit au paragraphe B.3.2.1. Effectivement, plus la charge est importante, plus les bandes de déformation sont prononcées, et plus l'échantillon se déforme en profondeur. Cependant, la déformation dans l'ensemble de l'échantillon ne montre pas d'homogénéité, puisque les zones de déformations élevées se forment autour des positions de graphites.

Les bandes rouges sur la surface de contact représentent le reflet de l'éclairage lors du scan. Dans ce cas-ci, il ne s'agit pas de déformation.

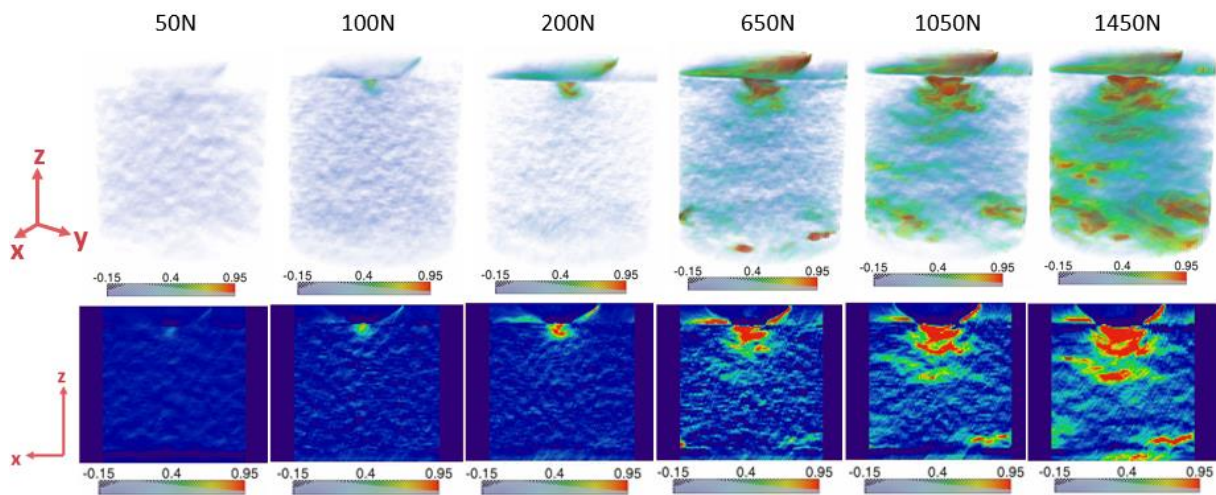


Fig.III.15 : Déformation ϵ_{zz} suivant la direction de l'indentation pour six niveaux de charges

La Fig.III.16 montre les résultats de la compression obtenus dans le chapitre B, avec une corrélation d'images 2D (DIC). En comparant les déformations ϵ_{zz} en 2D et 3D, le même type d'informations sur le comportement du graphite au cours du chargement est obtenu. En effet, le fait que des bandes horizontales apparaissent traduit l'orientation horizontale privilégiée des graphites, qui se « couchent » lors du procédé de mise sous pression (§B.2). C'est d'ailleurs l'origine principale de l'anisotropie du matériau de friction MmCG1G2.

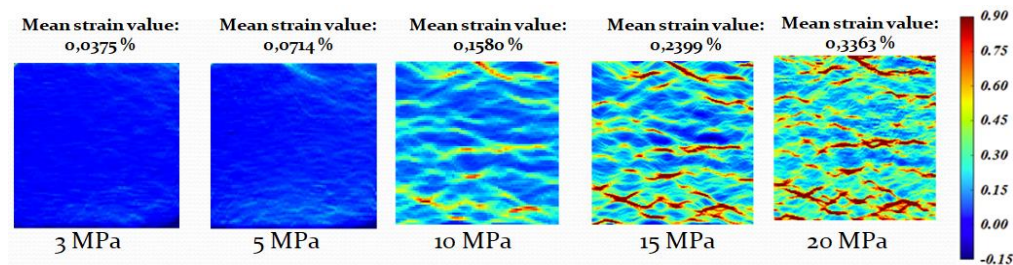


Fig.III.16 : Déformation ϵ_{zz} suivant la direction de la compression en 2 D

En compression la déformation est uniforme pour un matériau homogène, alors qu'en indentation c'est un peu plus complexe, puisque la déformation dans le cas d'un matériau homogène n'est pas uniforme (formation de « gouttes », Fig III.9). Dans le cas du matériau de friction, qui est de nature hétérogène, les champs de déformation des essais d'indentation laissent apparaître des « gouttes » accompagnées d'un effet horizontal du fait de l'orientation horizontale privilégiée des graphites.

Puisque la zone en contact est un paramètre sensible et important dans le calcul du module d'Young dans un essai d'indentation, il est important d'identifier l'évolution de l'aire de contact en fonction de la charge appliquée, en se basant sur l'empreinte de la déformation nulle. Cette

méthode basée sur les résultats de la corrélation d'image DVC sera comparée avec celle proposée par Oliver & Pharr [26,27] (§A.1.2.3.). La Fig.III.17 montre logiquement que plus la charge est importante, plus le diamètre de l'empreinte est grand, avec une aire de contact plus importante pour les fortes charges. L'empreinte obtenue a une géométrie circulaire bien définie. Cette observation permet de ne pas prendre en compte les défauts d'ovalisation des indenteurs sphériques, contrairement aux travaux développés par Brammer *et al.* [28, 29].

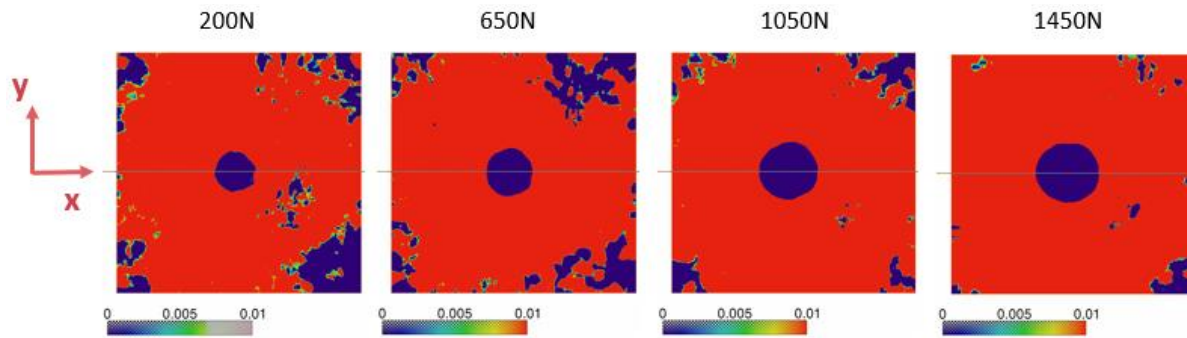


Fig.III.17 : Evolution de la déformation ε_{zz} à la zone de contact en fonction de la charge appliquée

La Fig III.18 est la comparaison de l'évolution de l'aire de contact A_c en fonction de la charge, entre les résultats obtenus en tomographie, en vert, et ceux du contact de Hertz classique en orange (équation III.1), pour un module $E^* = 10$ GPa. Les courbes montrent une tendance croissante de l'aire de contact en augmentant la charge, cependant, la pente d'évolution des deux courbes est très différente, puisque le contact de Hertz ne fonctionne que pour les très faibles charges (< 5 N) et dans le domaine élastique, contrairement à notre cas d'étude.

$$P = \frac{4a^3 E^*}{3R} \quad (\text{III.1})$$

Avec $a = \sqrt{Rh}$, h la profondeur et P la charge appliquée en N et $E^* = \frac{E}{1-\nu}$

Comme le calcul du contact de Hertz diverge avec celui obtenu en tomographie, une deuxième comparaison de ces résultats avec l'aire de contact obtenue par la méthode d'Oliver et Pharr (§A-1-3-1) en macro-indentation a été réalisée. La Fig III.18 montre l'évolution de la charge appliquée en fonction de l'aire de contact. La courbe verte représente celle obtenue en tomographie, la bleue pour la macro-indentation. Ces deux courbes sont très proches en termes de valeurs et de tendance. Ainsi, les aires de contact obtenues par tomographie sont en concordance avec celles de la macro-indentation. Il est important de noter ici que la complaisance de machine n'est pas prise en compte pour l'essai d'indentation sous micro-tomographe.

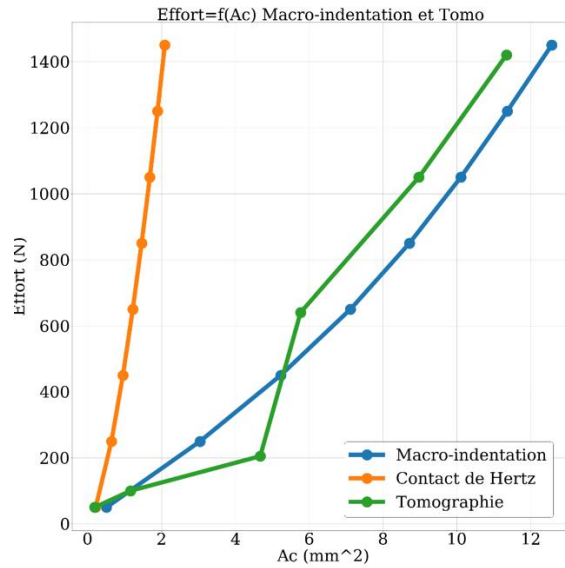


Fig.III.18 : Comparaison des aires de contacts issues de la tomographie et de la macro-indentation Brinell et du contact de Hertz

Conclusion intermédiaire :

L'indentation sous micro-tomographe avec six niveaux de charges a été réalisée. La corrélation en 3D DVC des scans obtenus montre des « gouttes » accompagnées d'un effet horizontal dû à l'orientation horizontale privilégiée des graphites qui se « couchent » lors du procédé de mise sous pression. C'est d'ailleurs l'origine principale de l'anisotropie du matériau de friction MmCG1G2. Plus la charge appliquée est grande, plus les bandes de déformations suivant la direction d'indentation ε_{zz} sont importantes. Ces résultats sont en concordance avec ceux trouvés par compression avec une corrélation d'image 2D. De même, une investigation 2D et 3D a montré que les déformations axiales sollicitent les graphites, alors qu'en cisaillement, c'est la matrice métallique MmCG1 qui est principalement sollicitée.

La comparaison entre l'évolution de l'aire de contact obtenue par indentation sous micro-tomographe et celle calculée suivant l'hypothèse d'Oliver & Pharr, montre une différence des résultats malgré le fait que les deux courbes soient très proches en termes de valeurs et de tendance.

C.4. Simulation numérique

C.4.1. Procédure de maillage

Afin de reproduire numériquement l'essai d'indentation sous micro-tomographe, un modèle numérique, basé sur la microstructure trouvée, a été réalisé, suivant plusieurs étapes :

- La diminution de la taille de l'image 3D : une image 3D a une taille après reconstruction d'environ 10 Go, pour un encodage fait sur 32 bits. Dans le but de résoudre les problèmes liés à la mémoire et au temps nécessaire à l'analyse des images, il est donc impératif d'appliquer un filtre médian qui servira à diviser la taille de l'image par 4. La fig III.19 montre la différence entre la 1^{ère} image à l'état brut et la 2^{ème} après diminution de la taille. Le filtre médian augmente les incertitudes de mesure dans la corrélation des images tout en maintenant les discontinuités [30].

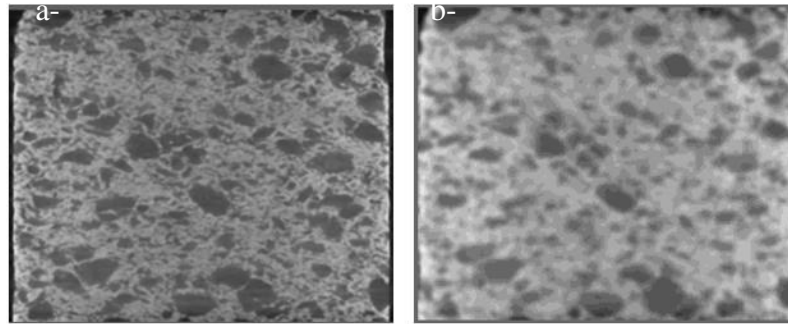


Fig III.19 : Image de la microstructure : a- à l'état brut, b- après application du filtre médian

- La segmentation : c'est un protocole qui permet de générer des volumes contenant les surfaces externes de l'échantillon, en fonction de la porosité des composants. Pour le matériau de friction MmCG1G2, seulement deux phases ont été générées qui sont la matrice MmCG1 et le graphite G2. Le graphite G2 est considéré comme poreux du fait de son regroupement sous forme de grappe (§B.3.1.2). Un nettoyage est effectué dans le but de retirer les derniers artefacts (sous forme d'anneaux) restants. Ces artefacts ne peuvent pas être supprimés lors de la reconstruction. Ceci nécessite une suppression soit par filtre gaussien, soit de façon manuelle. La Fig III.20 met en avant la méthode de segmentation (en gris le graphite G2 et en violet la matrice MmCG1, en rouge les interfaces entre les deux phases).

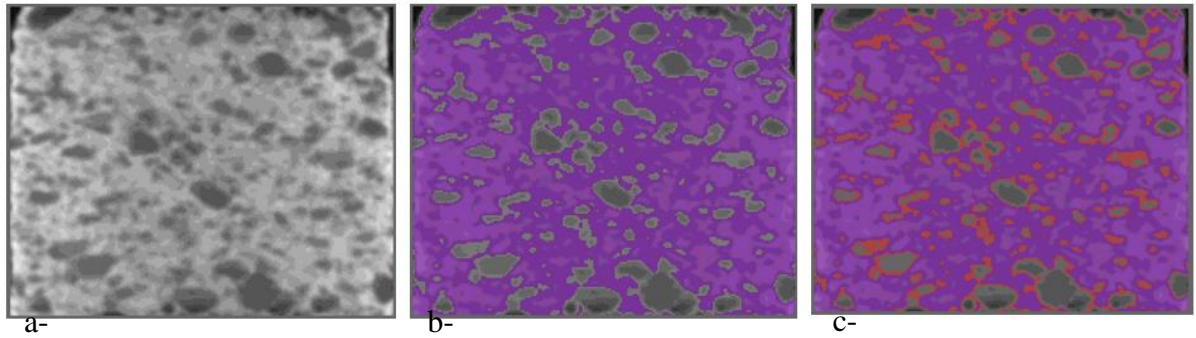


Fig III.20 : Microstructure du matériau de friction : a- après diminution de la taille, b- avec segmentation, c- interfaces en rouge

- Le maillage : il concerne un maillage surfacique puis volumique. Le maillage surfacique est généré à partir des deux phases obtenues par segmentation. Ceci permet d'avoir un maillage de la surface extérieure de l'échantillon ainsi qu'un maillage surfacique des pores internes restants. A l'aide de l'algorithme « Marching Cube » les deux surfaces sont mises en évidence. Le maillage sera donc composé de triangles de tailles de l'ordre de grandeur du voxel. En utilisant le logiciel Avizo [22], un remaillage avec une faible taille d'éléments a été réalisé afin de mieux représenter la morphologie des pores internes. Ce même logiciel est utilisé pour le remaillage de la surface extérieure, avec une taille d'éléments différente. Le maillage volumique permet d'assembler les deux maillages surfaciques obtenus pour former un élément volumique par remplissage avec des éléments tétraédriques, à l'aide du logiciel Gmsh [31].

C.4.2. Choix de la zone maillée

La zone maillée doit permettre d'avoir le plus d'informations possible, il est donc intéressant de se focaliser sur la zone la plus sollicitée de la structure. Lors des scans, la surface de contact peut refléter de la lumière provenant du halo de diffusion de la bille en verre. Afin d'éviter toute confusion liée à cela, un éloignement de 2mm de la surface du contact est recommandé (Fig.III.21). De même, comme c'est un modèle réduit, la vérification des pourcentages volumiques des composants est indispensable (20% de graphite G2 et 80% de matrice MmCG1) pour s'assurer que l'échantillon observé rend compte de la réalité de la composition du matériau de friction. Finalement, la zone à mailler se restreint à un cube de 6,5mm de côté.

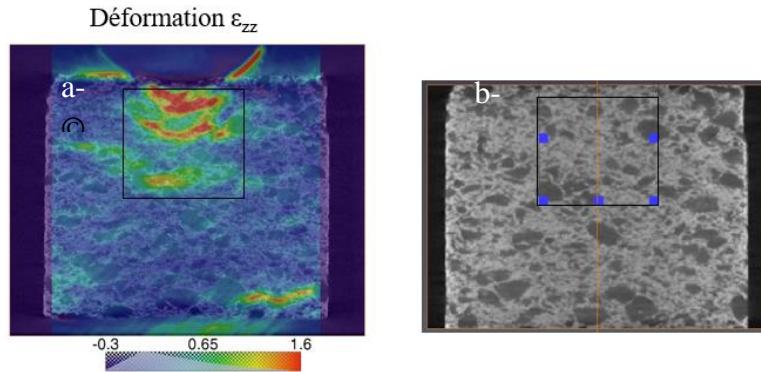


Fig.III.21 : Aperçu de la zone à mailler : a- sur la microstructure du matériau de friction : b- Superposition avec le champ de déformation suivant la direction d'indentation.

Une segmentation sur AVIZO [22] (§C.4.1) a été réalisée pour générer un maillage de la surface à partir des images segmentées obtenues par scan, ce qui permet d'avoir un modèle biphasé (Graphite 2 + Matrice). Le pourcentage volumique est de nouveau contrôlé car la segmentation ne permet pas toujours de tomber exactement sur du graphite G2, puisqu'il n'est pas totalement distinct du reste des composants. En effet l'existence de graphite G1 chargé en résine entraîne une approximation de ce pourcentage volumique. Du fait qu'il existe aussi du graphite G1 chargé en résine. Il se peut aussi, que d'autres composants aient une nuance de gris proche à celle du Graphite G2, qui pourra donc être confondue avec celui-ci. Ainsi, un maillage volumique tétraédrique a été généré par GMSH [31], ce qui donne un cube maillé de 78x78x78 Voxel, équivalent à 6,5mm de côté, avec un nombre d'éléments de 2742950 (Fig.III.22).

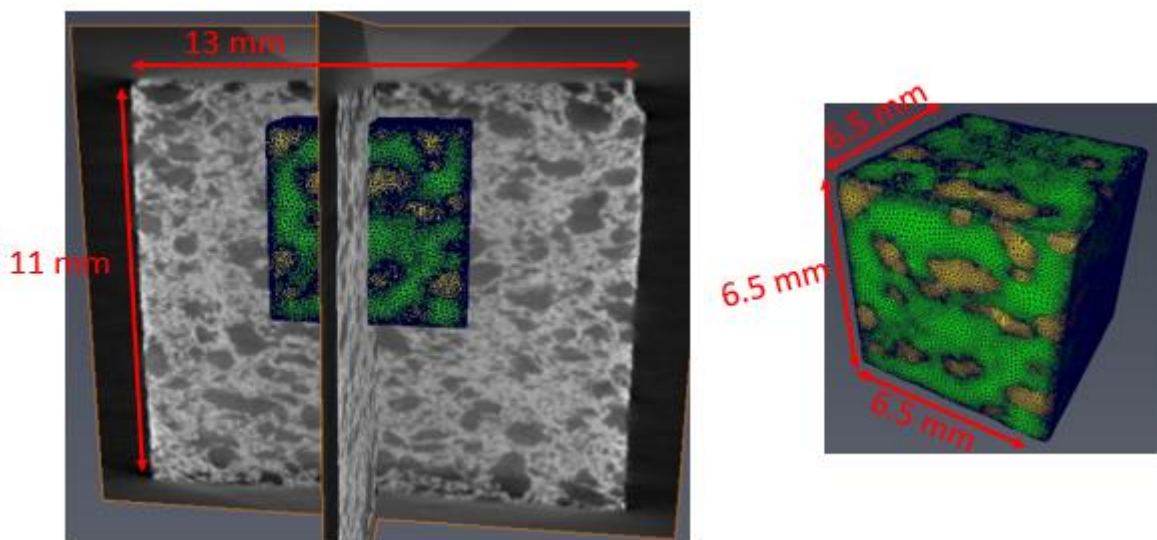


Fig.III.22 : Maillage obtenu sur une structure réduite du modèle biphasé du matériau de friction

C.4.3. Conditions aux limites

Les conditions aux limites sont déterminées à partir des déplacements issus de la DVC dans les 3 directions pour les 6 faces (Fig.III.23). La DVC est réalisée entre l'image déformée à 1450 N et l'image de référence à 10 N pendant la décharge afin de prendre en compte la plasticité déjà incluse dans le champ de déplacement. La face supérieure n'inclue pas l'indenteur pour simplifier le problème de contact, de plus le but ici est de déterminer le rôle des différents composants lors d'un déplacement vertical. C'est pour cela qu'un choix de pilotage en déplacement est imposé. Comme le contact indenteur-surface n'est plus pris en compte, et que la complaisance n'intervient pas en tomographie, la déformation est régulière sur toute la surface supérieure.

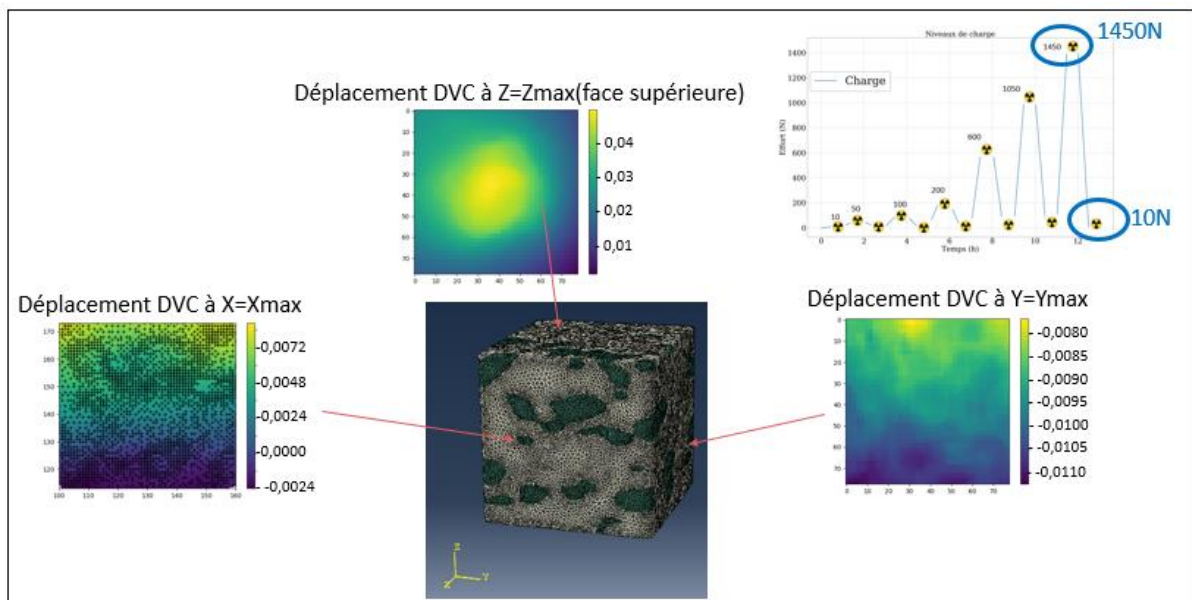


Fig.III.23 : Conditions aux limites sur les six faces

Afin de pouvoir appliquer les bonnes valeurs de déplacements suivant les axes x, y et z, il est important de créer une connectivité entre chaque nœud des 6 faces, et d'obtenir l'équivalent de ses coordonnées sur les champs de déplacements obtenus par DVC. Ces déplacements sont notés U_x , U_y et U_z .

C.5. Méthode d'identification inverse : FEMU

L'identification des propriétés mécaniques d'un matériau nécessite d'effectuer autant de tests et/ou des mesures que de paramètres inconnus dans le modèle. A titre d'exemple, pour un matériau se trouvant dans la classe des matériaux isotrope transverse, on compte 5 paramètres élastiques indépendants que l'on identifie classiquement avec des essais de compression (ou de traction) dans différentes directions et un essai de cisaillement. Plusieurs études sont menées

afin de développer des méthodes de caractérisations des propriétés mécaniques des matériaux, avec des protocoles qui se composent d'une méthode d'essai uni-axial (compression ou traction par exemple [32, 33, 34]), instrumentée par une mesure optique [35] et d'une étape de post-traitement couplant la simulation numérique de l'essai avec les techniques de corrélation d'images numériques [36]. Parmi ces outils puissants qui offrent une description quantitative des propriétés du matériau on trouve la méthode de recalage inverse par Éléments Finis (EF). Cette approche permet d'être représentatif de l'essai tout en respectant le protocole (la géométrie de l'échantillon, les conditions aux limites, le maillage ...). Le principe fondamental de cette approche est présenté en 1971 par Kavanagh et Clough [37]. Il consiste à établir une fonction objective de type moindres carrés entre mesures expérimentales et valeurs simulées numériquement. L'optimisation des paramètres identifiés est basée sur l'algorithme de type Levenberg-Marquardt [38]. Les paramètres recherchés sont obtenus par la minimisation de la fonction objective. Il existe différentes approches basées soit sur la comparaison entre les efforts mesurés et calculés (FEMF), ou entre les champs de déplacement mesurés et issus du calcul éléments finis numérique (FEMU). Cette approche FEMU a permis d'identifier des lois en élasticité linéaire [36,39], en hyper-élasticité [40] et aussi en élasto-plasticité [41]. Cette méthode est fiable si on souhaite déterminer un seul paramètre. En effet pour le cas isotrope transverse, on est dans l'obligation d'effectuer autant de tests et/ou des mesures que de paramètres inconnus, sachant que ce surnombre d'essai est chronophage et donc coûteux. Ainsi une solution idéale consisterait à identifier des paramètres via un seul essai avec un chargement multiaxial : essai d'indentation ou essai combiné compression-cisaillement par exemple. Mais les difficultés se trouvent dans le recalage inverse où l'unicité de la solution n'est pas assurée, car cette méthode repose sur l'optimisation d'une seule fonction coût. Pour résoudre ce problème, nous proposons une méthode permettant d'identifier chacun des paramètres élastiques via le couplage entre la méthode de l'identification inverse et la décomposition en Mode de Kelvin. Cette décomposition a comme avantages la possibilité de travailler avec des modes orthonormés ([42], [43] et [44]), et surtout l'utilisation de cette base nous permet d'avoir une certaine bi-univocité entre le champ de contrainte et le champ de déformation par mode, qui est un vrai atout pour les essais expérimentaux. Ce couplage va donc nous permettre d'avoir autant de fonction coût à minimiser que de paramètres à identifier, conduisant à la bonne solution du problème et l'identification de toutes les inconnues avec un seul essai, à condition que chaque mode soit activé. La validation de cette nouvelle méthode a été réalisée sur un essai d'indentation Brinell purement numérique dans les deux cas : isotrope et isotrope transverse.

C.5.1. Décomposition en mode de Kelvin

La loi de comportement d'un matériau élastique linéaire, qui établit une relation linéaire réversible entre le tenseur de contrainte σ et le tenseur de déformation ε , en condition isotherme, s'écrit de façon générale sous les deux formes équivalentes suivantes :

$$\sigma = C : \varepsilon, \quad \varepsilon = S : \sigma \quad (\text{III.2})$$

Dans l'équation (III.2), C représente le tenseur de rigidité du solide élastique tandis que S représente le tenseur souplesse élastique. Ce sont des tenseurs du 4^{ème} ordre, possédant la symétrie majeure et mineure ($C_{ijkl} = C_{jilk} = C_{ijlk} = C_{klij}$).

La décomposition en mode de Kelvin consiste à exprimer que pour toute symétrie élastique, il existe des états de sollicitations du matériau tel que l'état de contrainte soit strictement proportionnel à l'état de déformation [45,46].

$$\sigma = \lambda \varepsilon \quad (\text{III.3})$$

Les tenseurs de contraintes et de déformations vérifiant les relations de la forme (III.3) sont appelés états propres de contrainte et états propres de déformation. A chaque état propre de contrainte correspond un module λ , respectivement à chaque état propre de déformation lui correspond un module. Ce module peut être appelé module propre, module de rigidité ou module de Kelvin. L'ensemble des couples état propre/module propre forme l'ensemble des modes de Kelvin d'un solide élastique linéaire.

La représentation de la relation (III.2), de l'espace vectoriel tridimensionnel R^3 vers l'espace vectoriel R^6 des tenseurs du second ordre, permet de préciser le nombre des modules de Kelvin pour tout solide élastique linéaire. En effet dans R^6 , les tenseurs du 4^{ème} ordre C et S sont représentés par des tenseurs du second ordre \hat{c} et \hat{s} , tandis que les tenseurs de contraintes et de déformation dans l'espace tridimensionnel sont maintenant représentés par des vecteurs.

La loi de comportement (III.2) s'écrit alors dans R^6 :

$$\sigma = \hat{c} : \varepsilon, \quad \varepsilon = \hat{s} : \sigma \quad (\text{III.4})$$

La détermination des modules de Kelvin, vérifiant $\sigma = \lambda \varepsilon$, revient à résoudre le problème aux valeurs propres défini sur R^6 par le système $\hat{c} - \lambda \hat{I} = 0$. Au final, six modules de Kelvin λ_i (respectivement $1/\lambda_i$) sont obtenus auxquels correspondent six états propres de déformations ε_i (respectivement six états propres de contraintes σ_i). En normalisant les états propres de

déformations ou les états propres de contraintes, il est possible d'exprimer les tenseurs d'élasticité en termes de modes de Kelvin :

$$\hat{c} = \lambda_1 N_1 \otimes N_1 + \dots + \lambda_6 N_6 \otimes N_6, \hat{s} = \frac{1}{\lambda_1} \cdot N_1 \otimes N_1 + \dots + \frac{1}{\lambda_6} \cdot N_6 \otimes N_6 \quad (\text{III.5})$$

Pour un solide élastique isotrope les modules de Kelvin sont :

$$\lambda_1 = \frac{E}{1-2\nu} \text{ et } \lambda_2 = \lambda_3 = \lambda_4 = \lambda_5 = \lambda_6 = \frac{E}{1+\nu} \quad (\text{III.6})$$

Et les modes orthogonaux de Kelvin N_i s'écrivent (sont identifiés) sous les formes suivantes :

$$\begin{aligned} N_1 &= \frac{1}{\sqrt{3}} (1, 1, 1, 0, 0, 0), N_2 = \frac{1}{\sqrt{6}} (-1, -1, 1, 0, 0, 0), N_3 = \frac{1}{\sqrt{2}} (-1, 1, 0, 0, 0, 0) \\ N_4 &= (0, 0, 0, 1, 0, 0), N_5 = (0, 0, 0, 0, 1, 0), N_6 = (0, 0, 0, 0, 0, 1) \end{aligned} \quad (\text{III.7})$$

Dans le cas d'un solide élastique isotrope transverse [39] de direction z, les modules de Kelvin λ_i s'écrivent :

$$\left\{ \begin{array}{l} \lambda_1 = C_{11} + C_{12} + C_{33} + \frac{\sqrt{(C_{11} + C_{12} - C_{33})^2 + 8 \cdot C_{13}^2}}{2} \\ \lambda_2 = C_{11} + C_{12} + C_{33} - \frac{\sqrt{(C_{11} + C_{12} - C_{33})^2 + 8 \cdot C_{13}^2}}{2} \\ \lambda_3 = \lambda_6 = C_{11} - C_{12} \\ \lambda_4 = \lambda_5 = 2 * C_{44} \end{array} \right. \quad (\text{III.8})$$

Et les modes orthogonaux de Kelvin N_i sont :

$$\begin{aligned} N_1 &= \frac{1}{\sqrt{M_1}} \left(\frac{-A_1}{2}, -\frac{A_1}{2}, 1, 0, 0, 0 \right), N_2 = \frac{1}{\sqrt{M_2}} \left(\frac{1}{A_1}, \frac{1}{A_1}, 1, 0, 0, 0 \right), N_3 = \frac{1}{\sqrt{2}} (-1, 1, 0, 0, 0, 0) \\ N_4 &= (0, 0, 0, 1, 0, 0), N_5 = (0, 0, 0, 0, 1, 0), N_6 = (0, 0, 0, 0, 0, 1) \end{aligned} \quad (\text{III.9})$$

Avec $A_1 = -\frac{C_{11} + C_{12} - C_{33} + \sqrt{(C_{11} + C_{12} - C_{33})^2 + 8 \cdot C_{13}^2}}{2 C_{13}}$ Et M_1 (resp. M_2) les normes de N_1 (resp. N_2)

C.5.2. Identification des propriétés

C.5.2.1. Recalage inverse par éléments finis (FEMU)

Une nouvelle méthode est proposée permettant d'identifier chacun des paramètres élastiques dans une classe donnée, avec seulement un seul essai. L'idée consiste à identifier les modules de Kelvin λ_i sur chacun des modes via la méthode FEMU. Ainsi, il conviendra à minimiser sur chacun des modes une fonction coût

$$J^i(\lambda_i) = \|\varepsilon_{exp}^i - \varepsilon_{num}^i\|^2 \quad (III.10)$$

où i est l'indice correspond au mode de Kelvin actif.

La fig III.24 montre les étapes clés de la méthode. Les données d'entrée sont des champs de déformations par mode. La méthode sera validée au travers d'un essai multiaxial d'indentation Brinell de référence purement numérique avec des propriétés mécaniques connues que l'on va essayer de retrouver. Les résultats de cette simulation de référence serviront comme point d'entrée au recalage inverse et se substitueront aux données expérimentales afin de valider la méthode.

La différence entre cette méthode et la méthode classique est que la boucle consiste à minimiser des fonctions $J^i(\lambda_i) = \|\varepsilon_{exp}^i - \varepsilon_{num}^i\|^2$ (i indice correspond au mode de Kelvin actif) et non pas une seule fonction $\|\varepsilon_{exp} - \varepsilon_{num}\|^2$. L'idée est de comparer pour chaque mode de Kelvin i les champs de déformations (expérimental et numérique) afin de minimiser la fonction moindres carrés où l'algorithme d'optimisation à chaque itération est celui proposé par Levenberg-Marquardt [38]. Cette simulation en éléments finis est réalisée avec le logiciel ABAQUS [47]. Enfin, les résultats en sortie correspondent aux modules de Kelvin λ_i . En effet chaque fonction de minimisation permet de déduire le module de Kelvin λ_i qui correspond au mode i actif, et à partir des λ_i et des équations (III.8), on peut déduire toutes les inconnues du problème (les modules élastiques et les coefficients de Poisson).

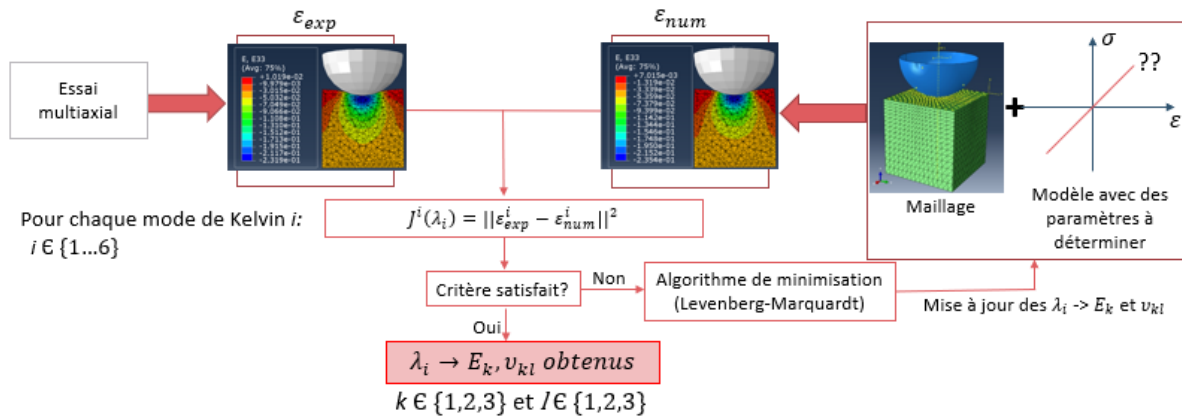


Fig.III.24 : Méthode de recalage inverse des éléments finis appliquée à la décomposition en modes de Kelvin

Cette méthode permet de découpler les calculs en utilisant la particularité de la décomposition en modes de Kelvin (les modes sont toujours orthogonaux et orthonormés). Ainsi, grâce à cette méthode, il est possible d'avoir autant de fonctions coûts à minimiser que de paramètres à identifier, ce qui conduit à une résolution complète du problème.

L'objectif de cette modélisation (décomposition en mode de Kelvin) est d'utiliser la nouvelle identification inverse pour déterminer ces propriétés mécaniques dans le cas isotrope et isotrope transverse.

C.5.2.2. Validation de la méthode pour un cas homogène purement numérique

C.5.2.2.1. Cas isotrope

Une simulation numérique d'un essai multiaxial d'indentation Brinell est réalisée sur un cube de dimensions (5mm*5mm*5mm), indenté avec un indenteur sphérique Brinell de diamètre 5 mm (Fig. III.25), en respectant les conditions aux limites de l'essai d'indentation (appui plan sur la face inférieure et encastrement d'un nœud central).

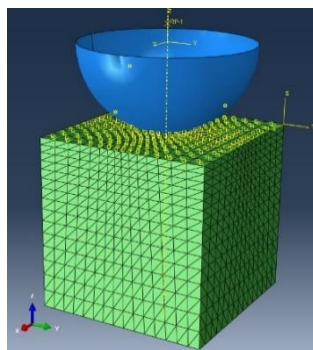


Fig.III.25 : Modélisation de l'essai Brinell

Pour les propriétés du matériau, le module d'Young référence $E_{ref}=7500$ MPa et le coefficient de Poisson $\nu_{ref}=0,2$ sont choisis ce qui donne les modules de Kelvin $\lambda_{1.ref}=12500$ MPa et $\lambda_{2.ref}=\lambda_{3.ref}=\lambda_{4.ref}=\lambda_{5.ref}=\lambda_{6.ref}=6250$ MPa.

Le modèle est composé d'une demi-sphère rigide, en contact avec un cube maillé (10000 éléments). Un déplacement de la demi-sphère d'intensité $U_z = -0.5$ mm est appliqué sur l'indenteur. Le calcul EF de référence, avec les propriétés énumérées ci-dessus, permet d'avoir une idée sur les modes actifs, ainsi que les déformés par mode (Fig.III.26). A partir de ce résultat, on peut remarquer l'activation des six modes de Kelvin. En effet le mode 1 correspond au mode hydrostatique et les autres modes à des modes déviatoriques.

Pour le cas d'un comportement isotrope, on va se focaliser sur les deux premiers modes : le mode 1 et le mode 2. La minimisation de la première fonction de coût $J^1(\lambda_1)$ s'appuie sur une seule comparaison, celle entre la déformée du mode 1 de référence et le mode 1 du calcul EF. Cette première minimisation donne la valeur de λ_1 . La même démarche est adoptée et en utilisant la déformée du mode 2 et la deuxième fonction de coût $J^2(\lambda_2)$ on obtient la valeur de λ_2 .

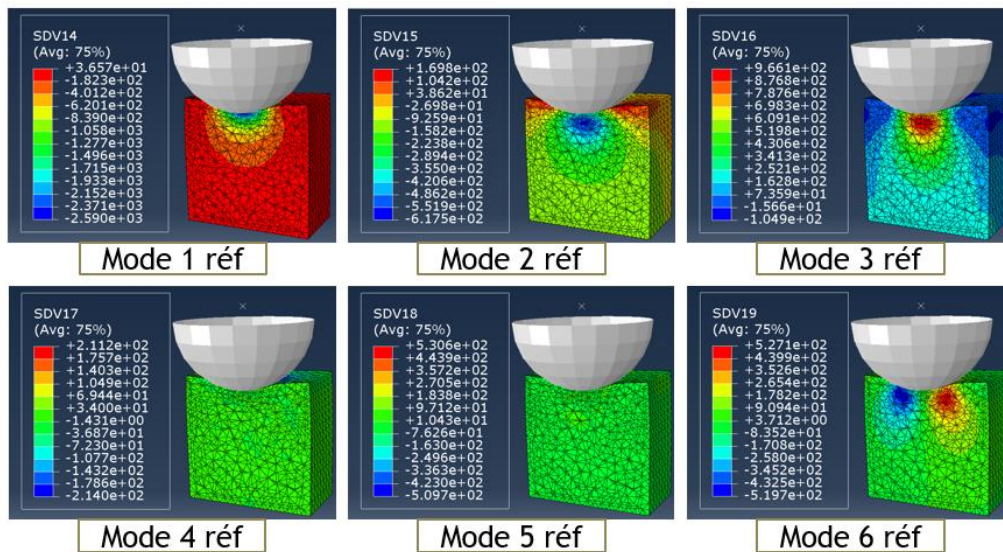


Fig.III.26 : Matériau homogène comportement isotrope : Déformées des six modes de Kelvin

La Fig.III.27 représente l'évolution de la valeur propre λ_1 (resp λ_2), issue de la minimisation de la fonction de coût $J^1(\lambda_1)$ (resp. $J^2(\lambda_2)$) en fonction des calculs. Il en ressort que la valeur de λ_1 (resp. λ_2), converge vers la valeur de référence $\lambda_{1.ref}=12500$ MPa (resp. $\lambda_{2.ref}=6250$ MPa). Les fonctions J^1 et J^2 donnent les valeurs $\lambda_{1.FEMU}=13126$ MPa et $\lambda_{2.FEMU}=6213$ MPa.

En combinant ces deux valeurs $E_{FEMU} = 7536$ MPa et $\nu_{FEMU} = 0,2129$ peuvent être définis. Un module d'élasticité et un coefficient de Poisson très proches des valeurs de référence sont calculés ($E_{ref} = 7500$ MPa et $\nu_{ref} = 0,2$). Cette nouvelle méthode est validée pour le cas isotrope.

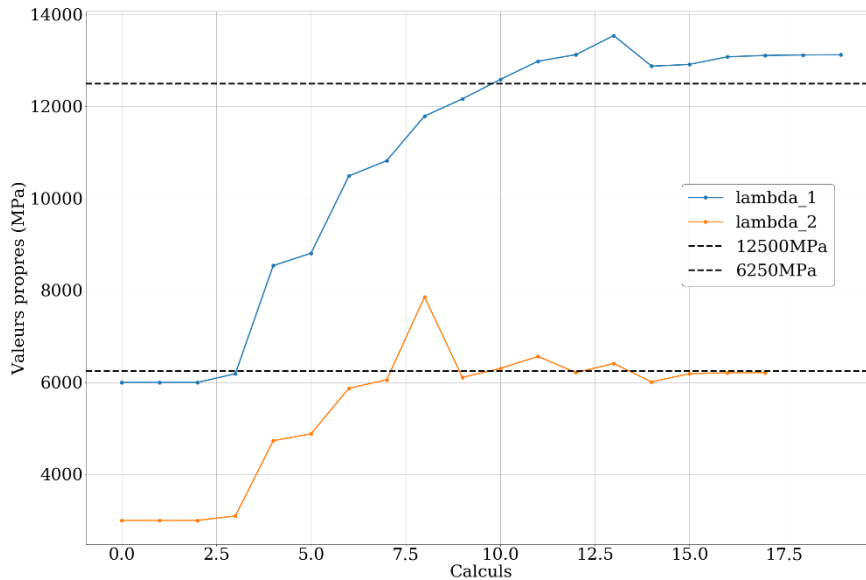


Fig.III.27 : Matériau homogène comportement isotrope : Evolution des deux valeurs propres λ_1 et λ_2 en fonction des calculs

La Fig.III.28 compare les déformées pour les modes 1 et 2 du cas de référence avec les déformées obtenues après l'identification inverse FEMU. On obtient une similitude de 5% pour les déformées ce qui valide les λ_i obtenus et la nouvelle méthode d'identification.

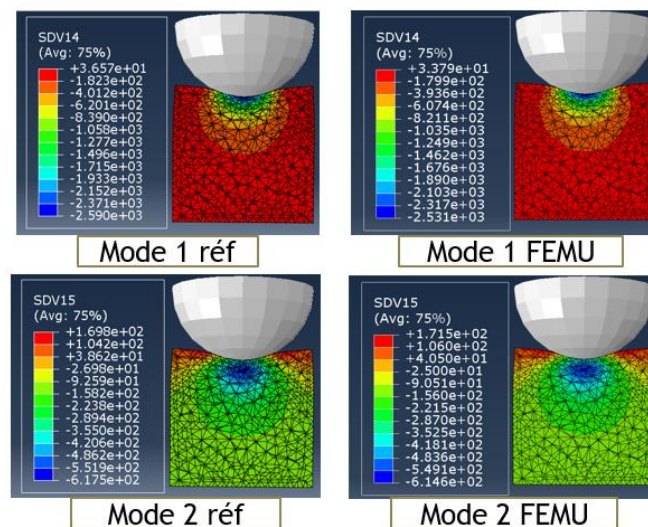


Fig.III.28 : Matériau homogène comportement isotrope : Comparaison des déformées des modes 1 et 2 de référence et celles obtenues par identification inverse

Le tableau III.1 présente les erreurs relatives pour les deux valeurs propres λ_1 et λ_2 , le module d'Young E et le coefficient de Poisson ν . Il en ressort que la méthode proposée est validée compte tenu que pour tous les paramètres déterminés, les erreurs relatives inférieures sont inférieures 6,5%.

| | Valeur de référence | Valeur calculée FEMU | Erreur relative % |
|-------------------|---------------------|----------------------|-------------------|
| λ_1 (MPa) | 12500 | 13126 | 5,01 |
| λ_2 (MPa) | 6250 | 6213 | 5,92 |
| E (MPa) | 7500 | 7536 | 4,80 |
| ν | 0,2 | 0,2129 | 6,45 |

Tableau III.1 : Matériau homogène comportement isotrope : erreurs relatives des valeurs propres et propriétés mécaniques

Avec cette nouvelle méthode de couplage (identification inverse et décomposition en mode de Kelvin), la minimisation des fonctions de coût se fait par mode, ce qui facilite la résolution du problème car il y aura autant de fonction coût à minimiser que de paramètres à identifier.

C.5.2.2.2 Cas isotrope transverse

La validation de la méthode pour le cas isotrope transverse se base sur ce qui a été développé et validé au paragraphe précédent. La différence se situe au niveau des propriétés mécaniques du matériau qui doivent prendre en compte l'isotropie transverse, ainsi :

- La direction normale a un module d'Young $E_{3ref} = 22500$ MPa
- Les deux directions transverses sont définies par : $E_{1ref} = E_{2ref} = 7500$ MPa
- Les coefficients de Poisson sont supposés tous égaux :

$$\nu_{12ref} = \nu_{21ref} = \nu_{31ref} = \nu_{32ref} = 0,2$$
- Les modules de cisaillement ont les valeurs suivantes : $G_{13ref} = G_{23ref} = 10227$ MPa

En incluant ces différentes valeurs dans le modèle, les modules de Kelvin calculés sont de la forme :

$$\lambda_{1.ref} = 24807,09 \text{ MPa} \quad \lambda_{2.ref} = 9165,03 \text{ MPa} \quad \lambda_{3.ref} = \lambda_{6.ref} = 6250 \text{ MPa}$$

Et $\lambda_{4.ref} = \lambda_{5.ref} = 20454$ MPa.

Le calcul EF de référence avec ces propriétés, et un déplacement $U_z = -0.5\text{mm}$ permet d'avoir d'identifier les modes actifs, ainsi que les déformées par mode. Le mode 1 est le cas hydrostatique et les cinq autres modes sont déviatoriques. Sur la Fig.III.29, pour tous les modes de déformations le plan de coupe (X-Z) est pris en compte. On peut remarquer que les modes 1, 2, 3 et 6 sont actifs dans ce plan de coupe, alors que les modes 4 et 5 sont actifs dans les coupes (X-Y) et (Y-Z).

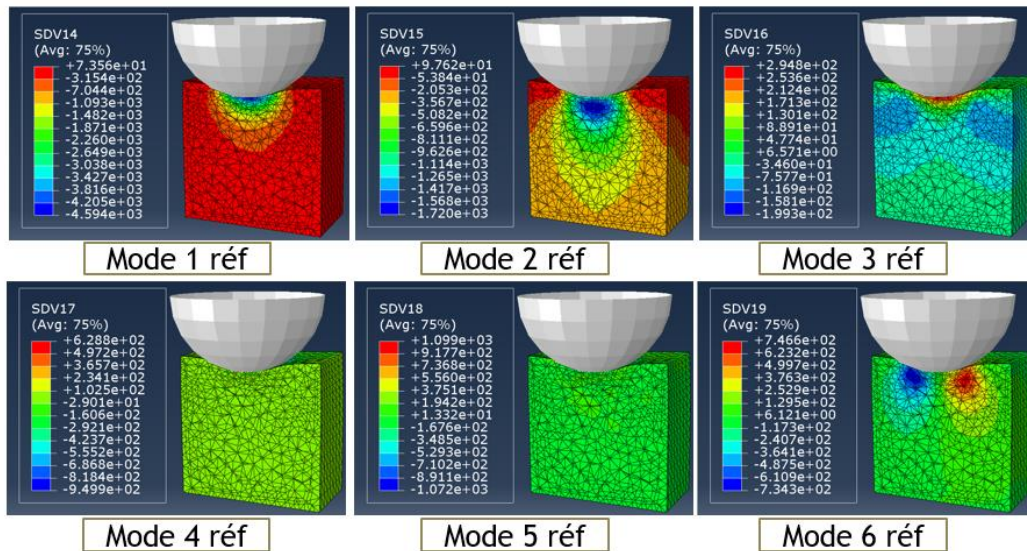


Fig.III.29 : Matériau homogène comportement isotrope-transverse : Déformées des six modes de Kelvin de référence

Pour le cas isotrope transverse, on se focalise sur les quatre premiers modes, c'est-à-dire le mode 1 hydrostatique et les trois modes déviatoriques 2, 3 et 4 (car $\lambda_3 = \lambda_6$ et $\lambda_4 = \lambda_5$) pour minimiser les fonctions de coût. La minimisation de chaque fonction de coût $J^i(\lambda_i)$ s'appuie sur une seule comparaison, qui se réalise entre la déformée du mode i de référence et le mode i du calcul EF. La première minimisation par exemple donne la valeur de λ_1 . Avec la même démarche et en utilisant les déformées des mode 2, 3 et 4 la valeur de λ_2 , λ_3 et λ_4 sont obtenues.

La Fig.III.30 représente l'évolution des valeurs propres λ_1 , λ_2 , λ_3 et λ_4 issues de la minimisation des fonctions de coût $J^1(\lambda_1)$, $J^2(\lambda_2)$, $J^3(\lambda_3)$ et $J^4(\lambda_4)$ en fonction des calculs. On peut remarquer que la valeur de λ_1 (resp. λ_2 , λ_3 et λ_4) converge vers la valeur de référence $\lambda_{1.ref} = 24807,09$ MPa (resp. $\lambda_{2.ref} = 9165,03$ MPa, $\lambda_{3.ref} = 6250$ MPa et $\lambda_{4.ref} = 20454$ MPa). Les fonctions J^1 , J^2 , J^3 et J^4 nous donnent les valeurs $\lambda_{1.FEMU} = 25552,4$ MPa, $\lambda_{2.FEMU} = 8956,44$ MPa, $\lambda_{3.FEMU} = 6179,99$ MPa et $\lambda_{4.FEMU} = 20464,71$ MPa. En combinant ces quatre valeurs et en utilisant les quatre équations provenant de l'Éq.III.8 on obtient

$E_{1,FEMU} = E_{2,FEMU} = 7579,1$ MPa, $E_{3,FEMU} = 22545,77$ MPa, $\nu_{12,FEMU} = \nu_{31,FEMU} = 0,1953$ et $G_{23,FEMU} = G_{13,FEMU} = 10232,36$ MPa . Ces modules et ces coefficients sont très proches des valeurs de référence. Ce qui conduit à la validation de la nouvelle méthode pour le cas isotrope transverse.

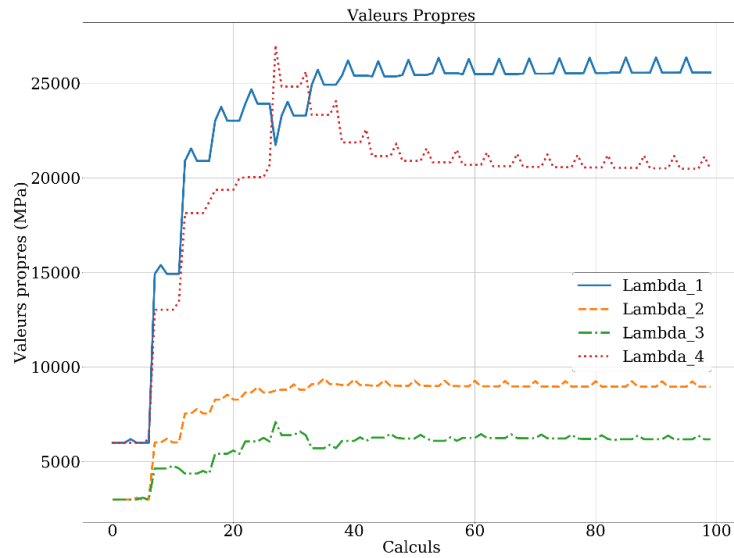


Fig.III.30 : Matériau homogène comportement isotrope-transverse : Evolution des quatre valeurs propres $\lambda_1, \lambda_2, \lambda_3$ et λ_4 en fonction des calculs

La Fig.III.31 compare les déformées par mode (Mode 1, 2, 3 et 4) du cas de référence avec les déformées obtenues après l'identification inverse FEMU. On obtient quasiment les mêmes déformées et les mêmes valeurs dans les deux cas. Cela valide les λ_i obtenus et la nouvelle méthode d'identification.

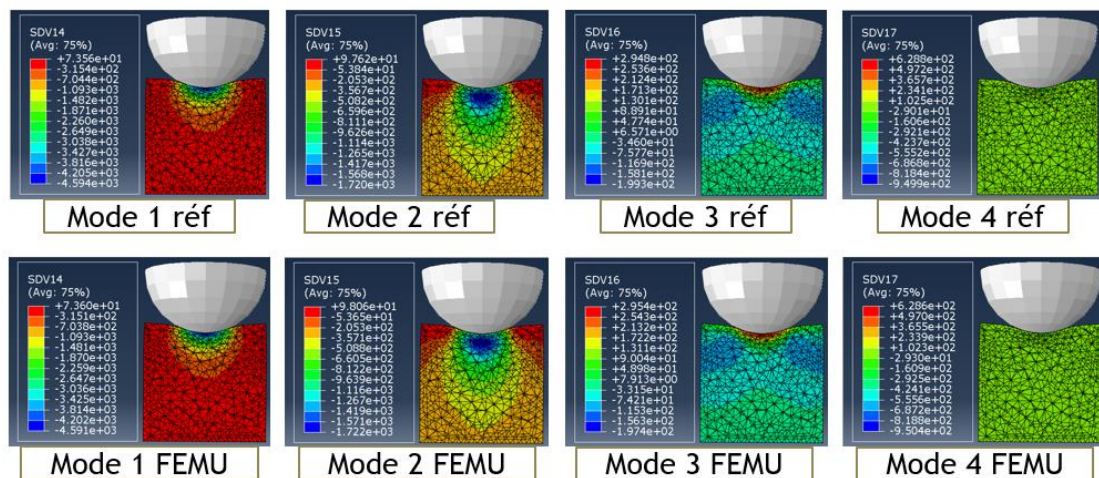


Fig.III.31 : Matériau homogène comportement isotrope-transverse : comparaison des déformées des modes 1, 2, 3 et 4 de référence et celles obtenues par identification inverse

Le tableau III.2 présente les erreurs relatives pour les quatre valeurs propres ($\lambda_1, \lambda_2, \lambda_3$ et λ_4), les deux : modules d'Young (E_1, E_3 , coefficient de Poisson $\nu_{12} = \nu_{31}$ et du module de cisaillement $G_{13} = G_{12}$). L'erreur relative maximal est de 3% pour la valeur propre de λ_1 . Ce faible pourcentage d'erreur relative, sur toutes les valeurs calculées, permet de valider la nouvelle méthode pour le cas des matériaux homogènes avec comportement isotropes transverses.

| | Valeur de référence | Valeur calculée FEMU | Erreur relative % |
|-----------------------|---------------------|----------------------|-------------------|
| λ_1 (MPa) | 24807,09 | 25552,4 | 3,01 |
| λ_2 (MPa) | 9165,03 | 8956,44 | 2,29 |
| λ_3 (MPa) | 6250 | 6179,99 | 1,12 |
| λ_4 (MPa) | 20454 | 20464,71 | 0,05 |
| E_1 (MPa) | 7500 | 7579,11 | 1,05 |
| E_3 (MPa) | 22500 | 22545,77 | 0,203 |
| $\nu_{12} = \nu_{31}$ | 0,2 | 0,1953 | 2,35 |
| $G_{13} = G_{23}$ | 10227 | 10232,36 | 0,06 |

Tableau III.2 : Matériau homogène comportement isotrope-transverse : les erreurs relatives pour les λ_i, E_i, ν_{ij} et G_{ij}

Afin de valider tous les cas de comportement du matériau étudié avec cette méthode de calcul, une étude sur le cas des matériaux hétérogènes est entreprise.

C.5.2.3 Validation de la méthode pour un cas hétérogène purement numérique :

Afin de valider la nouvelle méthode de l'identification inverse FEMU pour le cas hétérogène, un modèle réduit de 1mmx1mmx1mm, basé sur la microstructure biphasée utilisée dans §B.4.2. Ce modèle est composé de 68000 éléments avec un maillage tétraédrique et un indenteur sphérique de type Brinell, avec un diamètre de 0,5 mm. Les conditions aux limites sont les mêmes que pour le cas homogène (appui plan sur la face inférieure avec un encastrement d'un nœud central). L'indenteur est piloté en déplacement, avec $U_z = -0,025$ mm. Ces valeurs sont proportionnelles par rapport au cube expérimental de 20mmx20mmx20mm avec un indenteur sphérique de 10mm de diamètre.

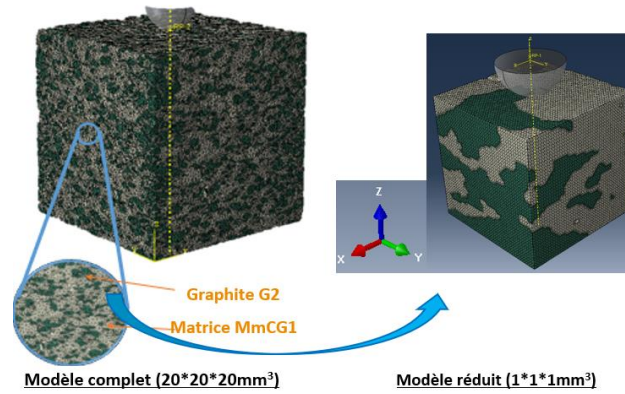


Fig.III.32 : Modèles hétérogènes du matériau biphasé : a- complet, b- réduit

Le choix d'un modèle réduit a pour but de gagner du temps lors de l'identification. En effet, à cette partie de l'étude, le but principal est de pouvoir vérifier la compatibilité de la nouvelle méthode d'identification inverse FEMU sur un matériau hétérogène, sans que cela ne soit très onéreux. Toutefois les proportions du graphite G2 et de la matrice ont été respectées pour se rapprocher au maximum du modèle complet. Ce modèle réduit biphasé sera nommé par la suite MmCG1+G2.

Le graphite G2 est considéré comme ayant un comportement isotrope, alors que la matrice a un comportement isotrope transverse. Ces hypothèses sont basées sur les résultats du chapitre B, qui montrent que la matrice MmCG1 a un comportement isotrope transverse tandis que le graphite G2 est connu pour être isotrope. Le tableau III.3 regroupe les valeurs de référence des propriétés mécaniques : modules d'Young et coefficients de Poisson, ainsi que les modes propres.

| Composants | Graphite (G2) | Matrice (MmCG1) |
|-----------------|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| Modules | $E_{n, \text{ref}} = 2500 \text{ MPa}$ $\nu_{\text{ref}} = 0,1$ | $E_{n, \text{ref}} = 30000 \text{ MPa}$ $E_{t, \text{ref}} = 15000 \text{ MPa}$ $\nu_{\text{ref}} = 0,3$ $G_{\text{tn}} = 13043 \text{ MPa}$ |
| Valeurs propres | $\lambda_{1, \text{ref}} = 3125 \text{ MPa}$ $\lambda_{2, \text{ref}} = \lambda_{3, \text{ref}} = \dots = \lambda_{6, \text{ref}} = 2272 \text{ MPa}$ | $\lambda_{1, \text{ref}} = 41042 \text{ MPa}$ $\lambda_{2, \text{ref}} = 17974 \text{ MPa}$ $\lambda_{3, \text{ref}} = \lambda_{6, \text{ref}} = 11538 \text{ MPa}$ $\lambda_{4, \text{ref}} = \lambda_{5, \text{ref}} = 26086 \text{ MPa}$ |

Tableau III.3 : Propriétés mécaniques dans le cas hétérogène pour les deux phases : G2 isotrope et MmCG1 isotrope transverse

La Fig.III.33, représente l'évolution des valeurs propres pour le graphite 2, qui est considéré comme isotrope, c'est pour cela qu'il n'a besoin d'être défini que par deux valeurs propres. En allant sur des valeurs initiales arbitraires, ici le choix de 10000 MPa, les deux valeurs propres $\lambda_{1, G2}$ et $\lambda_{2, G2}$ diminuent progressivement, pour converger vers les valeurs 3111 MPa et 2260 MPa respectivement. Ces valeurs trouvées par identification inverse FEMU sont très proches de celles de référence $\lambda_{1, ref} = 3125$ MPa et $\lambda_{2, ref} = 2272$ MPa.

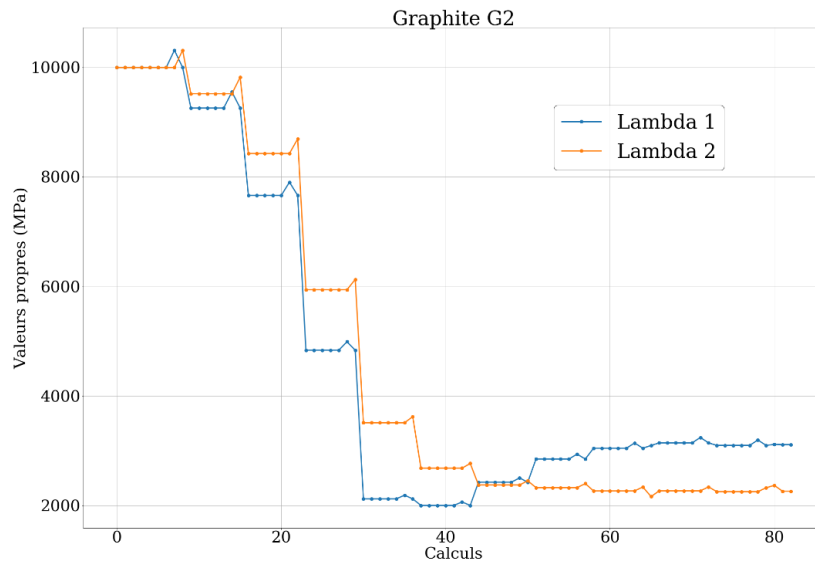


Fig.III.33 : Matériau hétérogène MmCG1+G2 : Evolution des valeurs propres pour le graphite G2 isotrope en fonction des calculs

De même pour la matrice MmCG1, il faut déterminer quatre valeurs propres, car la matrice est considérée comme isotrope transverse. Le calcul de valeurs propres par identification inverse FEMU, à partir de valeurs initiales aléatoires (10000 MPa) convergent vers des valeurs proches des références (Tableau III.3), comme indiqué sur la Fig III.34.

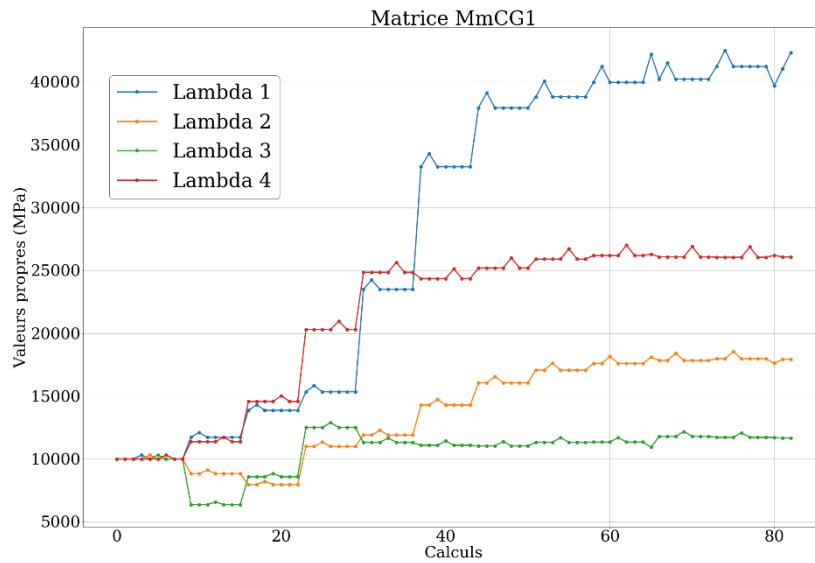


Fig.III.34 : Matériau hétérogène MmCG1+G2 : Evolution des valeurs propres pour la matrice MmCG1 isotrope transverse en fonction du temps de calculs

Les Fig.III.35.a et b, comparent les déformées par modes (Mode 1, 2, 3, 4, 5 et 6) pour le cas de référence avec celles obtenues par identification inverse FEMU. Les déformées par mode ainsi que les valeurs de déformation obtenues par FEMU sont très proches de celles de référence, pour les six modes. Ce qui valide les valeurs des λ_i pour les deux phases du matériau.

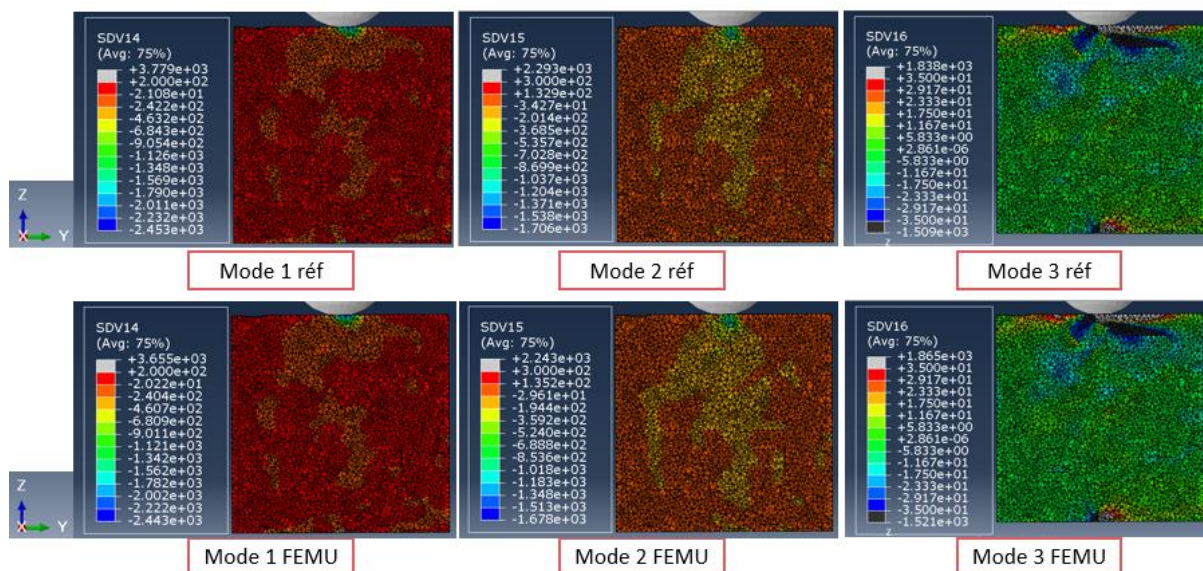


Fig.III.35. a- : Matériau hétérogène MmCG1+G2 avec deux phases G2 isotrope et MmCG1 isotrope transverse: comparaison des déformées des modes 1, 2 et 3 de référence et celles obtenues par identification inverse

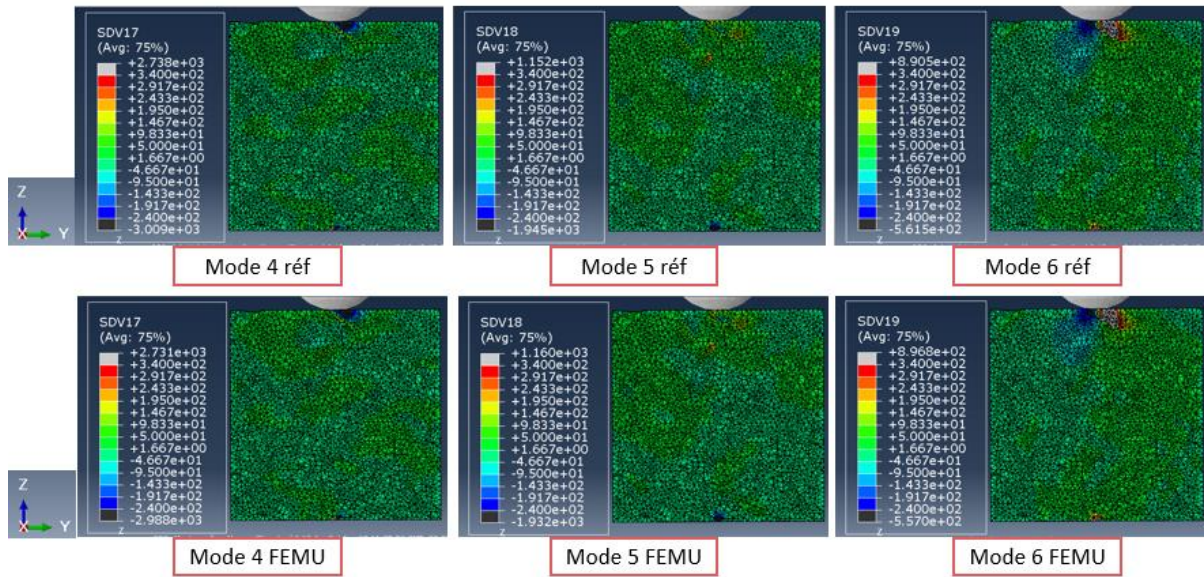


Fig.III.35.b- : Matériau hétérogène MmCG1+G2 avec deux phases G2 isotrope et MmCG1 isotrope transverse : Comparaison des déformées des modes 4, 5 et 6 de référence et celles obtenues par identification inverse

Ces valeurs de λ_i obtenues sont utilisées pour calculer les modules d'Young et les coefficients de Poisson. Le tableau III.4 regroupe l'ensemble des valeurs propres obtenues par identification inverse FEMU ainsi que les paramètres d'élasticité (E et ν) calculés à partir des λ_i , comparées aux valeurs de références.

| | Composant | Paramètres | Valeur de référence | Valeur convergée FEMU | Erreur relative |
|---------------------------------------------|---------------|---------------------------|---------------------|-----------------------|-----------------|
| Matériau hétérogène réduit biphasé MmCG1+G2 | Graphite G2 | $\lambda_{1,G2}$ (MPa) | 3125 | 3111 | 0,45 |
| | | $\lambda_{2,G2}$ (MPa) | 2272 | 2260 | 0,53 |
| | | E_{G2} (MPa) | 2500 | 2487 | 0,52 |
| | | ν_{G2} | 0,1 | 0,101 | 0,001 |
| | Matrice MmCG1 | $\lambda_{1,M}$ (MPa) | 41041 | 41035 | 0,015 |
| | | $\lambda_{2,M}$ (MPa) | 17974 | 17936 | 0,21 |
| | | $\lambda_{3,M}$ (MPa) | 11538 | 11669 | 1,14 |
| | | $\lambda_{4,M}$ (MPa) | 26087 | 26071 | 0,06 |
| | | $E_{1,M} = E_{2,M}$ (MPa) | 15000 | 14924 | 0,51 |
| | | $E_{3,M}$ (MPa) | 30000 | 29956 | 0,15 |
| | | $\nu_{12,M} = \nu_{31,M}$ | 0,3 | 0,302 | 0,67 |
| | | $G_{13,M} = G_{23,M}$ | 13043 | 13035.5 | 0,06 |

Tableau III.4 : Matériau hétérogène MmCG1+G2 avec deux phases G2 isotrope et MmCG1 isotrope

transverse : Erreurs relatives pour les λ_i , E_i , ν_{ij} et $G_{m,M}$

La comparaison entre les valeurs de références et celles obtenues par identification inverse FEMU montre des erreurs relatives faibles (inférieures à 1,14 %) pour l'ensemble des valeurs. Ainsi, l'identification inverse FEMU par décomposition en mode Kelvin est donc validée pour le cas des matériaux hétérogènes présentant un comportement hétérogène.

Conclusion intermédiaire :

L'étude réalisée vise à exploiter au maximum un essai multiaxial tel que l'essai d'indentation. Les propriétés mécaniques ont été prédites dans le cas d'un comportement pouvant présenter une isotropie transverse que ce soit en milieux homogène ou hétérogène. L'approche développée est une formulation qui s'appuie sur le couplage entre la décomposition en mode de Kelvin et l'identification paramétrique par recalage éléments finis (FEMU). En effet, Cette nouvelle méthode permet de découpler les calculs en utilisant la particularité de la décomposition en modes de Kelvin (les modes sont toujours orthogonaux et orthonormés). Via cette méthode, il est possible d'avoir autant de fonctions coûts à minimiser que de paramètres à identifier, ce qui conduit à une bonne résolution du problème et avec un minimum de calcul. Une première étude avec un modèle de référence numérique a permis de valider cette nouvelle méthode pour le cas isotrope et isotrope transverse pour un matériau homogène ou hétérogène. Cette nouvelle méthode, validée, sera appliquée dans le cadre d'un couplage numérique-expérience avec l'essai multiaxial d'indentation sous micro-tomographe équipé de la corrélation d'image 3D.

C.6. Application de la méthode d'identification inverse FEMU sur un essai d'indentation d'un matériau hétérogène, MmCG1+G2, sous micro-tomographe :

Dans cette partie, nous allons exploiter les résultats obtenus de l'essai d'indentation sous micro-tomographe sur le matériau fritté MmCG1G2 comme détaillé dans le paragraphe C.2. Ces résultats obtenus seront utilisés comme données d'entrée pour la nouvelle méthode d'identification inverse FEMU couplée avec la décomposition en mode de Kelvin, dans le but de déterminer les propriétés mécaniques de chaque phase du matériau de friction biphasé MmCG1+G2 (Phase 1 : matrice MmCG1 et Phase 2 : Graphite G2). Les données utilisées sont celles issues de la dernière décharge à savoir pour le niveau de 1450 N, c'est-à-dire entre 1450N et 10N.

Comme dans le paragraphe C.5.2.3, le graphite G2 sera considéré comme isotrope et la matrice MmCG1 comme isotrope transverse. La Fig.III.36, représente l'évolution des deux valeurs propres pour le graphite G2.

Les valeurs initiales sont choisies de manière arbitraire à 3000 MPa. La Fig.III.36 montre que les valeurs fluctuent, pour finir par se stabiliser aux alentours de 2926 MPa pour λ_1 et 2196 MPa pour λ_2 . Ces deux valeurs permettent d'identifier le module d'Young et le coefficient de Poisson du graphite G2, à savoir : $E_{G2} = 2396$ MPa et $\nu_{G2} = 0,091$.

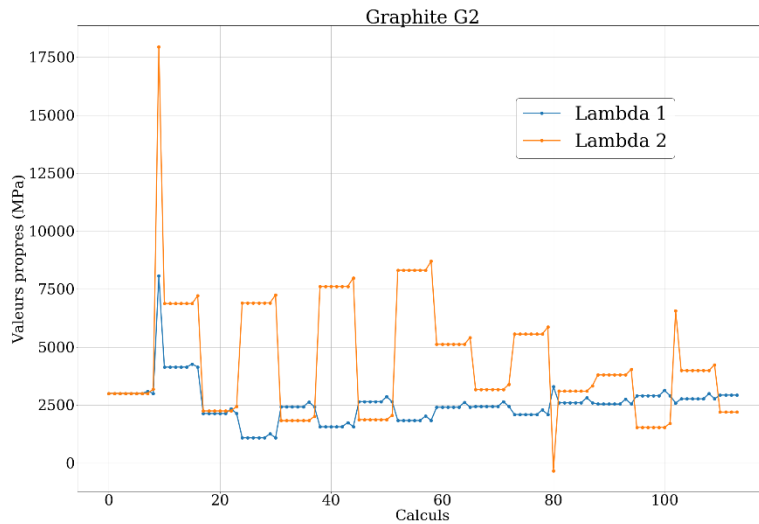


Fig.III.36 : Evolution des deux valeurs propres pour le graphite G2 isotrope

De même pour la matrice MmCG1, considérée comme isotrope transverse, l'évolution des quatre valeurs propres de la matrice à partir de valeurs initiales aléatoirement choisies (Fig.III.37), montre des convergences vers des valeurs de $\lambda_1 = 52849$ MPa, $\lambda_2 = 11823$ MPa, $\lambda_3 = \lambda_6 = 22462$ MPa, et $\lambda_4 = \lambda_5 = 9167$ MPa.

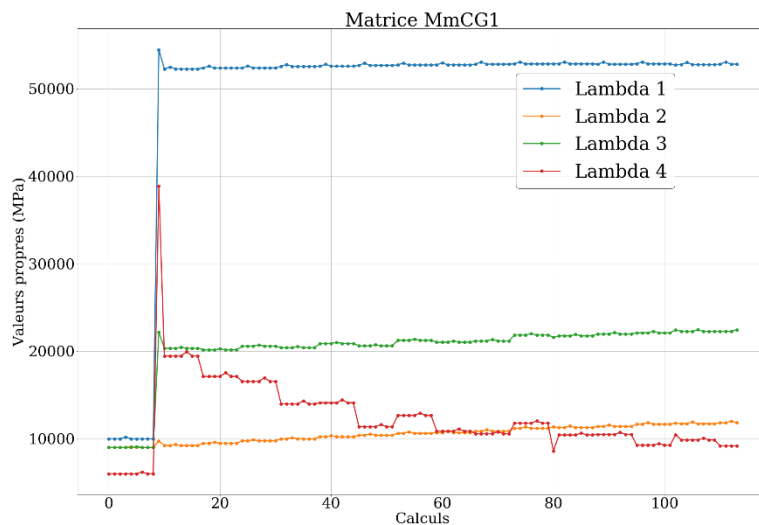


Fig.III.37 : Evolution des quatre valeurs propres pour la matrice MmCG1 isotrope transverse

En utilisant ces valeurs propres, les modules d'élasticité normal et transverses ainsi que les deux coefficients de Poisson et le module de cisaillement, ont été calculés. Le tableau III.5 regroupe l'ensemble des résultats trouvés, en termes de valeurs propres, modules d'élasticité et coefficients de Poisson, pour les deux phases du matériau MmCG1+G2.

| | Composant | Paramètres | Valeur initiales | Valeur convergée FEMU |
|---------------------------------------------|---------------|---------------------------|------------------|-----------------------|
| Matériau hétérogène réduit biphasé MmCG1+G2 | Graphite G2 | $\lambda_{1,G2}$ (MPa) | 3000 | 2929 |
| | | $\lambda_{2,G2}$ (MPa) | 3000 | 2196 |
| | | E_{G2} (MPa) | – | 2396 |
| | | ν_{G2} | – | 0,091 |
| | Matrice MmCG1 | $\lambda_{1,M}$ (MPa) | 10000 | 52849 |
| | | $\lambda_{2,M}$ (MPa) | 9000 | 11823 |
| | | $\lambda_{3,M}$ (MPa) | 9000 | 22462 |
| | | $\lambda_{4,M}$ (MPa) | 6000 | 9167 |
| | | $E_{1,M} = E_{2,M}$ (MPa) | – | 28527 |
| | | $E_{3,M}$ (MPa) | – | 12835 |
| | | $\nu_{12,M} = \nu_{31,M}$ | – | 0,23 |
| | | $G_{13,M} = G_{23,M}$ | – | 11231 |

Tableau III.5 : Propriétés mécaniques pour le cas hétérogène des deux phases du matériau de friction MmCG1+G2, G2 isotrope et MmCG1 isotrope transverse, obtenues par indentation inverse FEMU

Les résultats obtenus par identification inverse FEMU sont en concordance avec les résultats bibliographiques d'une compression uni axiale sous micro-tomographe, proposés par Serrano [16], qui a considéré les deux phases du matériau comme isotrope, ce qui a permis de trouver des modules d'Young de $E_{G2} = 2500$ MPa et $E_{3,M} = 10000$ MPa, qui sont proches de ceux trouvés dans cette étude à savoir : $E_{G2} = 2396$ MPa et $E_{3,M} = 12835$ MPa . Cependant, cette étude a été faite avec un essai multiaxial, à savoir une indentation sous micro-tomographe, ce qui permet de l'étendre sur un cas plus général, en considérant la matrice MmCG1 comme isotrope transverse, donnant ainsi plus de précision et des résultats plus réalistes, puisqu'en effet, lors du freinage, le matériau de friction subit des sollicitations multiaxiales composées de pression et de cisaillement dû au couple de freinage.

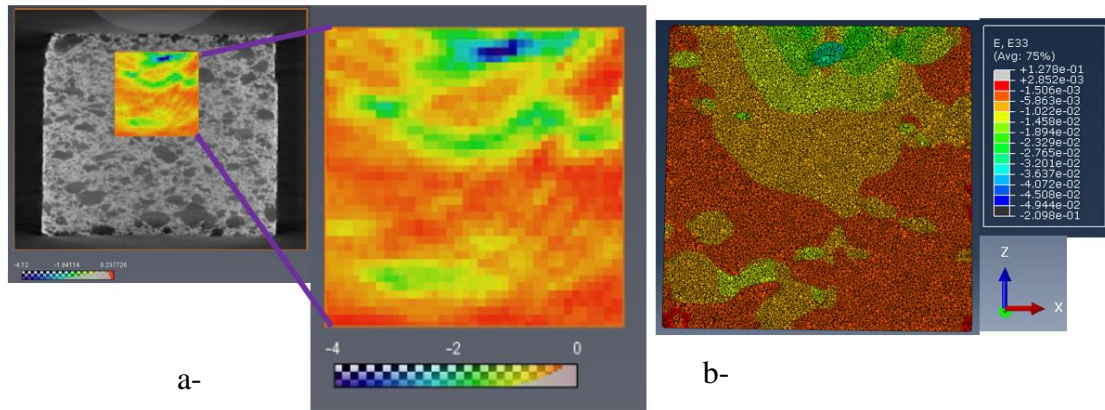


Fig.III.38 : Comparaison des déformations suivant la direction d'indentation ε_{zz} obtenues :
a- en expérimental, b- en simulation numérique

La Fig.III.38.a représente les résultats de déformations obtenus par corrélation d'image DVC entre une image de référence à 10 N et une image déformée à 1450 N. La Fig III.38.b, reflète les résultats de déformations obtenus numériquement par simulation en éléments finis. La comparaison entre ces résultats à même échelle, montre un comportement proche, avec des bandes de déformation similaires, situées principalement autour des positions des graphites.

C.7. Conclusion

Dans ce chapitre, un nouveau dispositif a été conçu et mis en place pour permettre l'indentation sous micro-tomographe. Une étude sur la bille qui sert d'indenteur a été réalisée, et a confirmé son adaptation à ce type d'essai en termes de charges maximales supportée et de contraste avec le matériau de friction.

Suite à cela, l'essai multiaxial a été réalisé, parallèlement une microstructure a été extraite des images tomographiques obtenues. Une corrélation d'image volumique a été faite et les investigations ont montré que les déformations correspondent aux positions de particules de graphite, avec des effets de « chaînes » ce qui est en concordance avec les résultats de compression uni axiale sous micro-tomographe.

A partir de la microstructure, un modèle numérique biphasé a été élaboré d'un volume extrait en sous surface de l'indenteur, avec des conditions aux limites réalistes, extraites des résultats de déplacements de la corrélation d'images sur toutes les faces extérieures du volume considéré.

Un nouveau protocole d'identification inverse FEMU, basé sur les modes de Kelvin, a été développé, pour permettre d'avoir autant de fonctions à minimiser que de paramètres à identifier. Après avoir validé cette nouvelle méthode sur un modèle numérique, que ce soit pour un matériau homogène ou hétérogène, isotrope ou isotrope transverse, cette dernière a été appliquée au modèle biphasé issu de la tomographie. Ceci a permis de : calculer les modules de Kelvin pour les deux phases : G2 isotrope et MmCG1 isotrope transverse, déduire les propriétés élastiques (modules d'Young et coefficients de Poisson), et de mieux caractériser le matériau de friction sous sollicitation multiaxiale. Une comparaison des déformations expérimentales issues de la DVC et numériques a permis de valider le modèle.

Références :

- [1] P. Hicher, H. Wahyudi, D. Tessier. Microstructural analysis of strain localisation in clay. *Comput. Geotech.* 1994, 16, 205–222
- [2] C. Tang, A.M. Tang, Y.J. Cui, P. Delage, C. Schroeder, B. Shi. A study of the hydro-mechanical behaviour of compacted crushed argillite. *Eng. Geol.* 2011, 118, 93–103.
- [3] B. Laurich, J.L. Urai, G. Desbois, C. Vollmer, C. Nussbaum. Microstructural evolution of an incipient fault zone in Opalinus Clay: Insights from an optical and electron microscopic study of ion-beam polished samples from the Main Fault in the Mt-Terri Underground Research Laboratory. *J. Struct. Geol.* 2014, 67, 107–128.
- [4] J. Robinet, P. Sardini, M. Siitari-Kauppi, D. Prêt, B. Yven. Upscaling the porosity of the Callovo-Oxfordian mudstone from the pore scale to the formation scale; insights from the 3H-PMMA autoradiography technique and SEM BSE imaging. *Sediment. Geol.* 2015, 321, 1–10
- [5] G. Desbois, N. Höhne, J.L. Urai, P. Bésuelle, G. Viggiani. Deformation in cemented mudrock (Callovo-Oxfordian Clay) by microcracking, granular flow and phyllosilicate plasticity: insights from triaxial deformation, broad ion beam polishing and scanning electron microscopy. *Solid Earth* 2017, 8, 291.
- [6] G. Viggiani, N. Lenoir, N., P. Bésuelle, M. Michiel, S. Mareello, J. Desrues, M. Kretzschmer. X-ray microtomography for studying localized deformation in fine-grained geomaterial under triaxial compression. *Comptes Rendus Mécanique* 2004, 332, 819–826.
- [7] J.C. Robinet. *Minéralogie, Porosité et Diffusion des Solutés dans L’argilite du Callovo-Oxfordien de Bure (Meuse, Haute-Marne, France) de L’échelle Centimétrique à Micrométrique*. Ph.D. Thesis, University of Poitiers, Poitiers, France, 2008
- [8] J.Y. Buffiere, E. Maire, J. Adrien, J.P. Masse, E. Boller. In situ experiments with X ray tomography: an attractive tool for experimental mechanics. *Exp. Mech.* 2010, 50, 289–305
- [9] M. Bornert, F. Vales, H. Gharbi, D. Nguyen Minh. Multiscale full-field strain measurements for micromechanical investigations of the hydromechanical behaviour of clayey rocks. *Strain* 2010, 46, 33–46.
- [10] G. Viggiani, P. Besuelle, J. Desrues. X-ray Micro Tomography as a Tool for Studying Localized Damage/deformation in Clay Rock; Technical Report: NEA-RWM-CLAYCLUB–2013-1; Nuclear Energy Agency of the OECD (NEA): Paris, France, 2013.
- [11] M. Sutton, W. Wolters, W. Peters, W. Ranson, W. S. McNeill. Determination of displacements using an improved digital correlation method. *Image Vis. Comput.* 1983, 1, 133–139.
- [12] T. Chu, W. Ranson, M.A. Sutton. Applications of digital-image-correlation techniques to experimental mechanics. *Exp. Mech.* 1985, 25, 232–244.
- [13] A. Buljac, C. Jailin, A. Mendoza, J. Neggiers, T. Taillandier-Thomas, A. Bouterf, B. Smaniotto, F. Hild, S. Roux. Digital volume correlation: review of progress and challenges. *Exp. Mech.* 2018, 58, 661–708.
- [14] R. Seghir, J.F. Witz, S. Courdert. YaDICs-Digital Image Correlation 2/3D Software; 2014. Available online: <http://yadics.univ-lille1.fr/wordpress/> (accessed on 13 July 2020).
- [15] B.K. Bay, T.S. Smith, D.P. Fyhrie, M. Saad. Digital volume correlation: three-dimensional strain mapping using X-ray tomography. *Exp. Mech.* 1999, 39, 217–226.
- [16] I. Serrano *et al.* Methodology linking formulation, microstructure and mechanical properties of friction materials. SAE Technical Paper 2016-01-1910, 2016, <https://doi.org/10.4271/2016-01-1910>.

- [17] A-C. Kak, M.Slaney, Principles of Computerized Tomographic Imaging; Society for Industrial and Applied Mathematics: Philadelphia, PA, USA, 2001
- [18] F.H. Attix. Introduction to Radiological Physics and Radiation Dosimetry; John Wiley & Sons: Hoboken, NJ, USA, 2008.
- [19] N. Limodin, T. Rougelot, G. Hauss. ISIS4D-In Situ Innovative Set-Ups under X-ray Microtomography. 2013. Available online: <http://isis4d.univ-lille1.fr/wordpress/> (accessed on 13 July 2020).
- [20] H. Shi, J. Hosdez, T. Rougelot, S. Xie, J. Shao, J. Talandier, G. Lacidogna. Digital Volume Correlation Applied to X-ray Micro-Tomography Images in Uniaxial Creep Tests on Anisotropic Clayey Rock. *Appl. Sci.* 2020, 10, 4898. <https://doi.org/10.3390/app10144898>
- [21] Catia V5 <https://www.3ds.com/fr/produits-et-services/catia/>
- [22] AVIZO 3D, FEI <http://www.fei.com/software/avizo3d/>
- [23] A. Buljac, C. Jailin, A. Mendoza, J. Neggers, T. Taillandier-Thomas, A. Bouterf, B. Smaniotto, F. Hild, S. Roux, Digital volume correlation: review of progress and challenges. *Exp. Mech.* 2018, 58, 661–708.
- [24] Seghir, R., Witz, J.F. and Coudert, S., (2014), YaDICs - Digital Image Correlation 2/3D software, <http://www.yadics.univ-lille1.fr>.
- [25] N. Dahdah, N. Limodin, A. El Bartali, J-F. Witz, R. Seghir, E. Charkaluk, J.Y. Buffiere., Damage Investigation in A319 Aluminium Alloy by X-ray Tomography and Digital Volume Correlation during InSitu High-Temperature Fatigue Tests. *Strain* 2016, 52, 324–335.
- [26] W. C. Oliver and G. M. Pharr, “An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments,” *J. Mater. Res.*, vol. 7, pp. 1564–1583, Jun. 1992.
- [27] W. C. Oliver and G. M. Pharr, “Measurement of hardness and elastic modulus by instrumented indentation: Advances in understanding and refinements to methodology,” *J. Mater. Res.*, vol. 19, pp. 3–20, 2004.
- [28] P. Brammer, O. Bartier, X. Hernot, G. Mauvoisin, S-S. Sablin. An alternative to the determination of the effective zero point in instrumented indentation: use of the slope of the indentation curve at indentation load values. *Materials and Design*, Elsevier, 2012, 40, pp.356-363
- [29] P. Brammer, X. Hernot, G. Mauvoisin, O. Bartier, S-S. Sablin. A method to take account of the geometrical imperfections of quasi-spherical indenters. *Materials and Design*, Elsevier, 2013, 49, pp.406-413
- [30] J. Hosdez, J. Witz, C. Martel, N. Limodin, D. Najjar, E. Charkaluk, P. Osmond, F. Szmytka, Fatigue crack growth law identification by Digital Image Correlation and electrical potential method for ductile cast iron. *Eng. Fract. Mech.* 2017, 182, 577–594.
- [31] GSMH software <http://gmsh.info/>
- [32] R. Mann. Experiments and thermomechanical modelling of braking application & friction material characterization with loading history effect. PhD thesis, Lille, France, 2017
- [33] P. Dufrenoy, V. Magnier, R. Mann, A.-L. Cristol, and I. Serrano, “Methodology Linking Formulation, Microstructure and Mechanical Properties of Friction Materials,” SAE Technical Paper, SAE Inter., Sep. 2016.
- [34] R. Mann, V. Magnier, J.-F. Brunel, F. Brunel, P. Dufrenoy, and M. Henrion, “Relation between mechanical behavior and microstructure of a sintered material for braking application,” *Wear*, vol. 386–387, pp. 1–16, Sep. 2017.

- [35] F. Hild, S.Roux. Digital image correlation: from displacement measurement to identification of elastic properties—a review. *Strain*, 42(2):69–80, 2006.
- [36] J-F. Witz, S. Roux, F. Hild. “Mechanical properties of crimped mineral wools : Identification from digital image correlation”, *Journal of Engineering Materials and Technology*, vol. 130, pages 1-7, 2008
- [37] K.T. Kavanagh, R.W. Clough. Finite element applications in the characterization of elastic solids, *International Journal of Solids and Structures*, vol. 7, pages 11-23, 1971.
- [38] D. Marquardt. An Algorithm for Least-Squares Estimation of Nonlinear Parameters, *SIAM J. Appl. Math.*, pp. 11, 431-441, 1963.
- [39] D. Lecompte, A. Smits, H. Sol, J. Vantomme, D. Van Hemelrijck. Mixed numerical-experimental technique for orthotropic parameter identification using biaxial tensile test on cruciform specimens, *International Journal of Solids and Structures*, vol. 44, pages 1643-1656, 2007.
- [40] K. Genovèse, L.Lamberti, C. Pappalettere. Mechanical characterization of hyperelastic materials with fringe projection and optimization techniques, *Optics and Lasers in Engineering*, vol. 44 ,no. 5, pages 423-442,2006.
- [41] A. Khalfallah. Identification des lois de comportement élastoplastiques par essais inhomogènes et simulations numérique. Thèse de Doctorat, Université Tunis El Manar, Tunisie, 2004
- [42] R. Desmorat, Décomposition de kelvin et concept de contraintes effectives multiples pour les matériaux anisotropes, *Compte Rendu de Mécanique*, vol. 337. 2009.
- [43] R. Desmorat, Non-quadratic Kelvin modes based plasticity criteria for anisotropic materials, *International Journal of Plasticity*, 2011
- [44] A. Bona, Coordinate-free Characterization of the Symmetry Classes of Elasticity Tensors, *J Elasticity*, 2007.
- [45] J. Rychlewski, On hooke’s law. *Prikl. Matem. Mekhan.* 48, 303–314, 1984.
- [46] M. Mehrabadi, Cowin, S., Eigentensors of linear anisotropic elastic materials. *Quart. J. Mech. Appl. Math.* 43, 15–41, 1990.
- [47] ABAQUS 6.14, Dassault <http://abaqus.software.polimi.it/v6.14/index.html>

Conclusions générales et perspectives

L'objectif de cette thèse consistait à caractériser un matériau hétérogène, pour une application de freinage ferroviaire, dans le but de mieux comprendre les phénomènes et le rôle de chaque constituant et de quantifier ses propriétés mécaniques. Pour ce faire, une démarche basée sur un dialogue numérique/expérimental a été proposée autour de l'essai d'indentation, qui est un essai multiaxial, et donc en concordance avec la nature de chargement constaté lors du freinage, qui regroupe une compression uniaxiale accompagnée d'un couple de freinage, induisant un effet de cisaillement. Le choix d'un indenteur sphérique « Brinell » se justifie par sa capacité à simuler le contact plan/plan entre le matériau de friction et la surface de contact, ce qui le rend adapté à notre étude. Néanmoins, l'essai d'indentation comprend plusieurs difficultés liées aux paramètres à identifier, tel que l'aire de contact, la complaisance de la machine, la rigidité de la surface, les hypothèses établies lors du post-traitement... Une simulation numérique a été donc ajoutée pour quantifier ces paramètres.

La caractérisation a été réalisée à deux échelles : globale, avec un essai de macro-indentation Brinell qui a pour objectif de caractériser les propriétés mécaniques du matériau de friction, et locale qui permet une caractérisation à l'échelle des composants, via un essai d'indentation sous micro-tomographe.

Dans un premier temps, une étude d'un essai de macro-indentation Brinell sur un matériau de référence, ici le cuivre, a été réalisé. Ceci avait pour objectif de maîtriser le protocole d'essai. Cependant, le module d'élasticité obtenu était faible comparé à la valeur de référence donnée par le constructeur. Pour comprendre la raison de cette différence, des hypothèses ont été établies sur l'influence de la rigidité du support, du mode de calcul ou de la rigidité de la machine. Ainsi, un ensemble d'investigations a été mené dans le but de vérifier la validité de ces hypothèses, qui a montré que la défaillance venait du couple machine/indenteur Brinell dans le cas de la macro-indentation, responsable des valeurs erronées des déplacements. Une correction dépendante de la charge a été apportée au traitement analytique en considérant une complaisance de machine $C_f(F)$ non linéaire. La conclusion est la nécessité d'une correction uniquement pour les essais à faibles charges, dans le but de compenser les erreurs induites par la mise en place de l'essai.

Dans un second temps, une caractérisation par macro-indentation Brinell sur le matériau de friction a été réalisée, accompagnée d'essais de compression uniaxiaux et de mesures de propriétés par ultrasons, dans le but de conforter les mesures obtenues. En effet, à faibles charges, les résultats de l'ultrason sont comparables aux essais d'indentation et de compression, et à fortes charges, les modules d'élasticité obtenus en compression et en macro-indentation Brinell sont plus faibles en raison d'un endommagement du matériau. Cependant, même si l'ensemble des résultats obtenus par ces différentes méthodes converge vers des valeurs proches, celles-ci restent très faibles au regard des composants du matériau de friction (composé à 70% d'une matrice métallique fer-cuivre). Dans cet esprit, une étude de matériaux simplifiés, dérivés du matériau de friction, à complexité croissante, a montré que l'ajout du graphite rend le matériau isotrope transverse et fait chuter le module d'élasticité global. Une étude numérique à l'échelle locale sur un modèle biphasé, a permis d'étayer les explications à l'échelle des composants. En effet, l'introduction d'un élément, ici le graphite, induit un changement de la morphologie du matériau et donc un changement du comportement mécanique des autres composants (notamment la matrice), ce qui rend le matériau encore plus complexe à caractériser.

Enfin, une caractérisation à l'échelle des composants, par indentation sous micro-tomographe a été réalisée dans le but d'appréhender les mécanismes de déformations liées aux propriétés macroscopiques et de quantifier les propriétés mécaniques de composants du matériau de friction. Pour ce faire, un nouveau dispositif adapté à ce type d'essai a été conçu et mis en place. Cet essai multiaxial a été réalisé en utilisant la corrélation d'image volumique DVC. Des modes de déformations ont été obtenus, qui ont montré que les déformations maximales dans la direction d'indentation correspondent aux positions des graphites en surface et en volume. Les déformations dans le plan de cisaillement ne sont pas négligeables et sont liées à la sollicitation de la matrice. La quantification des propriétés de la matrice et de l'un des graphites, composant de plus grande taille et particulièrement influent, a été proposée à partir d'une méthode de recalage inverse couplé avec une méthode de décomposition de loi de comportement (décomposition en mode de Kelvin). Cette dernière a permis de réécrire le problème initial en découplant les propriétés sur un certain nombre de mode permettant ainsi de travailler plus aisément dans le cadre des matériaux anisotropes.

A court terme, une étude d'homogénéisation avec les propriétés calculées par la FEMU sera proposée, dans le but de comparer les propriétés homogénéisées avec les valeurs macroscopiques obtenues par macro-indentation Brinell. Dans un deuxième temps une

vérification de la pertinence des choix des volumes utilisés sera faite pour analyser les hypothèses de la modélisation et valider le VER, en comparant un modèle à échelle réelle (20x20x20 mm³) avec le modèle à échelle réduite (6,5x6,5x6,5 mm³).

Les prochains travaux pourront se focaliser sur l'évolution du matériau de friction sous sollicitation de freinage. Il s'agit, sur le plan expérimental, de mener une caractérisation du matériau de friction dans un état endommagé suite à l'exposition aux sollicitations exercées et à l'usure, en utilisant les essais d'indentation développés. Cette étape sera suivie d'une comparaison avec les résultats de l'étude déjà menée sur le matériau de friction à l'état neuf, dans le but de mieux comprendre le mode d'évolution avec la sollicitation. Les informations récoltées par cette démarche expérimentale, seront par la suite utilisés comme données pour enrichir le modèle numérique, avec identification de lois de comportement pour englober un cadre plus général, mêlant endommagement, plasticité, fissuration... Cette meilleure compréhension du matériau et de son comportement est un moyen d'améliorer le matériau de friction, pour le rendre plus durable.

L'analyse de l'essai d'indentation sous micro-tomographe peut être approfondie. Les mesures pourront être exploitées pendant la charge pour analyser les mécanismes d'endommagement du matériau, de suivre et identifier plus précisément l'évolution de la surface de contact. Ainsi, le spectre de l'analyse ne sera plus focalisé uniquement sur la décharge qui sert principalement à déterminer les propriétés élastiques.

La nouvelle méthode d'identification inverse FEMU couplée avec la décomposition en mode de Kelvin a permis de faciliter la caractérisation des matériaux hétérogènes. Cependant, cette méthode a montré une limite liée aux nombres d'inconnus à déterminés (4 paramètres uniquement). Cette approche a été efficace pour caractériser un matériau isotrope transverse avec 5 inconnues, en ajoutant une hypothèse sur les coefficients de Poisson. Cependant pour les matériaux orthotropes, le nombre d'inconnues dépasse largement les modes actifs par décomposition en mode de Kelvin. Il est donc indispensable d'apporter des améliorations sur cette nouvelle méthode d'identification inverse, pour étendre son efficacité sur des cas encore plus complexes.

On peut aussi penser à combiner ce type d'essai avec d'autres investigations à l'échelle des composants, sous microscopie par exemple, pour améliorer l'identification des mécanismes mis en jeu (composants, interfaces, porosités...) et de quantifier les paramètres des composants.

Liste des figures :

| | |
|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----|
| Fig. I.1. Représentation des géométries des pénétrateurs, a) Vickers, b) Berkovich et c) Knoop, montrant les angles entre les faces et l'empreinte résiduelle des diagonales d_1 et d_2 | 14 |
| Fig. I.2. Courbe charge-déplacement : principaux paramètres pour calculer le module d'élasticité et la dureté | 15 |
| Fig. I.3. Représentation d'une empreinte après déchargement selon l'Eq. I.11 | 20 |
| Fig. I.4 a Visualisation de l'aire de contact réelle A_r d'un indenteur pyramidal | 21 |
| Fig. I.4 b Visualisation de l'aire de contact projetée A_c d'un indenteur pyramidal..... | 21 |
| Fig. I.5. Représentation schématique des deux modes de déformation autour d'une empreinte remontée Pile-up et enfoncement Sink-in..... | 25 |
| Fig. I.6 Macro pénétrateur Zwick ZHU 2.5 et schéma de principe du système | 31 |
| Fig. I.7 Courbes charge-déplacement pour le cuivre à faibles et fortes charges | 32 |
| Fig. I.8 Histogramme du module d'élasticité pour toutes les charges de 50 à 1450 N avec un C_f constant..... | 33 |
| Fig. I.9 Essai de Macro-indentation Brinell a- sans bloc et b- avec bloc | 34 |
| Fig. I.10-a Courbes charge-déplacement pour le cuivre à faibles charges (1) sans et (2) avec bloc rigide | 35 |
| Fig. I.10-b Courbes charge-déplacement pour le cuivre à fortes charges (1) sans et (2) avec bloc rigide..... | 35 |
| Fig. I.11 Histogramme du module d'élasticité pour toutes les charges (1) sans et (2) avec bloc rigide..... | 36 |
| Fig. I.12-a Courbes charge-déplacement pour faibles charges sans bloc rigide pour (1) un indenteur Brinell et (2) un indenteur Vickers..... | 37 |
| Fig. I.12-b Courbes charge-déplacement pour fortes charges sans bloc rigide pour (1) un indenteur Brinell et (2) un indenteur Vickers | 37 |
| Fig. I.13 Courbes d'évolution de $1/S$ en fonction de $1/\sqrt{A_c}$ pour (1) un indenteur Brinell et (2) un indenteur Vickers..... | 38 |

| | |
|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----|
| Fig. I.14 Histogrammes de la comparaison du module d'élasticité pour toutes les charges de 50 à 1450 N pour (1) un indenteur Brinell et (2) un indenteur Vickers..... | 38 |
| Fig. I.15 Courbes charge-déplacement | 39 |
| Fig. I.16 Histogramme du module d'Young | 39 |
| Fig. I.17 Evolution de $1/S$ en fonction de $1/\sqrt{A_C}$ pour la micro-indentation Brinell | 41 |
| Fig. I.18 Courbe de l'évolution de la complaisance de la machine C_f en fonction de la charge F | 42 |
| Fig. I.19 Histogrammes de la comparaison du module d'élasticité Brinell en macro-indentation avec (1) C_f constant et (2) $C_f(F)$ pour toutes les charges de 50 à 1450N. | 43 |
| Fig. I.20 Histogramme du module d'élasticité sans les faibles charges pour $C_f(F) = \alpha F^\lambda$ en macro-indentation avec indenteur Brinell..... | 43 |
| Fig I.21 : Modèle numérique par éléments finis : cube-indenteur Brinell | 45 |
| Fig. I.22 Comparaison pour les fortes charges des courbes charge-déplacement expérimentale/numérique : sans et avec plasticité suivant les deux jeux de paramètres de Johnson-Cook..... | 46 |
| Fig II.1 : Observations MEB : a- Graphite 1 (x25 et x100), b- Graphite 2 (x30 et x70) | 57 |
| Fig II.2 : Procédé de fabrication des plaquettes de frein | 58 |
| Fig. II.3 : Micro-tomographie X de la MmCG1G1 (ou G36S) Direction transverse..... | 58 |
| Fig. II.4 : Image micro-tomographique de la MmCG1G1 (ou G36S) : a- zoom sur la zone des porosités autour du graphite G2, b-les vides interfaces, c- extraction et orientation des graphite | 59 |
| Fig II.5 : Dispositif de l'essai de compression suivant Mann <i>et al.</i> | 60 |
| Fig II.6 : Exemple de cycle de chargement utilisé pour la caractérisation en compression, avec les instants de prise d'image pour la corrélation | 61 |
| Fig II.7-a : Champ de déplacement vertical pour 20 MPa..... | 62 |
| Fig II.7-b : Champ de déformation vertical pour 20 MPa..... | 62 |
| Fig II.8 : Champs de déformation verticaux pour chaque niveau de chargement | 62 |
| Fig II.9-a : Courbe contrainte-déformation à partir des jauges de déformation..... | 63 |
| Fig II.9-b : Evolution du module d'élasticité pour une charge croissante résultats DIC..... | 63 |

| | |
|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----|
| Fig II.10 a-Dispositif de l'essai b-Image radiographique de l'échantillon c-Protocole de l'essai..... | 64 |
| Fig II.11 : Microstructure et résultats de la DVC du matériau fritté G36S..... | 64 |
| Fig II.12 Effort-déplacement par macro-indentation Brinell sur le MmCG1G2 a- faibles charges, b- fortes charges..... | 66 |
| Fig II.13 Histogramme faibles et fortes charges..... | 66 |
| Fig II.14- a : Champ de déplacement vertical pour l'essai de compression uniaxiale sur le MmCG1G2 pour une charge de 20MPa | 67 |
| Fig II.14- b : Champ de déformation vertical pour l'essai de compression uniaxiale sur le MmCG1G2 pour une charge de 20MPa | 67 |
| Fig II.15 : Champs de déformation verticaux pour chaque niveau de chargement pour l'essai de compression uniaxiale sur le MmCG1G2 | 68 |
| Fig II.16 : Champ de déformation obtenu par essai de compression uniaxiale sur le MmCG1G2 à une charge de 20MPa composé avec l'image de la microstructure..... | 68 |
| Fig II.17 : Courbe Contrainte – déformation moyenne pour un essai de compression uniaxiale sur le MmCG1G2 pour des charges de 5, 10 et 20MPa | 69 |
| Fig II.18 : Evolution du module d'élasticité pour un essai de compression uniaxiale sur le MmCG1G2 en fonction de la contrainte appliquée | 69 |
| Fig II.19 Effort-déplacement par macro-indentation Brinell sur le MmCG1G2 a- faibles charges, b- fortes charges | 70 |
| Fig II.20 : Histogramme du module d'élasticité du MmCG1G2 obtenu par essai multiaxial de macro-indentation Brinell à faibles et fortes charges..... | 71 |
| Fig II.21 Evolution du module d'Young obtenu par macro-indentation Brinell sur le MmCG1G2 en fonction de la charge avec $C_f(F)$ corrigé : a- faibles charges, b- fortes charges | 71 |
| Fig II.22 : Échantillon du matériau de friction MmCG1G2 et les directions de normale et transverses..... | 72 |
| Fig II.23 : Comparaison des modules d'élasticité du MmCG1G2 des travaux antérieurs en haut et travaux de la thèse en bas | 76 |
| Fig II.24 : Méthodologie de la caractérisation et la comparaison des modules d'élasticité obtenus par les trois méthodes..... | 78 |

| | |
|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----|
| Fig II.25 : Positions des points d'indentations lors de l'essai de macro-indentation Brinell sur le MmG1G2 à fortes et faibles charges..... | 82 |
| Fig II.26 : Matériau MmG1G2 : courbe charges-déplacement direction normale : a- faibles charges, b- fortes charges..... | 83 |
| Fig II.27 : Matériau MmG1G2 : courbe charges-déplacement direction transverse 1 : a- faibles charges, b- fortes charges..... | 83 |
| Fig II.28 : Matériau MmG1G2 : courbe charges-déplacement direction transverse 2 : a- faibles charges, b- fortes charges..... | 84 |
| Fig II.29 : Matériau MmG1G2 : histogramme du module élastique pour toutes les charges dans la direction normale | 85 |
| Fig II.30 : Matériau MmG1G2 : histogramme du module élastique pour toutes les charges : a-direction transverse 1, b- direction transverse 2 | 85 |
| Fig II.31 : Microstructure : a- issue de la Tomographie b- maillée | 88 |
| Fig II.32 : Conditions aux limites appliquées au modèle biphasé pour la simulation numérique de compression..... | 89 |
| Fig II.33 : Modèle numérique de la microstructure du MmCG1G2 avec indenteur Brinell..... | 90 |
| Fig II.34 : Méthodologie d'identification du module d'élasticité par indentation..... | 91 |
| Fig II.35 : Champ de déplacement a- direction normale b- transverse 1 et c- transverse 2..... | 92 |
| Fig II.36 : Courbes charges déplacements a- direction normale b- transverse 1 et c- transverse 2..... | 93 |
| Fig II.37 : Champ de déplacement a- direction normale b- transverse 1 et c- transverse 2..... | 94 |
| Fig II.38 Courbes charges déplacements a- direction normale b- transverse 1 et c- transverse 2..... | 94 |
| Fig II.39 Champ de déplacement a- direction normale b- transverse 1 et c- transverse 2..... | 95 |
| Fig II.40 Courbes charges déplacements a- direction normale b- transverse 1 et c- transverse 2..... | 96 |
| Fig II.41 Champ de déplacement a- direction normale b- transverse 1 et c- transverse 2..... | 97 |
| Fig II.42 Courbes charges déplacements a- direction normale b- transverse 1 et c- transverse 2..... | 97 |
| Fig.III.1. Dispositif de l'essai de compression sous micro-tomographe..... | 106 |
| Fig.III.2. Support de l'indenteur : a- Plan d'ensemble de l'indenteur, b- Montage du dispositif..... | 107 |

| | |
|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----|
| Fig.III.3 : Graphe effort-déplacement de l'essai de compression de la bille en verre | 108 |
| Fig.III.4 : Reconstitution 3D des images tomographiques 2D de l'essai d'indentation | 109 |
| Fig.III.5 : Dispositif de l'essai d'indentation sous micro-tomographe – Zoom sur l'ensemble montage+ échantillon | 109 |
| Fig.III.6 : Niveaux de chargement de l'essai d'indentation sous micro-tomographe en fonction du temps..... | 110 |
| Fig.III.7 : Micro-tomographie X du matériau de friction MmCG1G2 – Matrice (grise) et Graphite 2 (noir)..... | 111 |
| Fig III.8 Différentes étapes du processus de corrélation de volume numérique (DVC) avec le logiciel YaDICs..... | 111 |
| Fig III.9 : Champ de déformation suivant la direction d'indentation ϵ_{zz} pour une simulation numérique d'un essai d'indentation Brinell sur un matériau homogène..... | 112 |
| Fig.III.10. a- : Déformation volumique de Von Mises ϵ_{VM} | 113 |
| Fig.III.10. b- : Projetée de la déformation de Von Mises ϵ_{VM} sur le plan xz | 113 |
| Fig.III.11. a- : Déformation volumique suivant la direction d'indentation ϵ_{zz} | 113 |
| Fig.III.11. b- : Projetée de la déformation suivant la direction d'indentation ϵ_{zz} sur le plan xz | 113 |
| Fig.III.12 : Superposition du champ de déformation ϵ_{zz} avec la microstructure | 114 |
| Fig.III.13 : Superposition du champ de déformation ϵ_{zz} avec la microstructure a- pour la double coupe des plans (xz) et (yz) et b- sa rotation de 90° autour de l'axe z | 115 |
| Fig.III.14 : Ensemble des champs de déformations dans le plan xz pour une charge de 1450 N | 116 |
| Fig.III.15 : Déformation ϵ_{zz} suivant la direction de l'indentation pour six niveaux de charges | 117 |
| Fig.III.16 : Déformation ϵ_{zz} suivant la direction de la compression en 2D | 117 |
| Fig.III.17 : Evolution de la déformation ϵ_{zz} à la zone de contact en fonction de la charge appliquée .. | 118 |
| Fig.III.18 : Comparaison des aires de contacts issues de la tomographie et de la macro-indentation Brinell et du contact de Hertz | 119 |
| Fig III.19 : Image de la microstructure : a- à l'état brut, b- après application du filtre médian | 120 |

| | |
|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----|
| Fig III.20 : Microstructure du matériau de friction : a- après diminution de la taille, b- avec segmentation, c- interfaces en rouge | 121 |
| Fig.III.21 : Aperçu de la zone à mailler : a- sur la microstructure du matériau de friction : b- Superposition avec le champ de déformation suivant la direction d'indentation..... | 122 |
| Fig.III.22 : Maillage obtenu sur une structure réduite du modèle biphasé du matériau de friction..... | 122 |
| Fig.III.23 : Conditions aux limites sur les six faces | 123 |
| Fig.III.24 : Méthode de recalage inverse des éléments finis appliquée à la décomposition en modes de Kelvin..... | 128 |
| Fig.III.25 : Modélisation de l'essai Brinell | 128 |
| Fig.III.26 : Matériau homogène comportement isotrope : Déformées des six modes de Kelvin | 129 |
| Fig.III.27 : Matériau homogène comportement isotrope : Evolution des deux valeurs propres λ_1 et λ_2 en fonction des calculs | 130 |
| Fig.III.28 : Matériau homogène comportement isotrope : Comparaison des déformées des modes 1 et 2 de référence et celles obtenues par identification inverse | 130 |
| Fig.III.29 : Matériau homogène comportement isotrope-transverse : Déformées des six modes de Kelvin de référence | 132 |
| Fig.III.30 : Matériau homogène comportement isotrope-transverse : Evolution des quatre valeurs propres $\lambda_1, \lambda_2, \lambda_3$ et λ_4 en fonction des calculs | 133 |
| Fig.III.31 : Matériau homogène comportement isotrope-transverse : Comparaison des déformées des modes 1, 2, 3 et 4 de référence et celles obtenues par identification inverse | 133 |
| Fig.III.32 : Modèles hétérogènes du matériau biphasé : a- complet, b- réduit | 135 |
| Fig.III.33 : Matériau hétérogène MmCG1 + G2 : Evolution des valeurs propres pour le graphite G2 isotrope en fonction des calculs | 136 |
| Fig.III.34 : Matériau hétérogène MmCG1 + G2 : Evolution des valeurs propres pour la matrice MmCG1 isotrope transverse en fonction du temps de calculs..... | 137 |
| Fig.III.35. a- : Matériau hétérogène MmCG1 + G2 avec deux phases G2 isotrope et MmCG1 isotrope transverse : Comparaison des déformées des modes 1, 2 et 3 de référence et celles obtenues par identification inverse..... | 137 |

| | |
|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----|
| Fig.III.35.b- : Matériau hétérogène MmCG1 + G2 avec deux phases G2 isotrope et MmCG1 isotrope transverse : Comparaison des déformées des modes 4, 5 et 6 de référence et celles obtenues par identification inverse..... | 138 |
| Fig.III.36 : Evolution des deux valeurs propres pour le graphite G2 isotrope | 141 |
| Fig.III.37 : Evolution des quatre valeurs propres pour la matrice MmCG1 isotrope transverse | 141 |
| Fig.III.38 : Comparaison des déformations suivant la direction d'indentation ε_{zz} obtenues a- en expérimental b- en simulation numérique..... | 143 |

Liste des tableaux

| | |
|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----|
| Tableau I.1. Dureté Martens pour les tests d'indentation classiques instrumentés, en tenant compte de la zone de contact réelle ou projetée..... | 21 |
| Tableau I.2. Trois méthodes pour calculer le Cf | 28 |
| Tableau I.3 : Valeurs de la limite d'élasticité A, du module et coefficient d'écroutissage, B et n, du modèle de Johnson-Cook..... | 46 |
| Tableau II.1 : Composition massique du G35..... | 55 |
| Tableau II.2 : Composition de base de matériau fritté MmCG1G2..... | 56 |
| Tableau II.3 : Procédure de l'essai de compression..... | 61 |
| Tableau II.4 : Echantillon MmCG1G2 : dimensions, masse et densité..... | 73 |
| Tableau II.5 : Vitesse des ultrasons pour les modes de cisaillement et longitudinal le long des axes principaux..... | 74 |
| Tableau II.6 : Constantes élastiques calculées à partir de la symétrie isotrope transversale..... | 74 |
| Tableau II.7: Constantes d'ingénierie calculées à partir des essais ultrasons pour le MmCG1G2 | 75 |
| Tableau II.8 : Composition et pourcentage volumique des matériaux simplifiés étudiés..... | 77 |
| Tableau II.9 : Matériaux simplifiés : dimensions, masses et densités | 79 |
| Tableau II.10 : Vitesse des ultrasons pour les modes de cisaillement et longitudinal le long des axes principaux..... | 79 |
| Tableau II.11 : Constantes élastiques calculées à partir de la symétrie isotrope transversale..... | 80 |
| Tableau II.12 : Constantes d'ingénierie à calculées à partir des essais ultrasons | 80 |
| Tableau II.13 : Modules d'élasticités des matériaux simplifiés..... | 86 |
| Tableau II.14 : Comparaison des modules d'élasticité obtenus par les trois méthodes de caractérisation et pour les différents matériaux | 87 |
| Tableau II.15 : Propriétés mécaniques des deux phases du matériau de friction MmCG1G2 selon les 4 cas d'étude..... | 92 |
| Tableau II.16 : Valeurs de : raideur, aire de contact, module réduit et module d'élasticité, obtenues par simulation numérique de l'essai d'indentation pour les trois directions pour le cas 1..... | 93 |

| | |
|------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----|
| Tableau II.17 : Valeurs de : raideur, aire de contact, module réduit et module d'élasticité, obtenues par simulation numérique de l'essai d'indentation pour les trois directions pour le cas 2..... | 95 |
| Tableau II.18 : Valeurs de : raideur, aire de contact, module réduit et module d'élasticité, obtenues par simulation numérique de l'essai d'indentation pour les trois directions pour le cas 3..... | 96 |
| Tableau II.19 : Valeurs de : raideur, aire de contact, module réduit et module d'élasticité, obtenues par simulation numérique de l'essai d'indentation pour les trois directions pour le cas 4..... | 98 |
| Tableau II.20 : Résultats des modules obtenus par simulation de compression et indentation MmCG1 + G2 dans les 4 cas d'étude suivant les trois directions | 99 |
| Tableau III.1 : Matériau homogène comportement isotrope : Erreurs relatives des valeurs propres et propriétés mécaniques | 131 |
| Tableau III.2 : Matériau homogène comportement isotrope-transverse : Les erreurs relatives pour les λ_i , E_i , ν_{ij} et G_{ij} | 134 |
| Tableau III.3 : Propriétés mécaniques dans le cas hétérogène pour les deux phases G2 isotrope et MmCG1 isotrope transverse..... | 135 |
| Tableau III.4 : Matériau hétérogène MmCG1 +G2 avec deux phases G2 isotrope et MmCG1 isotrope transverse : Erreurs relatives pour les λ_i , E_i , ν_{ij} et $G_{tn,M}$ | 139 |
| Tableau III.5 : Propriétés mécaniques pour le cas hétérogène des deux phases du matériau de friction MmCG1 + G2, G2 isotrope et MmCG1 isotrope transverse, obtenues par indentification inverse FEMU..... | 142 |

Annexe 1 : Influence de la complaisance de la machine C_f sur l'évolution du module d'élasticité

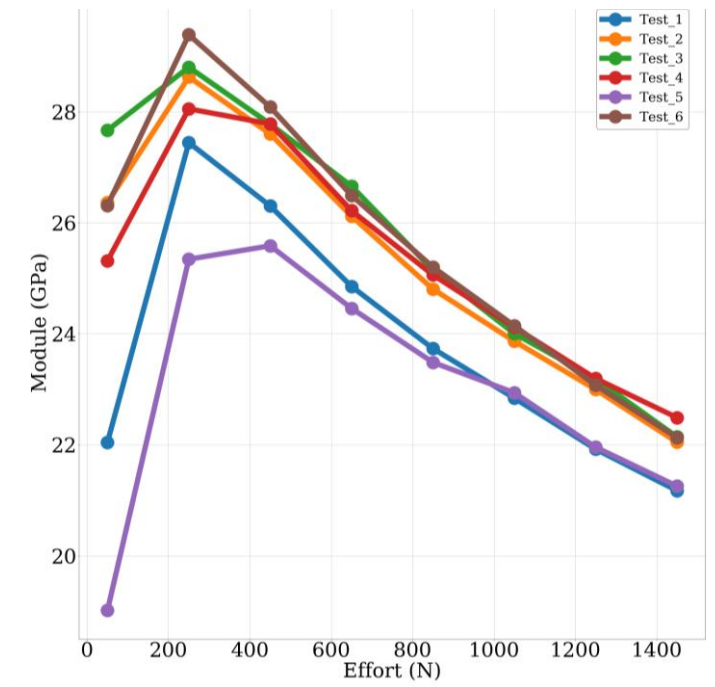


Fig.1 Evolution du module d'Young obtenu par macro-indentation Brinell sur le cuivre en fonction de la charge avec correction C_f calculé par tous les points (de 50 à 1450N)

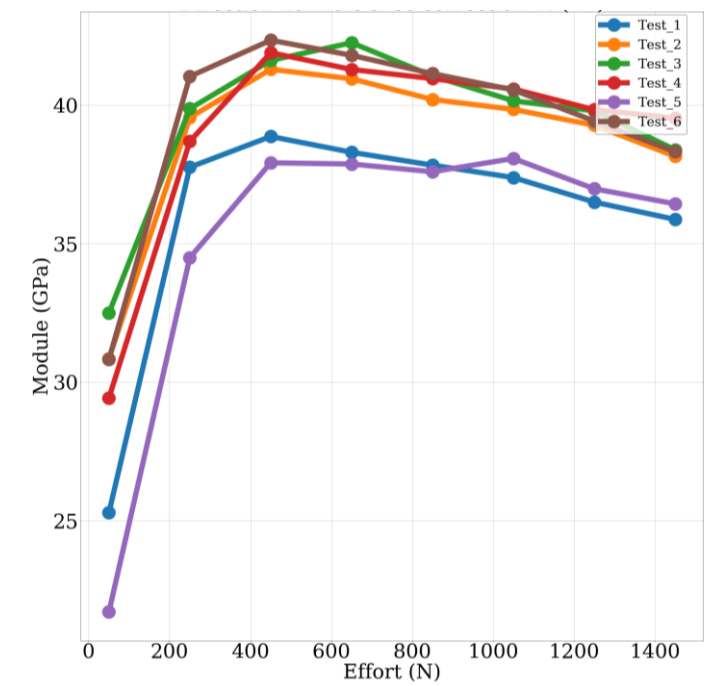


Fig.2 Evolution du module d'Young obtenu par macro-indentation Brinell sur le cuivre en fonction de la charge avec correction C_f calculé par tous les points (de 250 à 1450N)

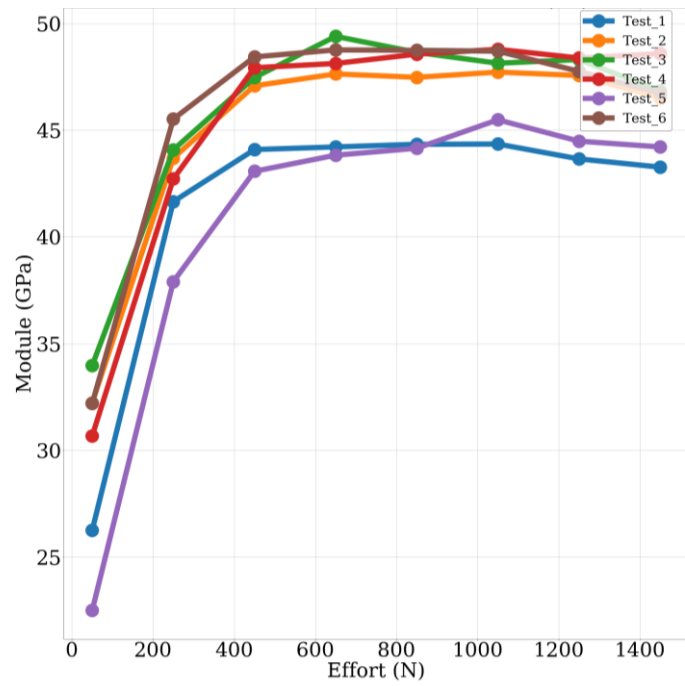


Fig.3 Evolution du module d'Young obtenu par macro-indentation Brinell sur le cuivre en fonction de la charge avec correction C_f calculé par tous les points (de 450 à 1450N)

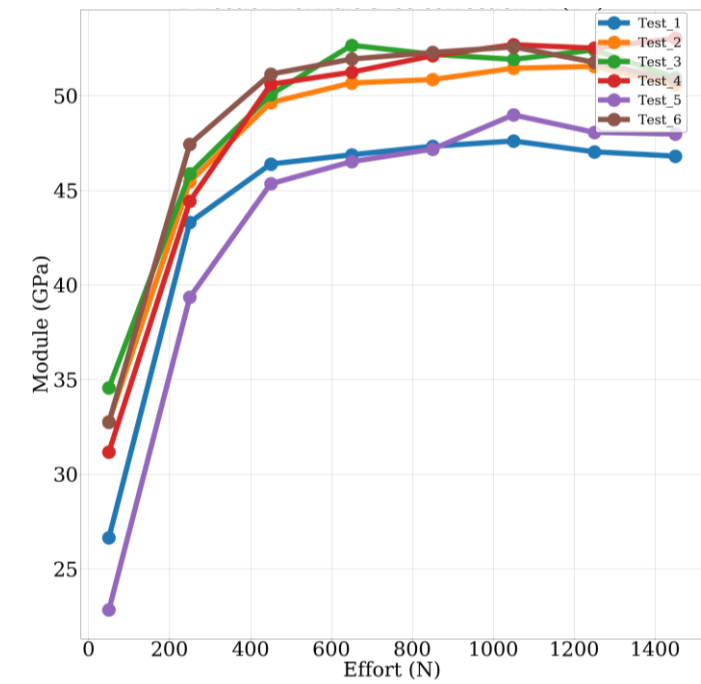


Fig.4 Evolution du module d'Young obtenu par macro-indentation Brinell sur le cuivre en fonction de la charge avec correction C_f calculé par tous les points (de 650 à 1450N)

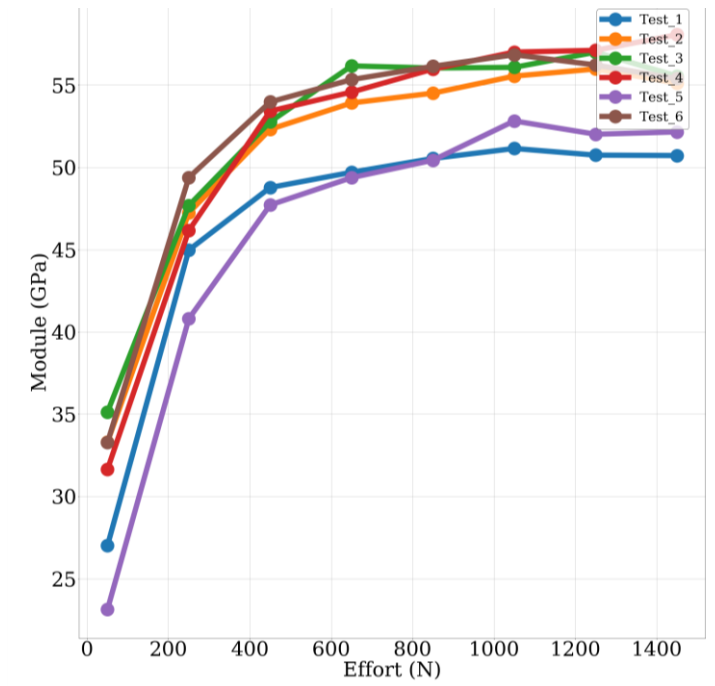


Fig.5 Evolution du module d'Young obtenu par macro-indentation Brinell sur le cuivre en fonction de la charge avec correction C_f calculé par tous les points (de 850 à 1450N)

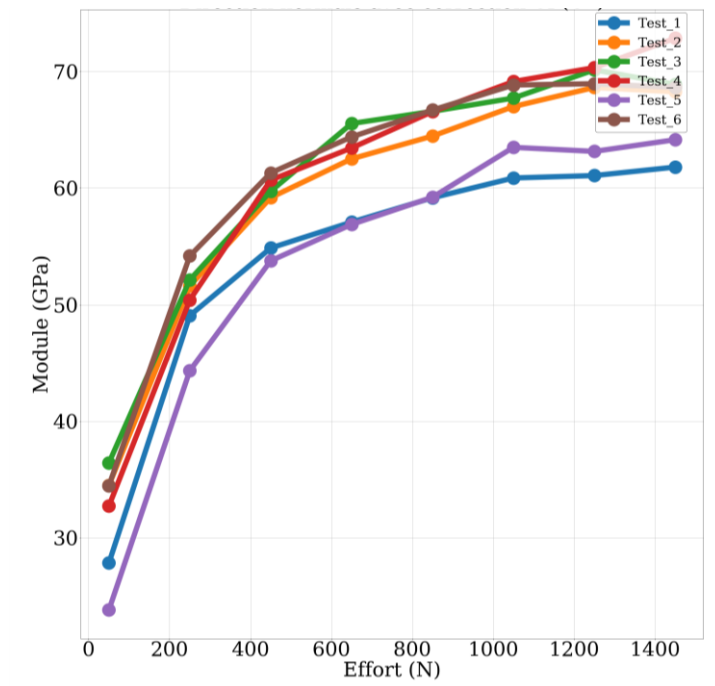


Fig.6 Evolution du module d'Young obtenu par macro-indentation Brinell sur le cuivre en fonction de la charge avec correction C_f calculé par tous les points (de 1050 à 1450N)

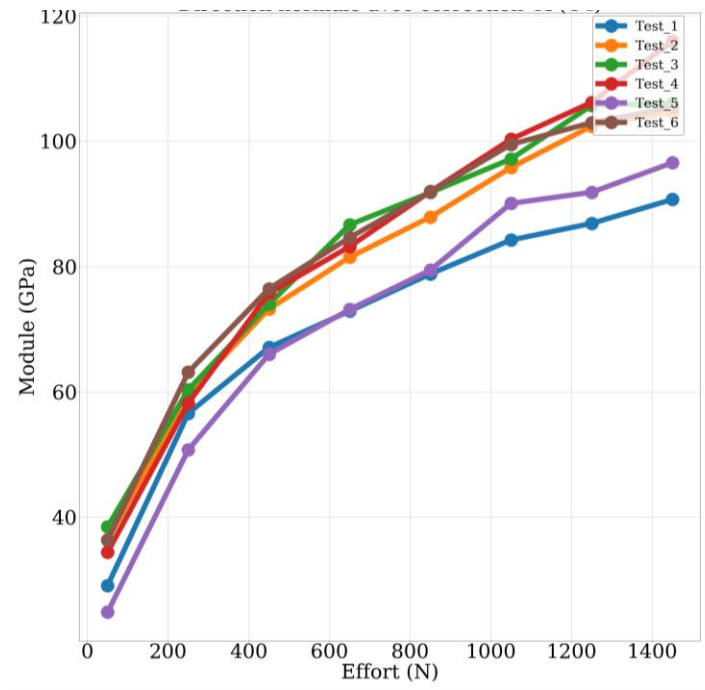


Fig.7 Evolution du module d'Young obtenu par macro-indentation Brinell sur le cuivre en fonction de la charge sans correction C_f

Annexe 2 : Application de l'hypothèse d'Oliver & Pharr sur un modèle numérique d'un matériau isotrope et isotrope transverse

Le post traitement des essais d'indentation sous hypothèse d'Oliver & Pharr se fait en considérant le matériau isotrope. L'objectif de cette étude est de considérer son applicabilité sur les cas isotropes transverses. Ainsi, des simulations sur des modèles de matériaux isotropes et isotropes transverses, indentés en directions normale ou transverse avec deux types d'indenteurs : sphérique (Brinell) et pyramidal (Vickers), sont effectuées, pour d'une part voir l'influence de la géométrie de l'indenteur sur le calcul des modules équivalents et pour d'autre part vérifier la validité de l'hypothèse d'Oliver & Pharr pour le cas des matériaux isotropes transverses.

Un modèle par élément fini d'une simulation numérique de l'essai d'indentation sur un modèle cubique de 20mmx20mmx20mm d'un matériau homogène ayant les propriétés mécaniques suivantes :

Pour le cas isotrope : $E = 10 \text{ GPa}$ et $\nu = 0.2$

Pour le cas isotrope transverse (la direction normale correspond à l'axe Z) : $E_z = 10 \text{ GPa}$, $E_x = E_y = 30 \text{ GPa}$ et $\nu_{xy} = \nu_{yx} = 0.18$ et $\nu_{zx} = \nu_{zy} = 0.12$ (Tab 1).

| Cas isotrope | Cas isotrope transverse |
|----------------------|---------------------------------------------------------------------------------------------|
| $E = 10 \text{ GPa}$ | $E_z = 10 \text{ GPa}$ $E_x = E_y = 30 \text{ GPa}$ $G_{xz} = G_{yz} = 7 \text{ GPa}$ |
| $\nu = 0,2$ | $\nu_{xy} = \nu_{yx} = 0.18$ $\nu_{zx} = \nu_{zy} = 0.12$ |

Tableau 1 : Propriétés mécaniques du matériau homogène dans le cas isotrope et isotrope transverse

Le modèle numérique est composé de 200000 éléments, avec un maillage cubique, plus fin au niveau du point d'indentation, et des conditions aux limites similaires à l'essai de la macro-indentation, qui se traduisent par un appui plan sur la surface inférieure et un encastrement du nœud au centre de cette surface. Un indenteur sphérique du type Brinell de 5mm de diamètre et

un indenteur pyramidal de type Vickers d'un demi-angle entre les faces opposées de $\psi = 68^\circ$, ont été ajoutés au modèle avec une surface rigide non maillée, afin d'éviter le chevauchement des éléments maillés. Le contact est considéré sans frottement. L'indentation se fait suivant les 3 directions. Dans cette simulation, le pilotage se fait par déplacement directionnel de l'indenteur, suivant l'axe Z, $U = 0.5\text{mm}$.

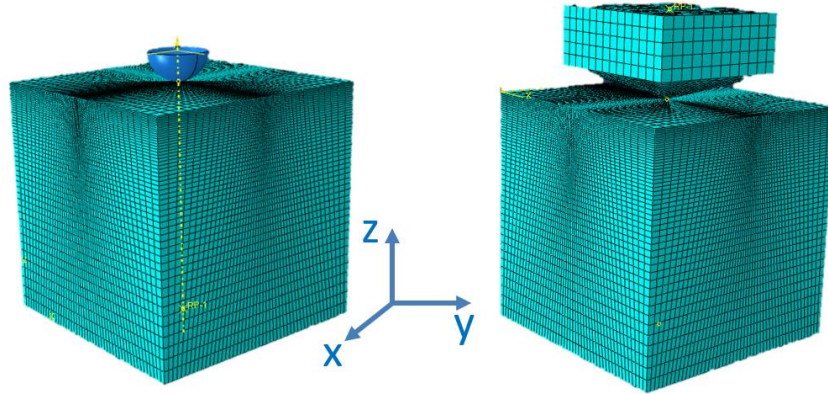


Fig 1: Modèles numériques avec indenteur Brinell (à g.) et Vickers (à d.)

Le modèle numérique permet de déterminer l'aire de contact numérique A_{cp} et la profondeur de pénétration h_{max} . L'identification de la raideur de contact S se fait à partir de la pente de la courbe charge-déplacement $P = f(h)$. Le module équivalent E_r peut être calculé avec la relation :

$$E_r = \frac{S}{2} \sqrt{\frac{\pi}{A_{cp}}} \quad (1)$$

La Fig 2 résume le principe de la simulation, qui consiste à faire une macro-indentation (charge-décharge) avec un indenteur (Brinell ou Vickers) sur un modèle de matériau homogène, en choisissant une loi de comportement (isotrope ou isotrope transverse), ce qui permet de déterminer la profondeur h et l'aire de contact A_{cp} , à partir de la courbe charge-déplacement. Ensuite, la raideur de contact S est identifiée à partir de la pente de la courbe de décharge. Ainsi l'ensemble des paramètres nécessaires pour calculer le module équivalent E_r ont été déterminés.

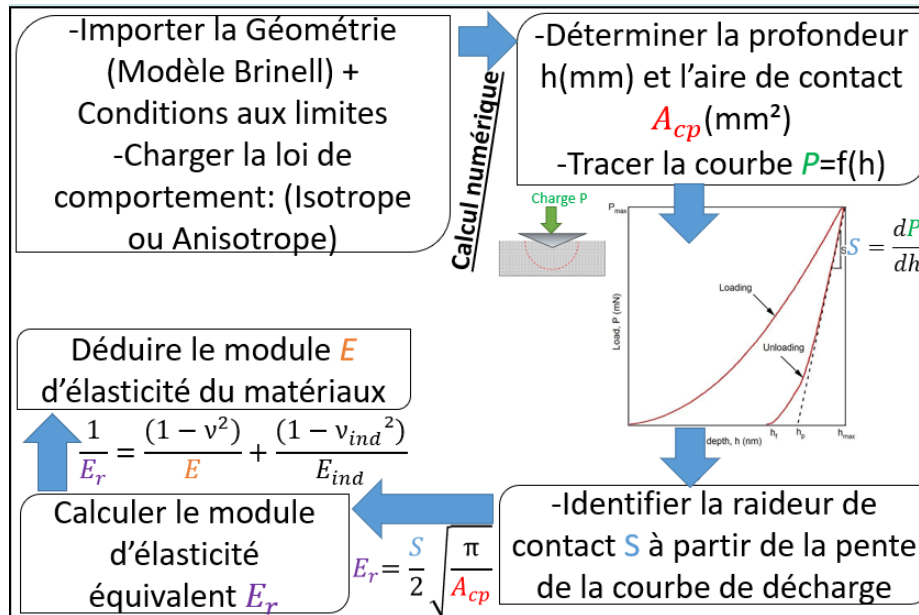


Fig 2: Méthodologie d'identification du module d'élasticité réduit équivalent par indentation

Trois simulations numériques par modèle seront effectuées, comme détaillé sur la fig 3 :

- Simulation 1 : indentation suivant la direction normale (z) pour le cas isotrope
- Simulation 2 : indentation suivant la direction normale (z) pour le cas isotrope transverse
- Simulation 3 : indentation suivant la direction transverse 1 (x) pour le cas isotrope transverse

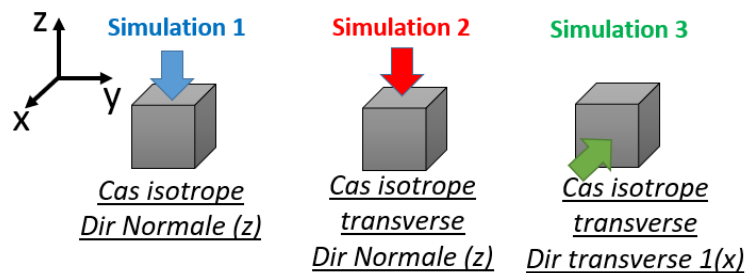


Fig 3 : Simulations numériques effectuées pour chaque modèle

La fig 4 regroupe l'ensemble des courbes charge-déplacement obtenues pour chaque simulation sur les deux modèles d'indenteurs Brinell et Vickers. Les trois simulations numériques se passent dans le domaine élastique, ainsi, les courbes de charge et décharges sont presque confondues.

D'après ces courbes, pour le même niveau de chargement et pour la même simulation, le modèle avec un pénétrateur Vickers donne un déplacement plus important que pour le modèle Brinell, ce qui est logique, puisque pour un indenteur pyramidal, le fait d'avoir une pointe dans le point de contact facilite la pénétration en profondeur, comparé à un contact sphérique. Ce même résultat est observé expérimentalement dans le chapitre §A.2.3.1. De même, ayant la même valeur initiale du module normal pour le cas isotrope et isotrope transverse, l'indentation suivant cette direction montre une différence au niveau des courbes bleues et rouges de charge-décharge. Cependant, l'indentation dans la direction transverse 1 (courbes vertes) pour les deux modèles (Brinell et Vickers), montre que le matériau est plus raide suivant la direction transverse que normale.

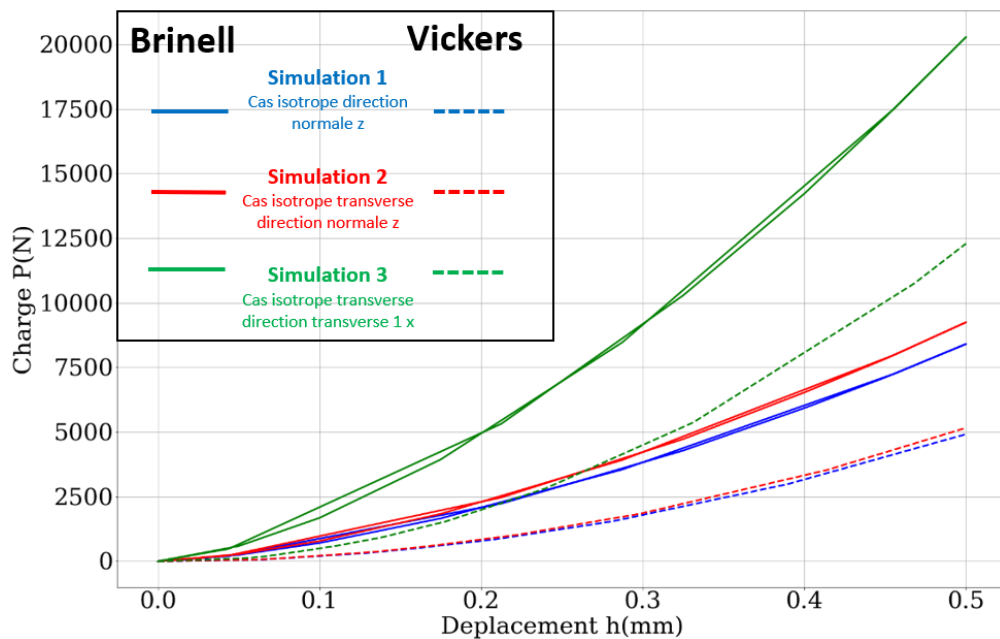


Fig 4 : Courbes charge-déplacement sur les deux modèles Brinell et Vickers cas homogène isotrope (en bleu) et isotrope transverse (rouge et vert)

Le tableau 2 regroupe l'ensemble des résultats obtenus pour les 3 simulations numériques sur les deux modèles de pénétrateurs. On y retrouve la raideur S , l'aire de contact projeté A_{cp} , et le module d'Young réduit E_r .

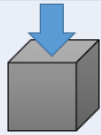
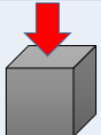

| |  |  |  |
|----------------|-----------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------------------------------------------------------|-------------------------------------------------------------------------------------|
| Brinell | S = 22835 N/mm Acp = 2.94 mm ² Er = 11800 MPa | S = 25063 N/mm Acp = 1.96 mm ² Er = 15861 MPa | S = 60602 N/mm Acp = 4.22 mm ² Er = 26137 MPa |
| Vickers | S = 17541 N/mm Acp = 1.96 mm ² Er = 11101 MPa | S = 18921 N/mm Acp = 1.22 mm ² Er = 15177 MPa | S = 40749 N/mm Acp = 2.01 mm ² Er = 25466 MPa |

Tableau 2 : Valeurs de la raideur S, l'aire de contact projetée A_{cp}, et le module réduit Er, obtenues pour les cas homogène isotrope (en bleu) et isotrope transverse (rouge et vert) sur les modèles Brinell et Vickers.

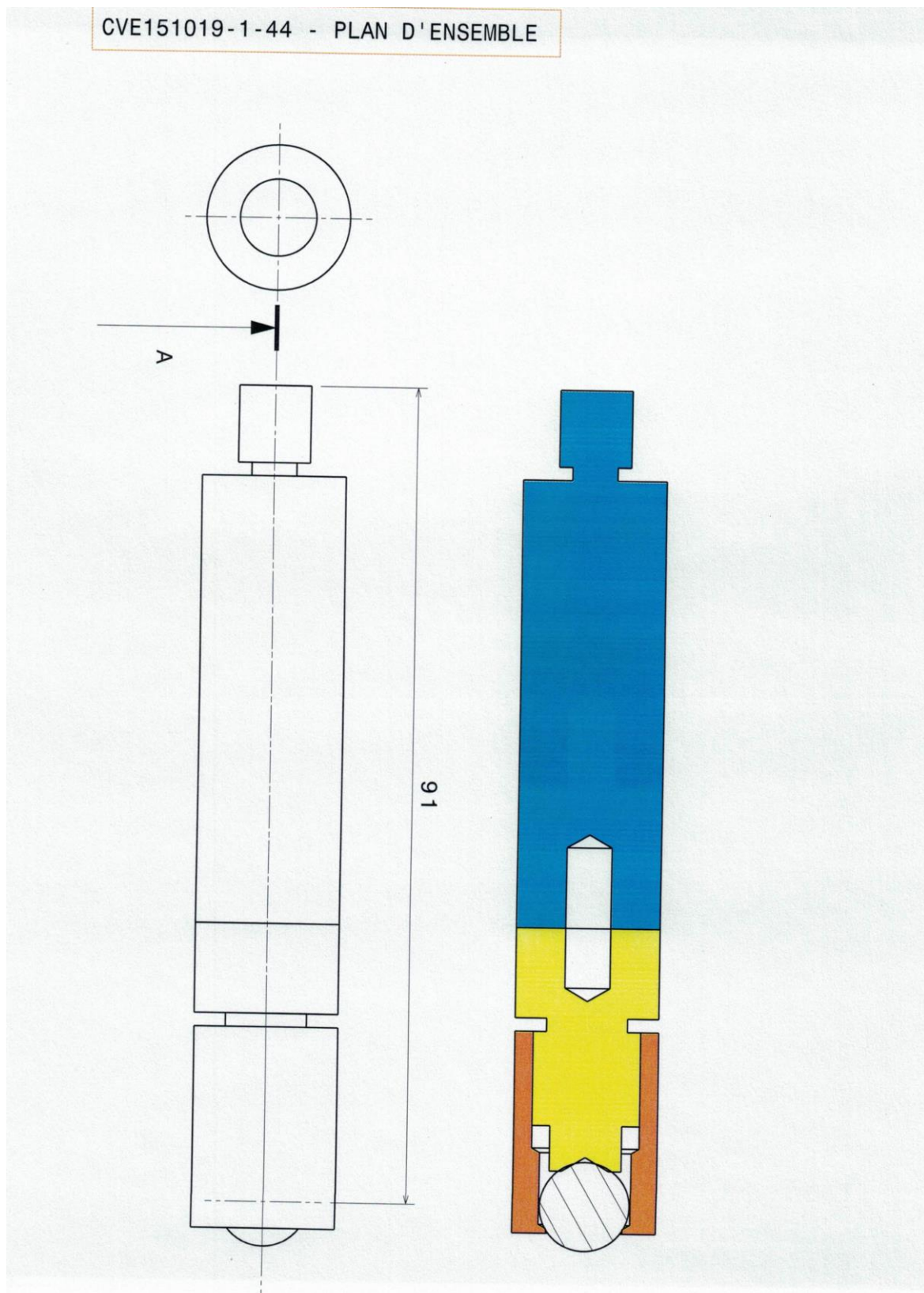
La comparaison des modules réduits montre que pour les 2 types d'indenteur, les modules obtenus sont très proches (une différence entre 2 et 6%), pour les trois simulations. La géométrie de l'indenteur n'influence pas les résultats des modules, ce qui est attendu.

Cependant, pour le cas isotrope transverse, les modules obtenus que ce soit dans la direction normale (15 GPa) ou transverse (25 GPa) sont très différentes des valeurs initiales de référence (respectivement 10 GPa et 30 GPa), ceci montre que le module normal est surestimé car il est affecté par la rigidité transverse, et inversement pour le module transverse. Donc ces résultats montrent que l'hypothèse d'Oliver & Pharr, qui considère le matériau comme isotrope lors du post-traitement, s'écarte de la solution pour le cas isotrope transverse, car il s'agit d'un essai 3D et donc affecté par les autres directions.

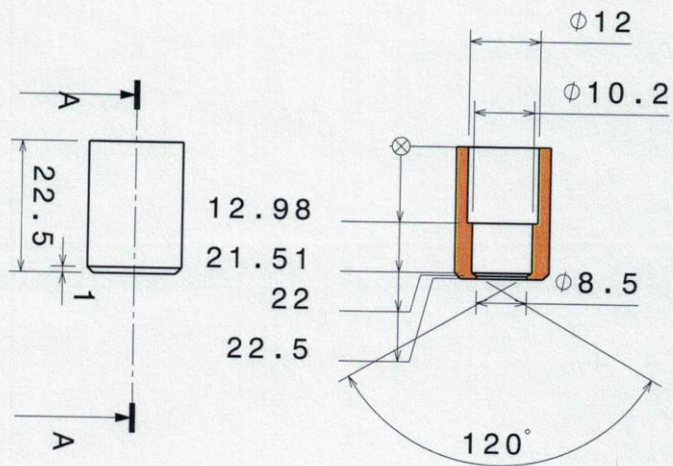
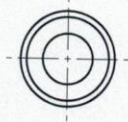
Enseignements tirés :

- Pas d'influence de la géométrie de l'indenteur sur les modules équivalents réduits
- La méthode d'Oliver & Pharr s'écarte de la solution pour le cas des matériaux isotropes transverses.

Annexe 3 : Plan de conception du nouveau support pour l'essai d'indentation sous micro-tomographe

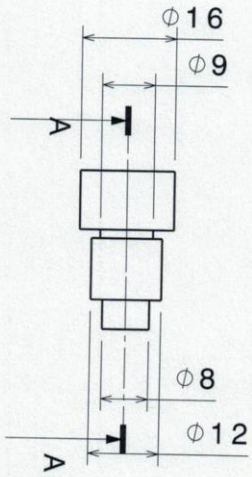
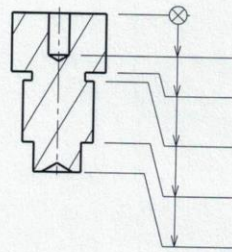


SUPPORT BILLE - QUANTITE 1 -ALUMINIUM - QUANTITE 1



TIGE BILLE 2 - ALUMINIUM - QUANTITE 1

7.1
10
11.5
22
27



TIGE BILLE 1 - QUANTITE 1 -ALUMINIUM

